

42
24



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

ANALISIS DE OLIGOELEMENTOS CON TECNICAS
RADIOMETRICAS

TRABAJO ESCRITO

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO

P R E S E N T A

ALMA MARGARITA GUILLERMINA FORTOZO APAEZ

MEXICO, D. F.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

1991



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso


DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

I N D I C E

		Pág.
CAPITULO I	INTRODUCCION	1
CAPITULO II	METODOS ANALITICOS	3
	2.1 Introducci3n	3
	2.2 An3lisis gravim3tricos y volum3tricos	3
	2.3 Espectroscopía de absorci3n	3
	2.4 M3todos electroquímicos	4
	2.5 Cromatografía	5
	2.6 Espectrometría de absorci3n at3mica	7
	2.7 Espectrometría de emisi3n	8
	2.8 T3cnicas analíticas nucleares	9
CAPITULO III	ANALISIS POR DILUCION ISOTOPICA	13
	3.1 Introducci3n	13
	3.2 An3lisis por diluci3n isot3pica cl3sico	15
	3.2.1 Exactitud	17
	3.2.2 Sensibilidad	19
	3.2.3 L3mites de detecci3n	21


Luis Cabrera Masqueda

CAPITULO IV	ANALISIS POR ACTIVACION	23
4.1	Introducción	23
4.2	Procedimiento	24
4.3	Sensibilidad con flujo neutrónico de 10^2 n/cm ² seg	26
4.4	Sensibilidad con flujo neutrónico de 10^{14} n/cm ² seg	27
4.5	Preparación de muestras y patrones de referencia	28
4.6	Activación	30
4.6.1	Activación con neutrones rápidos	33
4.6.2	Activación con partículas cargadas	33
4.6.3	Activación con fotones	34
4.6.4	Análisis de activación instrumental	34
4.7	Detección radiactiva	35
CAPITULO V	ANALISIS POR FLUORESCENCIA DE RAYOS X	37
5.1	Introducción	37
5.2	Inducción de Fluorescencia	38
5.3	Análisis elemental	39
5.4	Aplicaciones	40

	Pág.	
CAPITULO VI	APLICACIONES DE METODOS RADIOMETRICOS	43
6.1	Introducción	43
6.2	Análisis de contaminantes ambientales	43
6.3	Análisis industriales	45
6.4	Otras aplicaciones	
CAPITULO VII	CONCLUSIONES	46
CAPITULO VIII	BIBLIOGRAFIA	48

C A P I T U L O I

I N T R O D U C C I O N

Dentro de la composición química del sistema tierra-aire-agua, existen elementos que están presentes a nivel de trazas, tomando en cuenta que traza en un material se considera aquél elemento cuya composición se encuentra entre 0.1 y 100 ppm.

Estos elementos llamados también oligoelementos, tienen gran importancia económica cuando por ejemplo, se encuentran como impurezas de minerales y es importante conocer su concentración. Asimismo, su presencia como contaminantes ambientales en ríos, mares, aguas potables y de desecho, en la atmósfera y en el suelo, les confiere interés desde el punto de vista biológico, ya que el gran avance tecnológico ha traído consigo el deterioro del medio ambiente con sus grandes y graves consecuencias para la salud y la supervivencia de los seres humanos y las especies animales y vegetales que pueblan la tierra.

Es por esto interesante el contar con métodos analíticos sensibles y selectivos que permitan determinar a los oligoelementos y que sean también accesibles y de un costo relativamente bajo. Tradicionalmente, estas determinaciones se llevaban a cabo con métodos gravimétricos, espectrofotométricos, electroquímicos, cromatográficos, por absorción atómica, etc., pero sin llegar a tener el grado de selectividad, precisión y exactii

tud deseados para este tipo de análisis.

El análisis por técnicas radiométricas como son la dilución isotópica, el análisis por activación y la fluorescencia por Rayos X, constituye una buena opción para analizar trazas de elementos, ya que son técnicas rápidas, selectivas, generalmente multielementales, con una alta sensibilidad y que requieren pequeñas alícuotas de muestra, todo lo cual las convierte en métodos idóneos para la determinación de oligoelementos.

C A P I T U L O I I

MÉTODOS ANALÍTICOS

2.1 Introducción

Existen una gran variedad de métodos analíticos para análisis de trazas, y hacer una completa revisión de ellos sobrepasa la finalidad del presente trabajo escrito, por lo que se hará solamente una somera discusión de las técnicas analíticas más usuales. (1,2)

2.2 Análisis gravimétricos y volumétricos:

Estos métodos analíticos húmedos requieren generalmente de equipo y reactivos simples y fáciles de adquirir, esto los hace accesibles a una gran cantidad de laboratorios aunque su principal desventaja es la poca sensibilidad y la poca selectividad en la mayoría de los análisis, por lo que su uso en la de terminación de trazas de compuestos y elementos es poco recomendable.

2.3 Espectrometría de Absorción:

Comprende todos aquellos métodos que utilizan la absorción de la luz a través de soluciones coloridas o no del analito a determinar o de algún derivado de éste. La luz debe ser de preferencia monocromática y los reactivos empleados para es

tas determinaciones tener una alta selectividad y sensibilidad hacia el analito.

Actualmente, estos métodos tienen una amplia difusión, ya que el fácil acceso y bajo costo del equipo y los reactivos permiten utilizarlos en numerosas determinaciones de trazas. Sin embargo, los problemas de selectividad de los reactivos hacen que no sean de aplicación práctica para algunos elementos, ya que la presencia de otros productos, generalmente metales, existentes en la matriz requiere casi siempre de un largo tratamiento previo de la muestra.

Por su sensibilidad, los métodos espectrofotométricos se pueden utilizar cuando la concentración del analito esté dentro de límites de 10^{-2} a 10^{-3} ppm.

2.4 Métodos electroquímicos:

Estas técnicas están basadas en la medición de un potencial (Potenciometría) o en la medición de una corriente (Voltametría). Un ejemplo de potenciometría es el uso de electrodos de vidrio para determinar algunos elementos como: Flúor, Cloro, Bromo, Yodo, Azufre, etc. y compuestos como nitratos, cianuros y tiocianatos.

Son métodos rápidos que tienen, sin embargo, problemas de calibración e interferencias, por lo que su aplicación es

limitada. Otro problema se deriva de que la señal medida es proporcional al logaritmo de una actividad, por lo que pequeños errores en la medición del voltaje pueden llevar a grandes errores en los datos. En muestras en donde existe una alta fuerza iónica, por ejemplo, en agua marina, la relación entre actividad y concentración tiene que ser tomada en cuenta, lo cual puede dificultar el análisis.

Las técnicas de voltametría incluyen polarografía de corriente directa y de pulso diferencial, voltametría lineal de barrido y voltametría de ánodo. La clásica polarografía de corriente directa, raramente tiene la sensibilidad requerida para análisis de trazas, pero variaciones recientes como la del pulso diferencial y técnicas de barrido lineal tienen mayor sensibilidad en algunos casos.

La voltametría anódica se ha usado para determinar algunos metales como Cu, Pb, Zn, Cd en el rango de ppm en agua. Los electrodos para voltametría cubiertos de membrana, por ejemplo, cátodo de plata, ánodo de plomo, se usan frecuentemente para las mediciones de oxígeno.

2.5 Cromatografía:

La Cromatografía es básicamente la separación de mezclas de compuestos químicos, basándose esta separación en la diferente velocidad con que se mueve cada uno de los compuestos

(solutos) a través de un medio poroso, arrastrados por un disolvente en movimiento.

Actualmente, existe una variedad de técnicas cromatográficas de acuerdo a la naturaleza de la fase fija y de la fase móvil, así como de la interacción de los tres componentes. Estas técnicas tienen además en el caso de la Cromatografía de gases y Cromatografía líquida de alta resolución, integrado un sofisticado equipo de detección que permite determinar trazas de elementos.

En el caso de la Cromatografía de gases, la muestra en estado gaseoso se introduce en una corriente de gas inerte que fluye a través de una columna empacada con partículas sólidas. En este tipo de Cromatografía, los detectores empleados pueden ser de conductividad térmica, captura de electrones, ionización de flama o espectrometría de masas, todos ellos con un alto grado de sensibilidad. La principal desventaja de este método es el alto costo del equipo, el que la muestra tenga que analizarse en estado gaseoso y la necesidad de operadores altamente especializados.

La Cromatografía líquida de alta resolución o alta eficacia (HPLC, acrónimo del inglés High Performance Liquid Chromatography) se caracteriza por emplear columnas reutilizables de pequeño diámetro y empaques de columna de partículas muy pequeñas, así como presiones de entrada altas y flujo controlado en

la fase móvil. La mayor ventaja de la HPLC es que las muestras pueden ser analizadas en fase líquida y por tanto no es necesaria su conversión a fase gaseosa, es además, una técnica rápida y con una gran cantidad de aplicaciones.

Desafortunadamente, los detectores usados normalmente como son el índice de refracción, emisión de fluorescencia y absorción de luz ultravioleta, generalmente no son tan sensibles como los usados para cromatografía de gases.

2.6 Espectrometría de Absorción Atómica:

Está basada en la absorción de luz prácticamente monocromática por una nube de átomos del analito. La luz se produce por la desexcitación de la misma clase de átomos que aquellos que se quiere determinar, por lo que se utilizan como fuente de luz los tubos de descarga de cátodo hueco que emiten la radiación característica del elemento de interés, dado que el material del cátodo contiene dicho elemento, por lo tanto, son adecuados solamente para la determinación de un elemento aunque existen también lámparas de varios elementos.

La espectroscopía de absorción atómica se ha convertido en uno de los métodos preferidos para el análisis de la mayor parte de los metales, ya que es un método analítico de buena sensibilidad, rápido y de gran selectividad, es decir, que existen relativamente pocas interferencias en la determinación de

un elemento por otros elementos o por efecto de la matriz.

Sus desventajas son el costo relativamente alto del equipo y el hecho de que en cada caso sólo se puede determinar un elemento.

2.7 Espectroscopía de emisión:

Comprende los métodos basados en la observación de las líneas espectrales emitidas durante la excitación del analito. Las fuentes de excitación en los aparatos convencionales, incluyen flamas (fotometría de flama) y descargas de alto voltaje de electrodos de grafito. Es una técnica ampliamente usada para muchos metales, especialmente con muestras atmosféricas y biológicas.

Una derivación importante de la espectroscopía de emisión ha sido el desarrollo de la espectroscopía de emisión de plasma inductivamente acoplado (ICP). En esta técnica la fuente de excitación es un plasma incandescente de Argón, calentado por inducción con energías de radiofrecuencia. Por este procedimiento se logran alcanzar temperaturas extremadamente altas (hasta de $10,000^{\circ}\text{K}$), lo cual hace posible la determinación simultánea de por lo menos 30 elementos, incluyéndose importantes semi-metales como As, B, y Se. Es una técnica con pocas interferencias y de sensibilidad generalmente más alta que la lograda con la excitación de flama.

2.8 Técnicas Analíticas Nucleares:

La química analítica nuclear es una parte de la química analítica y de la radioquímica aplicada y comprende todas aquellas metodologías que utilizan las características nucleares de los núclidos apropiados para obtener información cualitativa y cuantitativa acerca de diversas sustancias y acerca del medio ambiente. El principio común de todos estos métodos es la detección y medida de la radiación nuclear y/o de los rayos X característicos.

En estas técnicas quedan implicadas dos situaciones básicas que son el uso de la radiación interna y radiación externa. La radiación interna es emitida por la misma muestra o un isótopo radiactivo de un elemento en la muestra que puede estar incluido originalmente o bien adicionado o producido por activación. (3, 4, 7)

La radiación externa se produce externamente a la muestra, e interacciona con ella, ya sea por absorción, captura, termalización, etc. Generalmente, se determinan los cambios producidos por la radiación externa interaccionando con la muestra.

En la mayoría de los casos se efectúan análisis cuantitativos que se basan por una parte en la proporcionalidad que existe entre la cantidad de sustancia radiactiva en la muestra

o la cantidad de isótopo radiactivo usado para indicar un analito no-radiactivo y por otra parte, la intensidad de la radiación medida.

Con menos frecuencia, se efectúan análisis cualitativos en donde se busca identificar a los núclidos, basándose en su vida media y la naturaleza y energía de la radiación emitida.

Existen dos grandes grupos dentro de los métodos analíticos nucleares, los métodos directos que involucran la determinación directa de un radionúclido en una muestra ambiental por ejemplo, I^{131} en leche, Sr^{90} en huesos, Cs^{137} en suelos, etc. El otro grupo lo forman los métodos indirectos que comprenden principalmente a los métodos con indicador.

Los métodos con indicador son aquellos en los cuales un núclido radiactivo se añade a la muestra, usualmente en cantidades conocidas y se utiliza para indicar la presencia de un analito, ejemplos de estos métodos, son el análisis por dilución isotópica, titulaciones radiométricas, análisis radiactivos. Estos métodos son usualmente más sencillos que los métodos de activación en donde los radionúclidos se producen en la muestra por alguna técnica de activación. (3, 6, 8)

Cualquiera que sea el método nuclear analítico empleado, ya sea que se base en determinaciones relativas o absolutas, los resultados deben evaluarse de acuerdo a cierto criterio.

En las publicaciones del tema, se observa que existe ambigüedad en criterios que abarcan conceptos esenciales como exactitud, precisión, reproducibilidad y sensibilidad.

Como exactitud, se entiende la cercanía entre un valor real y la media resultante obtenida de aplicar el mismo procedimiento experimental a la misma muestra un gran número de veces. Los errores absolutos o relativos que pueden afectar los resultados de un análisis, caracterizan la exactitud y dado que los valores "reales" nunca van a ser conocidos con certidumbre los valores de exactitud no son nunca absolutos.

Precisión o reproducibilidad es el término que define la cercanía o acuerdo entre los resultados obtenidos de aplicar el mismo procedimiento experimental a la misma muestra varias veces. Entre más pequeña sea la presencia de los errores experimentales, más preciso es el procedimiento, la magnitud aceptable universalmente, para expresar la precisión es la desviación estándar relativa. (4, 18)

El término sensibilidad indica la cantidad o concentración más pequeña del analito que puede ser detectada con cierto grado de confiabilidad. Este término se puede expresar como límite absoluto que es el peso más pequeño detectable de sustancia expresado en microgramos, nanogramos, etc. O bien, se puede expresar como límite relativo que es la mínima concentración detectable expresado como un porcentaje, ppm (en peso

o en base atómica) microgramos por gramo, microgramos por litro, etc. (8, 18)

CUADRO COMPARATIVO DE SENSIBILIDAD DE METODOS ANALITICOS
(Límites de detección absolutos)

METODOS	SENSIBILIDAD
Gravimétricos	10^{-2} g
Volumétricos	10^{-2} g
Colorimétricos y Espectrofotométricos	10^{-3} - 10^{-4} g
Espectroscopía de emisión	10^{-3} - 10^{-5} g
Espectroscopía de Masas	10^{-5} - 10^{-6} g
Espectroscopía de Rayos X	10^{-6} g
Fluorimetría	10^{-8} - 10^{-9} g
Análisis con medición de radiactividad (3, 20)	
A.A.* para muchos elementos (++)	10^{-9} - 10^{-10} g
A.A. para algunos elementos	10^{-11} - 10^{-12} g
Análisis dilución isotópica (aprox. 10 elementos) (+)	10^{-13} - 10^{-15} g
Análisis dilución isotópica (aprox. 6 elementos) (+)	10^{-16} - 10^{-17} g
Análisis dilución isotópica (sólo un elemento **)	10^{-19} g

* Análisis por activación

** Pr^{144} ; Detección de 3,700 átomos!

+ ver tabla 3.2.3

++ ver tabla 4.4

C A P I T U L O I I I

ANALISIS POR DILUCION ISOTOPICA

3.1 Introducción

Los principios del análisis de dilución isotópica, (IDA) fueron publicados primero por Hevesy y Hofer en 1934, pero fue hasta 1940 que Rittenberg y Foster revivieron la técnica y a partir de esta fecha se empezaron a reportar sus aplicaciones, siendo actualmente la dilución isotópica una técnica analítica ampliamente difundida y de gran utilidad.^(11, 14)

El principio básico del IDA es la conservación de la actividad a pesar de la dilución, análogamente a la conservación de masa en los programas clásicos de dilución química. Si un material radiactivo se diluye con su contraparte no radiactiva, la actividad específica por unidad de masa o volumen de la mezcla diluida resultante está relacionada a la actividad específica original y a la cantidad de material, a través de una simple ecuación de conservación. Esta ecuación puede ser representada de varias maneras, dependiendo de las condiciones del experimento para encontrar la masa desconocida del analito en la muestra.

Existen numerosas variantes de IDA, Tölggessy et, al, han indicado cuatro diferentes criterios para la clasificación

de las variantes: (19)

- A.- La manera de introducir la radiactividad al sistema.
- B.- El método para determinar la cantidad de fracciones aisladas.
- C.- El número de diluciones.
- D.- Los pesos relativos del analito y el diluyente.

De la forma en cómo se introduce la radiactividad en el sistema, se derivan los siguientes tipos de IDA:

- A.1.- Dilución isotópica directa: Dilución del analito blanco con su análogo radiactivo.
- A.2.- Dilución isotópica inversa: Dilución de una muestra radiactiva con sus isótopos estables.
- A.3.- Análisis de dilución derivativo: El analito es originalmente no radiactivo, pero se transforma en radiactivo mediante una reacción con un agente radiactivo.
- A.4.- Análisis de dilución pseudoisotópica: Las sustancias mezcladas son no isotópicas (elementos diferentes), pero químicamente similares.

Se clasifican las variantes de acuerdo a los medios usados para determinar la cantidad de fracción aislada, se pueden distinguir tres variantes:

- A.- Análisis de Dilución Isotópica Clásica: Donde la cantidad de fracción aislada se determina por los métodos analíticos clásicos.

- B.- Análisis de Dilución Isotópica Subestequiométrico: Donde cantidades iguales, pero usualmente desconocidas de material son separadas de dos soluciones.

- C.- La cantidad de material aislado se determina por un método auxiliar.

3.2 Análisis por Dilución Isotópica Clásico

La técnica clásica usa la comparación de la actividad específica de un trazador radiactivo antes y después de mezclarlo con un compuesto no radiactivo que es el que se desea determinar (el analito). De este modo el trazador radiactivo se diluye con su contraparte no-radiactiva en la muestra, la dilución causa un cambio en la actividad específica del trazador adicionado, el cual puede ser medido y calcular la cantidad o concentración del compuesto de interés en la muestra. Esta técnica se aplica tanto a compuestos inorgánicos como a orgánicos.

La técnica consiste en: (13, 15)

- 1.- Adicionar una cantidad conocida de un compuesto isotópicamente marcado con una actividad específica co-

nocida S' a la mezcla desconocida conteniendo el mismo compuesto formado por isótopos estables. Ambos compuestos se mezclan para obtener una distribución uniforme.

- 2.- Es deseable un tratamiento de la mezcla para aislar el mismo compuesto en forma pura. Es esencial que el compuesto aislado esté puro, pero no es necesario que todo el compuesto se recobre de la mezcla, lo que evita procesos tediosos y largos que de otro modo harían el análisis impráctico.
- 3.- Se efectúa la determinación del contenido del isótopo en la porción aislada, midiendo su actividad específica S . La relación entre las moléculas activas e inactivas depende de la masa relativa de la sustancia (inactiva) originalmente presente m .

Si:

R' = Actividad (cps) en el compuesto adicionado usado para el ensayo.

m' = Masa del compuesto usado para el ensayo.

m = Masa de la sustancia inactiva usada en el ensayo.

Entonces, la actividad S' del compuesto usado en el ensayo está dada por: $S' = R/m'$

La actividad de la sustancia aislada en forma pura de la mezcla es:

$$S = R' / (m' + m) = Rr/mr$$

Si se divide:

$$\frac{S'}{S} = \frac{R'/m'}{R'/(m' + m)} = \frac{(m' + m)}{m'} = 1 + \frac{m}{m'}$$

$$\frac{m}{m'} = \frac{S'}{S} - 1$$

$$m = m' [(S'/S) - 1]$$

(pasa a la pág. 17')

Exactitud, precisión y sensibilidad del análisis de Dilución Isotópica.

3.2.1 Exactitud

Las más frecuentes causas de errores sistemáticos en IDA son:

- 1.- Intercambio isotópico incompleto, que puede ser la causa de un serio error si el analito y el diluyente están en diferentes estados físicos o químicos.

3.2' Análisis por Dilución Isotópica Inversa.

Como su nombre lo dice, el análisis por dilución isotópica inversa es esencialmente el reverso de la dilución isotópica directa, se aplica cuando un sistema contiene una cantidad desconocida de una sustancia isotópicamente marcada de actividad específicamente S' .

Para determinar la cantidad m' de la sustancia marcada - presente, se adiciona una cantidad medida m de la sustancia no - marcada y se deja que se equilibre. Se toma entonces una pequeña alícuota del sistema, se purifica y se determina su actividad específica S según la siguiente ecuación:

$$\frac{m}{m'} = \frac{S' - S}{S}$$

entonces

$$m' = m \left(\frac{S}{S' - S} \right)$$

- 2.- Intercambio isotópico indeseable que puede ocurrir si el átomo radiactivo en la especie de interés puede intercambiarse con otras especies no relacionadas al procedimiento. En estos casos se debe emplear siempre un blanco y frecuentemente los reactivos deben de ser muy puros para obtener un análisis más preciso.
- 3.- Mediciones erróneas de radiactividad. El mejor medio para minimizar esta clase de errores, es aplicar prácticas de laboratorio como:
 - Geometría constante muestra/detector
 - Correcciones apropiadas para tiempo muerto
 - Correcciones de decaimiento cuando es necesario.
- 4.- Diferencias en pesos moleculares/pesos atómicos de los isótopos.
- 5.- Fraccionamiento de sustancias isotópicas durante las etapas de purificación. Este fenómeno puede ser especialmente importante cuando se trabaja con compuestos orgánicos marcados.
- 6.- La pureza radioquímica de los trazadores. Si el trazador usado contiene radiactividad en una forma diferente a la que se piensa, el decremento observado en la actividad específica puede ser diferen-

te que la correspondiente a la dilución con el material puro.

- 7.- Insuficiente pureza de las fracciones aisladas, és to puede ser frecuentemente crítico en análisis donde el exceso de radio-reactivo debe ser removido o en el IDA reverso, donde la actividad de la fracción aislada puede ser sólo un pequeño porcentaje de la actividad total de la mezcla original.
- 8.- La descomposición de sustancias marcadas puede causar errores si lleva a una disminución de la actividad específica del marcador.
- 9.- Otros errores sistemáticos, como el efecto de la memoria en sistemas automatizados.

3.2.2 Sensibilidad

La sensibilidad de IDA está limitada por los siguientes factores:

- 1.- La cantidad más pequeña que puede ser determinada o purificada en IDA directo.
- 2.- La actividad específica original en IDA reverso
- 3.- Actividad específica del trazador radiactivo dilutor o del reactivo radiactivo en IDA derivativo.

- 4.- Valores de blanco, contaminación del reactivo.
- 5.- La estabilidad de los reactivos o bajas concentraciones, la absorción en las superficies, etc. en IDA subestequiométrico.
- 6.- Volumen de las soluciones usadas en el IDA subestequiométrico.
- 7.- Interferencias.

La principal y más importante ventaja del análisis por Dilución Isotópica y todas sus variantes, es la posibilidad de usar procedimientos de aislamiento no cuantitativo, lo cual es muchas veces la única manera de efectuar el análisis requerido.

Esta posibilidad permite al analista, hacer aislamientos más rápidamente, escoger un método de purificación de una amplia variedad y detener la descomposición parcial de los análisis.

Las pérdidas durante el procedimiento, pueden ser moderadamente aceptables en IDA, dado que no se requiere un rendimiento total. Como el elemento por analizar es radiactivo, su paso a través del esquema analítico puede ser seguido para comprobar identidad y pureza. Algunos tipos de IDA son incluso adaptables para automatización.

3.2.3 Límites de detección potencial de algunos elementos con dilución isotópica.

Elemento	Isótopo	Act. específica dpm/g ^(a)	Límite de detección g ^(b)
Na	Na-24	2.2×10^{12}	6.7×10^{-11}
P	P-32	6.3×10^{17}	2.4×10^{-16}
K	K-42	4.4×10^{11}	3.4×10^{-10}
Ca	Ca-45	3.9×10^{16}	3.8×10^{-15}
Sc	Sc-46	1.1×10^{13}	1.4×10^{-11}
Fe	Fe-59	4.4×10^{12}	3.4×10^{-11}
Co	Co-58	6.7×10^{16}	1.5×10^{-14}
Cu	Cu-64	6.7×10^{12}	5.7×10^{-11}
Ga	Ga-72	2.2×10^{12}	6.7×10^{-11}
As	As-77	2.4×10^{18} CF	6.2×10^{-17}
Br	Br-82	2.2×10^{12}	6.7×10^{-12}
Kr	Kr-85	4.7×10^{13}	3.2×10^{-12}
Rb	Rb-86	2.2×10^{11}	6.7×10^{-10}
Sr	Sr-89	6.1×10^{16} CF	2.5×10^{-15}
Y	Y-90	1.3×10^{18}	1.3×10^{-16}
Zr	Zr-95	4.7×10^{16} CF	3.2×10^{-15}
Nb	Nb-95	8.7×10^{16} CF	1.7×10^{-15}
Mo	Mo-99	2.2×10^{10}	6.7×10^{-9}
Ru	Ru-103	7.2×10^{16} CF	2.1×10^{-15}
Pd	Pd-109	3.3×10^{12}	4.5×10^{-11}
Ag	Ag-111	3.4×10^{16} CF	4.5×10^{-15}
Cd	Cd-115	2.2×10^{11}	6.7×10^{-10}
In	In-114m	1.1×10^{11}	1.4×10^{-9}

Sb	Sb-125	2.2×10^{15}	6.7×10^{-14}
I	I--131	$2.7 \times 10^{17} \text{CF}$	5.6×10^{-16}
Cs	Cs-137	$1.9 \times 10^{14} \text{CF}$	7.9×10^{-13}
Ba	Ba-140	$1.6 \times 10^{17} \text{CF}$	9.3×10^{-16}
Ce	Ce-141	$6.3 \times 10^{16} \text{CF}$	2.4×10^{-15}
Pr	Pr-144 ^d	$1.7 \times 10^{20} \text{CF}$	8.9×10^{-19}
Hf	Hf-181	1.1×10^{12}	1.4×10^{-10}
Ta	Ta-182	1.1×10^{12}	1.4×10^{-10}
W	W-187	6.7×10^{12}	2.3×10^{-11}
Re	Re-186	1.1×10^{13}	1.4×10^{-11}
Os	Os-191	8.9×10^{11}	1.7×10^{-10}
Au	Au-199	$4.5 \times 10^{17} \text{CF}$	2.3×10^{-16}
Ag	Hg-203	1.1×10^{11}	1.4×10^{-9}
Tl	Tl-204	1.1×10^{11}	1.4×10^{-9}
Bi	Bi-210	8.9×10^9	1.7×10^8

- a) Actividad específica del radiotrazador.
- b) Usando un contador G.M. con fondo de 15 cpm y una eficiencia de conteo de 40%.
- c) In-114 m, puede usarse conteo β^- de su hijo In-114 con vida media de 72 segundos.
- d) Pr-144 m puede obtenerse por separación de Ce-144
- CF) Actividad específica libre de acarreador, cuando el radioisotopo en cuestión es el único isótopo presente en el trazador.

CAPITULO IV

ANALISIS POR ACTIVACION

4.1 Introducción

El análisis por activación es un método de análisis elemental basado en la medición de radiación característica de radionúclidos formados directa o indirectamente por activación. Muchos elementos de la tabla periódica pueden ser determinados en el rango de ppm, y algunos elementos tienen sensibilidades al nivel de ppb. (5, 10, 15, 18)

El análisis por activación es típicamente un método relativo, esto involucra activar un standard conteniendo una cantidad conocida del elemento m_s (g), así como de la muestra conteniendo una cantidad desconocida del elemento (m_x (g)). La relación entre las actividades formadas por activación de un elemento dado en la muestra y en el standard, A_x y A_s respectivamente (como desintegraciones S^{-1}) se expresa en la ecuación:

$$\frac{A_x}{A_s} = \frac{m_x}{m_s}$$

En el curso de la activación, los radionúclidos se forman no sólo del elemento por determinar, sino también de otros elementos presentes en la matriz. Por lo tanto, el principal problema es distinguir la radiación de un radionúclido dado de

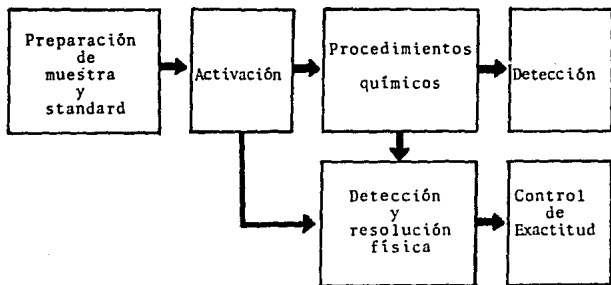
la radiación de otros radionúclidos. Esta diferenciación se puede llevar a cabo, por métodos químicos o físicos o por consideración de ambos.

La diferencia química requiere de separaciones químicas del radionúclido deseado de los otros radionúclidos, para obtener una proporción radioquímicamente pura de este sólo radionúclido.

La diferenciación física se lleva a cabo basada en las diferentes clases de energía de radiación, diferentes tiempos de decaimiento, etc. En algunos casos, la sola diferenciación física es suficiente por lo que no se requiere la separación química y el análisis es no destructivo, sin embargo, en muchos casos se requiere de la separación química.

4.2 Procedimiento

Generalmente, el procedimiento para la determinación de un elemento por análisis por activación, comprende cinco pasos individuales que son los siguientes:



Dentro de este esquema, se pueden dar tres posibilidades:

- a) Diferenciación de la actividad únicamente en la base de las propiedades químicas del elemento dado.
(5, 14, 18)
- b) Diferenciación basada en la combinación de propiedades físicas y químicas.
- c) Diferenciación basada sólo en propiedades físicas.

En esta posibilidad, la tercera etapa del procedimiento, la separación química es innecesaria.

La importancia del análisis por activación radica principalmente en su extrema sensibilidad. Es el método mas sensible para la mayoría de los elementos como puede observarse en el cuadro siguiente:

4.3 Sensibilidad del análisis por activación

A.A. 10^{12} n'/cm²/seg.

Reactor nuclear

En análisis de agua:

0.004 ppm

Cu

0.023 ppm

Sn

0.48 ppm

Sr

2.5 ppm

K

4.4 ppm

Na

7.0 ppm

Cl

9.5 ppm

Mg

Otros elementos:

0.1 ppb

Co, Th

0.05 ppb

Cs

4.4 Sensibilidad del análisis por activación

 10^{14} . m²/cm². seg Reactor nuclear

Sensibilidad	Elementos*
2.5×10^{-14} g	Dy
2.5×10^{-13}	Lu, Mn
5×10^{-12}	Ag, Ho, In
2.5×10^{-11}	Au, Eu, Rh
5×10^{-10}	Cu, Er, Ir, Re, V
2.5×10^{-10}	U, As, Br, Ga, La, Na, Sm, Sr, Tg
5×10^{-9}	Al, Hg, I, Sb, Yb
2.5×10^{-9}	Gd, Ge, Pd, Pr, Ru, Sc, Te, Th, Ti
5×10^{-8}	Zn, Ba, Ce, Cl, Co, Mo, Nd, Rt, Tb, Tm
2.5×10^{-8}	Cd, Cs, K, Mg, Ni, Sm, Ta
5×10^{-7}	Cr, F, Hf, Nb, Zr
2.5×10^{-7}	Ca, Rb, Se
5×10^{-5}	Fe, S
2.5×10^{-5}	Si

* 65 elementos

Otra ventaja de este método analítico es que es prácticamente el único método para la determinación de trazas de elementos que no se ve afectado por errores debidos a valores del blanco.

Antes de la activación, la muestra es frecuentemente sometida a una sólo operación: Proveerla de un contenedor adecuado. Se le adiciona también un acarreador a la muestra después de activarla (usualmente en cantidades de algunos mg o décimas de mg), entonces se trabaja con esta macrocantidad del elemento adicionada, en vez de la determinación en cantidades de microgramos. Como se comentó anteriormente, los métodos destructivos son más usuales que los no destructivos en el análisis por activación neutrónica, sin embargo, en comparación con otros métodos analíticos, las posibilidades de determinación no destructiva usando análisis por activación son significativamente mayores. Esta es otra de las principales ventajas del análisis por activación neutrónica. (9, 15, 18)

4.5 Preparación de muestras y patrones de referencia

La preparación previa a la activación varía de acuerdo al tipo de muestra de que se trate, por ejemplo, en muestras que contienen agua (como son las provenientes de materiales biológicos), el procedimiento es secarlas a peso constante antes de la activación. Es más conveniente activar muestras secas que húmedas, dado que los productos gaseosos de la radiólisis

del agua pueden dañar el contenido. Las muestras orgánicas que requieren tejido libre de grasa, se tratan con técnicas de sengrasantes bioquímicas normales antes de la activación.^(5,19)

Las muestras líquidas (fluidos biológicos, agua mineral de enfriamiento u otro tipo de aguas) deben someterse primero a una evaporación y la posterior activación. Los líquidos pueden activarse también directamente, en estos casos se usan contenedores de cuarzo.

La superficie de muestras de origen inorgánico como minerales, aleaciones metálicas, meteoritos, se pueden lavar con solventes apropiados si la superficie está contaminada. La muestra siempre se debe pesar antes de la activación. En la determinación de elementos por análisis de activación neutrónica, normalmente se evalúa el contenido de la muestra con ayuda de un standard, que contiene una cantidad conocida del elemento dado y se activa junto con la muestra. Si se llevan a cabo los mismos procedimientos en ambos, la relación entre la cantidad del analito en la muestra y en el standard es la misma que la relación entre sus cuentas de actividad. Esto se logra debido a que ambos, muestra y standard deben estar expuestos al mismo flujo de neutrones durante el mismo período de tiempo y estando lo suficientemente cerca una de la otra.

El standard contiene el elemento de interés en su forma elemental, ya sea como óxido o como sal. Si el elemen-

to está en forma de catión, se utilizan sus carbonatos, acetatos o cloruros, si esta forma de anión generalmente se emplean las sales de amonio.

4.6 Activación

El análisis de activación es un método de análisis elemental basado en la medición de radiación característica de radionúclidos formados directa o indirectamente por activación. Generalmente, se especifica el tipo de radiación incidente: neutrones, fotones o partículas cargadas.

El análisis de activación requiere de leyes que gobiernen el crecimiento y decaimiento en la activación. La activación básica final para obtener la actividad A producida en una especie nuclear específica en el tiempo de irradiación T, está dada por:

$$A = N \phi K \sigma (1 - e^{-\ln 2 \phi t / T_{1/2}})$$

En donde:

A = Actividad en cpm

N = Número de átomos del núclido en la muestra

ϕ = Flujo neutrónico ($n \cdot cm^{-2} \cdot seg^{-1}$) $10^{12} - 10^{13}$

$\ln 2 = 0.693$

T - tiempo de irradiación (min).

- $T_{1/2}$ = Vida media de la especie nuclear producida en las mismas unidades de t (min)
 = Sección de absorción neutrónica en barn. ($1\text{b} = 1 \times 10^{-24} \text{ cm}^2$)
 K = Abundancia isotópica relativa (100%)

De esta ecuación se puede observar que la actividad medida A , y por tanto la sensibilidad de la determinación es directamente proporcional al flujo de partículas activadoras ϕ y a la sección de absorción de la reacción de actividad usada. Es por esto que siempre se trata de usar los más altos flujos posibles, por lo que el análisis de activación neutrónica con reactor, es la técnica más importante.

La sensibilidad puede elevarse prolongando el tiempo de activación, sin embargo, esta prolongación es sólo de importancia limitada. Además de los factores mencionados, también afectan la sensibilidad, las propiedades de la radiación del radionúclido formado y la eficiencia de la detección.

Los parámetros de la activación pueden modificarse en rangos amplios, lo que permite seleccionar condiciones óptimas para el análisis, se pueden escoger la clase de partículas, su intensidad y energía y el tiempo de activación. Es posible utilizar todo tipo de partículas para la activación, sin embargo, las partículas eléctricamente cargadas sólo tienen aplicaciones muy limitadas debido a sus secciones de absorción tan

bajas. Por el contrario, el análisis de activación neutrónica tiene amplias aplicaciones debido a sus altas secciones de absorción neutrónica. La reacción (n, γ) es la más importante en el análisis de activación, sin embargo, se conocen también las aplicaciones de otras reacciones como (n, α) , (n, p) y $(n, 2n)$.

El tipo de reacción de activación debe de seleccionarse en cada caso en particular tomando en cuenta las siguientes consideraciones para ese fin:

- 1.- Debe formarse un producto de activación adecuado cuya vida media sea lo suficientemente larga para permitir el tratamiento necesario o el transporte de muestras después de la activación.
- 2.- La reacción debe tener una sensibilidad óptima.
- 3.- No deben de presentarse secciones de interferencia.
- 4.- El tratamiento del material irradiado debe ser lo más simple posible.

Tipos básicos de análisis de Activación

- Análisis de activación con neutrones termalizados.

Este tipo de análisis es la técnica más importante, ya que es posible obtener flujos altos de neutrones en los reactores nucleares y además la mayor parte de los elementos se acti

van con neutrones térmicos. (5, 19)

4.6.1 Análisis de activación con neutrones rápidos.

Se utiliza para los elementos que no pueden ser determinados por activación con neutrones térmicos con suficiente sensibilidad, por ejemplo, O, N, S se pueden activar con neutrones rápidos (14 MeV) producidos en un generador de neutrones.

4.6.2 Análisis de Activación con partículas cargadas.

La activación del elemento a determinar, puede llevarse a cabo no sólo con neutrones, sino también con partículas cargadas como protones, deuterones, partículas alfa, tritones y los núcleos de helio. A través de estas reacciones se forman radionúclidos diferentes de los obtenidos con neutrones, es por esto que se utilizan para determinar elementos que no pueden ser activados con neutrones, generalmente, elementos ligeros como se menciona a continuación:

Activación con protones: Carbono, oxígeno, boro, litio.

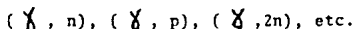
Activación con Deuterones: Sodio, fósforo, galio, azufre,
nitrógeno, fierro, boro.

Activación con helio: Se usa principalmente para oxígeno y carbono.

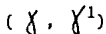
4.6.3 Análisis de Activación con fotones.

Se utilizan dos principios en el análisis de activación con fotones:

- a) Efecto foto-nuclear (reacción fotonuclear) como una consecuencia de la radiación con fotones gamma, ya sea neutrones, protones u otras partículas son emitidas del núcleo en reacciones como:



- b) Fotones gamma inelásticos dispersos, que excitan un núcleo a un estado metaestable en una reacción



Este tipo de análisis se usa en la determinación de elementos como: Cd, Hg, Pb, cuando se requieren límites de detección muy bajos, por ejemplo, en la detección de contaminación ambiental.

4.6.4 Análisis de activación instrumental.

Este tipo de análisis es el método más comúnmente empleado del análisis de activación para estudios ambientales.

En la determinación de muestras ambientales sólidas co-

mo polvo, aerosoles, muestras de suelo, cenizas, sedimentos, el análisis de activación neutrónica instrumental es muy útil por las siguientes razones:

- a) Debido a los bajos límites de detección, son suficientes pequeñas cantidades de muestra.
- b) No se produce la activación de los componentes principales de esta clase de muestras.
- c) No se requieren pasos intermedios como disolución o separación.

4.7 Detección radiactiva

Los factores más comunmente usados en el análisis de activación neutrónica, son los tubos de Geiger-Müller y los detectores de centelleo. En el caso de la radiación β se usan generalmente Geiger-Müller, mientras que en la detección de radiación gamma el uso del detector de centelleo es más adecuado.

La detección, usando un tubo Geiger-Müller debe de cumplir con los requisitos obvios, como son la misma geometría, corrección del tiempo del decaimiento, buen conocimiento de los parámetros técnicos del tubo en uso, selección adecuada del voltaje de trabajo, etc. Así también, tomando en cuenta

dos parámetros que constituyen frecuentes fuentes de error, éstos son el error causado por el tiempo muerto y el error causado por la propia absorción de la radiación beta. (3, 5, 11)

El uso de detectores de centelleo, se emplea generalmente en la detección de radiación gamma y los más frecuentemente usados son los contadores con un cristal de NaI activado con talio, en este caso, la preparación en forma de un precipitado o una solución se puede medir en un tubo de prueba. Los centelleadores líquidos se usan menos frecuentemente así como los centelleadores plásticos.

Existen otros tipos de detectores para el análisis de activación neutrónica que son menos frecuentes en su empleo, entre ellos está el uso de la autoradiografía que se utiliza para detectar radiación beta, especialmente de baja energía, otro sistema de detección es el uso de la espectrometría gamma en donde la energía del rayo gamma puede ser usada como una cualidad analítica e individual de los radionúclidos, que pueden ser diferenciados por la espectrometría gamma análogamente a la diferenciación de elementos individuales de acuerdo a su espectro de emisión en la espectrografía de emisión. (10,18,19)

C A P I T U L O V

ANÁLISIS POR FLORESCENCIA DE RAYOS X

5.1 Introducción

El análisis por Rayos X de Fluorescencia, es una técnica espectrométrica que permite evaluar concentraciones a nivel de trazas de elementos en todo tipo de muestras.

Todas las clases de espectrometría de Rayos X involucran el bombardeo de una muestra con radiación de suficiente energía para expulsar a los electrones de las capas internas de los átomos en la muestra. Los electrones expulsados se reemplazan inmediatamente por electrones de capas atómicas exteriores con la emisión simultánea de rayos X, cuyas energías son características de los electrones de transición responsables de su emisión. Las variaciones de este proceso básico son fundamentalmente la naturaleza de la radiación de bombardeo y el método de detección y la energía de discriminación de los rayos X emitidos. Cuando un fotón, ya sea Rayo X o gamma interacciona con la materia, ocurren tres procesos principales mediante los cuales pierde energía:

- a) El efecto fotoeléctrico
- b) El efecto Compton y
- c) Producción de pares.

Sólo los dos primeros están involucrados en la producción de Rayos X de Fluorescencia, debido al rango de energías en que éstos ocurren.

5.2 Inducción de fluorescencia

La fluorescencia de rayos X puede ser inducida por fotones o rayos gamma, en el primer caso, si un fotón golpea a un electrón de una capa electrónica y la energía del fotón es más grande que la energía de amarre del electrón, es posible que éste absorba la energía total del fotón. El fotón desaparece en este proceso y su energía es transferida al electrón, el cual es proyectado fuera del átomo. Este es el proceso fotoeléctrico y el electrón proyectado es un fotoelectrón. La máxima probabilidad para que ocurra el efecto fotoeléctrico sucede cuando la energía del fotón está justo arriba de la energía crítica, de este modo, mientras más se acerca la energía incidente a la energía de amarre, la probabilidad de que el evento ocurra es mayor, pero cuando se alcanza esta energía, si se sigue incrementando la probabilidad decae bruscamente.

Otra forma de inducir la emisión de rayos X es a través de partículas, frecuentemente protones, técnica denominada PIXE, cuya sensibilidad es mucho mayor que cuando se emplean fotones.

5.3 Análisis elemental

En el análisis elemental por fluorescencia de rayos X, se utilizan para la excitación, tubos de rayos X o radiación emitida por radionúclidos. El empleo de radionúclidos tiene una serie de ventajas frente al uso de tubos de rayos X:

- Fuentes de radiación simple
- Amplio rango de energía de radiación monocromática de fotones
- Intensidad constante de la radiación de radionúclidos
- Arreglo experimental simple y fácil operación

El análisis convencional de fluorescencia de rayos X con tubos de rayos X, se caracteriza por una alta sensibilidad, sin embargo, se requiere una planificación cara y complicada. El análisis de fluorescencia de rayos X con radionúclidos, provee una técnica potencialmente útil para el análisis multielemental de muestras ambientales, ya que presenta algunas ventajas sobre otros métodos analíticos:

- Es un análisis que no destruye la muestra
- Requiere un tratamiento químico previo mínimo o ninguno
- Se pueden efectuar determinaciones simultáneas de elementos cuyos números atómicos sean superiores a 20, con una sensibilidad potencial de 10^{-2} g

- Los efectos de matriz en las muestras biológicas, son comparativamente pequeños, ya que los constituyentes principales en las muestras biológicas, son elementos ligeros como O, H, N.
- Las interferencias en las líneas espectrales son pocas
- El método se puede automatizar con facilidad.

En este tipo de análisis se puede utilizar un modelo experimental sumamente simple, en donde la fuente de núclidos emite radiación de alta energía que bombardea la muestra y los rayos X emitidos por ésta se analizan con un detector de silicio y un analizador de multicanal. Las muestras pueden estar en forma compacta o de polvo.

Se pueden usar muchos radionúclidos en la excitación de rayos X, aunque los de uso más frecuente son Cd^{109} y Am^{241} , cuyo límite de detección varía entre una y 10 ppm.

5.4 Aplicaciones

El análisis de fluorescencia por rayos X, tiene una gran aplicación para determinar partículas de metal en aire, se han determinado Ca, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Hg, Pb, As, Br, Sr, Zr, Mo. También se ha usado para el análisis de aguas de desecho o naturales y es útil cuando las muestras tienen una concentración relativamente alta de los elementos

a determinar.

La fluorescencia por rayos X, se utiliza también en la determinación simultánea de metales en plantas.

En vivo tiene importantes aplicaciones en medicina ocupacional y ambiental, por ejemplo, en las determinaciones directas de contaminación por Pb y Cd, ya que es posible hacer una determinación "in situ" de la cantidad de Pb almacenada en un diente, midiendo la radiación característica de rayos X que emite al ser irradiado con rayos gamma de una fuente de Co^{57} . La sensibilidad de este método es adecuada para medir los niveles de plomo comunmente asociados con contaminación ambiental. (16, 18, 19)

El espectro de fluorescencia de rayos X del cabello tomando en cuenta la gran cantidad de elementos presentes, puede ser empleado como una especie de "huellas digitales" para uso policíaco o en medicina del trabajo.

Otros usos interesantes de la fluorescencia de rayos X, son el análisis de aerosoles y el de materiales biológicos en este último se determina frecuentemente Mn, Fe, Cu, Zn, Rb, Sr.

La ventaja de la fluorescencia de rayos X, radica en su rapidez y en el hecho de que se requieran pequeñas alícuotas de muestra, además su exactitud es grande, ya que es un método

en que se calibra con patrones cualitativa y cuantitativamente.

C A P I T U L O VI

APLICACION DE METODOS RADIOMETRICOS

6.1 Introducción

Una de las características de los métodos analíticos radiométricos es precisamente la amplia gama de análisis en los cuales se pueden utilizar, siendo los principales campos de aplicación, los siguientes ejemplos:

6.2 Análisis de contaminantes ambientales

Atmósfera

El equilibrio químico en la atmósfera juega un papel muy importante en la supervivencia y el bienestar de los seres vivos, es por esto que el conocer bien su composición, es una tarea de vital importancia y que requiere de las determinaciones químicas más finas, por lo que hay un continuo desarrollo de métodos analíticos precisos y extremadamente sensitivos, siendo los más recientes las técnicas radiométricas.

El análisis químico nuclear del medio ambiente es la ciencia aplicada que usa materiales radiactivos y/o reacciones nucleares como complemento de los análisis químicos, este tipo de análisis incluye tres tipos principales.

- 1) Química Analítica Nuclear del medio ambiente que incluye el desarrollo y la aplicación de técnicas nucleares para la identificación de especies químicas y la determinación de sus concentraciones y actividades, también incluye las determinaciones de ciertos parámetros fisicoquímicos y Químico-biológicos tales como la concentración de partículas suspendidas en aire o agua, determinación del contenido de humedad de los suelos, etc.

- 2) Estudio de los procesos de reacción, esto involucra el uso de técnicas de medición nucleares para el estudio de reacciones químicas y procesos químicos con el medio ambiente. Incluyen identificación de un proceso o una reacción el estudio de su velocidad, duración, terminación y estados de equilibrio. Es también importante la determinación de todos los factores de control como son temperatura, tiempo, pH, potencial redox, etc.

- 3) Estudio de materiales radiactivos. Incluye el uso de técnicas analíticas nucleares para estudiar la naturaleza, frecuencia, comportamiento y control de los materiales radiactivos naturales y fabricados por el hombre, y que se encuentran en el medio ambiente.

6.3 Análisis Industriales

- Determinación de aleaciones Cu-Al-Fe en aluminio metálico por el análisis por activación.
- Análisis de aceite lubricante, se pueden hacer mediciones simultáneas de contaminación de Ba-P en aceites lubricantes.
- Determinación de partes por millón de elementos como Cl, Co, Sb, As, Br, Cs, Cu, Na, Rb, Sc, Zn, en sangre.
- Análisis de cenizas de huesos en ppm de La, Sm, Eu, Gd, Lu, Y, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Tb.
- Análisis de drogas, fármacos y vitaminas, Mn, Cu, Na, As, Sb, Au, Br, riboflavina, vitamina C.
- Análisis de contaminación de metales pesados en alimentos.
- Análisis de petróleo y sus derivados. Análisis de plásticos.
- Análisis de semiconductores.
- La composición elemental de diferentes tipos de muestras como drogas, fármacos, alcohol, pinturas, aceites aditivos y lubricantes, ayudando a determinar su origen, marca de fábrica y en algunos casos fecha de preparación.
- Análisis del cabello y otros materiales biológicos para fines policíacos (determinación de As y otros metales pesados en casos de envenenamiento).

CAPITULO VII

CONCLUSIONES

La presencia de elementos como trazas en diversos materiales biológicos, industriales o de interés industrial, lleva a la necesidad de encontrar métodos analíticos sensibles, selectivos, rápidos y accesibles al cada vez mayor número de personas dedicadas a la determinación de oligoelementos.

Una revisión de los diversos métodos de análisis, desde los más comunmente usados hasta los de reciente desarrollo, nos lleva a concluir que no existe un método ideal para el análisis de trazas en cualquier matriz, ya que todos de acuerdo a sus características, presentan desventajas ya sea en la poca sensibilidad del análisis, o a la falta de selectividad, otros requieren un procedimiento previo largo y complicado o bien son de alto costo y poco accesibles a la mayoría de los laboratorios.

Los métodos radiométricos constituyen una excelente opción para el análisis de trazas, ya que su aplicación abarca campos desde el médico-biólogo hasta el análisis de impurezas en combustibles y lubricantes. Tienen más sensibilidad que otros métodos analíticos para la determinación de la mayor parte de los elementos, son métodos rápidos y en su mayor parte poco complicados. Son altamente selectivos y con ellos se pue

den hacer también análisis multielementales.

En el caso del análisis por activación, además de ser un método altamente sensible y específico, generalmente no es destructivo y no hay contaminación de los reactivos. Es un método rápido que puede también automatizarse. Entre sus desventajas se incluye que su sensibilidad depende del flujo de neutrones disponibles, de la sigma de absorción de neutrones y de la abundancia isotópica del elemento. Requiere además del reactor nuclear como la fuente más potente de neutrones, lo cual no lo hace accesible a todos los laboratorios de análisis.

El análisis por Rayos X de Fluorescencia, es limpio, preciso, exacto y rápido. Conveniente para cuando se trata de analizar concentraciones muy bajas de elementos en gran número de muestras.

El análisis por dilución isotópica es también muy sensible y accesible a la mayor parte de los elementos y en este caso la presencia de interferencias no es una limitante por lo que este tipo de análisis tiene una amplia aplicabilidad.

CAPITULO VIII

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Henesy, G. and Hobbie, R.
Nature, 128, 1038 (1931)

- 2.- Bock-Werthmann W., Activation Analysis
Atomkernenergie-Dokumentation beim Gmelin-Institut
Frankfurt-Main West Germany
AED-C-14-01 (1961) con 805 referencias
AED-C-14-02 (1963) con 939 referencias
AED-C-14-03 (1964) con 530 referencias

- 3.- Chase, G. D. and Rabinowitz, J. L.
Radioisotope Methodology
Burgess Co. (1967)

- 4.- Lederer, C.M., Hollander, J. M., Perleman I,
Table of. Isotopes
J. Wiley and Sons, 6th Ed. (1968)

- 5.- Rakowic C.
Activation Analysis
Iliffe Books LTD, London (1970)

- 6.- Desoete D., Gibbels C., and Horte J.
Neutron Activation Analysis
Wesley Interscience, (1972)

- 7.- Robertson D.E. and Carpenter R.
Neutron Activation Techniques for the Measurement of trace
Metals in Environmental Samples
NAS-NS 3114. Comisión de Energía Atómica
U.S.A. (1974)

- 8.- Valtovic V.
Trace Element Analysis
Taylor and Francis Ltd (1976)

- 9.- Holland, H. D.
The Chemistry of the Atmosphere and Oceans
John Wiley and Sons (1978)

- 10.- Jenkins Ron, De Uries, J.L.
Worked Examples in X. Ray Spectrometry
Philips Technical Library (1978)

- 11.- Navarrete T.M. y Cabrera M.L.
Introducción al Estudio de los Radioisótopos
Vol. 10, Ediciones del Sector Eléctrico
México, (1979)

- 12.- Cornelis, R., Versieck, J.
Trace Element Analytical Chemistry in Medicine and Biology
Walter-Gruyter and Co. (1980)
- 13.- Choppin, G.R. and Rydberg J.
Nuclear Chemistry, Theory and Applications
Pergamon Press (1980)
- 14.- Van der Sloot, H.A., Nalls, G.D., Weers, C.A., Dos, H.A.
Anal. Chem. 52, (1980)
- 15.- International Atomic Energy Agency
Elemental Analysis of Biological Materials
TRS-97, INEN, Vienna, (1980)
- 16.- Harrison, E.R.
Cosmology: The Science of the Universe
Cambridge University Press
Gran Bretaña, (1981)
- 17.- Navarrete, T.M., Cabrera M.L. y Ley K.A.
Activation Analysis
Radiochem. Radioanal Letters 49-6, (1981)
- 18.- Attila Vertes, Istvan Kiss
Nuclear Chemistry
Elsevier, (1987)

19.- Talgyessi J.

Radiochemical Analysis of Environmental samples, (1987)

20.- Cabrera M.L. Módulos del Diplomado de Actualización a
Profundidad en Seguridad Radiológica.

Fac. Química, UNAM

México, (1988)