

Preparación de muestras para el análisis por fluorescencia de rayos X

Al ser la fluorescencia de rayos X una técnica cuyo objetivo principal es la determinación cuantitativa de los elementos químicos presentes en la muestra, es imprescindible que tenga un alto grado de exactitud y reproducibilidad. Ambos parámetros se encuentran en relación directa con la calidad de la preparación de la muestra.

RS 200



La densidad de la muestra es, además del tamaño de partícula, de primordial importancia. Precisamente durante la producción de comprimidos debe procurarse evacuar por completo el aire de la muestra. En el segundo gráfico puede observarse cómo la intensidad se mantiene constante a partir de una presión de 20 toneladas, ya que a esta presión la muestra ha alcanzado una densidad máxima. **Para obtener resultados altamente exactos y reproducibles, es necesario que la muestra sea preparada de tal forma que tenga una distribución granulométrica y una densidad uniformes.** De ser necesario, la muestra deberá triturarse en una trituradora de mandíbulas previamente a la molienda fina. El tipo de **molino** más empleado para preparar muestras duras

Buena reproducibilidad gracias a las partículas de tamaño uniforme

En muestras sólidas, la reproducibilidad de los resultados analíticos depende directamente de la granulometría y la densidad del material. En la XRF, la intensidad de la luz dispersada nos permite determinar en qué cantidad se encuentran presentes los elementos. Si la muestra no es lo suficientemente fina, los rayos X son fuertemente dispersados por las partículas y la intensidad aumenta, independientemente de la cantidad real del elemento analizado. Por lo tanto, para poder realizar un análisis cuantitativo reproducible, es importante que la muestra haya sido suficientemente homogeneizada y que la distribución granulométrica de las fracciones entre sí sea uniforme. Como puede observarse en el primer gráfico de la página 11, basta con que la muestra sea triturada 2 minutos en el **molino mezclador MM 400** de RETSCH para que la intensidad de la señal medida alcance un valor constante, el cual no variará aunque aumente el tiempo de molienda.

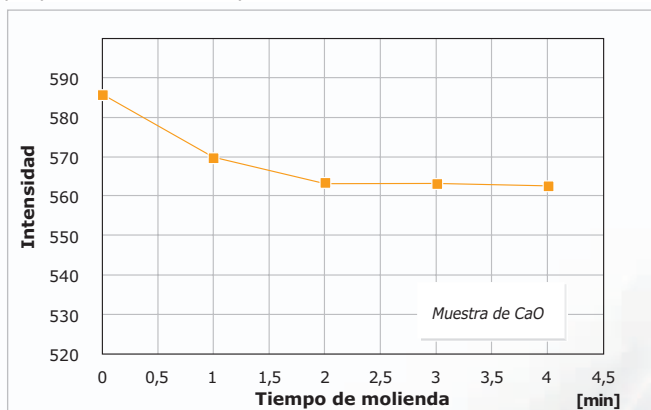
y frágiles para el análisis por XRF es el **de discos vibratorios**, como el **RS 200** de RETSCH. Las herramientas de molienda, consistentes en un disco y un anillo, se colocan dentro del recipiente de molienda y éste realiza movimientos de vibración circulares moliendo la muestra por efectos de presión, choque y fricción. Gracias a este principio de trabajo, se obtienen las granulometrías de grado analítico necesarias en **tiempos de molienda muy cortos**. En el control de calidad, esta prestación es valiosísima, ya que muchas veces la autorización para el lanzamiento de un producto al mercado depende de los resultados del análisis, que deben suministrarse rápidamente. Para cantidades pequeñas de muestra, puede usarse el **molino mezclador MM 400** de RETSCH. En este molino, los recipientes

de molienda, que están en posición horizontal, realizan un movimiento de oscilación radial homogeneizando efectivamente la muestra por efectos de choque y fricción. Tanto el molino de discos vibratorios RS 200 como el molino mezclador MM 400 disponen de juegos de molienda en diferentes materiales, para garantizar una preparación de la muestra libre de contaminaciones que pudieran interferir en la detección de los elementos.

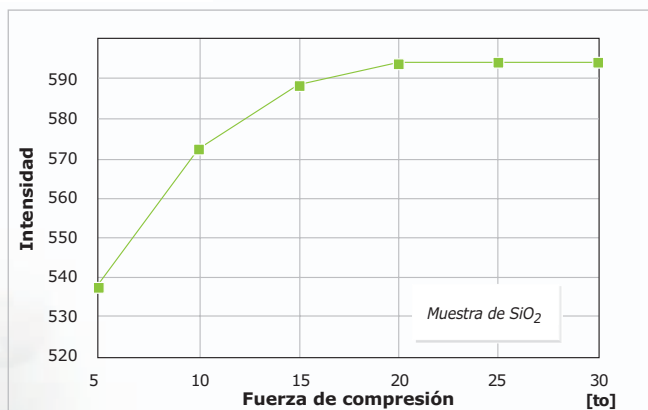
La mejor manera de triturar materiales elásticos y blandos, p. ej. plásticos, es por efectos de corte y cizalla. Para este fin, se ofrecen **molinos de corte y molinos de rotor** en los que la granulometría final alcanzada varía en función del tipo de tamiz de fondo y abertura de malla seleccionados.

De la muestra al comprimido

Una vez molida, la muestra puede prensarse para obtener comprimidos. Frecuentemente, los comprimidos sólo presentan estabilidad mecánica si se les agrega un agente aglutinante. Esto puede hacerse de dos maneras diferentes: colocando el aglutinante en polvo o en forma de pastilla en el recipiente como aditivo de molienda, o bien mezclándolo con la muestra después de que ésta ha sido triturada. **En el molino mezclador MM 400, la muestra puede mezclarse con el aditivo en recipientes especiales de poliestireno.** Ambos métodos tienen ventajas y desventajas, y el empleo del uno o el otro se hará en base al propósito del análisis posterior.



Intensidad de la fluorescencia en función del tiempo de molienda. La muestra fue homogeneizada en el molino mezclador MM 400 de RETSCH.



Intensidad de la fluorescencia en función de la fuerza de compresión aplicada. Para producir los comprimidos se empleó la prensa peletizadora PP 40 de RETSCH.

Descomposición por fusión

Cuando se dispone de muy poca cantidad de muestra para la producción de comprimidos, una alternativa viable es el prensado del material sobre una base de ácido bórico. Sin embargo, el tamaño de las partículas del comprimido puede causar interferencias e impedir que se alcance la reproducibilidad máxima posible. La única solución a este problema es la descomposición por fusión de la muestra. Aquí, la muestra original de granulometría fina (< 60-100 μm) es sometida a una digestión con borato. Durante el proceso, la estructura molecular de la muestra es modificada y las moléculas se unen de forma homogénea formando una matriz de vidrio. Las interferencias debidas al tamaño de las partículas quedan eliminadas alcanzándose una mejor reproducibilidad, una mayor homogeneidad y una densidad definida. La descomposición por fusión es un método que aumenta la precisión del análisis cuantitativo, pero que debido a la disolución con borato sólo permite determinar los componentes más importantes de la muestra. Para la detección de elementos traza deberá prescindirse de ésta. Siempre que en las pruebas analíticas de rutina no se requiera una precisión muy alta, bastará únicamente con el prensado de comprimidos.

No obstante, para obtener resultados estables y reproducibles con la fluorescencia de rayos X es necesario controlar muchos más parámetros a la hora de preparar la muestra. Por lo tanto, es muy importante adaptar el proceso de preparación de la muestra a cada aplicación individual. Los aparatos utilizados (molino, prensa, aparato para descomposición por fusión) deben disponer de una configuración flexible de parámetros, y el usuario debe tener el know how necesario.

MM 400



MOLINO DE DISCOS VIBRATORIOS RS 200

- Material de entrada: semi-duro, duro, frágil, fibroso
- Granulometría de entrada: < 15 mm
- Granulometría final: < 40 μm
- Excelente reproducibilidad
- Granulometrías de grado analítico en segundos

MOLINO MEZCLADOR MM 400

- Material de entrada: duro, semiduro, blando, frágil, elástico, fibroso
- Granulometría de entrada: \leq 8 mm
- Granulometría final: \sim 5 μm
- Alto rendimiento debido al corto tiempo de molienda y los dos puestos de molienda
- Amplia selección de recipientes en tamaños y materiales diferentes