



Cabudare, 22 al 26 de Noviembre de 1999
Venezuela

31 / 32

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
Tabla de Contenidos	2
Anfitriones y Patrocinantes	3
Comité Organizador	4
Programa General	5
Conferencias invitadas	8
Ponencias	14

ANFITRIONES

- **UNIVERSIDAD CENTROCCIDENTAL LISANDRO ALVARADO (UCLA).
Departamento de Química y Suelos, Decanato de Agronomía.**
- **UNIVERSIDAD SIMON BOLIVAR. Laboratorio de Física Nuclear.
Departamento de Física.**
-

PATROCINANTES

- **CONSEJO DE DESARROLLO CIENTÍFICO HUMANÍSTICO Y TECNOLÓGICO
DE LA UNIVERSIDAD CENTROCCIDENTAL LISANDRO ALVARADO.**
- **ALCALDIA MUNICIPIO PALAVECINO, CABUDARE, ESTADO LARA,
VENEZUELA.**
- **DECANATO DE INVESTIGACIONES DE LA UNIVERSIDAD SIMON BOLIVAR.**
- **UNIVERSIDAD YACAMBU**
- **Vicerrectorado Administrativo. UCLA.**
- **Vicerrectorado Académico. UCLA**
- **Secretaría General. UCLA.**
- **Dirección de Cooperación y Relaciones Institucionales (DICORI). UCLA**
- **ASOVAC, Capítulo Lara.**
- **TRANS TRADERS CORP (TTC). Representantes de SIEMENS.**
- **TELCEL**
- **METROBUS LARA**
- **LICORERIAS UNIDAS**
- **CAFÉ FLOR DE PATRIA**
- **MERCABAR**
- **IBM**
- **SUPERARTESANIA.COM**

COMITÉ ORGANIZADOR

- **Fredy Vegas C., Departamento de Química y Suelos, Decanato de Agronomía, Universidad Centroccidental Lisandro Alvarado.**
- **Julián Arrechadera., Departamento de Química y Suelos, Decanato de Agronomía, Universidad Centroccidental Lisandro Alvarado.**
- **Tarcisio Capote L., Departamento de Química y Suelos, Universidad Centroccidental Lisandro Alvarado.**
- **Ingrid Segura, Departamento de Química y Suelos, Universidad Centroccidental Lisandro Alvarado.**
- **Eduardo Greaves N., Departamento de Física, Universidad Simón Bolívar.**
- **Lué-Merú Marcó P., Departamento de Química, Universidad Simón Bolívar.**

**PROGRAMA GENERAL DEL
"I TALLER LATINOAMERICANO DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X
DE REFLEXIÓN TOTAL Y SUS APLICACIONES."
CURSO BÁSICO SOBRE TXRF
FORO "INVESTIGACIÓN, CIENCIA Y DESARROLLO SUSTENTABLE:
LIMITACIONES Y OPORTUNIDADES."**

Cabudare, 22 al 26 de Noviembre de 1999.

Lunes 22 de Noviembre:

12:00 a 2:00 pm: Inscripción en el Taller y en el Curso TXRF

2:00 a 3:00 pm: Apertura del Evento

3.00 a 4:00 pm: Brindis de Bienvenida

4:00 a 6:30 pm: Inicio del curso TXRF.

Clase: Fundamentos de la Fluorescencia de Rayos X de Reflexión Total

Dictada por: Dr. Rony Ayala (Universidad de Guatemala, Guatemala)

7.00 a 10:00 pm: Actividad Social

Martes 23 de Noviembre

Mañana:

Taller TXRF

8:30 a 9:30 am: Conferencia Invitada: Dr. Peter Wobrauschek (Atominstitut, Viena, Austria).

9:30 a 10:00 am: Refrigerio

10:00 a 10:40 am: Dr. Virgilio Nascimento (Brasil)

10:40 a 11:20 am: Dr. Eduardo Greaves (Venezuela)

11:20 a 12:00 am: MSc.. Edwin Hernández (Venezuela)

12:00 a 2:00 pm: Almuerzo.

Tarde:

Curso TXRF:

2:00 a 3:15 Clase: Nuevos Avances en Instrumentación TXRF

Dictada por Dr. Peter Wobrauschek. (Atominstitut, Viena, Austria).

3:15 a 4:30: Clase: Análisis de Elementos Livianos por TXRF

Dictada por: Dra. Christine Strelí (Atominstitut, Viena, Austria).

4.30 a 5:00 pm: Refrigerio

5:00 a 6:00 pm : Clase: Preparación de Muestras para el Análisis TXRF, parte a.: Análisis Directo.

Dictada por: Dr. Eduardo Greaves (USB, Venezuela)

6:00 a 6:30 pm: Clase: Preparación de Muestras Parte c: Digestión de Muestras con Plasma Frío.

Dictada por Dr. Rony Ayala.

Taller TXRF:

3:30 a 4:30 pm: Conferencia Invitada: Dr. Rony Ayala (Universidad de Guatemala, Guatemala)

4:30 a 5:00 pm: Refrigerio.

5:00 a 6:30 pm: Mesas de Discusión TXRF.

Miércoles 24 de Noviembre

Mañana:

Taller TXRF.

8:30 a 9:30 am: Conferencia Invitada: Dr. Reinhold Klockenkaemper (ISAS-Dortmund, Alemania).

9:30 a 10:00 am: Refrigerio

10.00 a 11:00 am: Conferencia Invitada: Dr. Gyula Zaray: (ELTE, Budapest,Hungría).

11:00 a 11:30 am: Dr. Pedro Ávila P. (México).

11.30 a 12:00 m: Dr. Jacinto Liendo (Venezuela)

12:00 a 2.00 pm: Almuerzo.

Tarde: **Foro**

2:00 a 3.00 pm: Apertura del Foro. Palabras del representante del Ministro de Educación cultura y Deportes, Prof. Caribay de Navarro.

3.00 a 4:30: Ciclo de Conferencias Invitadas:

Dr. J.J. Montilla (Ministro de Agricultura y Cría) Por confirmar.

Dr. Carlos Genatios (Ministro de Ciencia y Tecnología) Por confirmar

4:30 a 5:00 pm: Refrigerio.

5.00 a 6:30 pm: Mesas de Trabajo del Foro.

Curso TXRF

2.00 a 3.00 pm: Clase: Preparación de Muestras para el Análisis TXRF.

Parte b. Digestión de Muestras vía Microondas

Dictada por: Dr. José Alvarado (Venezuela)

3:00 a 4:30 pm: Clase: Análisis de Muestras Inorgánicas.

Dictada por: Doctor Rony Ayala (Guatemala).

4:30 a 5:00 pm.: Refrigerio

5:00 a 6:30 pm: Clase: Análisis de Muestras Orgánicas.

Dictada por: Dr. Eduardo Greaves. (Venezuela).

8:00 a 12:00 pm: Actividad Social muy importante: Fiesta TXRF

Jueves 25 de Noviembre de 1999.

Mañana:

Taller TXRF.

8:30 a 9:30 am.: Conferencia Invitada: Dra. Christine Strelt (Atominstitut, Viena,Austria)

9:30 a 10:00 am: Refrigerio.

10:00 a 10:40 am: Román Padilla (Cuba)

10:40 a 11:20 am: Tarcisio Capote (Venezuela)

11:20 a 12:00 m: Lué Marcó (Venezuela)

12:00 a 2.00 pm: Almuerzo

Tarde: Reservada a las contribuciones orales no confirmadas y a la sesión de Pósters

Sesión de Pósters:

Dr. Manuel Valdez (Cuba)

Dr. Alessandro Tórboli (Italia)

MSc. Tarcisio Capote (Venezuela)

MSc. Lué-Merú Marcó(Venezuela)

Dr. Jesús Arroyo (Venezuela)

Poster UPEL-IPB, Barquisimeto.

Foro:

8:30 a 12:00 am: Ponencias por áreas temáticas, continuación de las discusiones en las mesas de trabajo y elaboración del Documento en las mesas de trabajo.

Tarde: **Foro**

2.00 a 4:30 pm: Continuación de Conferencias Invitadas:

Dr. Benjamin Scharifker (Venezuela).

Dra. Yajaira Fréitez (Venezuela).

Dr. Rony Ayala (Guatemala).

4:30 a 5.00 pm: Refrigerio.

5.00 a 6:30 pm: Continuación de las discusiones en las mesas de trabajo.

Elaboración de las conclusiones finales.

Curso TXRF.

2.00 a 6.30 pm: Sesión Práctica del programa QXAS para procesamiento de datos.

Análisis cualitativo y cuantitativo.

Asistida por: MSc. Tarcisio Capote y MSc. Lué-Merú Marcó P.

**CONFERENCIAS INVITADAS DEL "I TALLER LATINOAMERICANO TXRF Y SUS
APLICACIONES"**

1.- Dr. Peter Wobrauschek. Atominstitut, Viena, Austria

"New Advances in TXRF Instrumentation"

2.- Dr. Rony Ayala, Universidad de Guatemala, Guatemala.

- **Estructura, características y potencial de los equipos comerciales de reflexión total de rayos-x para análisis químico multielemental: Estado actual**

3.- Dr. Reinhold Klockenkaemper, ISAS-Dortmund, Alemania.

**"Total-Reflection X-ray Fluorescence
An Approach to Nanoanalysis –"**

4.- Dr. Gyula Zaray, Universidad Eotvoes Lorand, Budapest, Hungría

**"Microanalytical investigation of environmental samples
by TXRF-spectrometry"**

5.- Dra. Christine Strelí. Atominstitut, Viena, Austria.

"TXRF of low Z elements - sources and applications"



1.- New Advances in TXRF Instrumentation

Peter Wobrauschek

Atominstitut, Vienna, Austria.

The development of TXRF instruments from the first designs used in scientific research and prototypes for wide use in analytical application to most recent products will be presented. In particular the steps of increasing the flux of photons reaching the sample, using sources most convenient for TXRF - high power standing anodes tubes, rotating anode tubes, simultaneous multiple beam excitation, synchrotron radiation, special anode materials as binary alloys or Si- will be described in detail. Improvements of the detection limits achievable by modification of the spectral distribution as the use of single and double reflectors for high energy cut off or monochromatization by single crystals and multilayered structures and X-Ray optics will be discussed. The TXRF attachment module and the design of vacuum chambers with all the necessary components for efficient TXRF inside to achieve optimised conditions for the determination of light, medium and high Z elements will be presented and discussed.

TXRF equipment commercially available for industrial application - mainly for routine Si wafer surface inspection and for the other topic -high sample throughput chemical analysis on the ultra-trace element level.

Features and main characteristics of these instruments, purpose of application will be described and practical information about availability and contacts are given. Recent results about advantages of other reflector materials than the commonly used quartz reflectors will be shown in particular with a new sample preparation technique using electrochemical deposition with extreme high enrichment factors. Detection limits achievable under favourable conditions reach the fg level for medium and low Z elements.



2.- Estructura, características y potencial de los equipos comerciales de reflexión total de rayos-x para análisis químico multielemental: Estado actual

Rony E. Ayala Jiménez
Fisichem

Blvd. Los Próceres 9-73 zona 10 nivel 2 Tel 502 3334787 fax 502 3630271 fisichem@concyt.gob.gt

El método de reflexión total de rayos-x para análisis químico multielemental ha evolucionado en los últimos años disponiendo hoy en día de sistemas comerciales para aplicaciones en el campo de la electrónica y el análisis químico multielemental en muestras de origen mineral y biológico.

Los componentes básicos de estos equipos pueden resumirse en un sistema de excitación, un arreglo geométrico (óptica) para colimar y monocromatizar la radiación primaria, un detector de rayos-x y el sistema electrónico para adquisición de datos espectrales incluyendo el software para deconvolución de espectros, análisis cualitativo y cuantitativo y operación completa del instrumento. Adicionalmente los fabricantes ofrecen la geometría convencional de 45 grados para la excitación de muestras sólidas y líquidas de mayor volumen en forma directa.

La información bibliográfica y comercial disponible al momento de redactar esta ponencia reporta básicamente los siguientes tipos de componentes para los espectrómetros de rayos-x en geometría de reflexión total para análisis químico multielemental (se excluyen aquellos equipos de RTFX destinados a la industria electrónica para control de calidad de la pureza de los "wafers" de silicio utilizados para la producción de circuitos (chips)).

Excitación: tubo de rayos-x de alto vacío con potencia entre 1300 a 2000 watts con diferentes tipos de ánodo; tubo de rayos-x metal cerámico con potencia hasta de 40 watts con ánodo de molibdeno, tungsteno, etc.

Detección: detector semiconductor de silicio-litio enfriado con nitrógeno líquido; detector de silicio de estado sólido enfriado eléctricamente (diodo Si-PIN o detector de silicio difundido SDD).

Óptica: monocromador de multicapa de Si-W; monocromador de multicapa de Ni-C; monocromador de doble multicapa.

Electrónica: amplificador espectroscópico y convertidor analógico digital adaptado a una computadora personal IBM compatible con software para análisis cuali y cuantitativo de muestras en ambiente WINDOWS y para la operación completa del analizador desde la PC.

En este trabajo se presentarán los límites de detección reportados para los espectrómetros comerciales de rayos-x, la descripción general y costo de los equipos, su capacidad analítica, facilidad de uso, calibración y alineación óptica y el soporte técnico en Latinoamérica.



VE0000036

3.- Total-Reflection X-ray Fluorescence

- An Approach to Nanoanalysis –

Reinhold Klockenkämper

Institut für Spektrochemie und Angewandte Spektroskopie ISAS

Bunsen-Kirchhoff-Str. 11, D-44139 Dortmund, Germany

Within the last decade, total-reflection X-ray fluorescence (TXRF) has become an extremely powerful method of element analysis. It allows nanoanalytical investigations in three different ways: (i) use of minute sample amounts of only some 100 nanograms, (ii) determination of extreme traces down to nanograms per liter and (iii) depth-profiling of near-surface layers of only 10 nanometer thickness. - The basic principles of TXRF are described and examples of applications are demonstrated.



4.- Microanalytical investigation of environmental samples by TXRF-spectrometry

Gyula Záray

Department of Chemical Technology and Environmental Chemistry,
Eötvös University, P. O. Box 32., Budapest, H-1518, Hungary

Considering the excellent micro- and trace analytical capabilities of the TXRF-spectrometry and the simple quantification by internal standardization, this analytical method offers a promising way for microanalytical investigation of low volume environmental samples. One of the most interesting field is the elemental analysis of airborne dust collected by filtration or impaction techniques. Depending on the sampling methods applied these samples can be analyzed after application of the following sample preparation techniques:

- acidic digestion of loaded filters (e.g. MW-assisted vapour-phase digestion)
- ashing of small pieces of loaded filters in low temperature oxygen plasma directly on the quartz carrier plates
- dissolution of filter pieces on the sample carrier plates by organic solvents
- deposition of fine aerosol particles directly on the quartz carrier plates coated with medical vaseline or plastic films using single orifice cascade impactors

The size-fractionated collection of the aerosol particles directly on the carrier plates suffers from re-entrainment and bounce-off effects. To minimize these phenomenon we apply butadiene copolymer (M~5000) dissolved in MEK. The influence of the film thickness on the detection limits and the spot formation will be presented in the lecture. An other microanalytical task is the determination of elements among various organs of mussels (*Dreissena polymorpha*) collected from the Danube. In the biomonitoring project the separated tissues (1-2mg) were digested using MW-assisted vapour-phase digestion technique resulting in 1 cm³ solution for each individual organs. The accumulation capacities of these organs can be determined on basis of the TXRF-measurements.



5.- TXRF of low Z elements - sources and applications

C.Streli

Atominstitut der Österreichischen Universitäten, 1020 Vienna, Austria

Low Z elements, like C, O, ... to Al are difficult to excite using standard X-ray tubes due to the lack of suitable low energy photons for efficient excitation as well as difficult to detect with an energy dispersive detector, if the entrance window is not thin enough. Special excitation sources and special energy dispersive detectors are required to increase the sensitivity and to increase the detected fluorescence signal and so to improve the detection limits. Synchrotron radiation due to its features like high intensity and wide spectral range covering also the low energy region is the ideal source for TXRF, specially of low-Z elements. Results of experiments at a special beamline at SSRL, Stanford, designed for the exclusive use of low energy photons will be presented. Also results from a special windowless X-ray tube with a Si anode will be presented and compared to results obtained with a standard Cr-X-ray tube.

Problems of excitation, detection, quantification and peak evaluation will be reported and possible solutions discussed.

Possible fields of application were found in the determination of low-Z surface contaminations on Si-wafers. Na as well as Al are elements of interest for semiconductor industry, both influencing the yield of IC's negatively. Low detection limits are required and can be reached with synchrotron radiation (80 fg for Na).

Another promising application is the determination of low-Z atoms implanted in Si wafers. Na, Mg and Al were implanted in Si-wafers at various depths. From measuring the dependence of the fluorescence signal on the glancing angle characteristic shapes corresponding to the depth profile and the relevant implantation depth are found. Calculations are compared with measurements.

Finally applications in the field of environmental analysis will be presented. Aerosols sampled on polycarbonate plates in an impactor were analyzed with LZ-TXRF using multilayer monochromatized Cr-radiation from a 1300 W tube for excitation. Results are presented.

PONENCIAS

1.

Assessment of serum selenium levels in 2-month-old sucking calves using Total Reflection technique

D. Bernardini,¹ M.C. Buoso,^{1,2} D. Ceccato,^{2,3} G. Moschini,^{2,3} S. Testoni,¹ M. Valdes,⁴ and A. Torboli,⁴

¹Istituto di Patologia e Igiene Veterinaria, Università di Padova, Legnaro, Italy

²INFN, Laboratori Nazionali di Legnaro, Legnaro Italy

³Dipartimento di Fisica G.Galilei, University of Padua, Italy

⁴ Ital Structures, Via Monte Misone 11/d, 38066 Riva del Garda, Italy

2.

TXRF: a powerful method to investigate the elemental composition of spheroids

G.Bellisola,¹ M. Valdes,² and A. Torboli²

¹ University of Verona Inst. Of Immunology and Infections Diseases, Policlinico Borgo Roma, Strada le Grazie, 37134 Verona, Italy

² Ital Structures, Via Monte Misone 11/d, 38066 Riva del Garda, Italy

Metodología experimental y análisis de espectros para la determinación de mercurio mediante fluorescencia de rayos X por reflexión total, utilizando amalgamación con oro.

Leonardo D. Bennun, Víctor. H. Gillette, Eduardo. D. Greaves[†]

Comisión Nacional de Energía Atómica

Centro Atómico Bariloche, (8400) Bariloche, Argentina.

[†]Universidad Simón Bolívar, Apartado 89000, Caracas 1080A, Venezuela.

4.

Uso de Modificadores para la eliminación in situ de cloruros en el análisis por Fluorescencia de Rayos X de Reflexión Total.

Edwin Hernández(1), Lué-Merú Marcó P.(1), Tarcisio Capote (2), Naifer Romero (1),
y Eduardo Greaves N.(3)

(1) Universidad Simón Bolívar, Departamento de Química

(2) Universidad Centroccidental Lisandro Alvarado, Decanato de Agronomía
Departamento de Química y Suelos.

(3) Universidad Simón Bolívar, Departamento de Física.

5.

**Multielemental Analysis of Human Amniotic Fluid
by Use of Total Reflection X-Ray Fluorescence and
Rutherford Forward Scattering**

J. A. Liendo(1), J. Gómez(1), C. Castelli(1), J. Jiménez, L. Sajo-Bohus(1), E. D. Greaves(1), L.M. Marcó(1), A.C. González (2), N. R. Fletcher(3), C. Lee(3), D. D. Caussyn(3), S. H. Myers(3), P. Barber(3), S. Bauman (4).

(1) Departamentos de Física, Química y Biología, Universidad Simón Bolívar,
Caracas, Venezuela.

(2) (2) Centro de Física, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas,
Caracas, Venezuela

(3) Physics Department, the Florida State University, Tallahassee, Florida, USA.

(4) Pixe Analytical Laboratories, Tallahassee, Florida, USA.

6.

**Determinación de metales en muestras de " Cocuy de Penca " artesanal
producido en el estado Lara, Venezuela, por Fluorescencia de Rayos X de
Reflexión Total.**

Tarcisio Capote, Lué Merú Marcó, Elba Garrido de Dávila ,y Eduardo Greaves+.
Decanato de Agronomía, Universidad Centroccidental Lisandro Alvarado.
+ Universidad Simón Bolívar, Departamento de Física.

7.

Determinación de Oligoelementos, Platino y Relación Zn/Cu en muestras de suero y orina de pacientes oncológicos pediátricos por Fluorescencia de Rayos X de Reflexión Total."

Lué-Merú Marcó P.(1), Argenis Rojas (2), Eduardo Greaves N.(3).

(1) Universidad Simón Bolívar, Departamento de Química.

(2) BADAN-Lara; Hospital Antonio María Pineda, barquisimeto, Estado Lara, Venezuela.

(3) Universidad Simón Bolívar, Departamento de Física



1. Assessment of serum selenium levels in 2-month-old sucking calves using Total Reflection technique

D. Bernardini,¹ M.C. Buoso,^{1,2} D. Ceccato,^{2,3} G. Moschini,^{2,3} S. Testoni,¹ M. Valdes,⁴ and A. Torboli,⁴

¹Istituto di Patologia e Igiene Veterinaria, Università di Padova, Legnaro, Italy

²INFN, Laboratori Nazionali di Legnaro, Legnaro Italy

³Dipartimento di Fisica G. Galilei, University of Padua, Italy

⁴Ital Structures, Via Monte Misone 11/d, 38066 Riva del Garda, Italy

The assessment of selenium status of livestock is an important aspect of production medicine as evidence for the influence of low Se levels on disease resistance in ruminants is reviewed with emphasis on susceptibility to various pathologies (such as infections, exudative diathesis, pneumonia, pancreatic degeneration). Additional evidence suggests that Se deficiency may cause muscular dystrophy in calves, while, severe deficiency has been associated with cardiomyopathy and even death. Serum Se content is a good indicator of the short term Se status and reflects the recent dietary intake of the element.

Since Serum Se content is a good indicator of the short term status of the element and reflects its recent dietary intake, the present work is aimed to determine Se concentration in serum from a group of 2 month old sucking calves suspected to be severely deficient.

We used the TX 2000 X-ray spectrometer manufactured by Ital Structures. The energy resolution (FWHM) of the Si(Li) detector was 137 eV for Mn K α .

Among nuclear techniques the TXRF method is the best suitable for trace element analysis in liquid or dissolved samples and can deal much easier with elemental investigation. Physical basis of used analytical method, experimental set up and the sample preparation procedure are described.

The concentration data obtained are presented and discussed.

2. TXRF: a powerful method to investigate the elemental composition of spheroids

G. Bellisola,¹ M. Valdes,² and A. Torboli²

¹ University of Verona Inst. Of Immunology and Infections Diseases, Policlinico Borgo Roma,
Strada le Grazie, 37134 Verona, Italy

² Ital Structures, Via Monte Misone 11/d, 38066 Riva del Garda, Italy

TXRF technique has been applied -to our knowledge for the first time- in order to investigate the elemental composition of spheroids. Spheroids are human cancer cell clusters reproducing in vivo micrometastases. They represent a biological model for testing the tumor response to a wide variety of antitumoral drugs such as immunotoxins (IT). IT are biotechnological molecules composed by a protein carrier in connection with a toxin (disulfide bridge). Since the carrier is recognized by a receptor expressed on the cell membrane, the antitumor potential of IT is dependent on the receptor expression and also on the permeation of IT inside the cancer tissue. We developed IT composed by human transferrin (the carrier) and ricin chain A (RTA), a highly effective toxin extracted from seeds of *Ricinus Communis*. In this experiment the elemental composition of spheroids was compared to that of spheroids treated with IT. The elements of interest ranged from P to Zn with a particular interest for transition metal ions such as Fe, Cu and Zn.

Human breast carcinoma cells were seeded on a specific medium (RPMI 1640 plus FCS 10%) and grown (for at least one week) in clusters of spheroidal shape until they reached about 200 μm of diameter (corresponding to thousands of cells). At this stage they were treated with the immunotoxin (10^{-11} M/l of the ricin - transferrin complex) and untreated spheroids represented our controls. Spheroids were washed in a physiological solution (0.9% NaCl) and one or more spheroids were then transferred in a 10 μl volume of a solution containing 1,78 μg Y/ml (standard) and deposited on the sample holder (quartz). The sample was then dried.

We used the TX 2000 X-ray spectrometer manufactured by Ital Structures. The energy resolution (FWHM) of the Si(Li) detector was 137 eV for Mn $K\alpha$.

The concentration data obtained are presented and discussed.

3. Aplicaciones ambientales de la técnica de fluorescencia de rayos X por reflexión total en México.

Avila-Pérez Pedro, Zarazúa-Ortega Graciela y Tejeda-Vega Samuel.

Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, Departamento de Estudios del Ambiente, Apartado Postal 18-1027, México D.F., C.P. 11801, México. e-mail pap@nuclear.inin.mx

El Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares a través de la Gerencia de Ciencias Ambientales ha adquirido recientemente un equipo de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total Ital Structures modelo IT-2000. Este es el primer equipo de reflexión total que opera en México y el cual permite aumentar la capacidad analítica en el área ambiental en el país. Este equipo totalmente automatizado se utiliza en el análisis de muestras ambientales como aguas naturales y de desecho, sedimentos y suelos, sangre, orina, peces, plancton, vegetales, filtros con materia particulada, entre otras utilizando como método de cuantificación el de estándar interno. Los límites de detección varían desde 4 hasta 100 $\mu\text{g/L}$ dependiendo del elemento y del tubo de rayos x utilizado. Este equipo permite dar apoyo a diferentes proyectos relacionados con la contaminación y la protección ambiental en México, tal como el estudio de la distribución de metales pesados en agua y sedimento de diferentes cuerpos de agua, la acumulación de metales en plancton, lirio acuático, peces y aves, el estudio de la materia particulada de la atmósfera de la Ciudad de México y en la identificación de metales pesados en aguas subterráneas contaminadas con lixiviados de jales de la industria minera.

4.- Uso de Modificadores para la eliminación in situ de cloruros en el análisis por Fluorescencia de Rayos X de Reflexión Total.

Edwin Hernández(1), Lué-Merú Marcó P.(1), Tarcisio Capote (2), Naifer Romero (1), y Eduardo Greaves N.(3)

(1) Universidad Simón Bolívar, Departamento de Química

(2) Universidad Centroccidental Lisandro Alvarado, Decanato de Agronomía Departamento de Química y Suelos.

(3) Universidad Simón Bolívar, Departamento de Física.

Las muestras con alto contenido de cloruros forman depósitos de sales sobre el reflector utilizado para el análisis TXRF, afectando la calidad de la película delgada requerida para el análisis, produciendo un aumento del fondo y por consiguiente un aumento del límite de detección. Aunado a esto, los niveles de cloro presentes en este tipo de muestras, implican la presencia de un pico K alfa de alta intensidad, y como consecuencia, la interferencia espectral con los picos vecinos (líneas K alfa de potasio, calcio y L de cadmio y plata, por ejemplo).

Se propone en este trabajo el uso de modificadores químicos agregados in situ sobre la muestra en el reflector, que permiten la eliminación de cloruros y otras sales formadas sobre el reflector. Para ello se probaron tres modificadores: Nitrato de amonio, oxalato de amonio y ácido oxálico en soluciones de 10000 ppm. Estos compuestos son agregados en exceso, en una proporción de 50 microlitros sobre un depósito de 10 microlitros de una muestra patrón con 1% de cloruro de sodio. Se estudió la disminución de la intensidad del pico K alfa del Cl con cada uno de los modificadores en función del método de adición del modificador sobre el portamuestras, modo de calentamiento y secado de la muestra, temperatura y tiempo de secado. Para cada caso se determinaron los límites de detección de los elementos Ca, K, Se, Cd y Ni. Se encontró que el modificador más efectivo fue el nitrato de amonio.

5. Metodología experimental y análisis espectros para la determinación de mercurio mediante fluorescencia de rayos X por reflexión total, utilizando amalgamación con oro.

Leonardo D. Bennun, Víctor. H. Gillette, Eduardo. D. Greaves[†]

Comisión Nacional de Energía Atómica

Centro Atómico Bariloche, (8400) Bariloche, Argentina.

[†]Universidad Simón Bolívar, Apartado 89000, Caracas 1080A, Venezuela.

En el presente trabajo se describe un método experimental y estadístico para la determinación de mercurio iónico en muestras líquidas mediante fluorescencia de rayos X por reflexión total (TXRF). Los resultados obtenidos de la aplicación de esta técnica proveen resultados confiables, que han sido verificados mediante la medición de patrones preparados “*ad hoc*”.

El procedimiento usual de preparación de la muestra para TXRF no es aplicable a la determinación de mercurio debido a que la alta presión de vapor de éste elemento causa su evaporación y pérdida del portamuestra. Para evitar éste efecto, el método desarrollado propone un pegado o deposición previa de una delgada capa de oro en el reflector. Posteriormente, se deja en contacto una solución iónica de mercurio con el oro, posibilitándose la formación de una amalgama. Finalmente, se realiza el análisis mediante TXRF en forma tradicional

Debido a que los picos de mercurio y de oro se solapan, desarrollamos una formulación que describe el espectro obtenido, a fin de derivar un tratamiento de datos que permite acceder a resultados precisos; y a su vez, estima el límite de detección del método. Se proponen dos ecuaciones para el análisis de datos, las que se aplican a los espectros obtenidos y se comparan los resultados.

Utilizando un tubo de rayos X con ánodo de molibdeno, a 40 kV y 20 mA, el límite de detección obtenido para una muestra de 10 ml (con 2000 s de tiempo de contaje) es 250 ppb, muy inferior al límite recomendado por la EPA, de unidades de ppm

6. Multielemental Analysis of Human Amniotic Fluid by Use of Total Reflection X-Ray Fluorescence and Rutherford Forward Scattering

J. A. Liendo(1), J. Gómez(1), C. Castelli(1), J. Jiménez, L. Sajo-Bohus(1), E. D. Greaves(1), L.M. Marcó(1), A.C. González (2), N. R. Fletcher(3), C. Lee(3), D. D. Caussyn(3), S. H. Myers(3), P. Barber(3), S. Bauman (4).

(1) Departamentos de Física, Química y Biología, Universidad Simón Bolívar, Caracas, Venezuela.

(2) Centro de Física, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, Caracas, Venezuela

(3) Physics Department, the Florida State University, Tallahassee, Florida, USA.

(4) Pixe Analytical Laboratories, Tallahassee, Florida, USA.

Correlation studies between the concentrations of certain elements present in human amniotic fluid (AF) and fetal disorders are important. There is a need for a technique or a group of complementary techniques for the reliable elemental analysis of AF. In order to study the reliability of Total Reflection X-Ray Fluorescence (TXRF), a comparison between TXRF and the well established technique of Proton Induced X-Ray Emission (PIXE) has been carried out by measuring the concentrations of Cl, K, Ca, Fe, Cu, Zn and Br in 10 common samples of AF. Different degrees of consistency have been obtained depending on the element being analyzed. There is a need to establish the experimental conditions under which a complete agreement between TXRF and PIXE is achieved. A common weakness of TXRF and PIXE is the difficulty to obtain adequate signals from elements lighter than Aluminum. To overcome this problem, a method based on Rutherford Forward Scattering (RFS) for the quantification of elements as light as Lithium is under development. Details on the experimental configuration (beam type, beam energy, detector angle, sample preparation, etc) that leads to an appropriate mass separation by using RFS will be given. Both TXRF and RFS are extremely convenient for correlating physical and medical data because they are non-destructive multielemental techniques which require small amounts of the sample to be analyzed.

7. Determinación de metales en muestras de " Cocuy de Penca " artesanal producido en el estado Lara, Venezuela, por Fluorescencia de Rayos X de Reflexión Total.

Tarcisio Capote, Lué Merú Marcó, Elba Garrido de Dávila ,y Eduardo Greaves+.
Decanato de Agronomía, Universidad Centroccidental Lisandro Alvarado.
+ Universidad Simón Bolívar, Departamento de Física.

El cocuy es la mezcla hidroalcohólica proveniente de la destilación del jugo fermentado del Agave cocuy. Es originaria de Venezuela y se produce en regiones áridas y semiáridas donde existe la variedad Agave cocuy. En los últimos años, ha existido la preocupación por parte de algunos organismos públicos por obtener la legalización del cocuy producido por los campesinos del Municipio Urdaneta. La caracterización del cocuy producido en este municipio es un aporte importante para la comunidad y para la salud de los consumidores. Para estudiar las características del proceso de producción del cocuy de esa región se realizó un censo de productores, y se aplicó una encuesta con la finalidad de obtener información sobre materia prima, procesamiento y almacenamiento del cocuy. Se tomaron muestras de distintos productores, a las cuales se les determinó pH, acidez, grado alcohólico, extracto seco, índice de refracción, y contenido de Cu, Zn, Fe y Pb.

La determinación de metales en las muestras de cocuy fue realizada por el método de Fluorescencia de Rayos X de Reflexión Total (TXRF). Esta técnica resulta muy apropiada para matrices alcohólicas, ya que no se observan efectos de matriz, a diferencia de la técnica de Absorción Atómica, la cual es la indicada por las normas de calidad de este tipo de bebidas. El método TXRF tiene la ventaja adicional de la determinación simultánea con volúmenes de muestra del orden de microlitros. Se investigó la estandarización interna in situ (en el reflector) por dos metodologías y se comparó con el procedimiento tradicional de adición del patrón interno. La calidad analítica de los resultados obtenidos para cada procedimiento fue objeto de análisis y será discutida. La concentración de los metales Zn, Fe y Pb fue cercana al límite de detección de la técnica. La exactitud de los resultados obtenidos para el Cobre fue determinada por comparación con la técnica de Absorción Atómica y será también objeto de discusión. Se encontraron diferencias en el contenido de metales y grado alcohólico, entre otros parámetros. Los niveles de Cu en las muestras se encuentran por encima del nivel máximo permitido para bebidas similares, lo cual se atribuye al uso de serpentines de cobre o bronce para el proceso de destilación.