

JUNTA DE ENERGIA NUCLEAR

ESPECTROMETRIA DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

II. Aplicación a la determinación de uranio en minerales

Por

BERMUDEZ POLONIO, J. , DE LA CRUZ CASTILLO, F.

FERNANDEZ CELLINI, R.

MADRID, 1961

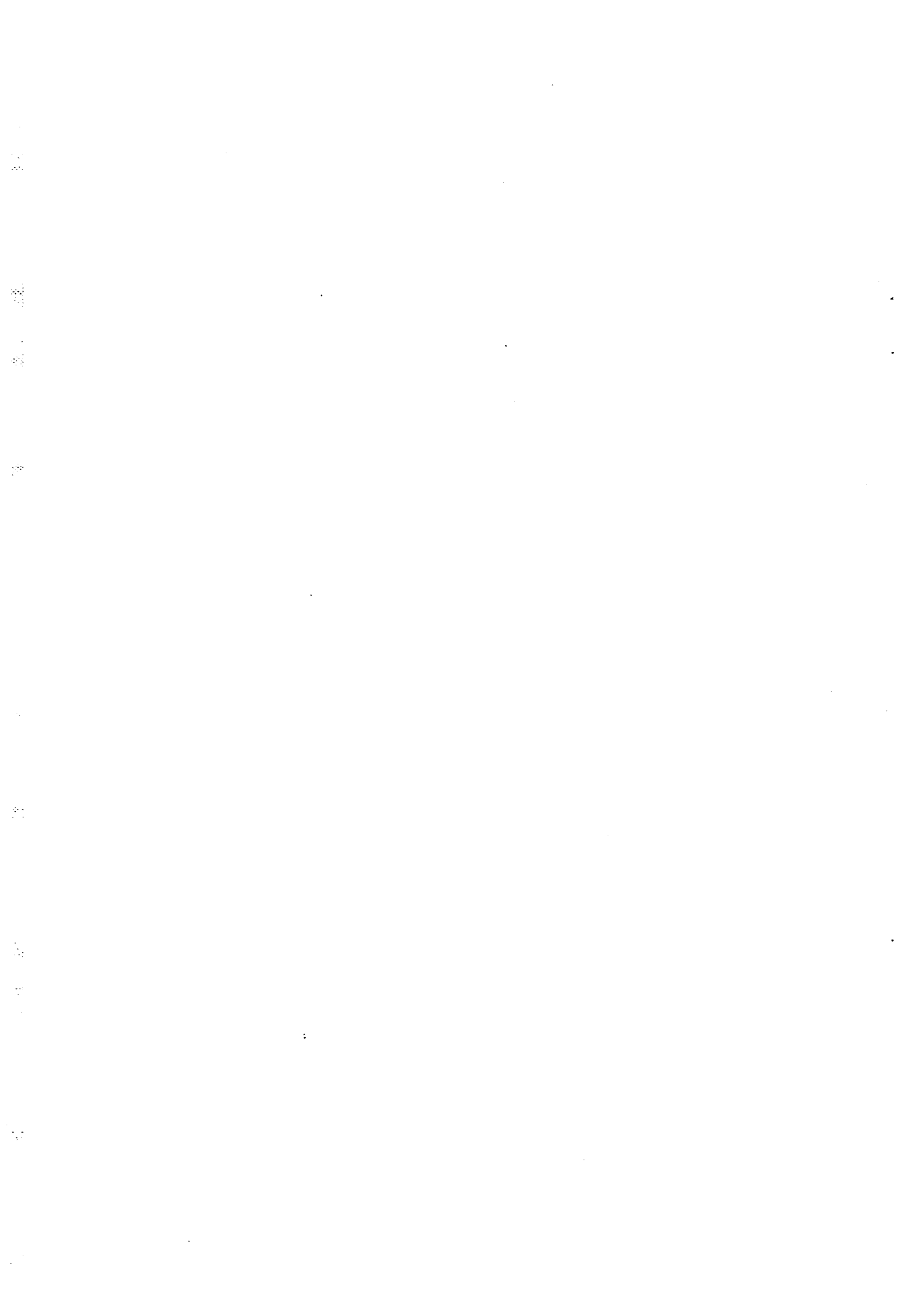
Este trabajo ha sido publicado en Anales de la Real Sociedad Española de Física y Química, Serie B-QUIMICA. Tomo LVI (B). - pág. 579. - Núm. 6 Junio 1960.

Toda correspondencia en relación con este trabajo debe dirigirse al Servicio de Documentación Biblioteca y Publicaciones, Junta de Energía Nuclear, Serrano 121, Madrid, ESPAÑA.

Las solicitudes de ejemplares deben dirigirse a este mismo Servicio.

I N D I C E

	Págs.
1. - INTRODUCCION	1
2. - PATRON INTERNO. SELECCION DEL MISMO	2
3. - INTERFERENCIAS	4
3. 1. - Interferencias por absorción	5
3. 2. - Interferencias por refuerzo.	5
3. 3. - Influencia del tamaño de las partículas.	6
4. - PARTE EXPERIMENTAL	7
4. 1. - Equipo instrumental	7
4. 2. - Condiciones de trabajo	7
4. 3. - Preparación de los patrones.	8
4. 4. - Curva de trabajo y método de determinación	8
4. 5. - Límites de aplicación y sensibilidad	10
5. - RESULTADOS	11
BIBLIOGRAFIA	12



ESPECTROMETRIA DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

II. Aplicación a la determinación de uranio en minerales

Por

BERMUDEZ POLONIC, J. , DE LA CRUZ CASTILLO, F.

FERNANDEZ CELLINI, R.

1. - INTRODUCCION

Para la determinación del contenido en uranio de las numerosas muestras que han de analizarse en nuestros laboratorios, requeridas por los servicios de prospección, minería y plantas industriales de beneficio, se utilizan generalmente técnicas tales como la espectrofotometría, polarografía, fluorimetría, cromatografía, etc. , que implican un tratamiento previo de ataque y preparación por vía húmeda de la muestra. El ataque químico cuantitativo de los minerales de uranio presenta, a veces, dificultades y es lento sobre todo en muestras de tipo refractario, llegando incluso a ser incompleto, originándose los errores consiguientes.

La técnica analítica por fluorescencia de rayos X, por su rapidez y por evitar el tratamiento químico preliminar de las muestras, presenta características excepcionales para ser aplicada a los casos más complejos, difíciles de resolver por otras técnicas analíticas convencionales.

En los últimos años se han descrito numerosos procedimientos para la aplicación de la espectrometría de rayos X a la determinación cuantitativa de uranio en muestras tan diversas como soluciones (1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 y 11), aleaciones y otros materiales usados en los reactores nucleares (12, 13, 14, 15), minerales de composición (16, 17) y en otros tipos particulares de matrices (18, 19, 20), consiguiéndose en la mayor parte de los casos una gran exactitud en la determinación de dicho elemento.

Debido a la relativa simplicidad del espectro de fluorescencia de rayos X, son pocas las interferencias entre líneas de emisión que pueden presentarse, siendo suficiente, en la mayor parte de los casos, el poder resolutivo de los espectrómetros comerciales. La fuente de error más importante tiene su origen en las diferencias de absorción de la matriz tanto para la radiación primaria como para la secundaria. El método más generalizado para evitar estos efectos se funda en la adición de un patrón interno que se afecta por la absorción propia de la matriz en proporción análoga al elemento de interés analítico. El procedimiento está basado en la medida de las intensidades de las radiaciones de fluorescencia L_{α_1} del uranio y K_{α} del estroncio utilizado como patrón interno, después de difractadas en un cristal analizador de FLi. Para la excitación de la muestra se utiliza la parte más energética del espectro continuo emitido por un tubo de rayos X con un anticátodo de elevado número atómico (21, 22).

Las curvas de trabajo se construyen a partir de patrones conocidos, representando el cociente de intensidades $I_{U_{\alpha_1}}/I_{SrK_{\alpha}}$ en función de la concentración de uranio.

2. - PATRON INTERNO. SELECCION DEL MISMO

La elección de una sustancia como patrón interno en espectrometría de rayos X debe hacerse considerando las posiciones espectrales relativas de sus discontinuidades de absorción y de la línea de emisión de referencia, respecto a las correspondiente del elemento de interés analítico, con objeto de evitar o reducir los efectos interferentes debidos a la presencia de discontinuidades de absorción o líneas de emisión extrañas.

Los distintos tipos de interferencias que pueden presentarse han sido ampliamente estudiados y se encuentran sistematizados en la literatura (17, 21, 23, 24).

En la tabla I se reúnen los elementos que se han recomendado para ser utilizados como patrones internos en la determinación de uranio por espectrometría de rayos X, y en la figura 1 se representa el diagrama espectral, con las discontinuidades de absorción y líneas de emisión más importantes, en el intervalo que comprende al uranio y a los patrones internos indicados, no habiéndose representado las líneas de emisión correspondientes a 2λ , 3λ , etc. Según se deduce de la posición de su discontinuidad principal de absorción, el Mo, Y y Sr son los elementos más adecuados para su utilización como patrones internos del uranio.

El Mo se ha excluído porque su línea de emisión MoK_{α} sólo es comparable analíticamente con la UL_{β_1} , la cual por poseer una intensidad de aproximadamente el 80 por ciento respecto a UL_{α_1} , reduciría considerablemente el límite de sensibilidad del método si se utilizase como línea analítica.

T A B L A I

Patrones internos utilizados en la determinación de uranio por espectrometría de rayos X

Elemento	Línea de referencia utilizada	λ (Å) Línea de referencia	λ (Å) Discontinuidad de absorción principal.	Referencias bibliográficas
(35) Br	BrK β_1	0,933	0,920	(7,20)
(38) Sr	SrK α	0,877	0,770	(6, 7, 9, 14, 20, 23)
(39) Y	YK α	0,831	0,727	(3, 11, 17, 20)
(42) Mo	MoK α	0,710	0,620	(23)
(82) Bi	BiL α_1	1,144	0,924	(18)

El Y tiene su discontinuidad de absorción K $_I$ muy próxima a la L $_{III}$ del uranio, pero presenta el inconveniente de que su línea de referencia YK α_1 puede ser reforzada considerablemente cuando en la muestra exista rubidio, debido a que la línea RbK β_1 se difracta en el cristal analizador para el mismo valor angular que YK α_1 (fig. 2).

Un esfuerzo de menor importancia es el producido por la línea ThL en una zona angular tan próxima a YK α , que no es totalmente resuelta por el cristal de FLi (tabla II).

T A B L A II

Refuerzo de la intensidad de YK α debido a ThL β_6

% ThO $_2$	i. p. s. sobre el fondo a 23,81° 2 θ (YK α)
0	0
1	23
3	40
5	43
10	114

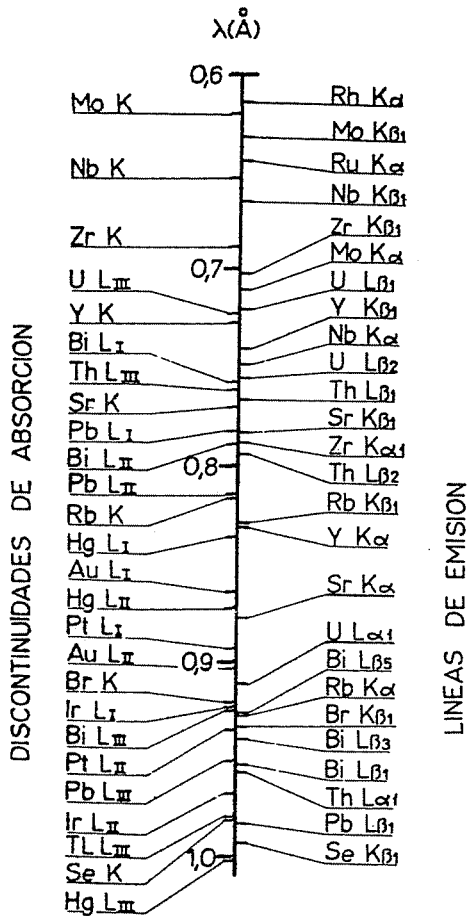


Figura 1.

Diagrama espectral de las líneas de emisión y discontinuidades de absorción más importantes entre $\lambda=0,6 \text{ \AA}$ y $\lambda=1,0 \text{ \AA}$.

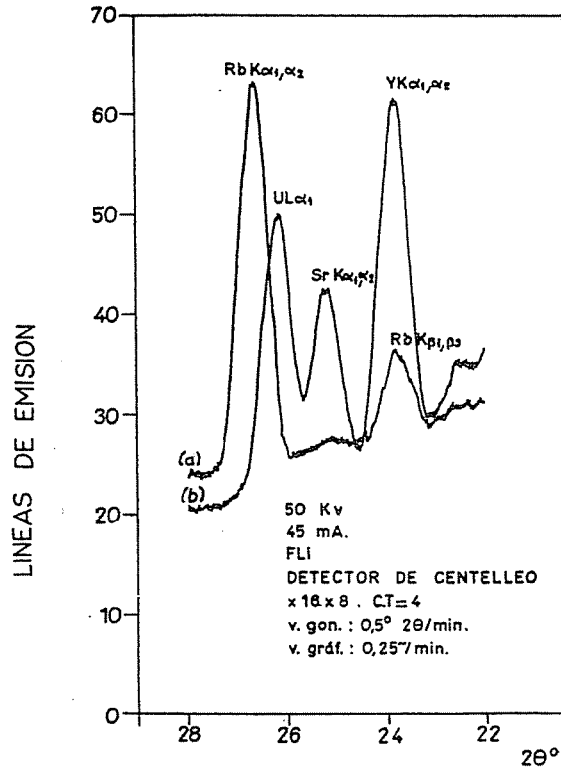


Figura 2.

Espectrogramas parciales de una muestra con rubidio (a) y otra con uranio, ytrio y estroncio (b).

Como resultado de este estudio hemos seleccionado el estroncio como patrón interno para el uranio, ya que su línea de referencia $\text{SrK}\alpha$ se encuentra libre de efectos interferentes debidos a refuerzos o absorción selectiva, pudiendo ser utilizado en muestras de cualquier composición. Su uso queda únicamente limitado a los casos poco frecuentes de muestras que contengan estroncio originalmente.

3. - INTERFERENCIAS

Para un exacto conocimiento de las posibilidades de aplicación del método, se han estudiado los distintos tipos de interferencias que pueden presentarse, investigando experimentalmente el error producido en la determinación por los elementos interferentes más representativos. Prescindiendo del caso más inmediato de refuerzo directo en una de las líneas de interés analítico debido a la superposición de una línea de emisión ex-

traña, los efectos interferentes mas importantes son los debidos a la absorción o refuerzo selectivo de la intensidad de cualquiera de las líneas características $UL\alpha_1$ o $SrK\alpha$, con la consiguiente variación en la relación de intensidades $I_{UL\alpha_1}/I_{SrK\alpha}$ utilizada en la construcción de la curva de trabajo.

El tamaño de la partícula de la muestra es otro factor que afecta al valor absoluto de la intensidad del espectro de fluorescencia, por lo cual se ha hecho un estudio de la influencia del tiempo de pulverización de la muestra en la intensidad de las radiaciones emitidas.

3. 1. - Interferencias por absorción.

Los efectos de absorción más importantes que pueden encontrarse en la determinación de uranio por espectrometría de rayos X se deben a la presencia de las discontinuidades principales del bromo, bismuto y plomo en la zona de longitudes de onda más largas a $UL\alpha_1$; de estos elementos se han estudiado los efectos del bismuto y del plomo, excluyendo el bromo por su improbable frecuencia en los minerales.

El bismuto ejerce dos efectos interferentes que, aunque, opuestos, no están compensados. A la absorción de la línea $UL\alpha_1$, debida a BiL_{III} , se opone el refuerzo directo producido en la misma por parte del espectro fluorescente del bismuto, el cual es predominante, según se expone en el siguiente apartado.

La absorción preferente de $UL\alpha_1$, debida a la discontinuidad PbL_{III} , sólo empieza a ser apreciable cuando el contenido de PbO_2 en la muestra es superior al 5 por ciento, habiéndose encontrado experimentalmente que para las concentraciones de 0,1 y 0,5 por ciento de U_3O_8 el error cometido en la determinación alcanza un valor de -8 por ciento cuando la muestra contiene un 20 por ciento de PbO_2 .

3. 2. - Interferencias por refuerzo.

Este tipo de interferencia se origina, bien por refuerzo directo debido a la presencia de una línea de emisión extraña en la misma zona angular de $UL\alpha_1$ o $SrK\alpha$, o bien indirectamente a través de las discontinuidades UL_{III} o SrK cuando existe una línea de emisión muy intensa en la zona de longitudes de onda más cortas y próximas a dichas discontinuidades. El espectro fluorescente de las líneas $BiL\beta_1$, $BiL\beta_3$ y principalmente $BiL\beta_5$ produce un refuerzo directo en la intensidad de la línea analítica, $UL\alpha_1$. Los errores encontrados en la determinación de 0,1 y 0,5 por ciento de U_3O_8 son de +20 por ciento y +14 por ciento, respectivamente, para una concentración del 5 por ciento de Bi_2O_3 en la muestra. Para concentraciones menores del 0,5 por ciento de Bi_2O_3 no se ha puesto de manifiesto ningún error apreciable.

La interferencia más seria por refuerzo directo se origina cuando la muestra contiene rubidio, debido a la parcial resolución de las líneas $RbK\alpha$

y $UL_{\alpha 1}$ (fig. 2). La magnitud de este refuerzo depende de la concentración relativa de ambos elementos en la muestra, pudiendo establecerse que para que la determinación sea factible la concentración de uranio ha de ser al menos cinco veces mayor que la de rubidio.

Por su especial interés, debido a su abundancia en los minerales uraníferos, se ha investigado la interferencia del torio considerando una posible excitación preferente de la línea $SrK_{\alpha 1}$ a través de la $ThL_{\beta 1}$, cuya longitud de onda es ligeramente inferior a la discontinuidad K del estroncio. Los resultados obtenidos en la determinación de diversas cantidades de U_3O_8 demuestran que dicha excitación preferente no es apreciable aun después de haber adicionado a la muestra hasta un 10 por ciento de ThO_2 .

3.3. - Influencia del tamaño de las partículas.

Las curvas de la figura 3 muestran la variación de la intensidad de las líneas $UL_{\alpha 1}$ y SrK_{α} en función del tiempo de pulverización a que ha sido sometida su muestra, de matriz silíceá, retenida originalmente en el tamiz

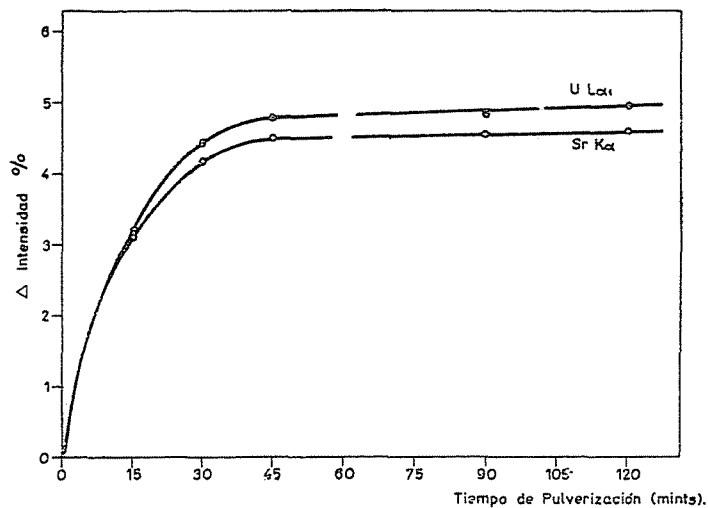


Figura 3.

Influencia de la pulverización en la intensidad de la radiación emitida.

DIN-30 (900 mallas/cm²). Las sucesivas pulverizaciones se han verificado en mortero mecánico de ágata, manteniendo el polvo cubierto con alcohol para evitar la posible pérdida de material debida a proyecciones de partículas. En esta muestra particular la intensidad de cada línea empieza a ser constante a partir de los 30 minutos de pulverización, pero ordinariamente este tiempo es menor, ya que las muestras recibidas para el análisis están previamente pulverizadas a un tamaño de grano < 900 mallas/cm² y, además, son generalmente más blandas que la estudiada.

Según se ha observado, con el uso de un patrón interno, no resulta crítico el factor del tamaño de las partículas, ya que en cualquier caso es el mismo el valor de las intensidades relativas obtenido; pero es conveniente realizar una pulverización previa de la muestra, con objeto de homogeneizar perfectamente el mineral y el patrón interno y obtener mayor rendimiento en la intensidad de las radiaciones que han de medirse.

4. - PARTE EXPERIMENTAL

4. 1. - Equipo instrumental

Espectrómetro "Norelco" de la casa Philips Electronics Inc. , New York, U.S. A. , tipo nº. 52260.

Tubo de excitación OEG-50 con ánodo de wolframio, de la casa Machlett Laboratories Inc. , Springdale, U.S. A. , operando a 50 Kv y 45 mA.

Estabilizador de la corriente de tubo "Norelco", tipo nº. 52229. Estabilización : $\pm 0,1$ por ciento.

Estabilizador de tensión de la casa Superior Electric Co. , Bristol, U.S. A. Estabilización : $\pm 0,25$ por ciento.

Detector de centelleo "Norelco", tipo nº 52245. Tensión de trabajo : 1.000 V.

Amplificador, discriminador de impulsos y circuito de escala "Norelco", tipo nº. 42234.

Panel de circuitos electrónicos "Norelco", tipo nº 12095.

Registro gráfico de la casa Minneapolis Honeywell Reg. Co. , Philadelphia, U.S. A. , modelo nº. Y153X12V-X-(1V)GKP6(V).

Cristal analizador de $\text{FLi}(2d=4.0276 \text{ \AA} , hKl 200)$.

Colimadores tipo Soller : primario, 34/1; secundario, 200/1.

4. 2. - Condiciones de trabajo

La tensión de excitación adoptada es la máxima tolerable por el tubo de rayos X, siendo aproximadamente tres veces mayor que el potencial de excitación L_{III} del uranio.

El detector de centelleo es de cristal de Ina (Tl) y ventana de berilio, acoplado a un tubo fotomultiplicador Dn Mont tipo 6291. Este detector es preferible al Geiger, debido a que tiene una eficiencia cuántica del 100 por ciento para las radiaciones de energías correspondientes a las de las líneas

UL_{α} y SrK_{α} y por permitir velocidades de recuento muy elevadas (25) .

Las posiciones angulares para la medida de las intensidades de UL_{α} , SrK_{α} y fondo se indican en la tabla III. La intensidad de fondo más representativa para ambas líneas es la obtenida hallando la media aritmética entre la intensidad medida en el borde inicial del máximo de SrK_{α} ($24,4^{\circ} 2 \theta$) y

T A B L A III

Posiciones angulares (2θ) para la medida de las intensidades de $UL_{\alpha 1}$, SrK_{α} y fondo (FLi)

	$2 \theta^{\circ}$	$\lambda (\text{\AA})$
$UL_{\alpha 1}$	26,15	0,911
SrK_{α}	25,15	0,877
Fondo	24,4-27,2	-

en el borde final del máximo de $UL_{\alpha 1}$ ($27,2 2 \theta$) (fig. 4). En el caso de la presencia de interferencias, tales como $BiL_{\beta 1}$ ($27,34^{\circ} 2 \theta$), PbL_{β} ($27,37^{\circ} 2 \theta$) y $ThL_{\alpha 1}$ ($27,48^{\circ}$), el criterio para la elección de las posiciones angulares para medir el fondo se adoptará a la vista del registro gráfico obtenido, escogiendo otros puntos próximos a las líneas analíticas y en una posición angular libre de interferencias.

4.3. - Preparación de los patrones.

Los patrones se han preparado mezclando, en las proporciones adecuadas, U_3O_8 de pureza nuclear con una matriz constituida por SiO_2 , Fe_2O_3 y Al_2O_3 (3 : 1 : 1) y añadiendo 0,1 g de CC_3Sr al 2,8 por ciento en sílice por cada 2 g de muestra preparada. La mezcla se homogeneiza y pulveriza durante 15 minutos en un mortero mecánico de ágata, quedando así dispuesta para colocarla en las cubetas porta-muestras y proceder a la irradiación.

4.4. - Curva de trabajo y método de determinación.

Para cada patrón se han hecho tres medidas de la intensidad en las posiciones goniométricas indicadas en la tabla III, fijando una totalización de 512.000 impulsos para las radiaciones $UL_{\alpha 1}$ y SrK_{α} , y 256.000 para la radiación de fondo. Del tiempo invertido en la acumulación del número de impulsos fijados se deduce la intensidad de cada radiación en impulsos por segundo y se calcula la relación de intensidad $R = I_{UL_{\alpha 1}}/I_{SrK_{\alpha}}$ después de

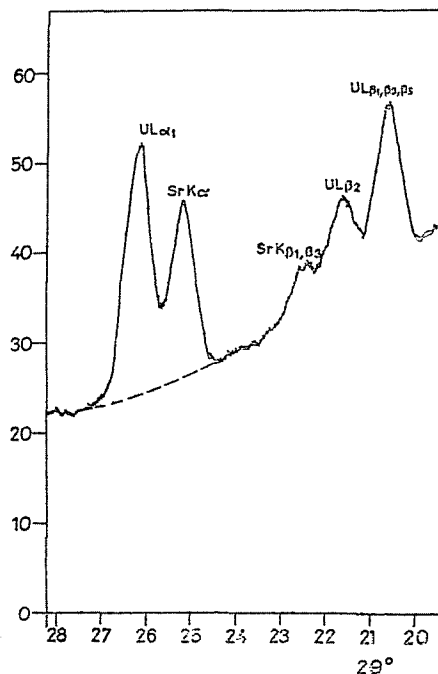


Figura 4.

Espectrograma típico de una muestra con el patrón interno añadido.

de sustraer el fondo al valor absoluto de la intensidad de cada línea, representándose gráficamente en función del contenido en U_3C_8 (fig. 5).

Para efectuar la determinación en un mineral cualquiera se sigue un procedimiento análogo al de los patrones y una vez calculado R se halla la concentración de U_3O_8 a partir de la curva de trabajo. En muestras desconocidas es conveniente registrar gráficamente el espectro con objeto de poner de manifiesto la magnitud del máximo $UL\alpha_1$, el cual indicará la pauta a seguir en la medida de su intensidad, así como para prever la presencia de alguna posible línea de emisión extraña y elegir las posiciones angulares más adecuadas para la medida del fondo. Con esta finalidad basta generalmente registrar el espectro entre $24^\circ 2\theta$ y $27,5^\circ 2\theta$, con una velocidad de giro del goniómetro de $1^\circ/\text{min}$. y una velocidad de papel de $1,27\text{ cm}/\text{min}$, con lo que, en poco tiempo, se obtiene una buena representación del espectro. Cuando no se requiera obtener un resultado muy preciso, el valor de R puede calcularse a partir de las intensidades medidas directamente sobre el registro gráfico del espectro.

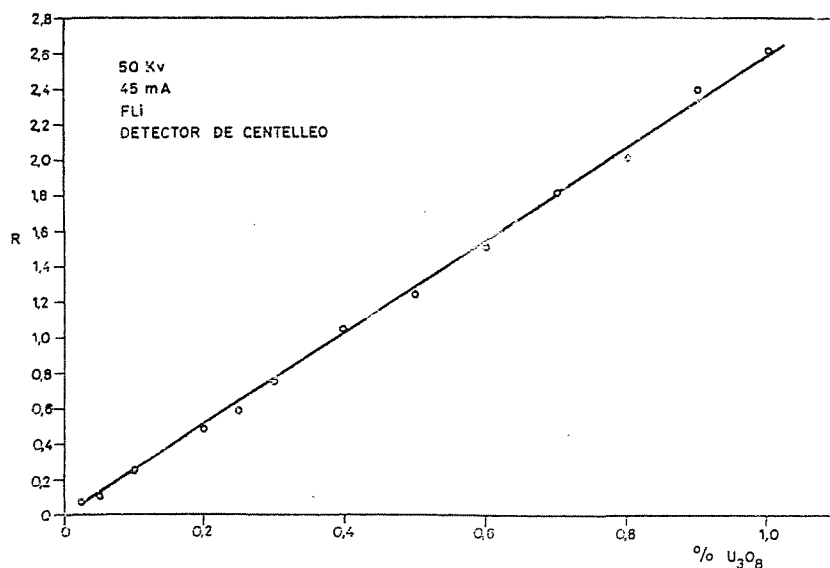


Figura 5

Curva de calibración.

4. 5. - Límites de aplicación y sensibilidad

La concentración más baja de U_3O_8 que puede determinarse depende de la absorción propia de la matriz y de la relación entre la intensidad de UL_{α_1} y de la radiación de fondo. Con la matriz empleada en este trabajo para la preparación de los patrones, el límite más bajo de determinación es del 0,01 por ciento de U_3O_8 , si bien en matrices constituidas por elementos de bajo número atómico es posible alcanzar un límite de concentración más bajo (9) (19). Si la relación $I_{UL_{\alpha_1}}/I_{fondo}$ es muy pequeña, es necesario realizar una medida muy cuidadosa de las intensidades de UL_{α_1} y del fondo, con objeto de obtener un error estadístico pequeño. Es posible deducir, teóricamente, que para que una línea pueda ser correctamente medida sobre el fondo, su intensidad ha de ser, como mínimo, $3\sqrt{N_F}$, o 3σ , siendo N_F el número de impulsos acumulados para la medida del fondo (26, 27, 28, 29). Este criterio ha sido adoptado para establecer la mínima concentración detectable cuantitativamente en el método propuesto.

El límite superior de concentración es del 100 por ciento de U_3O_8 . En muestras con altas concentraciones de uranio hay que evitar las velocidades superiores a 13.000 i. p. s., que es el valor máximo por el tiempo de resolución de los circuitos electrónicos (30, 31), para evitar la necesidad de hacer correcciones, según ha sido comprobado experimentalmente. Existen diversos procedimientos para trabajar con altas intensidades de radiación, siendo el más conveniente la utilización de filtros de diverso espesor para

disminuir la intensidad de UL_{α} que llega al detector, y de esta forma man tener la frecuencia de los impulsos dentro del límite de linealidad tolerable por los instrumentos de medición.

5. - RESULTADOS

El método ha sido comprobado frente a minerales patrones nacionales y extranjeros de composición perfectamente establecida, obteniéndose los resultados que se indican en la tabla V. Las determinaciones se han realizado por el método de impulsos prefijados, totalizando 512.000 impulsos para cada una de las líneas $UL_{\alpha 1}$ y SrK_{α} .

T A B L A IV

Resultados obtenidos en la aplicación del método al análisis de patrones

	Contiene % U_3O_8	Obtenido % U_3O_8 fluorescencia rayos X
M-159	0,712	0,713
J -3868	0,158	0,613
M-1423	0,295	0,290
NLB-1	0,12	0,14
NLB-2	0,023	0,024
NLB-3	0,059	0,056
NLB-4	1,18	1,21
NLB-5	0,012	0,014

La precisión se ha calculado para las concentraciones del 0,1 y 0,5 por ciento del U_3O_8 en muestras sintéticas de diverso origen y realizando las determinaciones a lo largo de días distintos.

A partir de estos resultados se ha obtenido una desviación normal del 5,1 por ciento para la concentración del 0,1 por ciento de U_3O_8 y del 2,2 por ciento para la concentración del 0,5 por ciento de U_3O_8 , estando basados ambos resultados en 9 grados de libertad y haciendo las medidas de intensidad en las condiciones indicadas anteriormente. El error así calculado engloba los errores parciales cometidos en la preparación de la muestra, los instrumentales y el estadístico de la medida de la frecuencia de los impulsos.

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

1. L. S. BIRKS y E. J. BROOKS: Anal. Chem. , 23, 707 (1956).
2. D. S. FLIKEMA, R. P. LARSEN y R. V. SCHAEELASKE : U. S. A. E. C. , Rep. ANL-5641 (1956).
3. W. L. KEHL y R. G. RUSSEL : Anal. Chem. , 28, 1350 (1956).
4. H. M. WILSON y G. V. WHEELER : U. S. A. E. C. , Rep. IDO-14393 (1957).
5. W. D. MOAK y W. J. POJASEK : U. S. A. E. C. , Rep. RAPL-1879 (1957).
6. L. SILVERMAN, W. HOUK y L. MOUDY: 6th Annual Conference Industrial X-Ray Analysis, Denver Research Institute, 1957.
7. G. PISH y A. A. HUFFMAN : Anal. Chem. , 27, 1875 (1955).
8. L. SILVERMAN y W. W. HOUK : Rep. NAA-SR-1788 (1957).
9. R. W. JONES : A. E. C. L. , Rep. CRDC-843 (1959).
10. F. A. BAUMAN, L. P. ZOPATTI y E. B. READ : U. S. E. C. , Rep. TID-7560 (1958).
11. J. Mc DONALD : U. K. A. E. A. , Rep. PG-49 (W) (1959).
12. J. I. MUELLER y H. G. SIEMENS : U. S. A. E. C. , Rep. TID-7560 (1958).
13. R. BURTON, H. D. COOK, R. M. JACOBS y E. R. VALECKO : U. S. A. E. C. , Rep. TID-7560 (1958).
14. M. C. LAMBERT : U. S. A. E. C. , Rep. TID-7560 (1958).
15. A. S. POWELL y W. C. TAYLOR : U. S. A. E. C. , Rep. TID-7560 (1958).
16. W. J. CAMPBELL y H. F. CARL : Anal. Chem. , 27, 1884 (1955).
17. J. H. COPE : Nor. Rep. , III, 41 (1956).
18. D. A. NCRTON : Am. Min. , 42, 492 (1957).
19. A. J. BUSH y C. G. Goldbeck : U. S. A. E. C. , Rep. NLB-147.
20. G. L. SMITSON, R. L. EAGER y A. B. VAN CLEARE : 7th Annual Conference Industrial Application X-Ray Analysis, Denver Research Institute (1958).

21. J. B. PCLONIO, F. CRUZ y R. G. CELLINI : Estos Anales,
22. H. FRIEDMAN, L. S. BIRKS y E. J. BROOK : A. S. T. M. Spec. Tech. Publ. , 157 (1953)
23. G. VON HEVESY : "Chemical Analysis by X-ray and its Applications", McGraw-Hill, London (1932).
24. I. ADLER y J. M. AXERDD : Spec. Acta, 7, 91 (1955).
25. J. TAYLOR y W. PARRISH : Rev. Sci. Inst. , 26, 367 (1955).
26. G. FRIEDLANDER y J. W. KENNEDY : "Introduction to Radiochemistry", 4th ed. , John Wiley and Sons, New York, 1949.
27. L. S. BIRKS : U. S. A. E. C. , Rep. TID-7555 (1957).
28. P. D. ZEMANY, H. G. PFEIFFER y H. A. LIEBHAFSKY : Anal. Chem. , 31, 1776 (1959).
29. R. M. BRINEY, H. A. LIEBHAFSKY y H. C. PFEIFFER : A. S. T. M. Spec. Tech. Publ. , nº 157 (1953).
30. P. H. DCWLING, C. F. HENDEE, T. R. KOHLER y W. PARRISH : Nor. Rep. , IV, 23 (1957).
31. A. A. STERK : Nor. Rep. , III, 91 (1956).



J. E. N. 94-DQ/I 28

07U

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.
"X-ray fluorescence Spectrometry". II. - Determination of Uranium in ores.
BERNUDEZ POLONIO, J., DE LA CRUZ CASTILLO ; F., FERNANDEZ CELLINI, R. (1961)
13 pp. 5 figs. 4 tabs. 31 refs.

A method of analysis of uranium in ores by X-ray spectrometry was developed, using the internal standard technique. Strontium was found to be the most suitable internal standard for general use.

A "Norelco" Philips X-ray fluorescent spectrometer was used in this work, equipped with a lithium fluoride crystal acting as a diffraction grating analyzer. The intensity of the uranium-L α_1 spectral line is calculated and related to corresponding strontium-K α spectral line, both detected with a

J. E. N. 94-DQ/I 28

07U

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.
"X-ray fluorescence Spectrometry". II. - Determination of Uranium in ores.
BERNUDEZ POLONIO, J., DE LA CRUZ CASTILLO, F., FERNANDEZ CELLINI, R. (1961)
13 pp. 5 figs. 4 tabs. 31 refs.

A method of analysis of uranium in ores by X-ray spectrometry was developed, using the internal standard technique. Strontium was found to be the most suitable internal standard for general use.

A "Norelco" Philips X-ray fluorescent spectrometer was used in this work, equipped with a lithium fluoride crystal acting as a diffraction grating analyzer. The intensity of the uranium-L α_1 spectral line is calculated and related to corresponding strontium-K α spectral line, both detected with a

J. E. N. 94-DQ/I 28

07U

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.
"X-ray fluorescence Spectrometry". II. - Determination of Uranium in ores.
BERNUDEZ POLONIO, J., DE LA CRUZ CASTILLO, F., FERNANDEZ CELLINI, R. (1961)
13 pp. 5 figs. 4 tabs. 31 refs.

A method of analysis of uranium in ores by X-ray spectrometry was developed using the internal standard technique. Strontium was found to be the most suitable internal standard for general use.

A "Norelco" Philips X-ray fluorescent spectrometer was used in this work, equipped with a lithium fluoride crystal acting as a diffraction grating analyzer. The intensity of the uranium-L α_1 spectral line is calculated and related to corresponding strontium-K α spectral line, both detected with a

J. E. N. 94-DQ/I 28

07U

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.
"X-ray fluorescence Spectrometry". II. - Determination of Uranium in ores.
BERNUDEZ POLONIO, J., DE LA CRUZ CASTILLO, F., FERNANDEZ CELLINI, R. (1961)
13 pp. 5 figs. 4 tabs. 31 refs.

A method of analysis of uranium in ores by X-ray spectrometry was developed, using the internal standard technique. Strontium was found to be the most suitable internal standard for general use.

A "Norelco" Philips X-ray fluorescent spectrometer was used in this work, equipped with a lithium fluoride crystal acting as a diffraction grating analyzer. The intensity of the uranium-L α_1 spectral line is calculated and related to corresponding strontium-K α spectral line, both detected with a

scintillation Counter. Sources of error and interferences have been investigated. The lower Concentration Limit is 0.01 percent of U_3O_8 and the standard deviation is 5.1 and 2.2 percent for a content of 0.1 and 0.5 percent of U_3O_8 respectively. Single determination can be made at about 15 minutes.

scintillation Counter. Sources of error and interferences have been investigated. The lower Concentration Limit is 0.01 percent of U_3O_8 and the standard deviation is 5.1 and 2.2 percent for a content of 0.1 and 0.5 percent of U_3O_8 respectively. Single determination can be made at about 15 minutes.

scintillation Counter. Sources of error and interferences have been investigated. The lower Concentration Limit is 0.01 percent of U_3O_8 and the standard deviation is 5.1 and 2.2 percent for a content of 0.1 and 0.5 percent of U_3O_8 respectively. Single determination can be made at about 15 minutes.

scintillation Counter. Sources of error and interferences have been investigated. The lower Concentration Limit is 0.01 percent of U_3O_8 and the standard deviation is 5.1 and 2.2 percent for a content of 0.1 and 0.5 percent of U_3O_8 respectively. Single determination can be made at about 15 minutes.