J.E.N. 145-DQ/I 46

Análisis espectroquímico de lectura directa de grafito nuclear

por

M. Roca Adell, E. Becerro Ruiz y F. Alvarez González

Madrid, 1964

Este trabajo ha sido publicado en Anales de la Real Sociedad Española de Física y Química Serie B-QUIMICA. Tomo LIX(B). Pág. 335. Núm. 5 Mayo 1963

Toda correspondencia en relación con este trabajo debe dirigirse al Servicio de Documentación Biblioteca y Publicaciones, Junta de Energía Nuclear, Ciudad Universitaria, Madrid-3, ESPAÑA.

Las solicitudes de ejemplares deben dirigirse a este mismo Servicio.

Las publicaciones señaladas con la signatura /I pertenecen a la categoría a, "Memorias Científicas Originales"; las señaladas con la signatura /N pertenecen a la categoría b, "Publicaciones Provisionales o Notas Iniciales"; y los señalados con las signaturas /C, /CM, /B, /Conf pertenecen a la categoría c, "Estudios Recapitulativos" de acuerdo con la recomendación GC(VII) /RES/150 del OIEA, y la UNESCO/NS/177.

Se autoriza la reproducción de los resumenes analíticos que aparecen en esta publicación.

I N D I C E

	Págs.
1.- INTRODUCCION	1
2.- APARATOS	3
3.- DETERMINACION DE BORO	4
3.1. Preparación de patrones	5
3.2. Obtención de la curva de trabajo	5
3.3. Sensibilidad y precisión	6
4.- DETERMINACION DE CALCIO, HIERRO, TITANIO Y VANADIO	7
4.1. Preparación de patrones.	11
4.2. Obtención de las curvas de trabajo	11
5.- ANALISIS DE LAS MUESTRAS	14
BIBLIOGRAFIA	15

ANALISIS ESPECTROQUIMICO DE LECTURA DIRECTA DE GRAFITO NUCLEAR

Por

ROCA ADELL, M., BECERRO RUIZ, E. y ALVAREZ GONZALEZ, F.*

1.- INTRODUCCION

El grafito se ha empleado desde un principio como moderador en los reactores nucleares, presentando en la actualidad un extraordinario interés en el campo de la energía nuclear. El grafito artificial, obtenido por tratamiento térmico a unos 2.700 °C de una mezcla de coque de petróleo y de brea, suele ser muy puro. Sin embargo, la presencia de ciertas impurezas, incluso en el orden de trazas, puede aumentar los valores de las secciones eficaces de captura totales del grafito y tener consecuencias importantes para un reactor determinado. Se comprende, pues, la necesidad del control analítico del grafito de pureza nuclear. De acuerdo con la Sección de Moderadores de la Junta de Energía Nuclear, las impurezas que interesa determinar son las siguientes (1): B. Ca, Fe, Ti y V.

Tradicionalmente son los métodos espectroquímicos los más utilizados para la determinación conjunta de impurezas en grafito, por sus ventajas frente a los laboriosos métodos por vía química. En este trabajo se describe la utilización con este fin de un espectrómetro de lectura directa, el cuantómetro, dentro de un plan de aplicación de este instrumento a diversos materiales de interés nuclear.

Las técnicas de lectura directa presentan frente a las espectrográficas las ventajas de una mayor rapidez y economía, lo que las hace especialmente idóneas para el análisis de grandes lotes de muestras.

En la bibliografía aparecen descritos diversos métodos de análisis espectrográfico de trazas de impurezas en materiales de grafito y carbón. En

*División de Química

muchos de ellos se lleva a cabo una concentración previa de las impurezas por calcinación total o parcial (2) (3) (4); para evitar pérdidas durante la calcinación, especialmente en el caso del boro, o para colectar las pequeñas cantidades de impurezas, se realiza una adición previa de $Ca(OH)_2$ (5) (6) (7), La_2O_3 (8) o BeO (9). En otros casos se utilizan electrodos especiales en que cabe gran cantidad de muestra, como un electrodo superior de fondo perforado ("electrodo tamiz") (10) (11) o un electrodo en forma de crisol acoplado a un doble arco (12). Hutter (13) excita directamente las muestras como autoelectrodos en forma de varilla. Diferentes autores recurren a la formación de una baquelita con la muestra pulverizada y una resina fenol-formol (8) (14) (15). Hegemann y Rüssmann (16) obtienen buenas sensibilidades utilizando electrodos con cráter con "columna central" y fotografiando la radiación emitida por la capa catódica, técnica utilizada también por Webb y colaboradores (17). Feldman y Ellenburg (10) describen una segunda técnica en la que las muestras se excitan en un cráter de 2 mm de diámetro y 5 mm de profundidad en atmósfera de argon-oxígeno. Golab, Faris y Meng (18) determinan las impurezas volátiles mediante destilación fraccionada, empleando fluoruro sódico como portador, y las más refractarias mediante la técnica de "chispa en cobre", previa calcinación de las muestras y ataque del residuo con ácido clohídrico. Por último, Black y Lemieux (19) determinan Cu, Fe, Mg, Ni, Si y V en carbón aprovechando un método de determinación de impurezas en alúmina en el cual las muestras se diluyen con grafito puro; diluyendo las muestras de carbón a analizar con alúmina pura, se utilizan las mismas curvas de trabajo.

En nuestro trabajo, como las concentraciones a determinar son mucho más pequeñas para el boro, como consecuencia de ser muy grande su sección eficaz de captura, hemos considerado separadamente la determinación de dicho elemento ; las muestras pulverizadas, sin concentración previa, se excitan en un cráter de 7 mm de diámetro y 10 mm de profundidad en electrodo de grafito mediante arco de corriente continua de 10 amperios. Se han comparado los resultados obtenidos sin ninguna adición y añadiendo 1 por ciento de fluoruro cúprico para facilitar la volatilización del mencionado elemento.

Para los restantes elementos se usa un cráter más pequeño y se ha ensayado la dilución con diferentes matrices.

En ambos casos se obtienen mejores resultados empleando fluoruro cúprico por lo que se ha adoptado este tipo de dilución.

Como patrones internos se han ensayado el cobre y el fondo espectral para el boro, y el cromo y el cobre para los restantes elementos.

2.- APARATOS

Cuantómetro A.R.L., que consta esencialmente de tres unidades:

Unidad generadora.- A su vez esta unidad está integrada por otras dos: un generador múltiple ("Multisource") y una unidad de alta tensión.

La primera de ellas suministra dos tipos de descarga: arco de corriente continua, con el que se alcanzan intensidades de corriente de 30 amperios, y descarga interrumpida, en que, variando convenientemente los valores de la capacidad, la autoinducción y la resistencia del circuito principal, se consigue una gama de descargas intermedias entre arco y chispa.

La unidad de alta tensión proporciona una descarga de chispa condensada de 25.000 voltios.

Espectrómetro de red cóncava, en montaje de Paschen-Runge.

Radio de curvatura: 1,5 metros.

Número de líneas: 960 por milímetro.

Intervalo espectral: 2000-7500 Å, en el primer orden; 2000-3750 Å, en el segundo orden.

Dispersión: 6,95 Å/mm, en el primer orden, y 3,5 Å/mm, en el segundo orden.

Rendija primaria: 50 micras de anchura.

39 rendijas secundarias fijas de 150, 75 y 37,5 micras de anchura.

39 espejos cilíndricos para enfocar las líneas sobre los cátodos de los tubos futomultiplicadores.

40 tubos fotomultiplicadores.

Consola electrónica de registro.- Contiene 30 elementos integradores. Mediante un conmutador-selector automático se conecta al circuito de medida formado por un electrómetro amplificador y un potenciómetro registrador.

Un dispositivo especial permite la terminación de la integración para uno o varios elementos de un programa, mientras que para el resto sigue la integración hasta el final del tiempo de excitación.

3.- DETERMINACION DE BORO

Hemos ensayado un método más sencillo que la mayor parte de los citados en la bibliografía: la muestra de grafito previamente pulverizada (200 mallas) se coloca en un cráter en electrodo de grafito exento de boro y se excita con arco de corriente continua de 10 amperios. Como interesa alcanzar un límite de detección bajo, decidimos, en principio, emplear un cráter de gran volumen (7 mm de diámetro y 10 mm de profundidad) y no utilizar ningún regulador espectroscópico o diluyente que podría mejorar la excitación de la muestra pero iría en detrimento de la sensibilidad.

Previamente hemos hecho un estudio de la variación de la intensidad de la línea de boro con el tiempo de excitación, es decir, del curso de volatilización y excitación con el tiempo, en las condiciones indicadas más adelante, con el fin de seleccionar el tiempo óptimo de integración para la realización de los análisis y comparar el comportamiento de las muestras naturales con el de los patrones sintéticos. La figura 1 representa, de forma esquematizada, las curvas correspondientes a un grafito exento de boro, que ha servido de blanco para la preparación de los patrones (curva I), a una muestra natural de grafito que contiene 4 ppm de boro (II), y a un patrón sintético con 8 ppm de dicho elemento (III). De ellas se deduce que tras un pequeño máximo inicial de unos cuarenta segundos de duración no se alcanza una lectura igual a la del fondo, lo que indica que parte del boro queda sin volatizarse.

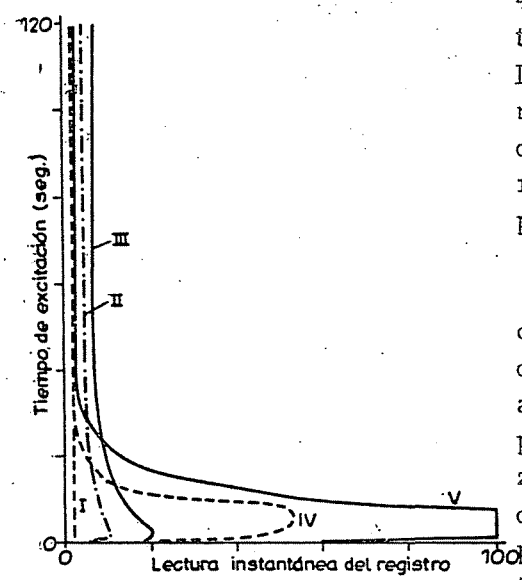

Figura 1.

Curvas de volatilización y excitación del boro

Posteriormente y con el fin de conseguir una volatización más rápida de la totalidad del boro y de disminuir al mismo tiempo las diferencias de comportamiento entre las muestras a analizar en que el boro se encuentra en forma de carburo altamente refractario y los patrones sintéticos en los que se encuentra en forma de retraborato sódico, hemos hecho uso del fluoruro de cobre, empleando por Paterson y Grimes (20) para la determinación de boro y silicio en aceros bajamente aleados. Dicho compuesto se descompone en el arco originando flúor lábil que se combina con el boro formando un fluoruro volátil. En lugar de la proporción 1:1 empleada por Paterson y Crimes hemos adoptado después de varios ensayos la de una parte de fluoruro cúprico y cien partes de grafito, con el fin de no diluir excesivamente las muestras con la consiguiente pérdida de sensibilidad. En la figura 1 (curvas I, IV y V) se representan las curvas de variación de la intensidad con el tiempo obtenidas con

las tres mismas muestras del ensayo anterior. De ellas se deduce que el boro se volatiliza y excita totalmente, tanto en la muestra natural como en el patrón sintético, en poco más de veinte segundos y que los máximos obtenidos son muchísimo más pronunciados que en el caso anterior.

Hemos obtenido la curva de trabajo para la determinación del boro en ambas condiciones. A continuación se describen las condiciones operatorias en el caso de la dilución con fluoruro cúprico.

3.1. Preparación de patrones.

Hemos usado como base polvo de grafito de pureza espectral de 200 mallas ("variedad conductora") de la firma "United Carbon", que está exento de boro. Mezclándolo convenientemente con tetraborato sódico p.a. y por diluciones sucesivas hemos obtenido la siguiente gama de patrones:

8-5-2-0,2,0,05-0 ppm de boro

Las operaciones de mezcla se han llevado a cabo sucesivamente en un vibrador "Wig-L-Bug" (tres minutos), a mano en un mortero de ágata (diez minutos) y de nuevo en "Wig-L-Bug" (tres minutos). De esta manera existe mayor garantía de que las mezclas sean homogéneas, teniendo en cuenta las pequeñas concentraciones consideradas.

Hemos ensayado también la preparación por adición de un volumen adecuado de solución valorada de ácido bórico al polvo de grafito y evaporación a sequedad bajo lámpara de infrarrojo, pero por este procedimiento se ha observado una considerable pérdida de boro, de acuerdo con las experiencias de Feldman (21).

Cada uno de los patrones ha sido mezclado con fluoruro cúprico en la proporción 100 : 1, obteniendo dicho compuesto a partir de sulfato cúprico p.a. y bifluoruro amónico de pureza nuclear (20).

3.2. Obtención de la curva de trabajo.

Excitación: Arco de corriente continua, iniciado mediante un generador Tesla.

Tensión primario: 220 V.

Resistencia : 15 ohm.

Intensidad : 10 A.

Tiempo de excitación : 20 segundos.

Sistema de electrodos: Grafito "United Carbon", exento de boro.

Electrodo superior (cátodo) : 1/8 de pulgada de diámetro.

Electrodo inferior (ánodo): consta de dos piezas: un soporte de 1/8 de pulgada de diámetro y de la pieza que contiene el cráter, que es de 3/8 de pulgada de diámetro y 18 mm de longitud. Dicho cráter tiene 7 mm de diámetro y 10 mm de profundidad.

Distancia entre electrodos: 4 mm.

Con el fin de evitar el ataque del soporte de electrodos por el flúor desprendido en la descarga, lo hemos recubierto con una capa fina de grasa.

Cantidad de muestra: 300 mg comprimidos en el cráter con ayuda de una varilla de acero.

Registro: Tiempo de preintegración: 0 segundos.

Tiempo de integración: 20 segundos.

Linea utilizada : B 2497,7 x 2.

Curva de trabajo: Hemos ensayado como patrones internos el cobre, utilizando la única línea disponible Cu 3247,5, y el fondo situado junto a la línea del boro. Las mejores precisiones se obtienen con cobre y sin patrón interno, por lo que, puesto que en ambos casos son muy parecidas, resulta más práctico operar con intensidades absolutas. En la figura 10 se representa la curva de trabajo obtenida en estas condiciones.

3.3. Sensibilidad y precisión.

En análisis espectroquímico es frecuente considerar como límite de detección de un elemento la concentración del mismo, para la cual la relación de intensidades entre línea y fondo vale 1 : 3, o, lo que es lo mismo, la relación de intensidades entre línea más fondo y fondo vale 4/3 = 1,33. De acuerdo con este criterio se obtiene en nuestro caso un límite de sensibilidad de 0-5 ppm de boro.

La desviación típica relativa obtenida analizando 20 veces una misma muestra, que contiene 3 ppm, es $\pm$ 21,5 %; excitando las muestras directamente, sin dilución con fluoruro cúprico, la desviación típica es mayor ($\pm$ 29,6%).

4.- DETERMINACION DE CALCIO, HIERRO, TITANIO Y VANADIO.

Previamente a la determinación de dichos elementos, hemos estudiado el comportamiento en el arco de las muestras al diluirlas con diferentes matrices. Hemos utilizado para ello dos muestras de grafito: un blanco exento de las mencionadas impurezas, que permite conocer las variaciones de intensidad del fondo, y un patrón sintético con 400 ppm de Ca y 200 ppm de Fe, Ti y V.

Como matrices se han empleado los siguientes compuestos de pureza espectral "Johnson Matthey" : óxido de magnesio, carbonato de estroncio, óxido de cobalto y óxido de circonio, ya que en los programas del cuantómetro existen líneas de dichos elementos que podrían ensayarse como patrones internos: Mg 5528,5, Sr 3301,7 x 2, Co 2622,0 x 2 y Zr 2910,2 x 2.

Se han mezclado las dos muestras indicadas con cada una de dichas matrices en la relación 1 : 1 y se han obtenido las curvas de lectura instantánea del registro en las condiciones indicadas en 4.2. Dichas curvas se representan esquemáticamente en las figuras 2 a 5 y de ellas se deducen las siguientes consecuencias:

1ª El calcio con óxido de cobalto se volatiliza y excita en poco más de ochenta segundos; con óxido de circonio y con óxido de magnesio la volatilización tiene lugar más lentamente, siendo muy poco pronunciado el máximo obtenido con esta última matriz; por último, con carbonato de estroncio hay una intensificación notable de la línea de calcio, lo que dificulta las determinaciones analíticas.

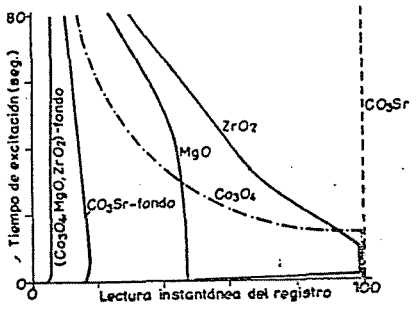

Figura 2.
Curvas de volatilización y excitación del calcio con diferentes matrices

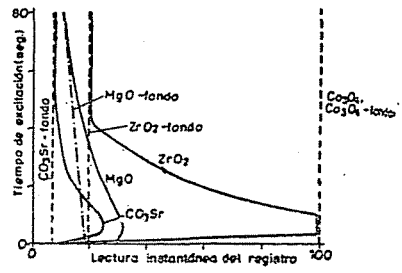

Figura 3.
Curvas de volatilización y excitación del hierro con diferentes matrices

2ª La línea Co 2599,2 interfiere con la línea disponible del hierro 2599,4. En el caso del óxido de circonio se obtiene un máximo pronunciado y el tiempo de volatilización y excitación es de unos cuarenta segundos. Con carbonato de estroncio y óxido de magnesio las relaciones de intensidades entre línea y fondo disminuyen extraordinariamente, lo que impide la realización de los análisis con sensibilidad suficiente.

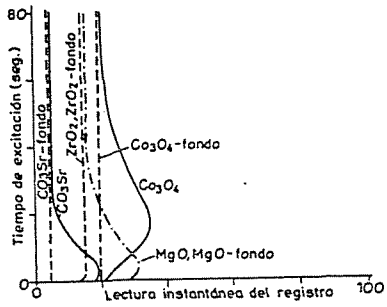

Figura 4.
Curvas de volatilización y excitación del titanio con diferentes matrices

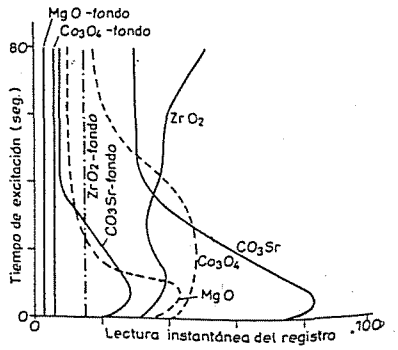

Figura 5.
Curvas de volatilización y excitación del vanadio con diferentes matrices

3ª En cuanto al titanio, las relaciones de intensidades son mínimas con las cuatro matrices; con óxido de magnesio se observa una interferencia debida a la línea Mg 3091,1, bastante separada de la línea disponible Ti 3078,6, pero de extraordinaria anchura para esa concentración de magnesio.

4ª En el caso del vanadio se observan buenas relaciones de intensidades entre línea y fondo con los óxidos de magnesio, cobalto y circonio; con esta última matriz el máximo es poco pronunciado consecuencia de que la volatilización y excitación del vanadio tiene lugar muy lentamente en esas condiciones; finalmente con carbonato de estroncio se aprecia una interferencia debida a la línea Sr 3189,2, de gran anchura para esa concentración de estroncio.

De todo ello se deduce que ninguna de las matrices ensayadas resulta ideal para la determinación simultánea de los elementos en estudio.

Posteriormente hemos ensayado el comportamiento de las cuatro impurezas consideradas en las condiciones siguientes: a) sin emplear ninguna matriz; b) con óxido de germanio J.M. en proporción 1 : 1; y c) con fluoruro cúprico, preparado como se indicó anteriormente, en la proporción de 25 por ciento. Hemos ajustado las concentraciones de Ca, Fe, Ti y V de forma que

en los tres casos sean equivalentes a las del ensayo precedente. Las curvas obtenidas están representadas en las figuras 6 a 9 de las que se deduce lo siguiente:

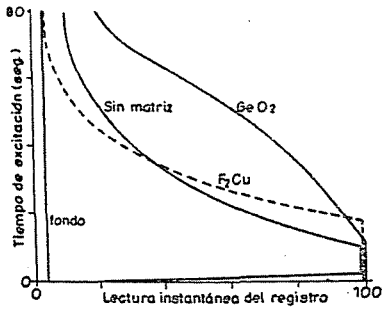

Figura 6.
Curvas de volatilización y excitación del calcio sin ninguna matriz, con F_2Cu y con GeO_2

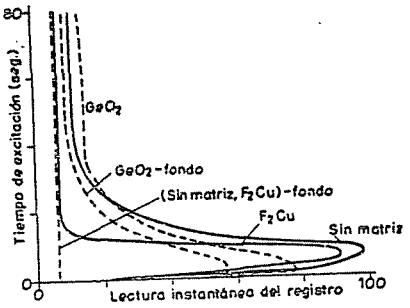

Figura 7.
Curvas de volatilización y excitación del hierro sin ninguna matriz, con F_2Cu y con GeO_2

1º El calcio sin matriz y con óxido de germanio como tal se volatiliza y excita totalmente en un tiempo superior a ochenta segundos, mientras que con fluoruro cúprico se llega a una lectura del registro constante e igual a la del fondo en setenta segundos, si bien la mayor parte de dicho elemento se volatiliza en cuarenta segundos.

2º En el caso del hierro, con las muestras sin diluir se obtiene un máximo bien definido, de forma que en unos cuarenta segundos se volatiliza y excita la mayor parte de dicho elemento. Con óxido de germanio se aprecia

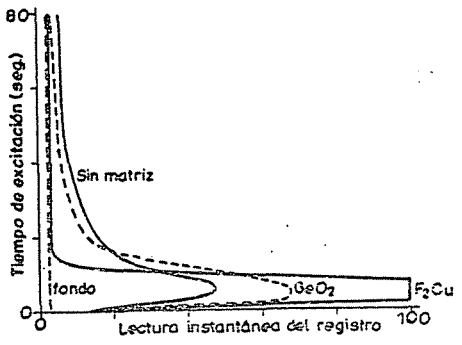

Figura 8.
Curvas de volatilización y excitación del titanio sin ninguna matriz, con F_2Cu y con GeO_2

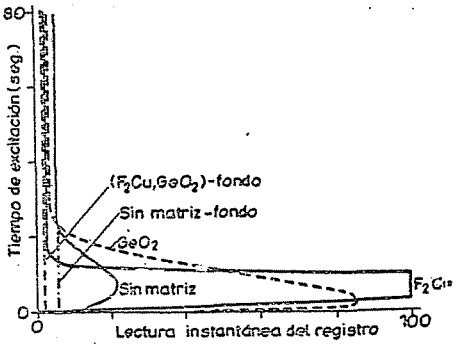

Figura 9.
Curvas de volatilización y excitación del vanadio sin ninguna matriz, con F_2Cu y con GeO_2

la interferencia debida a la línea Ge 2592,5 de gran anchura. Con fluoruro cúprico se obtiene un máximo muy nítido y en menos de veinte segundos se alcanza una intensidad de linea igual a la del fondo.

3º En el caso del titanio, sin matriz y con óxido de germanio se volatiliza y excita la mayor parte de dicho elemento en veinte-treinta segundos, mientras que con fluoruro cúprico la volatilización se completa a los quince segundos.

4º Para el vanadio se obtiene un máximo pronunciado con óxido de germanio y más aun con fluoruro cúprico, mientras que sin dilución el máximo es poco intenso; en los tres casos la volatilización se completa a los veinte-treinta segundos.

Las fluctuaciones de las lecturas instantáneas del registro son muchísimo menores empleando fluoruro cúprico que en los restantes casos, por lo que, teniendo en cuenta además lo expuesto, es de esperar que se consigan con esa matriz los mejores resultados. Hemos obtenido las curvas de trabajo sin el empleo de ninguna matriz diluyente, empleando óxido de magnesio y utilizando fluoruro cúprico. En el segundo caso sólo pueden determinarse calcio y vanadio, pues para hierro y titanio la sensibilidad es insuficiente. A continuación se describen las condiciones experimentales en el caso de la dilución con fluoruro cúprico, en que se han obtenido los resultados más satisfactorios, como puede observarse en la tabla I.

T A B L A I

Precisiones empleando diferentes matrices

Elemento	Desviacion tipica relativa		
	Sin matriz	Con MgO	Con F_2Cu
Ca	± 21,5 %	± 10,8 %	± 12,8 %
Fe	± 23,4 %	-	± 10,9 %
Ti	± 17,1 %	-	± 12,1 %
V	± 21,6 %	± 13,13 %	± 11,8 %

4.1. Preparación de patrones.

Han sido obtenidos a partir de polvo de grafito espectrográfico de 200 mallas, "United Carbon". Por adición de un volumen adecuado de soluciones valoradas de Ca, Fe, Ti y V, seguida de evaporación, se ha obtenido un patrón concentrado que, mediante diluciones con grafito, ha dado lugar a la serie de patrones utilizada. Las mezclas se han llevado a cabo, como en el caso de los patrones para el boro, con mortero de ágata, y "Wig-Bug".

Cada uno de los patrones se ha mezclado con fluoruro cúplica en la proporción 3 : 1

4.2. Obtención de las curvas de trabajo.

Excitación: Lo mismo que en el apartado 3.2, excepto el tiempo, que es de cuarenta segundos.

Sistema de electrodos.- Es semejante al descrito en 3.2, pero la pieza que contiene el cráter es de 1/4 de pulgada de diámetro y 12 mm de longitud. Dicho cráter tiene 4 mm de diámetro y 4,5 mm de profundidad.

Cantidad de muestra: Se llena el cráter, sin pesar, comprimiendo en él la muestra mediante presión del electrodo sobre una superficie limpia. Peso aproximado: 40 mg.

T A B L A II

Elemento	Línea
Ca	3933,7
Cr (pat. int.)	4254,3
Cu (pat. int.)	3247,5
Fe	2599,4
Ti	3078,6 x 2
V	3184,0 x 2

Registro: Tiempo de preintegración : 0 segundos.
Tiempo de integración para Fe, Ti y V: veinte segundos.
Tiempo de integración para Ca: cuarenta segundos.

En la tabla II se indican las líneas espectrales utilizadas.

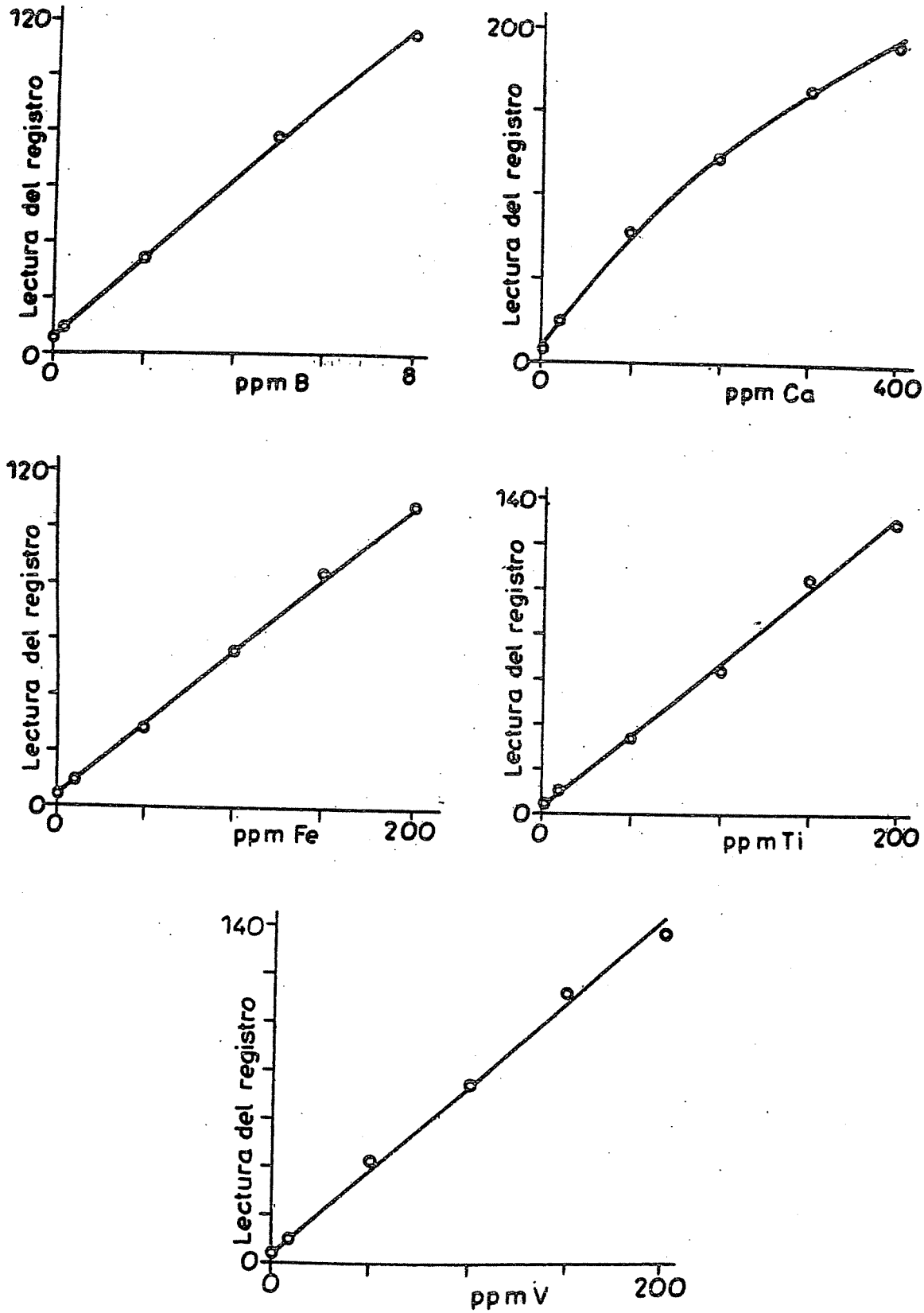

Figura 10.

Curvas de trabajo de los elementos
B, Ca, Fe, Ti y V

Curvas de trabajo: Se han obtenido excitando seis veces cada patrón. Se ha estudiado la precisión de las determinaciones para una muestra de concentraciones medias sin patrón interno y empleando como tal cobre y cromo, este último añadido al fluoruro cúprico en proporción de 0,02 por ciento de Cr_2O_3. En la tabla III se indican los resultados obtenidos; como las precisiones son muy parecidas en los tres casos es preferible prescindir del uso de patrón interno.

En la figura 10 se representan las curvas de trabajo correspondientes.

Los límites de detección para los diferentes elementos aparecen en la tabla IV.

T A B L A III

Desviaciones típicas relativas

Elemento	Sin patrón interno	Cr pat. int.	Cu pat. int.
Ca	± 15,2 %	± 14,9 %	± 12,8 %
Fe	± 11,7 %	± 10,9 %	± 13,1 %
Ti	± 13,9 %	± 14,9 %	± 12,1 %
V	± 11,8 %	± 13,0 %	± 13,0 %

T A B L A IV

Elemento	Límite de detección
Ca	5 ppm
Fe	14 ppm
Ti	4 ppm
V	1 ppm

5.- ANALISIS DE LAS MUESTRAS

Una porción representativa de la muestra de grafito a analizar se pulveriza, se pasa por un tamiz de 200 mallas y se mezcla con fluoruro cúprico en la proporción siguiente: 0,3 g. de muestra y 0,1 g de fluoruro. Se llenan, sin pesar, tres electrodos con cráter de 4 x 4,5 mm y se realizan la excitación y el registro en las condiciones indicadas en el apartado 4.2, determinándose de ese modo los elementos Ca, Fe, Ti y V.

Para la determinación del boro se mezcla 1 g de muestra con 0,01 g de fluoruro cúprico y se realizan la excitación y el registro en las condiciones descritas para la obtención de la curva de trabajo correspondiente.

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

1. H.G. MacPherson: U.S.A.E.C., Report TID-7555, pág. 184-91 (1958)

2. G.E. Boys: U.S.A.E.C., Report TID-5244 (1946).

3. K. Dixon: Analyst, 83, 362-71 (1958).

4. M. Brandenstein, I. Janda y E. Schroll: Mikrochim. Acta, 935-45 (5-6) (1960).

5. D. Shugar: Bull. Centre phys. nucléaire univ. libre. Bruxelles, No.34 (1952).

6. E. Golling: Nukleonik, 1, 21-2 (1958).

7. S. Skalska y S. Held: Chem. Analit. (Warszawa), 1, 294-300 (1956)

8. T. Nakajima, M. Takahashi y M. Morishita: Jour. of the Atomic Energy Society of Japan, 3, 22-7 (1961)

9. A.A. Demidov y L.B. Gorbunova: Zavod. Labor., 25, 956-7 (1959).

10. C. Feldman y J.Y. Ellenburg: Anal. Chem., 27, 1714-21 (1955)

11. J. Czakow y T. Steciak: Chem. Analit. (Warszawa), 3, 3-8 (1958).

12. I. Janda y E. Schroll: Mikrochim. Acta, 389-401 (3) (1959).

13. J.C. Hutter: Energie Nucléaire, 1, 172-6 (1959).

14. F.W.J. Garton: Spectrochim. Acta, 9, 297-306 (1957).

15. F. Gianni y F. Potenza: Anal. Chim. Acta, 25, 90-2 (1961)

16. F. Hegemann y H.H. Rüssmann: "Proceedings of the Colloquium Spectroscopicum Internationales VI (Amsterdam (1056)", Pergamon Press Ltd., London (1957), pág. 448-56.

17. M.S.W. Webb, J.C. Cotterill y T. W. Jones: Anal. Chim. Acta, 26, 548-56 (1962).

18. J.A. Goleb, J.P. Faris y B.H. Meng: Appl. Spectroscopy, 16, 9-12 (1962).

19. R.H. Black y P.E. Lemieux: Anal. Chem. 29, 1141-4 (1957).

20. J.E. Paterson y W.F. Grimes: Ibidem, 30, 1900-2 (1958).

21. C. Feldman: Ibidem, 33, 1916-20 (1961).

J.E.N. 145-DQ/I 46

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Analisis espectroquimico de lectura directa de grafito nuclear"

ROCA ADELL, M., BECERRO RUIZ, E., ALVAREZ GONZALEZ, F. (1965) 16 pp. 10 figs. 4 tabls. 21 refs.

Se describe la aplicación de un espectrómetro de lectura directa, el cuantómetro, a la determinación de boro, calcio, hierro, titanio y vanadio en grafito nuclear. En el caso del boro las muestras pulverizadas se mezclan con el 1 % de fluoruro cúprico y se excitan mediante arco de corriente contínua de 10 amperios, colocadas en un electrodo de grafito con cráter de 7 mm de diámetro y 10 mm de profundidad. Para los restantes elementos se usa un cráter más pequeño y se ha ensayado la dilución con diferentes matrices, obteniéndose los mejores resultados empleando fluoruro cúprico en proporción del 25%. El límite de detección para el boro es de 0,15 ppm.

J.E.N. 145-DQ/I 46

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Analisis espectroquimico de lectura directa de grafito nuclear"

ROCA ADELL, M., BECERRO RUIZ, E., ALVAREZ GONZALEZ, F.(1965) 16 pp. 10 figs. 4 tabls. 21 refs.

Se describe la aplicación de un espectrómetro de lectura directa, el cuantómetro, a la determinación de boro, calcio, hierro, titanio y vanadio en grafito nuclear. En el caso del boro las muestras pulverizadas se mezclan con el 1 % de fluoruro cúprico y se excitan mediante arco de corriente contínua de 10 amperios, colocadas en un electrodo de grafito con cráter de 7 mm de diámetro y 10 mm de profundidad. Para los restantes elementos se usa un cráter más pequeño y se ha ensayado la dilución con diferentes matrices, obteniéndose los mejores resultados empleando fluoruro cúprico en proporción del 25%. El límite de detección para el boro es de 0,15 ppm.

J.E.N. 145-DQ/I 46

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Analisis espectroquimico de lectura directa de grafito nuclear"

ROCA ADELL; M., BECERRO RUIZ, E., ALVAREZ GONZALEZ, F.(1965) 16 pp. 10 figs. 4 tabls. 21 refs.

Se describe la aplicación de un espectrómetro de lectura directa, el cuantómetro, a la determinación de boro, calcio, hierro, titanio y vanadio en grafito nuclear. En el caso del boro las muestras pulverizadas se mezclan con el 1 % de fluoruro cúprico y se excitan mediante arco de corriente contínua de 10 amperios, colocadas en un electrodo de grafito con cráter de 7 mm de diámetro y 10 mm de profundidad. Para los restantes elementos se usa un cráter más pequeño y se ha ensayado la dilución con diferentes matrices, obteniéndose los mejores resultados empleando fluoruro cúprico en proporcion del 25%. El límite de detección para el boro es de 0,15 ppm.

J.E.N. 145-DQ/I 46

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Analisis espectroquimico de lectura directa de grafito nuclear"

ROCA ADELL, M., BECERRO RUIZ, E., ALVAREZ GONZALEZ, F. (1965) 16 pp. 10 figs. 4 tabls. 21 refs.

Se describe la aplicación de un espectrómetro de lectura directa, el cuantómetro, a la determinación de boro, calcio, hierro, titanio y vanadio en grafito nuclear. En el caso del boro las muestras pulverizadas se mezclan con el 1 % de fluoruro cúprico y se excitan mediante arco de corriente contínua de 10 amperios, colocadas en un electrodo de grafito con cráter de 7 mm de diámetro y 10 mm de profundidad. Para los restantes elementos se usa un cráter más pequeño y se ha ensayado la dilución con diferentes matrices, obteniéndose los mejores resultados empleando fluoruro cúprico en proporcion del 25%. El límite de detección para el boro es de 0,15 ppm.