

ANALISIS PRELIMINARES DE UN FELDESPATO PARA SU CERTIFICACIÓN COMO MATERIAL DE REFERENCIA

PRELIMINARY ANALYSIS OF A FELDESPATE FOR CERTIFICATION AS REFERENCE MATERIAL

Lizeth Mendoza Sánchez¹, Edith Zapata Campos² y Florianne Castillo Borja¹

(1) Instituto Tecnológico de Aguascalientes, Departamento de Ingeniería Química y Bioquímica
Av. López Mateos 1801 Ote, Aguascalientes, C.P. 20256 Aguascalientes-México.

(2) Centro Nacional de Metrología, División Materiales Cerámicos, km 4.5 Carretera a los
Cués-El Marqués, C.P. 76246 Querétaro-México
(e-mail: floriannecb@gmail.com)

Recibido: 04/03/2010 - Evaluado: 15/03/2010 - Aceptado: 17/03/2010

RESUMEN

En este trabajo se presentan los análisis cualitativos y semi-cuantitativos aplicados a un feldespato candidato a MRC (material certificado de referencia) para la industria del vidrio. Los elementos que se encontraron por medio de FRX (espectrometría de fluorescencia de rayos X) en el feldespato son Mg, Na, Fe, K, Ti, Zr, Al y Si. El análisis cualitativo por medio de difracción de rayos X demostró que el 81.6% del material analizado correspondía a un feldespato compuesto por sodio y potasio principalmente. Los análisis de homogeneidad física y química mostraron que el material era homogéneo con un tamaño de partícula no mayor a 63 μm y que todos los elementos de interés son homogéneos en muestras de 4 g.

ABSTRACT

This work presents the qualitative and semi-quantitative analysis applied to a CRM (Certified Reference Materials) candidate feldspate for glass industry. The elements found by XRF (X-ray Fluorescence Spectrometry) in the feldspate are Mg, Na, Fe, K, Ti, Zr, Al and Si. Qualitative analysis by X-ray diffraction showed that 81.6% of the analyzed material corresponded to a feldspate consisting of sodium and potassium. Physical and chemical homogeneity analyses showed that the material was homogeneous with a particle size not greater than 63 μm and all elements of interest are homogeneous in 4g-samples.

Palabras clave: feldespato, fluorescencia de rayos X, material de referencia
Keywords: feldspate, X-ray fluorescence, reference material

INTRODUCCIÓN

Los feldespatos son grupos de minerales constituyentes fundamentalmente de las rocas ígneas. El nombre de feldespato corresponde a un grupo extenso de minerales formados por silicatos de aluminio combinados en sus tres formas: potásicos, sódicos y cálcicos. La fórmula química del feldespato es $x\text{AlSiO}_8$ donde la x puede ser Sodio (Na), Potasio (K) o Calcio (Ca). Cuando la relación aluminio/silicio es en la misma proporción el feldespato se clasifica como feldespatoide, pero cuando en la relación hay mayor porcentaje de silicio, el mineral mantiene la clasificación de feldespato. Los feldespatos se dividen en dos grandes grupos: ortoclasas (feldespatos potásicos) que son monocíclicos como la ortosa y plagioclasas (feldespatos de calcio y sodio) que son triclinicos como la albita. Los feldespatos son los minerales más abundantes en la corteza terrestre ya que participan con más del 60% de su volumen. Los yacimientos de feldespato más importantes en México se localizan en los estados de Puebla y Guanajuato.

Los principales usos de los feldespatos son en la fabricación del vidrio, cerámica, alfarería, pinturas, revestimientos, gomas, selladores, adhesivos, electrodos de soldadura y abrasivos. El 99% de las exportaciones de feldespato es hacia Estados Unidos, país que es líder en los usos del feldespato, ya que a pesar del uso generalizado de contenedores plásticos, el vidrio ha tenido buen funcionamiento en aplicaciones de empaque final como en envases de cerveza, vino y alimentos. Por su parte, el aislante de fibra de vidrio ha tenido uso intensivo en la construcción de nuevas unidades habitacionales para aumentar su eficiencia energética y aislar el ruido.

En México es necesaria la caracterización y producción de materiales de referencia certificados (MRC) debido a la gran demanda de materiales de referencias confiables y trazables para la industria vidriera, la ausencia de estos para soportar mediciones confiables y para ofrecer un valor agregado a este mineral que sea competitivo en mercados extranjeros. Además, actualmente los laboratorios de calibración y pruebas que se acrediten en México, deberán hacerlo basándose en la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 (NOM, 2006), la cual contiene todos los requisitos que deben cumplir los laboratorios si quieren demostrar que operan un sistema de calidad, son técnicamente competentes y son capaces de generar resultados técnicamente válidos. Requisitos obligatorios en esta norma son, entre otros, la validación de métodos, la estimación de incertidumbre de la medición y la trazabilidad de los resultados emitidos hacia patrones nacionales, para lo cual, es necesario contar con MRC adecuados a las mediciones que realicen.

Kane (1992, 2001), realizó una revisión de un gran número de materiales de referencia certificados con aplicación en la Geoquímica Analítica, su preparación y su apropiado uso en control de calidad y calibración instrumental. A la fecha, existen aproximadamente 800 materiales de referencia que cubren una gran diversidad de matrices geológicas, los cuales han sido preparados y distribuidos por diversos organismos internacionales, por ejemplo CRPG, USGS, GSJ, IWG, NIST, CENAM y GSC (Jochum et al., 2005; Marroquín-Guerra et al., 2009). Lozano y Bernal (2005), realizaron la preparación y evaluación del desempeño analítico de 8 muestras geológicas candidatas a materiales de referencia para análisis de elementos mayoritarios y trazas. Las muestras están comprendidas por un suelo laterítico, dolomía, andesita, caliza, gabro y tres sienitas, recolectados de diferentes partes de México. Se les hicieron pruebas de homogeneidad física y química a estas muestras, encontrando que eran homogéneas. Así mismo se evaluó el desempeño analítico de estos materiales mediante la construcción de curvas de calibración para 10 elementos mayoritarios (SiO_2 , TiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MnO , MgO , CaO , Na_2O , K_2O y P_2O_5) y 14 traza (Rb, Sr, Ba, Y, Zr, Nb, V, Cr, Co, Ni, Cu, Zn, Th y Pb) por FRX y analizando materiales internacionales de referencia. Sin embargo, aún es necesario cubrir un mayor número de elementos y concentraciones por lo que resulta indispensable continuar el desarrollo de nuevos materiales de referencia para aplicaciones geoquímicas.

El área de metrología de materiales del Centro Nacional de Metrología (CENAM) tiene como misión primordial la de proporcionar a la industria mexicana materiales de referencia certificados (MRC), que sean trazables y confiables para todos sus quehaceres de medición. La división de materiales cerámicos del Centro Nacional de

Metrología ha certificado diferentes materias primas para la industria del vidrio. Por esta razón, en esta división se realizó un proyecto que consta de tres etapas y cuyo objetivo principal fue la certificación de un feldespatos como material de referencia con concentración elemental bien definida en el campo de materias primas para la industria del vidrio. En este trabajo se explican los métodos y resultados obtenidos en las primeras dos etapas del proceso de caracterización de un feldespatos como MRC. En estas dos etapas del proceso se incluyen el análisis cualitativo, cuantitativo y morfológico del feldespatos, así como su análisis de homogeneidad física y química. Para realizar estos análisis se usaron técnicas de difracción de rayos X, espectrometría de fluorescencia de rayos X y dispersión laser.

Con la certificación de este MRC, se estará apoyando a las empresas vidrieras y productoras de materias primas mexicanas para que consigan su acreditación en este rubro. Así mismo, el uso de los materiales de referencia certificados (MRC) favorecerá a que las empresas incrementen la calidad de sus productos, reduzcan costos de producción al tener una base de comparación para los insumos requeridos y mejoren e incrementen la eficiencia de los procesos.

MATERIALES Y MÉTODOS

La Figura 1 muestra los pasos del proceso de caracterización de un material para llevarlo hasta su certificación, de acuerdo a las normas y guías para la certificación de materiales de referencia (NOM, 2006; ISO, 2000; NOM, 2008; ISO, 2006; EURACHEM, 1998; CNM; 2007).

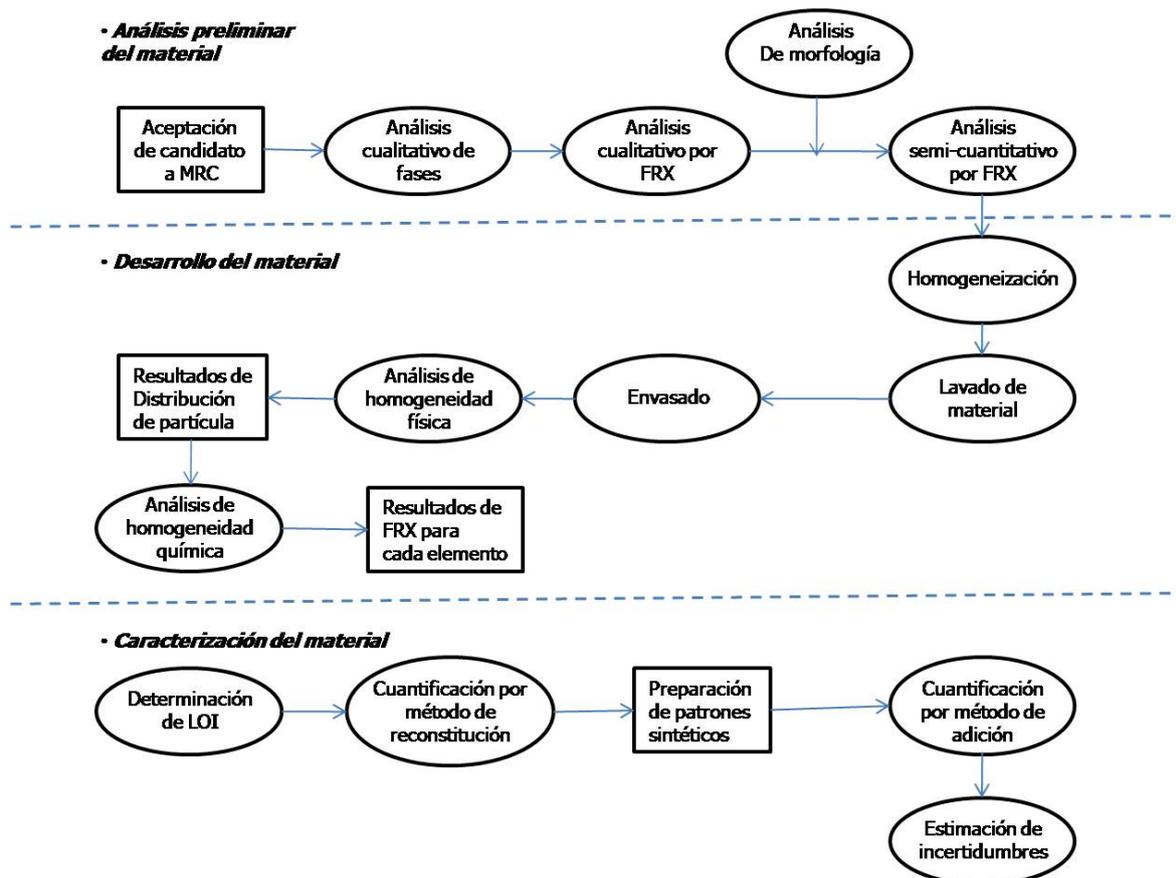


Fig. 1: Procesos de certificación de un feldespatos como MRC

En la Figura 1 se dividen las actividades del proceso de certificación en tres principales etapas: análisis preliminares, desarrollo y caracterización. En este trabajo, solo se abordan las primeras dos etapas del proceso las cuales constituyen los análisis cualitativos, semi-cuantitativos, morfológicos y de homogeneidad física y química del material. La tercera etapa que incluye otros análisis cuantitativos que permiten obtener la concentración final del material y estimar su incertidumbre se discutirá en otro trabajo. A continuación se presentan con mayor detalle los métodos empleados en las primeras dos etapas del proceso.

Análisis cualitativo de fases

En la primera etapa una vez que el material se recibe y se acepta como candidato a material de referencia se comienza con un análisis cualitativo de fases. Para la determinación de fases presentes en el feldespato y su cuantificación por el método Rietvelt se eligió al azar una muestra del lote de feldespato. El equipo de difracción de rayos X (DRX) usado para este análisis es un SIEMENS D 5000, con un tubo de rayos X de cobre y operado a 35 kV y 35 mA. La configuración geométrica utilizada corresponde a la geometría de mediana resolución. Para la preparación de la muestra se redujo el tamaño por medio del micromolino Mc CRONE con parámetros de operación constantes para proporcionar un tamaño de partícula menor a 10 μm a todas las muestras. La molienda se realizó en húmedo con alcohol etílico para no modificar la estructura cristalina de las muestras. Posteriormente se evaporó el alcohol en una estufa de convección a 100° C y el polvo resultante es empacado en los porta muestras del difractor para su análisis. El análisis se realizó en las regiones en donde aparece la mayor cantidad de reflexiones características para las muestras, esto es, entre 5° y 70 °, con una velocidad de barrido de 0.5 s/paso y un tamaño de paso de 0.05°.

Análisis cualitativo y semi-cuantitativo por FRX

Para la determinación cualitativa de los elementos presentes en el feldespato y una estimación de las concentraciones para cada elemento encontrado se realizó un muestreo aleatorio estratificado del lote entero. Se tomaron 4 g de muestra de feldespato para realizar el análisis cualitativo y se les agregó una cera Oechest, la cual es un aglutinante que sirve para darle cohesión a los polvos. La cantidad utilizada de cera es el 10% del peso de la muestra. Se mezcla la muestra con el aglutinante uniformemente y se vacía en el porta muestra para después colocarlo en la prensa. Se utilizó una prensa hidráulica SPEX 97018 con 23 ton de presión utilizada para hacer pastillas de polvo de feldespato comprimido de 4 cm de diámetro aproximadamente y así realizar el análisis. El análisis fue realizado por espectrometría de fluorescencia de rayos X (FRX), donde por cada elemento químico encontrado se observó un pico característico.

Análisis de morfología

Por último en la primera etapa se analizó la morfología de dos muestras del lote de feldespato. Se colocó 1 g en la parte superior de unos cilindros de metal de aproximadamente 2 cm de altura por 1 cm de diámetro y se les aplicó un recubrimiento de Oro, con un recubridor de iones de Oro modelo JEOL JFC-1100E. El recubrimiento es necesario para que la muestra sea conductora y genere una mejor imagen evitando que se distorsione. Posteriormente del recubrimiento de Oro, los cilindros se colocaron en su porta muestra y se introdujeron al microscopio electrónico de barrido microsonda analítica modelo JEOL JSM-8200, bajo condiciones de alto vacío.

Homogeneización

En la segunda etapa tienen lugar las pruebas de homogeneidad física y química del material (Miller y Miller, 2002; ASTM E826-85, (1996). Previamente es necesario homogeneizar el material y lavar adecuadamente las botellas en donde se envasará el feldespato para su análisis posterior. El lavado de las botellas consta de los siguientes pasos:

1. Agua y Jabón: Se lava cada una de las botellas con una solución de agua y jabón libre de fosfatos. Las botellas son sumergidas en un contenedor con dicha solución con agitación continua para darle limpieza al interior del recipiente de vidrio, posteriormente son colocadas en una bandeja para el escurrimiento del jabón.
2. Enjuague de jabón: Se le aplico un enjuague con agua a cada una de las botellas para retirar el exceso de jabón existente del lavado anterior. Este paso se repitió cuatro veces más a cada botella con el fin de remover completamente el jabón y obtener seguridad en la limpieza del material.
3. Lavado con ácido nítrico al 20%: Se preparó ácido nítrico al 20% (80% agua bi destilada- 20% ácido nítrico grado reactivo). Con esta solución se llenó cada botella, cerrándose perfectamente con su tapa. Se agitó y se dejo reposar de 2 a 3 hrs. El enjuague con ácido nítrico se debe realizar debido a que las botellas son de vidrio de cal sodada, el cual es un vidrio de sílice que contiene óxidos de metales alcalinos, cantidades significativas de óxidos bóricos y óxidos de aluminio. Por medio del lavado se remueven estos óxidos que pueden afectar la composición de nuestro material a envasar, posiblemente provocando después una contaminación cruzada.
4. Enjuague de ácido: Se realizó una última etapa de enjuague con agua bi destilada para retirar el ácido, este paso debe ser realizado varias veces para asegurar que el frasco quede completamente limpio de ácido.
5. Secado: El material fue colocado en una campana de flujo laminar de dos a tres días.
6. Después de completar los cinco pasos se puede hacer uso del material con cuidados específicos para no contaminar nuevamente el recipiente donde se depositará la muestra.

La homogeneización es un proceso que trata de asegurar que el material este distribuido en cada una de las botellas a envasar en cantidades iguales y que sea representativo de los componentes en cada una de las botellas del lote total del material. El material fue homogeneizado utilizando el divisor vibratorio FRITSCH a una velocidad moderada. El procedimiento se realiza de la siguiente manera (ASTM E826-85, 1996):

1. Dividir el material en ocho recipientes o contenedores A, de la misma capacidad.
2. Dividir cada contenedor A en ocho nuevos recipientes hasta que se llenen con la misma cantidad de material que había en los contenedores A con lo que se obtendrán los nuevos ocho contenedores B.
3. La segunda etapa de homogenización se realiza a partir de los contenedores B, de tal manera que lo obtenido en los frascos numerados del divisor no se repartan en los recipientes C que tengan el mismo número del frasco, sino que la descarga se haga desplazando la numeración correspondiente hacia el recipiente C inicial o final.

Análisis de homogeneidad física

Para el análisis de homogeneidad física se deben elegir las botellas en forma aleatoria estratificada, retirándolas de las demás, ya sea con una marca o físicamente en otro sitio. La prueba de homogeneidad física consiste en determinar si el tamaño de partícula es homogéneo en todas las botellas, es decir que el feldespato esté presente en la misma cantidad en todo el lote, desde las partículas más pequeñas hasta las más grandes. Para la evaluación de la homogeneidad física se utilizó el equipo de dispersión láser MALVERN MASTERSIZER X que se basa en la interacción de la radiación de un láser He-Ne con las partículas dispersadas, en este caso en un medio líquido. Existe una relación entra la intensidad medida a un cierto ángulo de dispersión y el tamaño de la partícula, lo que es utilizado para evaluar la distribución de tamaño de partícula (DTP) de la muestra. Se separaron diez botellas y cada una se mezcló manualmente dentro de su contenedor, luego de cada botella se tomaron tres muestras para la medición. Cada muestra se dispersó en agua ultra filtrada y se sometió a la acción del disruptor sónico BRANSON SONIFIER 450 por un minuto para dispersar posibles partículas aglomeradas. La medición se realizó durante tres días.

Análisis de homogeneidad química

La homogeneidad química tiene el objetivo de conocer si todos los elementos químicos encontrados en las pruebas cualitativas anteriores están distribuidos homogéneamente en todo el lote (NOM, 2008; ISO, 2006; ASTM E826-85, 1996). Para realizar el análisis de homogeneidad química se utilizó un espectrómetro de FRX secuencial de longitud de onda SIEMENS SRS 3000 con un ánodo de Rodio. Para analizar las muestras del lote de feldespato se tomaron 10 botellas al azar de las cuales se extrajeron 2 muestras de 4 g cada una, después éstas se colocaron en el horno a 105° C durante 2 horas para retirar el agua contenida en la muestra y se volvieron a pesar, después se le agregó el 10% de peso de aglutinante para darle cohesión a los polvos. Cada pastilla fue colocada en un porta muestra con mascarilla de Oro de 30 mm de diámetro, el porta muestra se colocó en el espectrómetro de FRX para realizar la medición correspondiente de homogeneidad, ésta medición fue llevada a cabo 3 veces cambiando de posición las muestras. Para cada analito se midió su línea espectral más intensa, en la mayoría de los casos la línea $K\alpha$ 1,2, la cual debía cumplir con la premisa de estar libre de interferencias espectrales. El espectrómetro utilizó una excitación de 40 kV y 40 mA y la medición fue hecha en vacío. En el diseño experimental de este análisis se consideró la medición aleatoria de todas las muestras y se realizaron cuatro corridas en cuatro diferentes días, cambiando el orden de medición en cada una, para involucrar cualquier efecto aleatorio que pudiera afectar en la medición. Así mismo se consideró, medir cada seis muestras a un material de referencia que sirviera de control para cada elemento para determinar si existía deriva instrumental que afectara la medición de los elementos. Este procedimiento se llevó a cabo usando el método de ensayo ASTM E826 (1996).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En esta sección se presentan los resultados de los análisis correspondientes a las primeras dos etapas de la certificación de un material de referencia. En la etapa 1, se muestran los resultados correspondientes a los análisis cualitativos y semi-cuantitativos del feldespato y su análisis morfológico.

Análisis cualitativo de fases

En la Tabla 1 se indica el nombre del compuesto, su fórmula química y el porcentaje de compuestos encontrados en la muestra por medio de DRX. La Tabla 1 indica que el 81.6% encontrado es principalmente un feldespato de sosa-potasa, es decir que cuenta con concentraciones altas de sodio y potasio principalmente.

Tabla 1: Análisis cualitativo de fases

Nombre del compuesto	Fórmula	% del compuesto en la muestra (semicuantitativo)
Albita (Feldespato de sosa-potasa)	$\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ y KAlSi_3O_8	81.6
Cuarzo	SiO_2	9.2
Calcita	$\text{Ca}(\text{CO}_3)$	9.3

El material analizado está compuesto por especies minerales química y físicamente estables, por lo que la estabilidad del material se establece por tiempo indefinido y el material de referencia que se va a desarrollar tiene un tiempo de vida rentable.

Análisis cualitativo y semi-cuantitativo por FRX

Los elementos encontrados en el feldespato fueron: Mg, Fe, Ca, Si, Na, K, Zr, Ar, S, Sr y Al. El análisis de FRX nos muestra los elementos químicos que componen la muestra expresándose en intensidades. Estas intensidades son recíprocas a su cantidad. Los resultados obtenidos en este análisis se compararon con los certificados de otros materiales de referencia, para observar si se encuentra el feldespato dentro de los

intervalos que muestran los materiales de referencia. Los certificados muestran la concentración en forma de compuestos, es por eso que al hacer la comparación directa de intensidades entre muestra y material de referencia se pueden reportar en forma de compuestos. La Tabla 2 muestra la comparación entre la muestra de feldespato y el material de referencia certificado SRM99a.

Tabla 2: Resultados de la comparación entre concentraciones del SRM99a y la muestra

Nombre del compuesto	Concentración del SRM99a (g/g)	Concentración del feldespato (g/g)
MgO	0.02	0.02
Fe ₂ O ₃	0.06	0.18
CaO	2.14	0.40
SiO ₂	65.20	72.12
Na ₂ O	6.20	5.57
K ₂ O	5.20	4.94
Al ₂ O ₃	20.50	17.15
Zr	0.02	0.03

Se tomaron los valores de concentración provenientes de los certificados de otros MRC para comparar con el feldespato, observando que este último sí se encuentra dentro de los intervalos que muestran los MRC, ver Tabla 3.

Tabla 3: Comparación de compuestos de materiales de referencia y feldespato

	Concentración (mg/g)							
	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Zr
SRM99a	652.0	0.60	52.0	62.0	205.0	21.4	0.2	-----
SRM70a	671.0	0.70	118.0	25.0	179.0	1.10	-----	-----
CRM 811-89	606.7	72.0	34.3	23.1	182.0	5.1	22.2	0.2
FK	882.0	2.6	42.3	2.5	61.8	1.1	1.5	-----
Feldespato	721.9	1.8	49.6	55.7	171.5	3.9	0.2	0.3

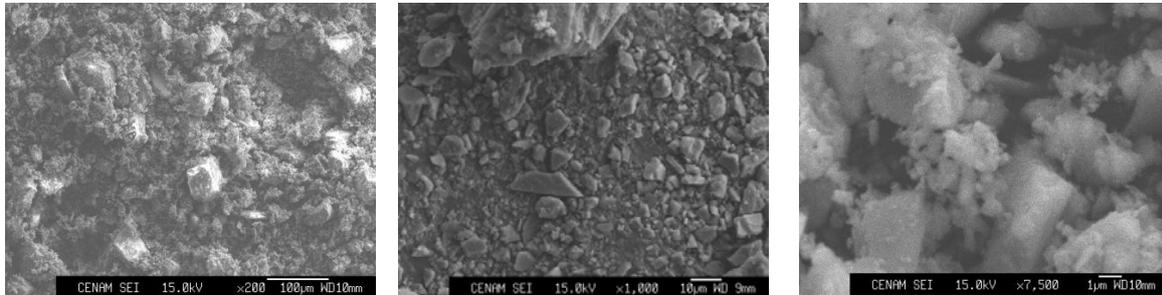
Análisis de morfología

El microscopio electrónico de barrido es un instrumento que permite la observación y caracterización superficial de materiales inorgánicos y orgánicos utilizando electrones en lugar de luz para formar una imagen. Tiene una gran profundidad de campo y produce imágenes de alta resolución, que significa que características espacialmente cercanas en la muestra pueden ser examinadas a una alta magnificación. En el microscopio electrónico de barrido se pueden observar tamaños desde 20 nm hasta 2 mm y va desde 40 hasta 3000 aumentos. Con la ayuda del microscopio electrónico de barrido se observó una morfología muy variante de las muestras, ya que se observan tamaños desde 1 µm hasta 70 µm. Esto es debido a lo fino que es la muestra de feldespato. En la Figura 2 se muestran las imágenes obtenidas por el microscopio a diferentes aumentos y corriente eléctrica para una de las muestras.

Análisis de homogeneidad física

Para la determinación de homogeneidad física se midió la distribución de tamaño de partícula para las 10 muestras durante 3 días, luego se aplicó un análisis de varianza de un factor, empleando la prueba F con un intervalo de confianza de 0.05. Los resultados obtenidos en la medición de tamaño de partícula nos indican que el lote es homogéneo en tamaño y distribución de partículas. Del análisis de varianza resulta que no existe una

variación significativa en el tamaño de partícula entre las muestras y dentro de las muestras. La Tabla 4 muestra los resultados de este análisis de varianza. De los resultados promedio de nueve mediciones por día para cada una de las muestras se obtuvieron los resultados que indican que el 90% del material presenta un tamaño de 20.09 μm pero no mayor de 63 μm .



a) Muestra de feldespato a 200 aumentos

b) Muestra de feldespato a 1000 aumentos

c) Muestra de feldespato a 7500 aumentos

Fig.2: Imágenes del feldespato a diferentes aumentos

Tabla 4: Análisis de varianza de un factor

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico de F
Entre grupos	2.00	9	0.22	0.53	0.84	2.40
Dentro de grupos	8.42	20	0.42			

Análisis de homogeneidad química

Las mediciones de intensidad por medio de FRX para los elementos Mg, Na, Zr, Fe, Ti, Si, Ca, K y Al presentes en las muestras de feldespato se usaron para un análisis de varianza. Esta prueba estadística permitió conocer si el material presentaba homogeneidad química a través de una prueba de distribución F (Miller y Miller, 2002). En este análisis estadístico, si el valor obtenido de F es mayor que el valor crítico indica que el material no es homogéneo pero si es menor el material es completamente homogéneo. En la Tabla 5 se muestran los resultados de este análisis de varianza. Los resultados obtenidos indican que el material tiene homogeneidad química para todos sus elementos. La Tabla 6 muestra los resultados de la optimización de los parámetros de medición para cada elemento analizado por FRX.

Tabla 5: Análisis de varianza para homogeneidad química

Elemento	F calculada	F teórica
Mg	1.0005	3.0204
Na	0.7472	3.2296
Zr	0.7148	3.0204
Fe	0.7779	3.0204
Ti	1.9771	3.0204
Si	0.9167	3.0204
Ca	0.8390	3.0204
K	0.9481	3.0204
Al	0.8390	3.0204

Tabla 6: Parámetros de medición por FRX

Elemento	Línea espectral	Cristal analizador*	Posición angular (2θ)	Colimador ($^\circ$)	Puntos de corrección de ruido de fondo (2θ)
Mg	MgK α 1,2\fel	OVO ₅₅	21.523	0.46	20.015 – 22.876
Na	NaK α 1,2\fel	OVO ₅₅	25.948	0.46	24.808 – 27.397
Zr	ZrK α 1,2\fel	LIF ₁₀₀	32.180	0.15	31.801 – 32.773
Fe	FeK α 1,2\fel	LIF ₁₀₀	57.620	0.15	57.079 – 58.188
Ti	TiK α 1,2\fel	LIF ₁₀₀	86.268	0.15	85.779 – 86.767
Si	SiK α 1,2\fel	PET	109.184	0.15	108.328 – 109.941
Ca	CaK α 1,2\fel	LIF ₁₀₀	113.239	0.15	112.674 – 113.818
K	KK α 1,2\fel	LIF ₁₀₀	136.810	0.15	136.062 – 137.790
Al	AlK α 1,2\fel	PET	145.034	0.15	144.118 – 146.093

* LIF₁₀₀ (cristal de Fluoruro de litio); d = 0.403 nm
OVO₅₅ (cristal multicapa de W/Si); d = 5.5 nm
PET (Pentaeritrito); d = 0.874 nm

CONCLUSIONES

En este trabajo se presentaron los resultados alcanzados hasta el término de la segunda etapa del proceso de certificación de un feldespatos como MRC. Las principales conclusiones se mencionan a continuación:

- En el análisis cualitativo de fases por medio de DRX se obtuvo que el 81.6% del material analizado corresponde al compuesto Albita, el cual es un feldespatos compuesto por Sodio y Potasio principalmente.
- En el análisis cualitativo por FRX se observó la presencia de los elementos: Mg, Na, Fe, K, Ti, Zr, Al y Si.
- En el análisis semi-cuantitativo por FRX se determinaron las concentraciones finales en mg/g para los compuestos SiO₂, Fe₂O₃, K₂O, Na₂O, Al₂O₃, CaO, MgO y Zr y se encontró que estas concentraciones estaban dentro de los rangos que presentan otros MRC para estos mismos compuestos.
- Durante el proceso de homogeneización y envasado se obtuvieron 256 botellas de 60 g de feldespatos.
- En el análisis de homogeneidad física el lote mostró ser homogéneo con un tamaño de partícula no mayor a 63 μ m.
- El análisis de homogeneidad química determinó que todos los elementos de interés son homogéneos en muestras de 4 g.

AGRADECIMIENTOS

Al CENAM por las facilidades otorgadas a Lizeth Mendoza Sánchez para el desarrollo de su tesis. A la Comisión del Sistema de Desarrollo Profesional (SIDEPRO) por la beca otorgada. A la Ing. Edith Zapata Campos y personal de la División de Materiales Cerámicos del CENAM por su apoyo y asesoría.

REFERENCIAS

ASTM E826-85 (1996); *Standard practice for testing homogeneity of materials for development of reference materials*. American Society for Testing Materials. Philadelphia, PA.

CNM (2007), Centro Nacional de Metrología; *Manual de buenas prácticas de laboratorio*. 3^a ed. México, Centro Nacional de Metrología, Publicación Técnica CNM-MRD-PT-008.

EURACHEM (1998); *The Fitness for Purpose of Analytical Methods, a Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics*. 1^ª ed. UK, EURACHEM. www.eurachem.org/guides/valid.pdf, Fecha de consulta: Marzo de 2010.

ISO, International Organization of Standardization (2000); ISO Guide 34:2000. *General requirements for the competence of reference material producers*. 2ª ed. Ginebra, International Organization of Standardization. 22 p.

ISO, International Organization of Standardization (2006); ISO Guide 35:2006. *Reference materials—General and statistical principles for certification*. 3ª ed. Ginebra, International Organization for Standardization. 64 p.

Jochum, K.P.; Nohl, U.; Herwig, K.; Lammel, E.; Stoll, B.; Hofmann, A.W. (2005); *GEOREM: A new geochemical database for reference materials and isotopic standards*. *Geostandards and Geoanalytical Research*: 29 (3), 333-338.

Kane, J.S. (1992); *Reference samples for use in analytical geochemistry: their availability, preparation, and appropriate use*. *Journal of Geochemical Exploration*: 44 (1-3), 37-63.

Kane, J.S. (2001); *The use of Reference Materials: a tutorial*. *Geostandards and Geoanalytical Research*: 25 (1), 7-22.

Lozano, R.; Bernal, J.P. (2005); *Characterization of a new set of eight geochemical reference materials for XRF major and trace element analysis*. *Revista Mexicana de Ciencias Geológicas*: 22 (3), 329-344.

Marroquín-Guerra, S.G.; Velasco-Tapia, F.; Díaz-González, L. (2009); *Evaluación estadística de Materiales de Referencia Geoquímica del Centre de Recherches Pétrographiques et Géochimiques (Francia) aplicando un esquema de detección y eliminación de valores desviados*. *Revista Mexicana de Ciencias Geológicas*: 26 (2), 530-542.

Miller, J.N.; Miller J.C. (2002); *Estadística y quimiometría para química analítica*. 4ª ed. México, Prentice Hall. 286 p.

NOM (2006), Norma mexicana NMX-CH-164-IMNC-2006; *Materiales de referencia-Requisitos generales para la competencia de productores de materiales de referencia*. Secretaría de economía. Diario Oficial de la Federación, 13 de abril de 2006, México, D.F.

NOM (2008), Norma mexicana NMX-CH-165-IMNC-2008. *Materiales de referencia—principios generales y estadísticos para certificación. 2008*. Secretaría de economía. Diario Oficial de la Federación, 18 de agosto de 2008, México, D.F.