Materiales de Construcción Vol. 16, nº 123
Julio, agosto, septiembre de 1966

617-99

# determinación cuantitativa de aluminio y silicio en mezclas de $SiO_2$ y $Al_2O_3$, por fluorescencia de rayos X

*J. L. SAGRERA, licenciado en Ciencias Químicas*
*Sección de Espectrometría del Instituto "Eduardo Torroja"*

## 1. resumen

En el presente trabajo, se describe la influencia de estos dos elementos entre si cuando se determinan sus contenidos en muestras binarias de $SiO_2$ y $Al_2O_3$, por fluorescencia de rayos X.

En este mismo artículo se explica la corrección de estas influencias utilizando una fusión con tetraborato sódico, así como el procedimiento práctico para realizarla.

Se detalla el procedimiento mediante fotografías tomadas en los momentos más interesantes del proceso de fusión.

## 2. descripción

En los análisis cuantitativos de muestras binarias formadas por $SiO_2$ y $Al_2O_3$, en estado pulverulento, y al emplear la técnica analítica por fluorescencia de rayos X, se produce una serie de errores debidos a la interacción entre estos dos elementos. Estos errores motivan que su determinación cuantitativa sea también errónea.

Con objeto de eliminar estos errores, la muestra se funde con tetraborato sódico; cuando solidifica por enfriamiento la mezcla, se obtiene una perla, que directamente se analiza. La ventaja del empleo de dicha perla, dada su invariabilidad tanto en forma como en composición, reside en la posibilidad de poder disponer en cualquier momento de un conjunto de patrones para análisis posteriores.

Dentro de la variedad de los fundentes utilizados —tetraborato sódico, tetraborato de litio, carbonato de litio, etc.—, el tetraborato sódico cumple las condiciones necesarias para eliminar las interferencias que originan resultados erróneos en las determinaciones cuantitativas de los elementos que se consideran en el presente artículo.



© Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://materconstrucc.revistas.csic.es

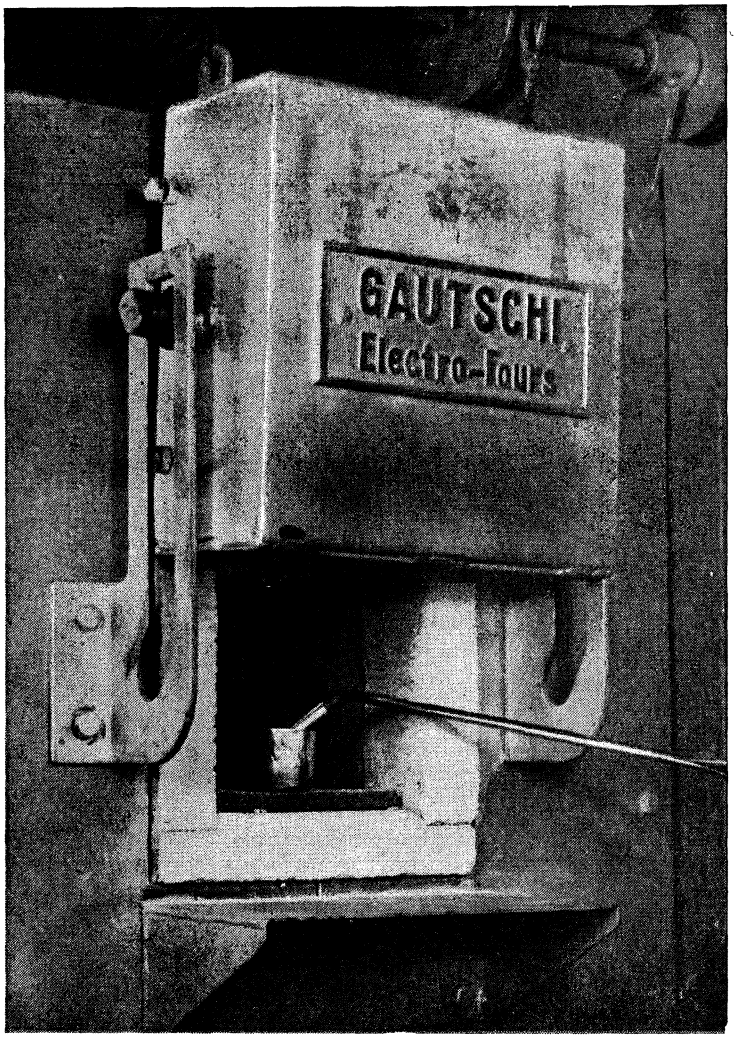


Foto 1

## 3. método operatorio

La práctica ha demostrado, después de varios ensayos, que las condiciones óptimas de fusión y formación de la perla son las siguientes:

a) el peso de la muestra es de 2 gramos;

b) el peso de tetraborato sódico ($B_4O_7Na_210H_2O$) es de 18 gramos;

c) se homogeneiza la muestra y se introduce en un crisol de platino;

d) se calienta en un mechero Mecker hasta que se obtenga una masa flúida. Este proceso deberá realizarse con precaución, pues existe el peligro de proyecciones con la correspondiente pérdida de material;

e) pasados los primeros quince minutos, aproximadamente, se comprueba el estado

© Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://materconstrucc.revistas.csic.es

flúido de la mezcla, y se dispone el crisol de platino en el interior de un horno de mufla a la temperatura de 1.000° C durante 15 minutos (foto 1);

f) tan pronto como se ha introducido el crisol de platino en el horno, se prepara sobre un hornillo eléctrico corriente, con resistencia de 500 vatios, una plancha de aluminio rectangular como indica la foto 2 y cuyo espesor es de 1,5 milímetros sobre la que se habrá colocado un anillo circular de hierro con diámetro interno de 32 milímetros.

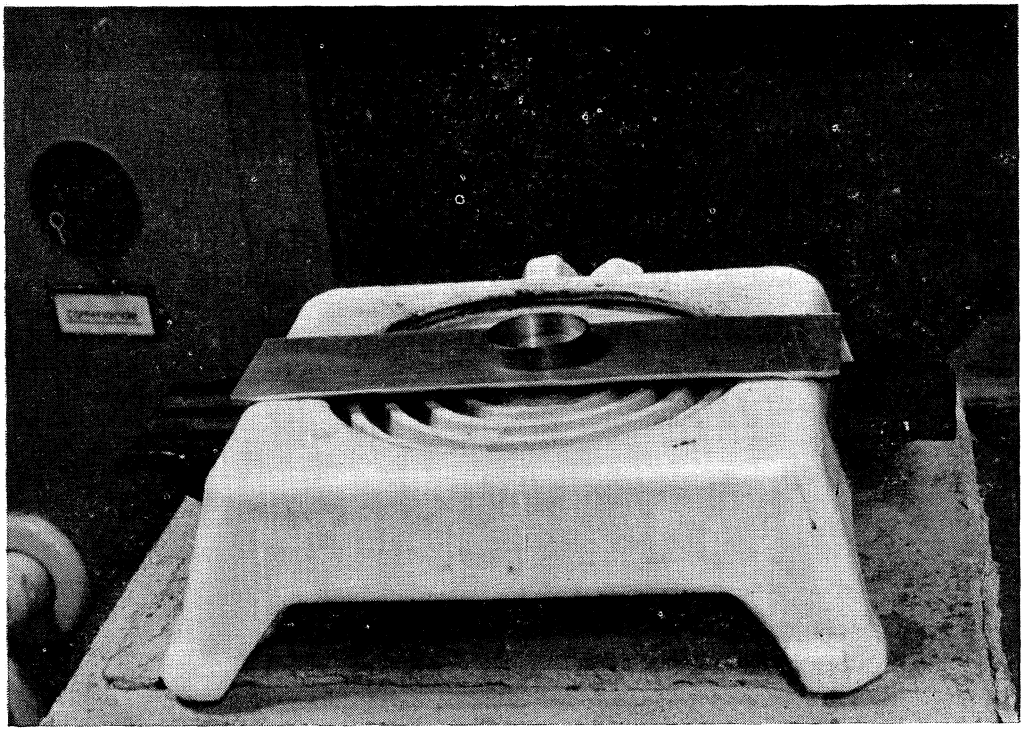

*Foto 2*

La temperatura alcanzada por la chapa de aluminio al cabo de los 15 minutos será aproximadamente de 160° C.

g) pasados los 15 minutos de permanencia del crisol en la mufla, se extrae el crisol de platino mediante unas pinzas con puntas del mismo material y con cuidado se vierte el producto fundido sobre el anillo de hierro (foto 3).

Es condición necesaria que la plancha de aluminio esté perfectamente horizontal;

h) después de transcurridos 5 minutos se desconecta la corriente del hornillo, y se observa que al cabo de poco tiempo la perla formada se separa por sí sola del anillo de hierro y que además se encuentra perfectamente despegada de la plancha de aluminio; para comprobar esto último se golpea suavemente la chapa de aluminio;

i) este período de enfriamiento debe prolongarse hasta un tiempo de 30 minutos apro-



© Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://materconstrucc.revistas.csic.es

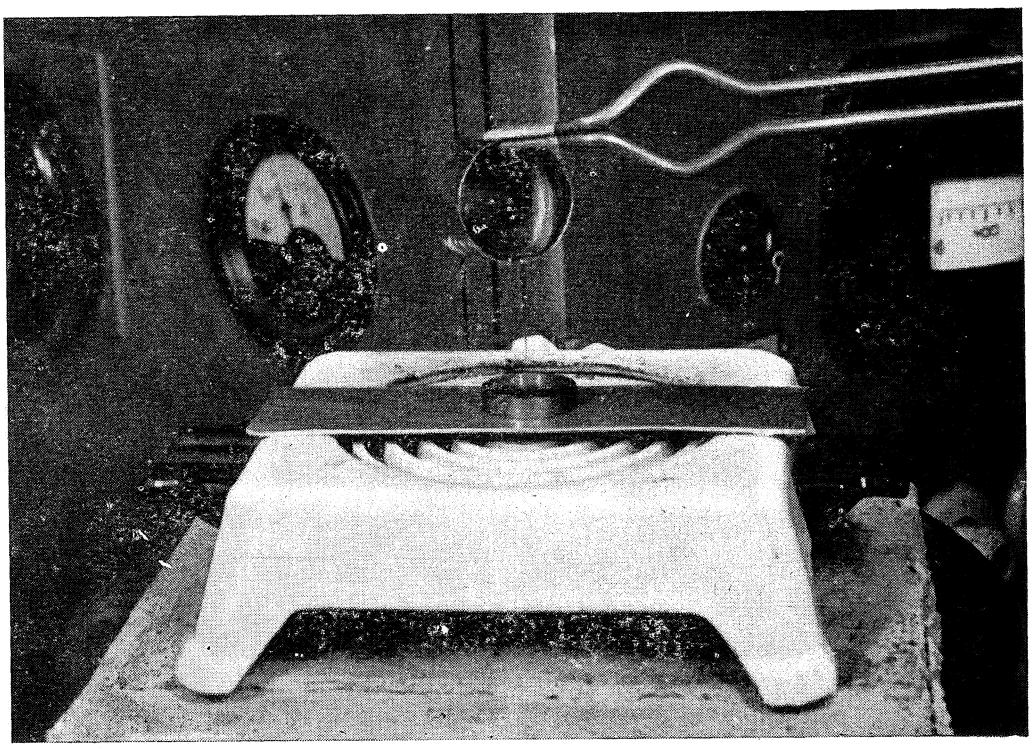

Foto 3

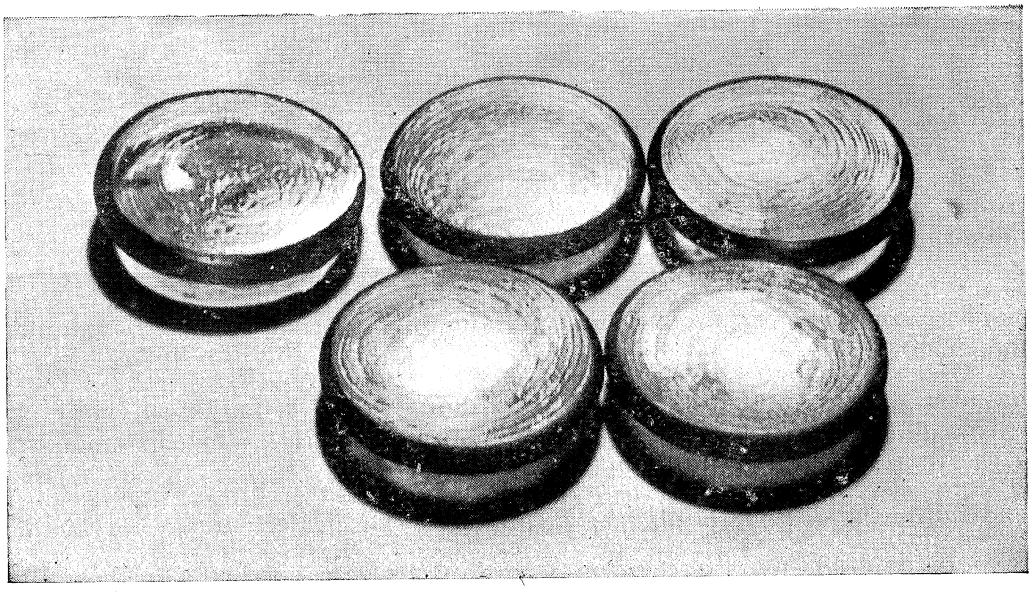

Foto 4

ximadamente, pasado el cual la perla formada se retira de la plancha de aluminio. La perla así obtenida (foto 4) se encuentra en condiciones de ser analizada por técnica de fluorescencia de rayos X.

© Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://materconstrucc.revistas.csic.es

Dadas las numerosas pruebas efectuadas para encontrar las condiciones óptimas de preparación de la perla es aconsejable seguir punto por punto los pasos anteriormente citados, puesto que todos y cada uno de ellos han sido comprobados escrupulosamente.

Todas las determinaciones por fluorescencia de rayos X del presente trabajo fueron realizadas con un equipo de las características siguientes:

— marca: Philips,
— tipo: manual,
— unidad generadora: PW-1010,
— unidad de registro: PW-1051,
— goniómetro: PW-1540.

Las condiciones operatorias para cada uno de los elementos determinados por fluorescencia de rayos X fueron:

a *Condiciones generales:*

— ánodo de molibdeno trabajando a 40 kV y 20 mA,
— colimador ancho de 480 milímetros,
— detector proporcional en flujo gaseoso a 1.575 voltios.

b *Condiciones particulares:*

1) Silicio: analizador E. D. D. T. en posición 2-2:
   — ángulo $2\theta = 78{,}15°$,
   — counter = 8,
   — time = 32 segundos.

2) Aluminio: analizador E. D. D. T. en posición 2-2:
   — ángulo $2\theta = 112{,}60°$,
   — counter = 8,
   — time = 32 segundos.

No se especifican condiciones de discriminación, ya que no es necesaria por causa de no existir interferencias.



© Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://materconstrucc.revistas.csic.es

## 4. resultados analíticos de muestras fundidas con tetraborato sódico

SILICIO

| Muestra | Recuentos | Media | % $SiO_2$ |
|---|---|---|---|
| 5 | 778-773-774-771-777-771 | 774 | 100 |
| 8 | 615-616-611-620-618-611 | 615 | 75 |
| 7 | 520-511-512-518-519-514 | 516 | 50 |
| 9 | 380-386-386-380-382-379 | 382 | 25 |
| 6 | 264-267-273-273-271-270 | 270 | 0 |

ALUMINIO

| Muestra | Recuentos | Media | % $Al_2O_3$ |
|---|---|---|---|
| 5 | 250-251-257-256-255-255 | 254 | 0 |
| 8 | 376-370-374-374-373-372 | 373 | 25 |
| 7 | 467-461-462-456-456-458 | 460 | 50 |
| 9 | 586-584-581-586-589-583 | 585 | 75 |
| 6 | 693-693-691-693-694-693 | 693 | 100 |

## 5. resultados analíticos de muestras en polvo

SILICIO

| Muestra | Recuentos | Media | % $SiO_2$ |
|---|---|---|---|
| 5 | 1.270-1.264-1.261-1.268-1.266 | 1.266 | 100 |
| 8 | 1.125-1.131-1.109-1.125-1.137-1.124 | 1.125 | 75 |
| 7 | 859-848-857-851-854-858 | 855 | 50 |
| 9 | 460-470-470-467-469-463 | 466 | 25 |
| 6 | 80-80-81-80-80-80-82 | 80 | 0 |

ALUMINIO

| Muestra | Recuentos | Media | % $Al_2O_3$ |
|---|---|---|---|
| 5 | 58-57-56-57-56-57-56 | 57 | 0 |
| 8 | 113-112-110-107-115-106 | 110 | 25 |
| 7 | 191-188-189-191-187-189 | 189 | 50 |
| 9 | 343-339-341-340-344-340 | 341 | 75 |
| 6 | 523-532-528-523-527-519 | 525 | 100 |

## 6. representación gráfica de los resultados

Con los resultados anteriormente citados se trazan las gráficas correspondientes a las determinaciones de $SiO_2$ y $Al_2O_3$, en función del número de cuentas obtenidas por fluorescencia de rayos X, y sus contenidos de $SiO_2$ y $Al_2O_3$, respectivamente.

Las gráficas de la figura 1 corresponden a muestras fundidas con tetraborato sódico, y las gráficas de la figura 2, a muestras en polvo.

© Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://materconstrucc.revistas.csic.es

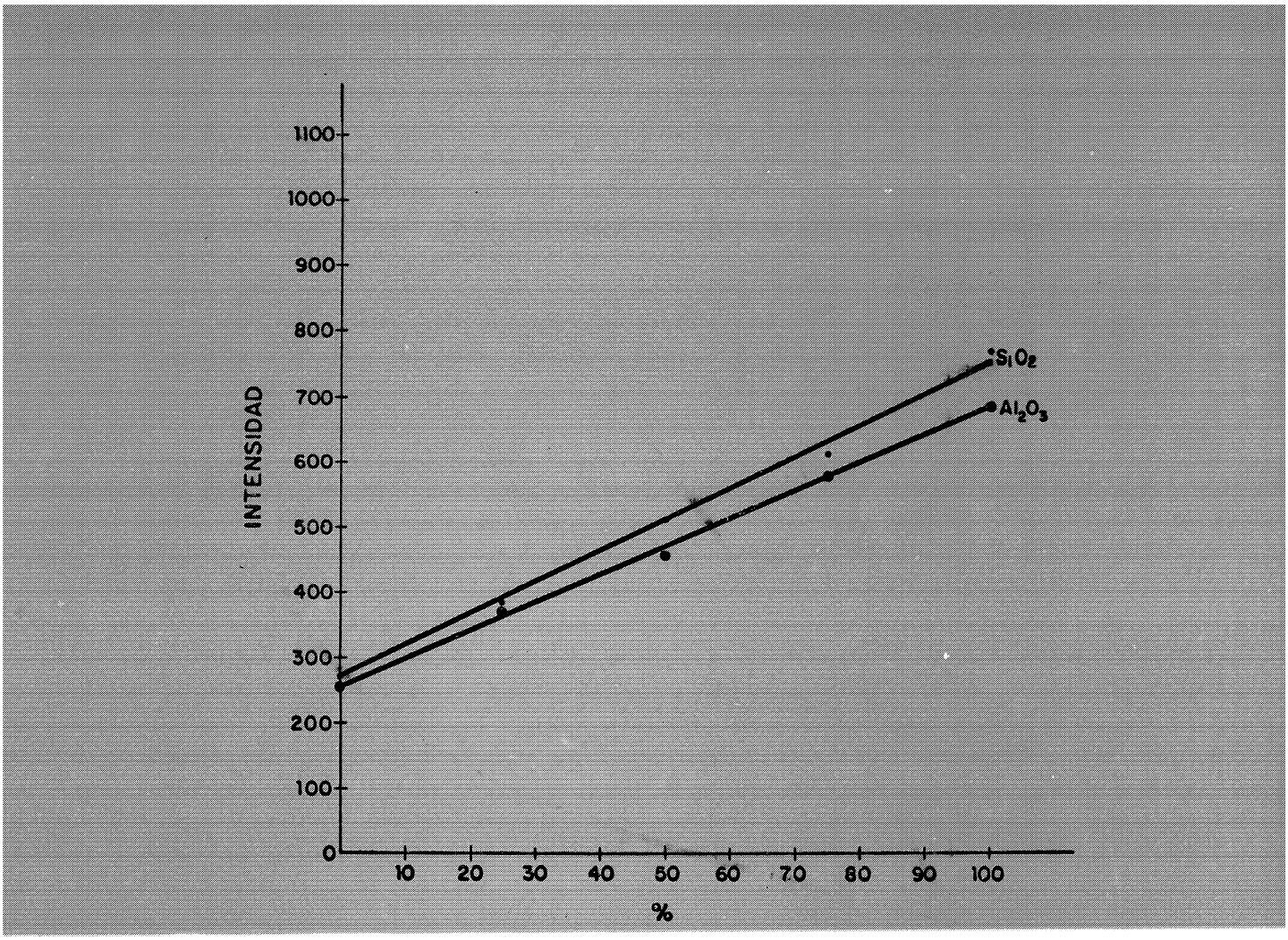


Fig. 1

Puede comprobarse en las gráficas correspondientes a las muestras en polvo, figura 2, que la relación entre el número de cuentas, de cada determinación, y su contenido, expresado en tanto por ciento del elemento, no es constante. Mientras que si se observan las gráficas de la figura 1, correspondientes a las muestras fundidas con tetraborato sódico, la relación de cuentas a contenido de cada elemento es constante.

## 7. conclusiones

La determinación de silicio y aluminio por técnica de fluorescencia de rayos X en muestras binarias de $SiO_2$ y $Al_2O_3$, en estado pulverulento, no son válidas a causa de las interferencias de los elementos silicio y aluminio.

Las determinaciones hechas con las muestras fundidas con tetraborato sódico concuerdan con los contenidos de las mismas.

La preparación de las perlas mediante fusión con tetraborato sódico debe llevarse a cabo según las normas descritas en el presente artículo, ya que por numerosas pruebas efectuadas antes de ser enunciadas dichas normas se comprobó que eran muy críticas dichas condiciones.



© Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://materconstrucc.revistas.csic.es

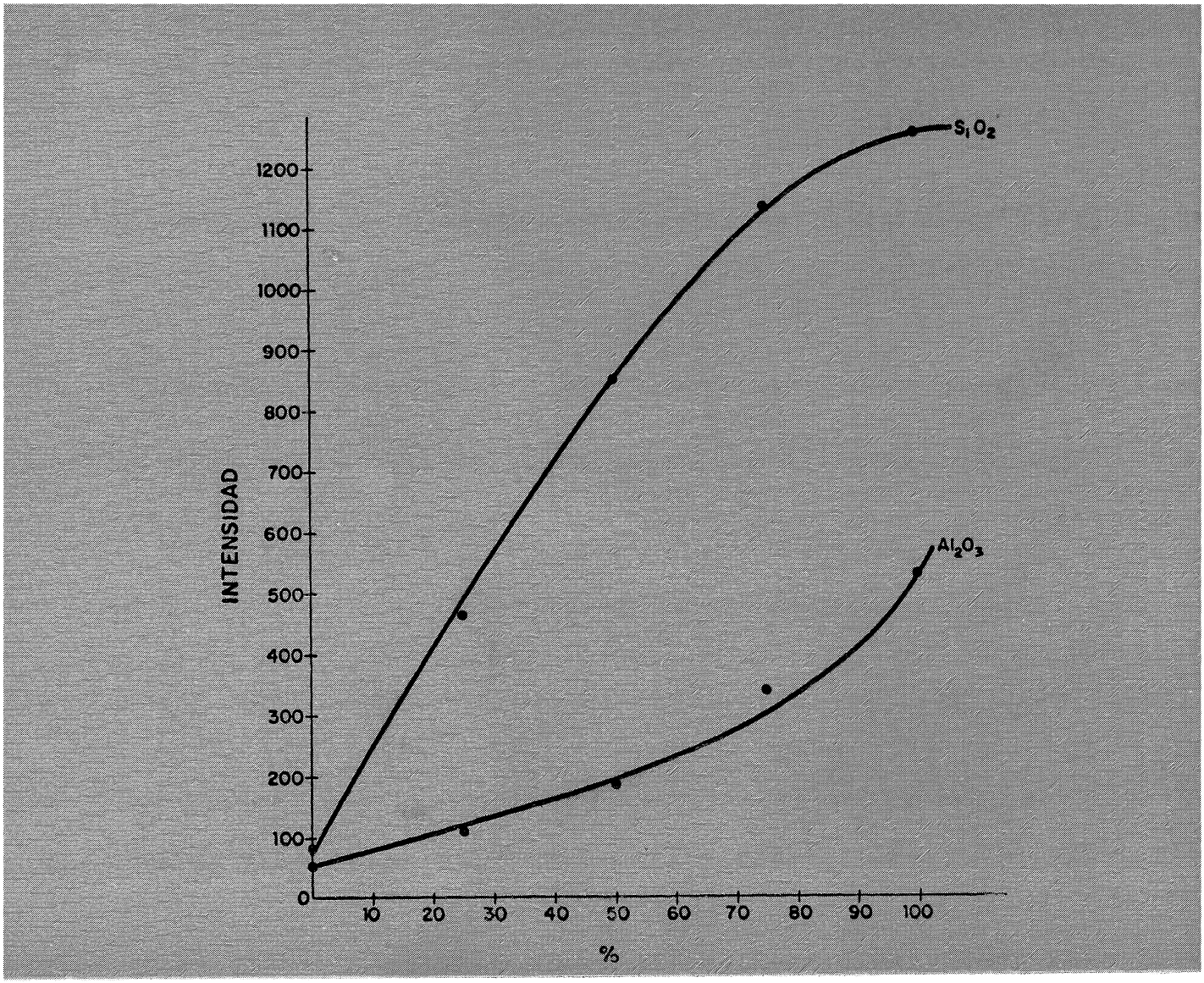


Fig. 2

La invariabilidad de forma y composición de las perlas hace que puedan considerarse cada una de ellas como patrones para usos futuros.

La dilución de las muestras en tetraborato sódico es válida, pues produce el efecto deseado de eliminación de influencias sin pérdida de detección de los elementos silicio y aluminio.

Y, finalmente, el método operatorio es sencillo y fácil de normalizar para ser encomendado a cualquier persona no especializada.

## 8. bibliografía

F. Claisse: *Analyse quantitative précise par fluorescence des rayons X.* Québec, 1956. Ministère des Mines R.P. núm. 327.

F. Claisse: *Techniques de préparation d'échantillons pour analyse par fluorescence X.* Québec, 1960 Ministère des Mines R. P. núm. 402.

G. Anderman y J. D. Aleen: *X Ray Emission Analysis.* Ibid. p. 1965.

Hans A.: Communication à la Journée de l'Analyse et des Essais. Congrès de Chimie Industrielle. Paris, juin 1959.

© Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://materconstrucc.revistas.csic.es