

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**  
**FACULTAD DE QUIMICA**

SISTEMA TERNARIO  $\text{Li}_2\text{O} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$

366

**T E S I S**  
**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE**  
**Q U I M I C O**  
**P R E S E N T A**

**Ma. TERESA PONCE DE LEON SEPULVEDA**



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 esta 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.

CLAS. JOSI  
ADQ. 1976  
FECHA 11-7  
PROC. 11-7

351



QUIMICA

PRESIDENTE:

Prof. XAVIER RODRIGUEZ HIGUERA

VOCAL:

ALICIA BENITEZ DE ALTAMIRANO

SECRETARIO:

CRISTINA P. DE KELLER

1er. SUPLENTE:

MA. ASUNCION CASTELLANOS

2º SUPLENTE :

MERCEDES MEIJUEIRO.

JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE  
SEGUN EL TEMA.

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:

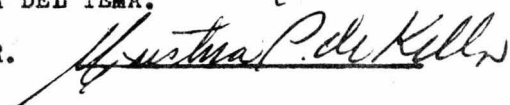
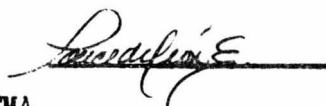
FACULTAD DE QUIMICA DE LA DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES

NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL SUSTENTANTE

PONCE DE LEON SEPULVEDA MA. TERESA.

NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL ASESOR DEL TEMA.

MA. CRISTINA PEREZ DE KELLER.



Esta tesis se desarrolló en los Laboratorios de la  
División de Estudios Superiores de la Universidad --  
Nacional Autónoma de México.

Bajo la dirección de las Profesoras: Ma. Cristina P.  
de Keller y Ma. Asunción Castellano. a quienes agradezco su valiosa colaboración.

A MIS QUERIDOS PADRES.

A MIS HERMANAS.

A MIS CUÑADOS.

A JUAN MANUEL CON AMOR.

## INTRODUCCION. 1,2,3,4

El sistema ternario  $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$  es notable por sus propiedades estructurales.

Los tres minerales Petalita, Espodumeno y Eucryptita aparecen en el sistema .

El descubrimiento de que ciertas pastas comprendidas en el campo  $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$  poseen respectivamente coeficientes de expansión muy bajos, nulos ó negativos, ha constituido un enorme paso hacia adelante en la producción de piezas de alta resistencia al choque térmico y de cualquier coeficiente de expansión deseado.

Se acepta el hecho de que la expansión térmica juega una parte muy importante en la resistencia térmica de cuerpos cerámicos vitrificados, y que siendo menor la expansión térmica mayor será la resistencia térmica.

Cuando los especímenes son expuestos a cambios súbitos de temperatura resulta un gradiente térmico deformado, esto por si mismo no es serio, pero está acompañado por cambios inducidos en volumen por la temperatura produciendo grandes tensiones dentro del espécimen.

En una composición que tenga una expansión térmica positiva, un incremento en temperatura causa que la superficie sea expuesta a la compresión, como la fuerza compresiva de la mayoría de las composiciones cerámicas es alta, tales especímenes raramente fallan en el calentamiento. Si sujetando este espécimen a una súbita disminución de la temperatura la superficie se ve sujeta a esfuerzos de tensión y si la resistencia a la tensión es baja, los especímenes fallan en el enfriamiento.

De aquí mientras menor sea la expansión térmica, menor serán los esfuerzos tensiles en el enfriamiento. Así uno de los objetivos en este campo ha sido desarrollar composiciones con baja expansión térmica.

#### MINERALES NATURALES PRESENTES EN EL SISTEMA. - 1,2,3,4

##### a) Petalita.

Su fórmula molecular aceptada es la siguiente:  $\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 8\text{SiO}_2$ , sin embargo hay cierta incertidumbre dentro de un intervalo aproximado de  $\text{Li}_2\text{O}:\text{Al}_2\text{O}_3:\text{SiO}_2$  igual a 1:1:6 a 1:1:10.

La petalita usualmente contiene cantidades insignificantes de otros álcalis.

La petalita puede parecerse al cuarzo y los dos han sido confundidos por aquellos que coleccionan los minerales y por establecimientos co-



comerciales.

Hummel obtuvo fenomenalmente baja expansión térmica con cuerpos conteniendo 100% de petalita.

b) Eucryptita. -

Su fórmula molecular es la siguiente  $\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$

La Eucryptita existe en dos modificaciones polimórficas: La forma de baja temperatura,  $\alpha$  - Eucryptita, corresponde a la forma a la cual se presenta en la naturaleza.

Es rombohedral, ópticamente positiva, con índices  $E=1.587$  y  $W=1.572$ .  $\alpha$  -Eucryptita se invierte a  $\beta$  -Eucryptita a  $972^\circ\text{C}$   $\pm 10$ .

La forma de alta temperatura,  $\beta$  -Eucryptita, es hexagonal negativa, tiene la misma estructura que el cuarzo de alta temperatura, con índices  $E=1.517$  y  $W=1.521$

c) Espodumeno.

El espodumeno no ha sido sintetizado pero a altas temperaturas puede cristalizarse una forma polimórfica a partir de un vidrio de la composición de espodumeno. Al calentar espodumeno arriba de  $700^\circ\text{C}$  aparece la misma forma polimórfica. La transformación sin embargo es monotrópica y el espodumeno no puede ser obtenido de las formas de alta temperatura.

La solución sólida de B-Espodumeno sintética tiene una expansión-

térmica negativa.

El objetivo de esta tesis es obtener sintéticamente composiciones-  
análogas a las de los minerales naturales que se mencionaron anterior-  
mente

## MATERIAS PRIMAS .

Las materias primas usadas en la preparación de mezclas fueron:

- Carbonato de litio!
- Caolín.
- Cuarzo.

### - Carbonato de Litio.<sup>5</sup>

La función del  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  en la mezcla es actuar como fundente.

El contenido de litio se considera usualmente en términos de óxido de litio ( $\text{Li}_2\text{O}$ ), que no puede, sin embargo, emplearse como tal.

Para nuestro caso el óxido de litio lo vamos a emplear en pastas -- de Litio-Alumino-Silicato, de expansión térmica nula, ligeramente negativa ó ligeramente positiva.

### - Caolín.<sup>5,6,7</sup>

El nombre es una corrupción del chino Kao-Liang que significa Cima Alta.

El caolín tiene la siguiente composición:  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  y está constituido principalmente por el mineral caolinita.

Sus partículas son extremadamente pequeñas, de minerales cris--

talinos en forma de copos.

Su estructura básica se compone de átomos de oxígeno dispuestos de forma que dan lugar a capas alternadas de huecos tetraédricos y octaédricos. Estas capas se llenan con silicio y con aluminio.

Todos estos cristales son placas hexagonales finas, tienden a acumularse unas sobre otras y ligeramente cementadas, formando agregados, la distancia basal es de  $7.2 \text{ \AA}$ .

En el interior de los cristales no existe exceso de carga, en la superficie ocurren distorsiones y pueden crearse cargas negativas en exceso, por lo cual se adsorben iones positivos para neutralizarlas.

El caolín es una arcilla de calcinación blanca, generalmente de baja plasticidad y alta refractariedad (cono 34 a 35,  $-1750$  a  $1770 \text{ }^\circ\text{F}$ ).

#### - Cuarzo. <sup>6,67</sup>

El silicio es un elemento tetravalente que forma predominantemente enlaces covalentes. Estos son direccionales y en el caso del silicio se dirigen normalmente a los vértices de un tetraedro del cual el átomo de silicio es el centro. Su átomo es pequeño de tal modo que solo otros cuatro átomos pueden agruparse a su alrededor, de este modo el silicio tiene un número de coordinación de cuatro.

Los átomos de silicio no tienen afinidad entre sí, y no forman cadenas. El silicio tiene una gran afinidad por el oxígeno. El oxígeno-

es divalente, por lo cual la molécula teórica de óxido de silicio más simple es:  $O=Si\cdot\cdot$

Sin embargo para que el silicio adquiriera la configuración anterior, los enlaces, normalmente separados aproximadamente  $109^\circ$ , tendrían que ser paralelos. Pero esto no es posible de tal modo que el silicio tiende a combinarse con cuatro medios átomos de oxígeno en lugar de dos átomos enteros. Quedan sin satisfacer cuatro valencias de oxígeno las cuales pueden combinarse posteriormente con átomos de silicio.

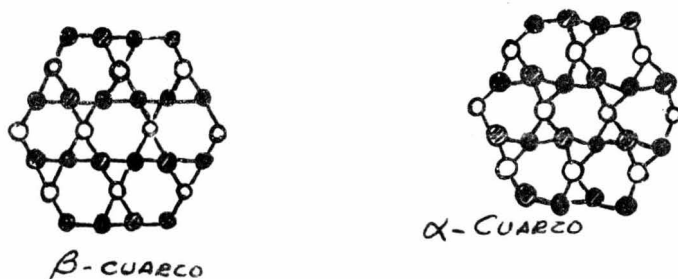
La posibilidad de formar cadenas del tipo  $Si-O-Si-O-Si$  de longitud indefinida es la base de casi todos los silicatos.

Un tetraedro  $SiO_4$  puede unirse por sus valencias libres a otro tetraedro  $SiO_4$ , o dos octaedros de Al.

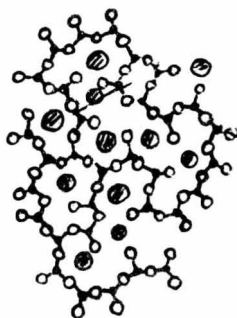
La sílice pura tiene una estructura de red tridimensional, esta puede disponerse de tal modo que no tenga carga sobrante (excepto en el borde de un cristal). En este caso la disposición actual de los tetraedros  $SiO_4$  tiene tres posibilidades, dando: cuarzo, tridimita, y cristobalita, y el ángulo  $Si-O-Si$  puede variar, dando las formas de baja y alta temperatura de cada variedad isomorfa.

Los cambios entre cuarzo, tridimita y cristobalita llevan consigo ruptura y reconstrucción de enlaces  $Si-O$ ; se sabe que estos cambios son muy lentos, y se trata de una transformación irreversible.

Los cambios entre las formas  $\alpha$  y  $\beta$  de cada variedad implican solo una pequeña variación en los ángulos de los enlaces, y se trata de una transformación reversible, ya que solo hay una ligera variación del sistema cristalino, sin alteración de la estructura reticular y conservando la forma exterior (fig 1)



Debido a la naturaleza insaturada de las unidades básicas  $\text{SiO}_4$ , en el fundido se están formando y rompiendo enlaces constantemente cuando se enfría, se hace cada vez más viscoso de tal modo que las unidades tienen dificultad creciente para reagruparse por sí mismas en la red estructural cristalina ordenada y fácilmente se unen con unidades próximas en una red construida al azar, esta acción produce un vidrio (fig 2).



- Cuarzo.

El cuarzo es la forma cristalina de la sílice mejor conocida. En el cuarzo los enlaces Si-O-Si que unen tetraedros vecinos no forman líneas rectas, sino que están torcidos dando cadenas espirales. En el caso de la tridimita y cristobalita los tetraedros de sílice están unidos formando anillos, cada uno conteniendo 6 iones de oxígeno y 6 iones de silicio. Estos anillos  $\text{Si}_6\text{O}_6$  están unidos formando planos y los distintos planos están unidos entre sí por oxígenos.

## ACCION DEL CALOR SOBRE LAS MATERIAS PRIMAS. 5

Cuando la pasta se cuece, se contrae y se endurece. Parte de la pasta se ablanda y se distribuye por sí misma alrededor de los granos más refractarios, disolviéndolos parcialmente y manteniéndolos unidos por fuerzas capilares y de tensión superficial. Por enfriamiento esta porción forma una matriz vítrea, parte de la cual puede, sin embargo, cristalizar, dando cristales intercalados con las partículas más refractarias. Así pues, ésta es la acción principal de los fundentes en la pasta. No obstante, una investigación más profunda de las porciones no fundidas demuestra que estas no son idénticas al material de partida, es decir, que han sufrido cambios de forma, tamaño, estructura o composición.

Estas reacciones en estado sólido son uno de los aspectos más importantes de la cerámica moderna.



CAMBIOS Y REACCIONES EN EL ESTADO SOLIDO. <sup>5,7</sup>

I.- Cambios que no alteran la composición química.-

Polimorfismo.

Sílice.

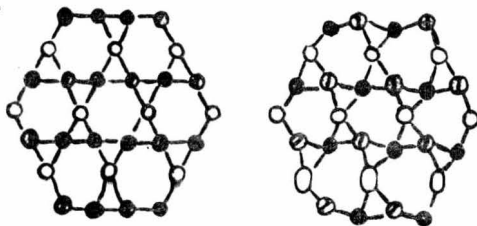
a) Inversiones rápidas alta-baja.

Los tres tipos polimórficos de sílice, cuarzo, tridimita, y cristobalita, tienen cada una una forma de baja temperatura ( $\alpha$ ) y otra de alta ( $\beta$ ).

La transformación de una en otra es reversible y muy aguda, lo cual indica que no se trata de un cambio radical que lleve consigo rotura -- de enlaces y redistribución de los átomos.

Estas transformaciones son en realidad simplemente un cambio de -- ángulos de enlace y un ligero ajuste de distancias interatómicas.

Las formas de alta temperatura son más simétricas que las de baja (fig 3).



b) Transformaciones más lentas de un polimorfo en otro.

Estas transformaciones son difíciles, ya que deben romperse enlaces químicos y reagruparse los átomos. Tales cambios no se producen fácilmente y cuando lo hacen son lentos, iniciándose en la superficie de un cristal y progresando gradualmente hacia su centro.

Las transformaciones se ven acompañadas de cambios de volumen, y aún cuando sean importantes, no se producen repentinamente y no ocasionan roturas de piezas.

Dichas transformaciones se presentan del paso de una forma cristalina de sílice a otra, a saber:

$870^{\circ}\text{C}$                        $1470^{\circ}\text{C}$                        $1728^{\circ}\text{C}$   
 Cuarzo-----tridimita-----cristobalita-----fusión.

## SINTERIZACION.<sup>5</sup>

Sinterización es la reacción entre partículas sólidas individuales de una sustancia para dar un producto duro, menos poroso y de tamaño algo menor. La sinterización se lleva a cabo por el calor, pero tiene lugar a una temperatura inferior al punto de fusión. El proceso presenta a gran importancia en la fabricación de artículos cerámicos a partir de óxidos refractarios puros.

La sinterización de compuestos puros ha hecho posible investigar las interacciones entre partículas sólidas; los resultados se aplican también en gran parte a reacciones entre sustancias diferentes en estado sólido, si bien los sistemas heterogéneos no pueden estudiarse frecuentemente de modo satisfactorio.

La investigación de la reacción de sinterización en una pasta demuestra que el gran número de pequeñísimas partículas cristalinas de la pasta cruda es remplazado gradualmente por grandes cristales entrelazados en el producto. Parece ser que los cristalitos adyacentes pueden reaccionar entre sí hasta llegar a convertirse en un cristal único. Pero como el proceso se inicia en numerosos puntos, se produce en algunos contactos en los cuales las orientaciones relativas no

no son adecuadas para que los dos cristales ahora adyacentes puedan convertirse en uno sólo. Por lo tanto el producto no es un cristal simple.

La razón principal por la cual ocurre la sinterización radica en la estructura básica de los cristales. Se ha indicado como en todas las estructuras, cada átomo debe estar rodeado por ciertos otros de un modo específico para neutralizar las cargas y las fuerzas de valencia. Esto ocurre en el interior de un cristal perfectamente ordenado; en cambio, en la superficie, el medio que rodea a los átomos está desorganizado, haciéndola insaturada y reactiva. La disminución del área superficial representa, por lo tanto, una disminución de energía y da lugar así a un estado más estable.

El mecanismo real de la sinterización no está completamente aclarado, pero depende de los siguientes factores. Cada caso particular es por supuesto diferente y así pueden predominar distintos factores.

1.- Todos los átomos en los sólidos oscilan alrededor de una posición media. La amplitud aumenta con la temperatura y eventualmente puede llegar a ser suficientemente grande para que un átomo penetre en el campo de otro y no pueda volver a su propia posición media,

2.- La presión real en los puntos de contacto puede ser suficiente para formar un enlace químico que vendrá seguido por movimientos

de los átomos. Tal reacción depende del contacto entre los átomos disimilares.

3.- Cuando una estructura presenta algún defecto que ocasione una posición vacante, un átomo puede penetrar en ella, dejando una posición libre en su camino; ésta puede, a su vez, ser ocupada, de tal modo que una posición vacante se mueve a través del cristal mientras que los átomos se desplazan en la dirección opuesta.

4.- Los átomos se dirigen hacia posiciones intersticiales transitoriamente, es decir que recorren su camino entre otros cuyas posiciones medias radican en los puntos normales de la red. Esto lleva consigo que átomos semejantes se entrecrucen y requiere una energía considerable, especialmente para aquellos de alta intensidad de campo y baja polarizabilidad.

El movimiento intersticial es probablemente el método principal de transporte de materiales a altas temperaturas, siendo posiblemente el único que explica el rápido movimiento implicado en la sinterización.

La contracción que se produce cuando se sinteriza una pasta prensada en seco de baja porosidad se debe en parte a la ocupación de algunos de los poros residuales, pero también a la eliminación de las dobles capas eléctricas superficiales que repelían a las partículas adya-

centes .

II. Cambios que alteran la composición química de las fases individuales.

### Soluciones Sólidas. <sup>5</sup>

Los cristalitos adyacentes de dos materiales diferentes de estructuras similares pueden reaccionar entre sí de un modo que se asemeja a la sinterización, pasando a formar una solución sólida de uno en el otro ( se obtienen también soluciones cuando solidifican ciertas mezclas líquidas ).

Existen dos tipos de soluciones sólidas: - El primero y más corriente implica dos sustancias de tipo de red similar y cuyos radios iónicos no difieren más de un 10%. Cuando los defectos de red dan lugar a posiciones vacantes cualquier componente puede desplazarse hacia ellas y así entremezclarse ambos gradualmente . Este proceso generalmente no llega a completarse para formar un producto homogéneo.

- El segundo tipo de soluciones sólidas es el tipo intersticial, en el que los átomos pequeños tienden a ocupar los espacios comprendidos entre los grandes, y pueden llegar a separarlos ligeramente.

### Reacción química.<sup>5</sup>

Durante el calentamiento de productos sólidos sin llegar a fundirlos tienen lugar muchas reacciones químicas. Se producen migraciones de átomos como en el caso de la sinterización o en la formación de soluciones sólidas, pero el producto final, si se completa la reacción, tiene una composición y estructura definidas que difieren de las correspondientes a los materiales de partida.

Tales reacciones pueden ser de adición directa, combinación directa, combinación por eliminación de otro compuesto, descomposición en varios compuestos, etc. Una característica importante de estas reacciones es que son irreversibles, permaneciendo el compuesto formado inalterado al enfriar.

## PARTE EXPERIMENTAL

Se prepararon una serie de composiciones (Tabla I) ' /

Estas composiciones se hicieron a partir de carbonato de litio, — caolín y cuarzo.

Se pesaron cada uno de los componentes en seco y por separado— posteriormente se homogeneizaron y se molieron en un mortero de por— celana.

Las composiciones una vez preparadas, se les tomó una muestra y con dicha muestra se efectuaron unas pastillas.

~~Estas~~ pastillas al salir de la pastilladora perdían su forma, ya que se desmoronaban, por lo que fué necesario mezclar desde un princi— pio la muestra con un poco de goma ( equivalente al 2% en peso de la— muestra.

Las pastillas se introdujeron a la mufla individualmente. La tem— peratura a la cual se inició el calentamiento fué de 20°C, esta se ele— vó gradualmente para que la goma se quemara lentamente, sin embar— go al pasar los 200°C la goma se quema bruscamente y ocasiona que — la pastilla pierda su forma, esto ocurrió con cada una de las pastillas



QA N <sup>o</sup>	COMPOSICION EN OXIDOS			COMPOSICION		EN GRAMOS		SiO <sub>2</sub>	ALUMINA	EXPANSION TERMICA LINEAL
	% Li <sub>2</sub> O	% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% SiO <sub>2</sub>	SPODU- -MENO	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>			
1				100						
4	4.6	17.6	77.8		10.0	41.8		48.2		N
5	6.0	22.9	71.1		13.0	54.4		32.5		N
6	8.5	31.5	60.0		16.6	67.7		15.8		N
7	3.0	12.0	85.0		6.7	29.8		63.5		F
8	10.0	20.0	70.0		20.0	44.0		36.0		F
9	4.0	26.0	60.0		8.4	60.3		31.3		O
10	2.4	43.0	54.6		5.0	95.0				F
11	5.2	41.6	53.2		10.0	90.0				P
12	10.0	12.0	78.0		20.6	27.3		52.1		P
13	14.0	16.0	70.0		27.1	34.1		38.8		P
14	20.0	15.0	65.0		36.2	30.0		33.8		P
15	25.0	25.0	50.0		41.8	46.0		10.2		P
16	14.0	29.0	57.0		25.9	59.1		15.0		O
17	4.0	16.0	80.0		8.7	39.4		51.9		F
18	9.0	34.0	57.0		17.3	72.1		10.6		N
19	10.0	36.0	54.0		18.3	75.8		5.9		P
20	15.0	32.0	53.0		27.2	63.8		9.0		F
21	5.0	15.0	80.0		10.8	35.8		53.4		O
22	5.0	12.0	83.0		10.9	29.0		60.1		N
23	5.0	9.0	86.0		11.0	22.1		66.9		I
24	11.9	40.4	47.7		22.6	75.1		2.3		N
25	13.0	45.0	42.0		24.0	67.0		9.0		P
26	11.0	52.0	51.0		20.4	77.0		1.9		N
27	15.0	37.0	48.0		26.8	72.7		0.5		N
28	8.0	41.0	51.0		15.2	84.0		0.0	0.8	N

N= Expansión Negativa  
P= Expansión Positiva  
O= Cero de Expansión

que se hicieron.

En vista de que la goma no nos servía de nada , pues no se mantenía la forma de la pastilla, se pensó en preparar parte de la muestra como una frita, para que le diera más dureza a la pastilla, también se pensó en darle mayor presión a la pastilla.

De las composiciones que se prepararon solo fue posible fritar las composiciones QA13, QA14, QA15, debido a que la temperatura máxima de trabajo de la mufla usada es de 1200°C

Como se puede ver con respecto a la tabla I, estas composiciones son las que tienen mayor cantidad de carbonato de litio, que es el que está actuando como fundente, las otras composiciones tienen menos de 20 g. de carbonato de litio y no llegan a fundirse a 1200°C que es la temperatura máxima de operación de la mufla.

Teniendo la frita de las tres composiciones se prepararon una serie de pastillas ( tabla 2 ) con diferentes proporciones de frita pero manteniendo constante la cantidad de muestra sin fritar de cada mezcla.

Estas pastillas se sinterizaron a 650 °C , manteniéndose a esta temperatura aproximadamente 20 min, al cabo de los cuales se sacaron y se tomó una muestra de ellas, estas mismas pastillas se volvieron a introducir a la mufla a 800 °C se dejaron a esta temperatura 20 min, se extrajeron y se tomó una muestra de ellas, y por últi-

TABLA N<sup>o</sup> 2

MUESTRA	COMPOSICION EN % DE OXIDO			COMP. EN % De F y M	
	%Li <sub>2</sub> O	%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%SiO <sub>2</sub>	%FRITA	%MUESTRA
QA 13 (1)	14.0	16.0	70.0	50 45 37.5	50 55 62.5
QA 14 (2)	20.0	15.0	65.0	50 45 37.5 9.1	50 55 62.5 90.9
QA 15 (3)	25.00	25.00	50.00	50 45 37.5 9.1	50 55 62.5 90.9

La numeración QA es de acuerdo a la tabla # 1, 2, 3, es de acuerdo a la numeración de la tabla número 3.

TABLA N<sup>o</sup> 3

MUESTRA	COMP. A % DE OXIDO			COMPOSICION EN GRAMOS		
	%Li <sub>2</sub> O	%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%SiO <sub>2</sub>	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·SiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>
-4	17.02	0	82.97	33.6	0	66.4
-5	21.08	36.25	42.65	36.2	63.8	0.0
-6	51.05	14.21	34.73	70.0	20.0	10.0
-7	44.19	39.61	16.19	49.5	45.5	5.0
-8	32.47	14.86	52.66	52.4	24.6	23

Es a partir de muestra 4, porque las tres primeras son las que corresponden a QA 13, QA 14, QA 15 de la tabla número 1

mo se sometieron a 956 °C siguiendose el mismo procedimiento. --- Las pastillas resultaron resistentes y no presentaron ninguna fractura debido al cambio brusco de temperatura.

El objeto de agregar parte de la muestra como una frita es que --- al formar la pastilla, esta adquiere mayor consistencia y no se desmona. Por otro lado después de sinterizar la pastilla y dependiendo de la cantidad de frita presente , la pastilla adquiere mayor dureza; --- a mayor cantidad de frita en la pastilla esta resulta más resistente y - no se rompe facilmente.

En vista de que se tiene como límite la temperatura de 1200°C para poder efectuar la frita de cualquier composición , se preparó una nueva serie de composiciones ( tabla 3 ) tomando en cuenta que la canti--- dad mínima de  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  es de 27 g ( o sea 14% de  $\text{Li}_2\text{O}$  ), ya que si se disminuye esta cantidad, las composiciones no funden, en el intervalo de temperatura de trabajo.

El tiempo que se requiere para que una composición con no menos de de 14% de  $\text{Li}_2\text{O}$  funda, es de siete horas, a una temperatura de 1200°C

Sin embargo aunque este tiempo es suficiente para llegar al punto de reblandecimiento de la mezcla , el vidrio resultante es sumamente viscoso y no tiene la fluidés suficiente para vertirse en un recipiente con agua fría, lo que facilita la molienda posterior del vidrio obteni---

do.

Es necesario por tanto, mantener la mezcla a la temperatura máxima de operación por espacio de cinco horas aproximadamente para que la mezcla adquiriera mayor fluidéz.

Normalmente para poder obtener una frita, de la fluidéz deseada se requiere una jornada de 13 horas.

Las composiciones de la tabla 3 se escogieron en base a nuestras condiciones de trabajo, .

La otra alternativa para obtener pastillas de cierta dureza en crudo es emplear presiones más altas durante el formado. De esta manera fué posible elaborar pastillas que no se desmoronaban sin usar frita alguna .

El moldeo por presión no se hizo completamente en seco, sino que se agregó una pequeñísima cantidad de agua.

Sin embargo cuando las pastillas así obtenidas se sinterizan no adquieren la misma dureza, que las pastillas que contienen frita. Por lo que el emplear una parte como frita resulta muy ventajoso.

Las pastillas se sinterizaron a diferentes temperaturas. La primera muestra se tomó a los 750°C , después a los 850°C y por último a los 950 °C. ( tabla 4 ).

TABLA N<sup>o</sup> 4

MUESTRA	COMPOSICION % DE OXIDOS			COMPOSICION EN %	
	% Li <sub>2</sub> O	% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% S. C <sub>2</sub>	% FRITA	% MUESTRA
4	17.02	0	82.97	0	100
5	21.08	36.25	42.65	0	100
6	51.05	14.21	34.73	0	100
7	44.19	39.61	16.19	0	100
8	82.47	14.86	52.66	0	100

Nota. La numeración de la muestra va de acuerdo a la tabla número 3

## RESULTADOS

Se llevó a cabo un análisis de difracción de rayos-X por el método de polvos. Este se efectuó con el objeto de determinar las fases presentes en las diferentes composiciones del sistema ternario  $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ .

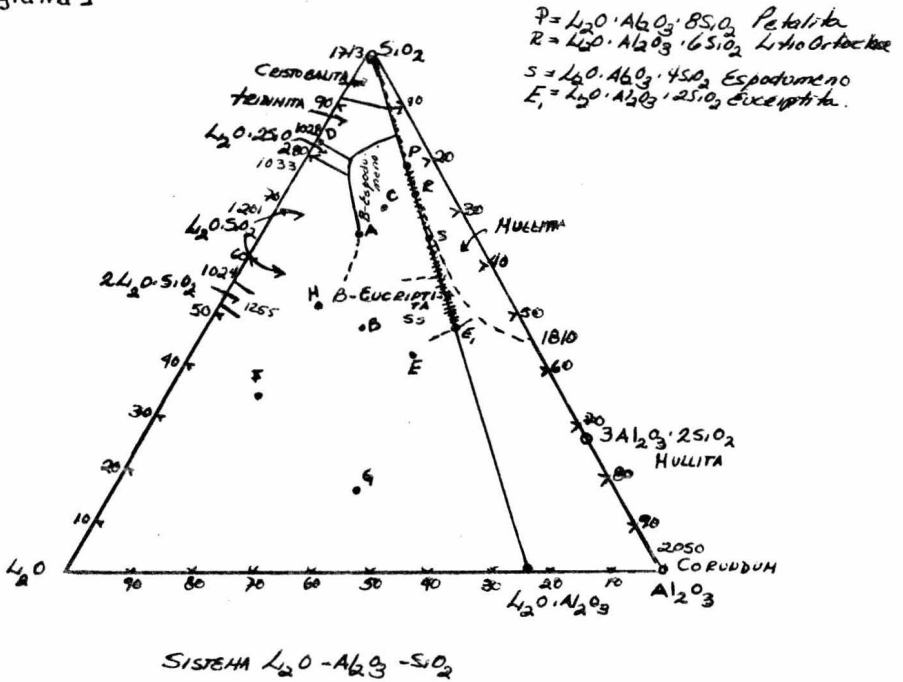
La tabla 5 ilustra las composiciones con las cuales se trabajó en diferentes proporciones de frita y muestra, y aquellas composiciones con las cuales no se trabajó con frita y la temperatura a la cual fueron sinterizadas.

Antes de empezar por la interpretación de los difractogramas, es conveniente localizar las composiciones de las muestras con las cuales se trabajaron, en el diagrama de fases del sistema  $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ . (dado por Roy y Osborn).<sup>1,2,3</sup>

Este diagrama es una gráfica en % de óxidos. (diagrama 1).

Como se puede ver, las composiciones de la serie A y C caen dentro del área de B-Espodumeno, pero cercanas al área de metasilicato de litio ( $\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$ ). La serie B y H dentro del área de B-Eucryptita, pero cercanas también al área de  $2\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$ . La composición

Diagrama 1





E está cercana a la fase de B-Eucryptita, y por último las composiciones F y G caen fuera del área de estudio hecha por Roy y Osborn.

Todo esto nos da una idea de las fases que posiblemente se presenten en los difractogramas, sin embargo estas fases pueden variar, e incluso estar presentes otras fases en las que de acuerdo al resultado obtenido por el difractograma no hayab correspondido a una área dada dentro del diagrama de Roy.

El trabajo de Roy y Osborn se realizó en el intervalo de temperatura comprendido entre 1028 °C y 1255°C. Nuestro trabajo comprendió un intervalo de temperatura considerablemente mayor pues se analizaron muestras tratadas entre 650°C -1200 °C.

De ahí que los resultados obtenidos para una cierta área del diagrama no necesariamente correspondan.

TABLA # 5

# DE IDENTIFICACION	TEMP. DE SINT. RIZACION °C	COMPOSICION % DE OXIDOS			COMP. % DE F y M		SERIE
		%Li2O	%Al2O3	%SiO2	% F	% M	
1- 1447	950	20	15	65	50.0	50.0	A
2- 1448	950	20	15	65	45.0	55.0	
3- 1449	950	20	15	65	37.5	62.5	
4- 1473	800	20	15	65	50.0	50.0	
5- 1474	800	20	15	65	45.0	55.0	
6- 1475	800	20	15	65	37.5	62.5	
7- 1478	800	20	15	65	9.1	90.9	
8- 1479	650	20	15	65	50.0	50.0	
9- 1480	650	20	15	65	45.0	55.0	
10- 1481	650	20	15	65	37.5	62.5	
11- 1484	650	20	15	65	9.1	90.9	
12- 1485	800	25	25	50	50.0	50.0	B
13- 1486	800	25	25	50	45.0	55.0	
14- 1487	800	25	25	50	37.5	62.0	
15- 1488	800	25	25	50	29.0	71.0	
16- 1489	650	25	25	50	50.0	55.0	
17- 1490	650	25	25	50	45.0	62.0	
18- 1491	650	25	25	50	37.5	71.0	
19- 1492	800	14	16	70	45.0	55.0	C
20- 1450	950	14	16	70	50.0	50.0	
21- 1451	950	14	16	70	45.0	55.0	
22- 1452	950	14	16	70	37.5	62.5	
23- 1608	750	17.02	0	82.97	0	100	D
28- 1614	850						
33- 1619	950						
24- 1609	750	21.08	36.25	42.65	0	100	E
29- 1615	850						
34- 1620	950						
25- 1610	750	51.05	14.21	34.73	0	100	F
30- 1616	850						
35- 1621	950						
26- 1611	750	44.19	39.71	16.09	0	100	G
31- 1617	850						
36- 1622	950						
27- 1612	750	32.47	14.86	52.66	0	100	H
32- 1618	850						
37- 1623	950						

SERIE A.-

Como se puede apreciar en la tabla 5 esta serie se trabajó a diferentes temperaturas y con diferentes porcentos de Frita ( F ) y de Muestra sin fritar ( M ).

Los difractogramas obtenidos pueden agruparse según la composición ó según la temperatura de sinterización.

Para el primer caso tendremos los subgrupos dados en la tabla 6 y para el segundo caso los subgrupos que se muestran en la tabla 7.

TABLA 6

COMPOSICION EN %

650°C	800 °C	950°C	%F	%M
a) 8-1479	4-1473	1-1447	50.00	50.00
b) 9-1480	5-1474	2-1448	45.00	55.00
c) 10-1481	6-1475	3-1449	37.5	62.5
d) 11-1484	7-1478		9.1	90.9

TABLA 7

TEMP. DE SINT. °C	%F	%M	DIFRACTOGRAMAS
e) 650	50.00	50.00	8-1479
	45.00	55.00	9-1480
	37.5	62.5	10-1481
	9.1	90.9	11-1484
f) 800	50	50.00	4-1473
	45	55	5-1474
	37.5	62.5	6-1475
	9.1	90.9	7-1478
g) 950	50.00	50.00	1-1447
	45	55	2-1448
	37.5	62.5	3-1449

Empezaré por dar los resultados de los subgrupos e, f, g, .

Los picos principales para estos subgrupos se encuentran entre los ángulos  $25^{\circ}$  a  $28^{\circ}$  . Con el objeto de que la discusión de los resultados sea más clara, los agruparemos en tablas.

Antes hay que aclarar primeramente que las tablas siguientes están de acuerdo al valor de  $dA$  del pico representativo de cada fase presente, y que los % están en base a la intensidad relativa  $I/I_0$ .

Como se puede apreciar en la tabla 8 las fases que tienen la mayor intensidad relativa en todos los difractogramas es la del  $SiO_2$  libre, esto puede ser debido a que la temperatura de sinterización, no es lo suficientemente alta para que la gran cantidad de  $SiO_2$  se combine.

El B-Espodumeno es la fase que le sigue en intensidad pero no es mayor del 25 %.

La B-Eucryptita también está en intensidad baja, pero semejante en intensidad a la fase de B-Espodumeno, sin embargo en dos ocasiones el pico representativo se traslapa en el mismo pico del de B-Espodumeno. Con respecto al Aluminio Silicato de Litio, tiene los mismos valores que la B-Eucryptita, los valores de  $dA$  para este son los mismos que para B-Eucryptita, al igual que sus intensidades relativas, esto es lógico ya que la B-Eucryptita es un aluminio silicato de litio.

El Metasilicato de Litio ( $Li_2O \cdot SiO_2$ ) a  $650^\circ C$  apenas aparece, pero ya se hizo presente.

El cambio en la cantidad de frita se nota en el cambio de intensidades ( $I$ ) en los difractogramas. Pero no da origen a cambios de --

TABLA N<sup>o</sup> 8

SUBGRUPÒ e

FASES PRESENTES	d.e.	INTENSIDAD RELATIVA (I/I <sub>o</sub> )			
		8-1479	9-1480	10-1481	11-1484
B-Espodumeno (22-408)	3.49	18%	24%	24%	16%
Metasilicato de Litio (15-519)	4.70	2%	2%	2%	2%
B-Eucryptita (17-533)	3.59	18%	21%	se traslapa	se traslapa
Aluminio Sili- cato de Litio (12-709)	3.53	18%	21%	"	"
SiO <sub>2</sub> Libre (5-490)	3.34	100%	100%	100%	100%

fases presentes inicialmente.

Para el subgrupo fi de la tabla 9, la temperatura de sinterización es de 800°C, lo cual hace que las intensidades relativas de las fases presentes aumenten considerablemente. Sin embargo con respecto a la cantidad de frita no hay una variación uniforme en las  $I/\lambda$  de los picos.

El Metasilicato de Litio en comparación con la tabla anterior tiene un aumento bastante considerable en cada una de las proporciones de frita.

Sin embargo todavía el  $\text{SiO}_2$  libre sigue siendo la fase que se presenta en mayor intensidad.

En este subgrupo el pico de  $dA = 3.92$  sufre un aumento del orden del 16 % de intensidad relativa; este pico corresponde a los picos de B-Eucryptita y tiene siempre una int. relativa del 2% , por lo que este aumento puede ser debido a una orientación favorable del cristal a 800°C.

Para la tabla 10 subgrupo (g) , primeramente hay que hacer notar que la fase principal en este subgrupo es la correspondiente a B-Espodumeno, y le sigue en importancia la de Metasilicato de Litio, es to se comprueba de acuerdo con el diagrama 1 de Roy, ya que la com-

TABLA # 9

SUBGRUPO f

FASES PRESENTES	d. A	INTENSIDAD RELATIVA (I/I <sub>0</sub> )			
		4-1473	5-1474	6-1475	7-1478
B- Espodumeno	3.49	28%	33%	56%	17%
Metasilicato de Litio	4.70	7%	18%	30%	9%
B- Eucryptita	3.53	28%	31%	48%	se traslapa
Aluminio Silicato de Litio	3.53	28%	31%	48%	"
SiO <sub>2</sub> Libre	3.34	100%	100%	100%	100%

TABLA # 10

SUBGRUPO g

FASES PRESENTES	d. A	1-1447	2-1448	3- 1449
B- Espodumeno	3.49	100%	100%	100%
Metasilicato Li	4.70	56%	50%	58%
B- Eucryptita	3.53	78%	traslapa	traslapa
Aluminio Sil. Li	3.53	78%	"	"
SiO <sub>2</sub> libre	3.34	56%	41%	54%



posición a partir de la cual se prepararon las diferentes proporciones de F y M caen dentro del área correspondiente a B-Espodumeno, además de que se encuentra cercana al área del Metasilicato de Litio.

Aunque la B-Eucryptita tiene un % más alto que el Metasilicato de Litio, no la podemos considerar como una fase importante en nuestra composición, ya que su pico representativo se traslapa con el de B-Espodumeno, por lo que ocasiona que no se pueda medir con realidad su Intensidad, lo mismo para el Aluminio Silicato de Litio.

En lo que respecta al  $\text{SiO}_2$  disminuyó en un 50% esto es debido a la temperatura de sinterización, pero aún así no se logra su combinación total, ya que hay presente muestra sin fritar en la cual el  $\text{SiO}_2$  está -- sin combinar y la temperatura de 950°C no es lo suficientemente alta -- como para que se combine totalmente el  $\text{SiO}_2$  libre. El cambio en la cantidad de frita, ocasiona cambios no uniformes en las intensidades de las fases de cada uno de los difractogramas del subgrupo.

En lo que se refiere a la tabla 6 tendremos el primer caso mencionado anteriormente en el cual se mantiene fija la composición de F y M pero se hace un cambio en la temperatura de sinterización de las --- muestras.

Empezaremos por el subgrupo (a) . Tabla 11.

Podemos ver en esta tabla que conforme se aumenta la temperatura, aumenta la intensidad de B-Espodumeno y se reduce la intensidad relativa del  $\text{SiO}_2$  libre.

Para el Metasilicato de Litio y la B-Eucryptita ( Aluminio Silicato de Litio ), aumentan conforme se aumenta la temperatura de sinterización.

Los aumentos de Int. relativas para las cuatro primeras fases son bastante considerables.

En el difractograma 4-1473 el pico de  $dA=3.34$  correspondiente al cuarzo, traslapa el pico de  $dA=3.31$  del Metasilicato de Litio, y en su lugar aparecen dos picos que apenas se notan el 3.28 y el 3.29 que pueden ser los del Metasilicato de Litio.

#### Tabla 12. subgrupo (b).

Conforme se aumenta la temperatura de sinterización se reduce la intensidad relativa del  $\text{SiO}_2$  libre y aumenta la intensidad relativa del B-Espodumeno, el aumento y la reducción de intensidades son del orden de  $\approx$  al 60%.

En el difractograma 2-1448 el pico de B-Eucryptita y de Aluminio Silicato de Litio se traslapa con el del B-Espodumeno, esto no quiere decir que la B-Eucryptita desaparezca, sino que como el pico de B-Es-

podumeno aumenta demasiado hace que no se note el de B-Eucryptita, esto es debido a que la temperatura de sinterización es de  $950^{\circ}\text{C}$ , ya a esa temperatura la fase predominante es la de B-Espodumeno.

Tabla 13 . subgrupo(c)

Sucede lo mismo que en los subgrupos anteriores, la intensidad relativa máxima de B-Espodumeno es a los  $950^{\circ}\text{C}$  y la mínima para  $\text{SiO}_2$  es a  $950^{\circ}\text{C}$ .

A  $800^{\circ}\text{C}$  el  $\text{SiO}_2$  libre sigue teniendo el 100% de  $I/I_0$  . A  $650^{\circ}\text{C}$  el Metasilicato de Litio casi no está presente.

Tabla 14 subgrupo ( d)

En esta tabla ya no hubo sinterización a  $950^{\circ}\text{C}$ , por lo que el B-Espodumeno no alcanza el 100%, sino que la fase de mayor intensidad corresponde a la del  $\text{SiO}_2$  libre. El Metasilicato de Litio se encuentra en baja intensidad, ya que su temperatura óptima es a  $950^{\circ}\text{C}$  y además la cantidad de fritada para este subgrupo es mínima, por lo que aumenta la cantidad de  $\text{SiO}_2$  libre presente en la muestra, esto ocasiona que sea la fase de más intensidad.

En el intervalo de  $25^{\circ}$  a  $28^{\circ}$  se encuentran los picos principales, o

TABLA #11

SUBGRUPO a)

FASIS PRESENTES	d.A	INT. RELATIVA DE LAS FASIS (I/Io)		
		8-1479	4-1473	1-1447
B-Espodumeno	3.49	18%	28%	100%
Met. de Li	4.70	2%	7%	56%
B-Bu	3.53	18%	28%	80%
Alum. Si de Li	3.53	18%	28%	80%
SiO <sub>2</sub> libre	3.31	100%	100%	56%

TABLA #12

SUBGRUPO b)

FASIS PRESENTES	d.A	INTENSIDAD RELATIVA (I/Io)		
		9-1480	5-1474	2-1448
B-Espodumeno	3.49	24%	36%	100%
Met. de Li	4.70	2%	18%	50%
B-Bu	3.53	21%	31%	se traslapa
Alum. Si-Li	3.53	21%	31%	"
SiO <sub>2</sub> libre	3,34	100%	100%	41%

TABLA #13

SUBGRUPO c)

FASES PRESENTES	d. A	INT. REL. (I/Io)		
		10-1481	6-1475	3-1449
B-Esodumeno	3.49	81%	48%	100%
Met. de Li	4.70	2%	30%	58%
B-Eu	3.53	se traslapa	44%	
Alum. Si de Li	3.53	"	44%	78%
SiO <sub>2</sub> libre	3.34	100%	100%	54%

TABLA # 14

SUBGRUPO d)

FASES PRESENTES	d. A	INT. REL. I/Io	
		11-1484	7-1478
B-Esodumeno	3.49	16%	17%
Met. de Li	4.70	2%	9%
B-Eucryptita	3.53	no esta	9%
Alum. Si de Li	3.53	" "	9%
SiO <sub>2</sub> libre	3.34	100%	100%

sea los característicos para cada una de las fases presentes.

Los picos representativos para B-Espodumeno y B-Eucryptita--- se encuentran traslapados, o sea que en  $1\theta$  que podría ser un pico tenemos varios pequeños que sobresalen en el extremo superior del --- pico y no tienen una marcada diferencia en cuanto a intensidades. Deu bido a esto se hizo un registro manual de intensidades por el método de Conteo a tiempo fijo , para cada  $0.2^\circ 2\theta$  con el objeto de obtener--- la gráfica en el intervalo de  $25^\circ$  a  $27^\circ$  y encontrar la diferencia marca-- da para los picos de B-Espodumeno y B-Eucryptita. Los datos que se obtuvieron se muestran en la tabla I.

Con estos datos se hizo un promedio de las tres determinaciones a 1 seg. del N° de cuentas para cada uno de los pasos en  $0.2^\circ$  que se mo-- vieron manualmente en el goniómetro y con esto se efectuó manualmente - una gráfica (A), la cual fué de gran ayuda, ya que con ella se pudo-- obtener la localización exacta del pico y su valor respectivo, además de que se logró separar lo que parecía ser solo un pico, con todo esto se confirmó que las fases presentes eran B-Espodumeno, B-Eucryp- tita,  $\text{SiO}_2$  libre, Metasilicato de Litio y Aluminato de Litio.

REGISTRO MANUAL DE INTENSIDADES  
POR EL METODO DE CONTROL A TIEM-

TABLA I      -PO. PARA CADA 0.2°

ANGULO	CUENTAS			PROMEDIO CUENTAS
24.90	667	669	669	668.33
24.92	620	684	653	652.33
24.94	656	625	661	647.33
24.96	654	679	733	688.33
24.98	714	781	705	733.33
25.00	756	788	870	801.33
25.00	780	823	786	796.33
25.04	841	914	904	886.33
25.06	1012	1002	1000	1004.66
25.08	1098	1124	1176	1132.66
25.10	1350	1294	1383	1342.33
25.12	1716	1645	1687	1682.66
25.14	2083	2043	2069	2065.00
25.16	2650	2673	2683	2668.66
25.18	3433	3356	3315	3368.00
25.20	4048	4048	4044	4046.66
25.22	5048	4875	4958	4960.33
25.24	5598	5508	5507	5537.66
25.26	5530	5834	5844	5736.00
25.28	5737	5734	5835	5768.66
25.30	5417	5489	5492	5466.00
25.32	5137	5076	5040	5086.33
25.34	4752	4815	4849	4805.33
25.36	4731	4629	4645	4668.33
25.38	4830	4821	4781	4810.66
25.40	5020	5232	5341	5197.66
25.42	5619	5626	5695	5646.66
25.44	6356	6066	6267	6229.66
25.46	6642	6689	6703	6678.00
25.48	6988	6771	6793	6850.66
25.50	6706	6844	6744	6764.66
25.52	6339	6409	6291	6346.33
25.54	5829	5944	5969	5914
25.56	5545	5432	5302	5426.33
25.58	4911	4855	4912	4892.66
25.60	4221	4279	4279	4259.66
25.62	3605	3903	3831	3779.66
25.64	3288	3396	3468	3384
25.66	3000	3045	3048	3031
25.68	2611	2571	2680	2620.66

ANGULO	CUENTAS			PROMEDIO CUENTAS
25.70	2384	2334	2433	2383.66
25.72	2130	2033	2070	2077.66
25.74	1844	1840	1948	1877.33
25.76	1694	1652	1660	1668.66
25.78	1456	1431	1456	1447.66
25.80	1325	1357	1351	1344.33
25.82	1181	1154	1231	1188.66
25.84	1073	1113	1096	1094.00
25.86	1028	976	933	979
25.88	805	896	899	886.66
25.90	848	861	864	857.66
25.92	717	788	793	766
25.94	718	760	707	728.33
25.96	675	678	671	674.66
25.98	629	596	641	622.00
26.00	670	625	645	646.66
26.02	586	604	573	587.66
26.04	597	535	570	567.33
26.06	579	577	585	580.33
26.08	582	547	561	563.33
26.10	552	511	588	550.33
26.12	557	527	559	547.66
26.14	563	582	548	564.33
26.16	538	598	522	519.33
26.18	520	513	511	514.66
26.20	557	526	499	527.33
26.22	519	513	538	523.33
26.24	502	516	524	514.00
26.26	504	468	492	486.33
26.28	494	546	526	522
26.30	505	501	523	509.66
26.32	520	537	536	531
26.34	484	533	484	500.33
26.36	540	490	499	509.66
26.38	535	544	522	532.66
26.40	570	503	542	538.33
26.42	518	594	567	559.66
26.44	594	641	613	616
26.46	592	564	623	593
26.48	698	625	616	646.33
26.50	728	724	697	716.33
26.52	772	793	794	786.33
26.54	956	973	903	944
26.56	1185	1185	1230	1197.33
26.58	1579	1567	1572	1572.66

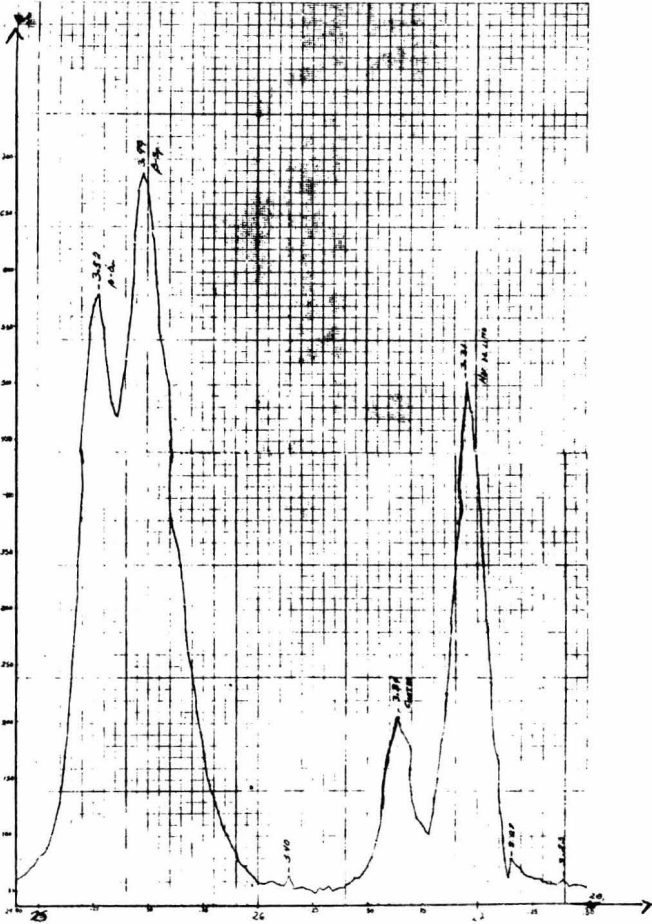


ANGULO	CUENTAS			PROFEDIC CUENTAS
26.60	1725	1741	1711	1725.66
26.62	1894	1987	1924	1935
26.64	2026	2073	2073	2057.33
26.66	1832	1887	1883	1867.33
26.68	1536	1535	1504	1525
26.70	1341	1374	1325	1346.66
26.72	1263	1208	1259	1243.33
26.74	1088	1065	1113	1088.66
26.76	1013	1013	1037	1027
26.78	1061	1072	1086	1073
26.80	1229	1204	1223	1219.33
26.82	1486	1435	1511	1477.33
26.84	1839	1821	1853	1837.66
26.86	2309	2209	2270	2262.66
26.88	2679	2724	2590	2664.33
26.90	3326	3434	3303	3354.33
26.92	3947	3906	3981	3944.66
26.94	4606	4688	4469	4587.66
26.96	5008	4971	4913	4964
26.98	4698	4838	4745	4760.33
27.00	4231	4273	4133	4212.33
27.02	3502	3455	3423	3460
27.04	2886	2892	2913	2817
27.06	2321	2402	2331	2351.33
27.08	1651	1690	1696	1679.00
27.10	1233	1313	1295	1280.33
27.12	1064	1040	1065	1056.33
27.14	919	934	905	613.38
27.16	783	811	780	794.33
27.18	701	733	728	720.66
27.20	677	713	712	700.66
27.22	644	616	642	634
27.24	621	626	644	630.33
27.26	625	614	562	600.33
27.28	617	578	585	593.33
27.30	585	577	589	583.66
27.32	566	547	558	557
27.34	568	540	567	558.33
27.36	553	523	566	547.33
27.38	578	605	610	597.66
27.40	575	567	563	568.33
27.42	560	508	558	542
27.44	533	565	542	246.66
27.46	556	552	557	555
27.48	542	537	555	544.66
27.50	561	527	512	533.33

ANGULO	CUNTAS			PROMEDIO CUNTAS
27.52	513	521	498	510.66
27.54	500	534	529	521
27.56	509	493	522	508
27.58	485	439	491	471.66
27.60	487	464	480	477.00

# GRAFICA A

promedio  
cuentas



## CONCLUSIONES DE LA SERIE A.

Para el subgrupo ( e ) de la tabla 8 , la fase de mayor  $I/I_0$  es la correspondiente al  $SiO_2$  libre, esto se presenta en los cuatro difractogramas, que corresponden a diferentes proporciones de F y M, según la tabla 7. El Metasilicato de Litio es una fase apenas en formación, por lo que se refiere a B-Espodumeno no alcanza ni el 25 % de  $I/I_0$  y en cuanto a B-Eucryptita y Aluminio Silicato de Litio podemos decir que está presente en la misma intensidad que el B-Espodumeno, sin embargo en dos de los casos este pico se traslapa con el de B-Espodumeno, no queriendo decir esto que ya no estén presentes dichas fases.

Podemos decir que el cambio de fricta afecta en la  $I/I_0$  de las fases, pero de ninguna manera en la aparición o desaparición de una fase.

Para el subgrupo ( f ) tabla 9 , sucede lo mismo que en el subgrupo anterior.

En el subgrupo ( g ), la fase de mayor intensidad relativa es la de B-Espodumeno lo cual quiere decir que a  $950^\circ C$  el  $SiO_2$  se ha combinado en mayor proporción, dando lugar a que una fase crezca a expensas de la otra. El Metasilicato de Litio se encuentra ya en mayor proporción.

En las tabla 11, 12, 13, 14, los cambios en cuanto a la variación de la temperatura son más notorios, ya que a 650°C y 800°C la fase principal es la de SiO<sub>2</sub> libre, lo cual nos indica que estas temperaturas no son suficientes para lograr la mayor combinación de SiO<sub>2</sub>.

A 950°C la fase principal es la de B-Espodumeno, lo cual hace que el SiO<sub>2</sub> libre se reduzca, ya que hubo una mayor combinación de este, por lo que la mejor temperatura para obtener la mayor intensidad de las fases presentes combinadas es a 950°C.

La variación en la cantidad de frita ocasionó solamente cambios de intensidad relativa dentro de los picos de una misma fase en los diferentes difractogramas del subgrupo.

SERIE B. -

Los difractogramas correspondientes a esta serie los podemos distinguir en la tabla 5. Las muestras a partir de las cuales se efectuaron dichos difractogramas fueron sinterizados a 650°C y a 800°C.

Estos difractogramas los agruparemos con respecto al cambio de temperatura para una misma composición ( tabla 15 ).

## Tabla 15.

De acuerdo a esta tabla tenemos cuatro subgrupos, primeramente anotaremos los resultados para los tres primeros subgrupos. Tablas 16, 17, 18.

La primera diferencia en los tres subgrupos es que a 800°C, hay desaparición de un pico presente a 650°C, lo cual indica la desaparición de una fase.

Ahora bien a 800°C la intensidad para los picos correspondientes de B-Eucryptita se mantienen sin mucha diferencia en cuanto a la intensidad relativa, en lo que concierne al  $\gamma$ -LiAlO<sub>2</sub> aumenta de intensidad conforme aumenta la temperatura, este aumento es más del 50 %, pero esta fase crece a expensas de la fase del SiO<sub>2</sub> libre que

TABLA # 15

	Composición		Temp. de Sintetización	
	% F	% M	650°C	800°C
p)	50	50	16-1489	12- 1485
i)	45	55	17-1490	13- 1486
j)	37.5	62.5	18-1491	14-1487
k)	30	70		15- 1488

TABLA # 16

SUBGRUPO i)

FASES PRESENTES	d.A	INT. REL. I/Io	
		16-1489	12-1485
B- Eucristita	3.53	55%	67%
$\gamma$ - LiAlO <sub>2</sub> (18-714)	3.96	40%	100%
<del>A</del> - Espodumeno	2.92	35%	-
SiO <sub>2</sub> libre	3.34	100%	44%

TABLA # 17  
SUBGRUPO i

FASES PRESENTES	d. A	INT. REL. I/I <sub>0</sub>	
		17-1490	13-1486
B- Eu	3.53	63%	58%
-γLiAlO <sub>2</sub>	3.96	44%	100%
-αEspodumeno	2.92	37%	-
SiO <sub>2</sub> libre	3.34	100%	62%

TABLA # 18  
SUBGRUPO j

FASES PRESENTES	d. A	INT. REL. I/I <sub>0</sub>	
		18-1491	14-1487
B- Eu	3.53	67%	58%
-γLiAlO <sub>2</sub>	3.96	28%	100%
-αEspodumeno	2.92	33%	-
SiO <sub>2</sub> libre	3.34	100%	75%

TABLA # 19  
SUBGRUPO k

FASES PRESENTES	d. A	INT. REL. (I/I <sub>0</sub> )
		15- 1488
B- Eu	3.53	86%
-γLiAlO <sub>2</sub>	3.96	100%
-αEspodumeno	2.92	-
SiO <sub>2</sub> libre	3.34	76%



disminuye casi a la mitad de su intensidad conforme se aumenta la temperatura.

Si comparamos estos tres subgrupos en cuanto a la disminución de frita presente tendremos que en el subgrupo (h) a  $650^{\circ}\text{C}$ , el  $\text{SiO}_2$  presenta la misma intensidad relativa, con respecto a los subgrupos (i), (j). Sin embargo a  $800^{\circ}\text{C}$  disminuye el  $\text{SiO}_2$  libre, pero esta disminución es menor en el subgrupo que tiene la menor cantidad de frita presente, esto es debido a que en la muestra sin fritar la cantidad de  $\text{SiO}_2$  libre es mayor. La temperatura de  $800^{\circ}\text{C}$  no es lo suficientemente alta como para eliminar el exceso de  $\text{SiO}_2$  libre presente en la muestra sin fritar.

De acuerdo al diagrama de fases la mezcla original a partir de la cual están hechas las composiciones con las cuales se efectuaron los difractogramas, cae dentro del área de B-Eucryptita, por lo que su presencia en esta serie es comprobable, sin embargo no es la fase que se encuentra en mayor intensidad, ya que aparecen dos nuevas fases que no están reportadas en el diagrama dado por Roy, que son el  $\alpha$  - Espodumeno y el  $\gamma$ - $\text{LiAlO}_2$ .

Podemos decir que en el caso de las muestras corridas a una misma temperatura no hay cambio en cuanto a las fases presentes, lo úni-

co variante se tiene al cambiar la cantidad de frita presente en la muestra, lo cual ocasiona que la diferencia estribe en la intensidad de los picos presentes en los difractogramas de muestras sinterizadas a una misma temperatura.

Para el caso en que se cambia la temperatura de sinterización, este cambio representa un factor importante en la aparición o desaparición de las fases, o bién que la fase que se encontraba con mayor intensidad a una temperatura baja, deje de ser la fase predominante, cuando la temperatura se eleva.

Tabla 19. subgrupo ( k ).

Como la temperatura de sinterización es de 800°C el  $\alpha$  - Espodumeno yano aparece, y la fase con mayor intensidad relativa corresponde nuevamente al  $\gamma$  -LiAlO<sub>2</sub>

### SERIE C.

Primeramente para esta serie solo se corrió un difractograma a partir de la muestra sinterizada a 800°C y tres a partir de 950 °C con disminución de frita.

De acuerdo al diagrama de fases estamos dentro del area de B-Espodumeno, al igual que cercanos a la zona del Metasilicato de Litio.

Los difractogramas de esta serie se encuentran agrupados en la tabla 20. Se agruparon manteniendo constante la temperatura de sinterización y variando la cantidad de Frita.

De esta tabla resultan dos subgrupos , que se muestran en las tablas 21 y 22.

Tabla 21 subgrupo (1).

Lo que podemos apreciar es que la fase de B-Espodumeno siempre fué la que tuvo la mayor intensidad, el SiO<sub>2</sub> libre representa mayor intensidad relativa en comparación con el Metasilicato de Litio.

Como lo que se mantuvo constante fué la temperatura no hubo cambios en la intensidad de una fase con respecto a la otra, sino que los cambios se manifestaron en cuanto a la  $I/I_0$  de la misma fase en diferentes

TABLA # 20		TEMP. DE SINTETIZACION	
COMPOSICION		800 °C	950 °C
% F	% M		
50	50		20- 1450
45	55	19.1492	21-1451
37.5	562.5		22- 1452

TABLA # 21  
SUBGRUPO 1

FASES PRESENTES	d. A	INT. REL. (I/I <sub>0</sub> )		
		20-1450	21-1451	22-1452
B. Esfodumeno	3.49	100%	100%	100%
Met. de Li	4.70	22%	25%	27%
SiO <sub>2</sub> libre	3.34	36%	29%	31%

TABLA # 22  
SUBGRUPO m

FASES PRESENTES	d. A	INT. RELATIVA I/I <sub>0</sub>	
		19-1492	21-1451
B. Esfodumeno	3.49	100%	100%
Met. de Litio	4.70	17%	25%
SiO <sub>2</sub> libre	3.34	95%	29%

proporciones de Frita.

Tabla 22 subgrupo ( m ).

El B-Espodumeno se mantiene constante en intensidad, no así el  $\text{SiO}_2$  libre que al aumentar la temperatura se combina rápidamente. El Metasilicato de Litio aumenta en intensidad conforme se aumenta la temperatura.

El B- Espodumeno tanto a  $800^\circ\text{C}$  como a  $950^\circ\text{C}$  se mantiene con la máxima intensidad relativa, no así el  $\text{SiO}_2$  que a  $800^\circ\text{C}$  está en un 95% - y a  $950^\circ\text{C}$  desciende hasta 29 %.

El Metasilicato de Litio aumenta conforme se aumenta la temperatura.

SERIE D. -

Los difractogramas de esta serie se efectuaron con muestras conteniendo únicamente muestra sin fritar, con el objeto de ver si la ausencia de fritada, ocasionaba totalmente un aumento excesivo en la cantidad de  $\text{SiO}_2$  libre. Los difractogramas están agrupados en la tabla 23

En esta tabla, la cantidad de muestra se mantuvo constante y únicamente varió la temperatura de sinterización.

Las fases que se presentaron en esta serie se agrupan en la tabla 24.

Tabla 24 subgrupo ( n ).

Las fases del  $\text{Li}_4\text{SiO}_4$  y del Metasilicato de Litio aún a  $950^\circ\text{C}$  no alcanzan grandes intensidades, por lo que es probable que estas fases se formen en la mezcla fritada.

El  $\text{SiO}_2$  libre es la fase que está en mayor intensidad ya que como solo se corrieron los difractogramas con muestras sin fritar las temperaturas de sinterización no son lo suficientemente altas como para lograr la mayor combinación del  $\text{SiO}_2$  libre.

El  $\text{Li}_4\text{SiO}_4$  se mantiene constante en todas las temperaturas.

El Metasilicato de Litio ( $\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$ ) aumenta en intensidad rela--

TABLA # 23

COMPOSICION % P	TEMP. DE SINT.	# DE DIFRACTOGRAMA
100%	750 °C	23-1608
100%	850 °C	28-1614
100%	950 °C	33-1619

TABLA # 24  
SUBGRUPO n

FASES PRESENTES	d. A	I/I <sub>0</sub> DE LAS FASES		
		23-1608	28-1614	33-1619
SiO <sub>2</sub> libre	3.34	100%	100%	100%
Li <sub>4</sub> SiO <sub>4</sub>	4.00	7%	7%	7%
Met. de $\frac{1}{2}$ Li	4.70	6%	11%	15%

tiva, conforme se aumenta la temperatura, pero este aumento es del orden del 9 %.

### CONCLUSIONES.

Las fases del  $\text{Li}_4\text{SiO}_4$  y Metasilicato de Litio no llegan a sobrepasar la intensidad relativa del  $\text{SiO}_2$  ni aún a  $950^\circ\text{C}$ , esto nos puede dar una idea de que estas fases se formen inicialmente en la muestra fritada y aumenten en intensidad conforme se aumente la temperatura de sinterización, pero el emplear únicamente muestra sin fritar tenemos que la fase predominante en todos los casos es la del  $\text{SiO}_2$  libre, y solo cambia en intensidad conforme aumenta la temperatura, pero su intensidad relativa se mantiene constante ocupando siempre el 100%.

Si comparamos estos resultados obtenidos conforme al diagrama de Roy, vemos que esta serie se encuentra en las fronteras del cuarzo y la del  $\text{Li}_2\text{O}\cdot 2\text{SiO}_2$ , sin embargo esta última fase no se encontró en los resultados del difractograma pero se encontró presente el Metasilicato de Litio ( $\text{Li}_2\text{O}\cdot\text{SiO}_2$ ) y el  $2\text{Li}_2\text{O}\cdot\text{SiO}_2$ , que al igual son silicatos de litio.



SERIE E.-

Los difractogramas de esta serie al igual se efectuaron a partir de muestras conteniendo únicamente muestra sin fritar. Estos se muestran en la tabla 25.

Las fases presentes en los difractogramas son las que se muestran en la tabla 26.

Tabla 26 subgrupo o.

En estos difractogramas siempre la B-Eucryptita fué la fase que se encontró con mayor intensidad relativa, esto es lógico y comprobable ya que por su posición en el diagrama está cerca de la zona de B-Eucryptita.

Lo que varía entre ellos conforme aumenta la temperatura es la intensidad ( I ) de la b-Eucryptita en cada uno de los difractogramas, pero al comparar la intensidad de su pico principal con la del resto de los picos, la fase de B-Eucryptita resulta tener un 100 % de intensidad relativa en los tres difractogramas.

En lo que respecta al  $\text{SiO}_2$  libre se ha combinado casi totalmente por lo que en el difractograma 34-1620 casi ya no está presente.

TABLA # 25

COMPOSICION % M	TEMP. DE SINT.	# DE DIFRACTOGRAMA
100%	750°C	24-1609
100%	850°C	29-1615
100%	950°C	34-1620

TABLA # 26  
SUBGRUPO o)

FASES PRESENTES	d. A	I/I <sub>0</sub> DE LAS FASES		
		24-1609	29-1615	34-1620
B-Eu	3.53	100%	100%	100%
SiO <sub>2</sub> libre	3.34	20%	5%	1%
SOLUCIONES SOLIDAS.	4.41			40%

Sin embargo para el resto de los picos no se logró dar una interpretación y además aparece un nuevo pico a  $dA=4.41$ . Este pico se aprecia en el difractograma 34-1620, por lo que se volvió a repetir para una intensidad de  $4 \times 10^2 - 4 - 0$ , con el objeto de ver si alguno de los picos que se pudieran confundir con el ruido de fondo emergían y de esta forma poder asignar una fase a los picos libres, sin embargo esto no resultó, ya que solo crecieron los picos ya presentes, pero no emergió ningún otro nuevo.

Lo más probable es que los picos que están libres puedan ser ocasionados por la formación de una solución sólida entre los extremos de concentraciones bien determinadas, cercanas al área donde se encuentra dicha composición.

### CONCLUSIONES.

La fase principal correspondió a la B-Eucryptita, y conforme se aumenta la temperatura aumenta la intensidad ( $I$ ) de dicha fase, al comparar los tres difractogramas.

La presencia de una solución sólida fué el motivo de que quedaran picos libres y además de que apareciera un nuevo pico.

### SERIE F.-

Esta serie al igual está compuesta de solo tres difractogramas: que se muestran en la tabla 27.

La composición a partir de la cual se efectuaron los difractogramas, cae dentro de un área que no fué motivo de estudio de Roy y Osborn, por lo que en esa zona no está marcada ninguna fase presente para esta composición.

Se buscó con gran cuidado pico por pico en los índices de Joint Committee on Powder Diffraction Standards, y se encontraron las fases de la tabla 28.

Tabla 28 subgrupo p.

El  $\text{Li}_4\text{SiO}_4$  es la fase que se encuentra con el 100% de  $I/I_0$ , sin embargo su  $I$  varía conforme se efectúan cambios en la temperatura de sinterización, estos cambios no son uniformes en los tres difractogramas.

El  $\alpha$  - Espodumeno está presente, pero disminuye a 800 °C y a 950°C ya no está presente.

Esta fase ya había aparecido en la serie B, solo que a una tempe

TABLA # 27

COMPOSICION % M	TEMP. DE SINT. °C	NUMERO DE DIFRAC.
100%	750°C	25-1610
100%	850°C	30-1616
100%	950°C	35-1621

TABLA # 28  
SURGRUPO p)

FASES PRESENTES	d.A	I/Io DE LAS FASES		
		25-1610	30-1616	35-1621
α ESPODUMENO	2.92	17%		
Li <sub>4</sub> SiO <sub>4</sub> (2Li <sub>2</sub> O- -SiO <sub>2</sub> )	4.00	100%	100%	100%
SiO <sub>2</sub>	3.34	9%		

natura de 650 °C, pero a 800°C la fase desaparecía, sin embargo en este difractograma la fase de  $\alpha$ -espodumeno permanece hasta 750 °C pero al pasar de esta temperatura desaparece.

En cuanto al  $\text{SiO}_2$  libre se encuentra en baja intensidad relativa.

### CONCLUSIONES. -

La fase principal o mejor dicho la que se encuentra con mayor  $I/I_0$  es la del  $\text{Li}_4\text{SiO}_4$  sin embargo los cambios de  $I$  al aumentar la temperatura no son uniformes.

La otra fase presente es la del  $\alpha$ -Espodumeno esta fase desaparece al aumentar la temperatura y solo la tenemos presente en el intervalo de 650°C -750°C.

El  $\text{SiO}_2$  es una fase que se encuentra en pequeña proporción.

Para estos tres casos los cambios presentes solo se debieron al cambio de temperatura, por lo que se puede concluir que la temperatura juega un papel muy importante en la presencia e intensidades de las fases cristalinas presentes en una determinada composición.

SERIE G. -

Esta serie al igual cae dentro de un area desconocida.

Los difractogramas están agrupados en la tabla 29.

Tabla 29.

La composición de las muestras se mantuvo constante y lo único que varió fué la temperatura de sinterización.

Las fases que se encontraron presentes en esta composición se muestran en la tabla 30'.

Tabla 30. subgrupo q.

Para esta serie solo resultaron presentes dos fases la del  $\text{SiO}_2$  y la del  $\text{Li}_4\text{SiO}_4$ , conforme se aumenta la temperatura se aumenta la  $I/I^\circ$  del  $\text{Li}_4\text{SiO}_4$  y disminuye la  $I/I^\circ$  del  $\text{SiO}_2$  libre.

En el difractograma 36-1622 los picos del  $\text{Li}_4\text{SiO}_4$  se definen y lo que era un conjunto de picos se convierte casi en uno.

CONCLUSIONES. -

TAFILA # 29

COMPOSICION % M	TEMP. DE SAINT °C	# DE DIFRACTOGRAMA
100%	750°C	28-1611
100%	850°C	31-1617
100%	950°C	36-1622

TAFILA # 30  
SUBGRUPO a)

FASES PRESENTES	d. A.	I/I <sub>0</sub> DE LAS FASES		
		26-1611	31-1617	36-1622
SiO <sub>2</sub> libre	3.34	100%	100%	30%
Li <sub>4</sub> SiO <sub>4</sub>	4.00	50%	91%	100%



Para esta serie la temperatura óptima para tener la mayor intensidad de  $\text{Li}_4\text{SiO}_4$  ( $2\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$ ) es a  $950^\circ\text{C}$ , misma a la cual tenemos gran parte del  $\text{SiO}_2$  combinado.

La serie F junto con esta serie caen dentro de un área desconocida, además se encuentran bastante separadas una de la otra, y presentaron ambas serie la fase de  $\text{Li}_4\text{SiO}_4$ .

Es de esperarse, por tanto que la fase predominante en una amplia zona del diagrama cercana a la base del mismo sea el  $\text{Li}_4\text{SiO}_4$  y que estas dos composiciones pertenezcan a esta área del diagrama.

SERIE H. -

La composición de esta serie cae dentro de dos zonas la del -- Metasilicato de Litio y la del  $2\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$  ( $\text{Li}_4\text{SiO}_4$ ), al igual que la de B- Eucryptita, sin embargo en el diagrama no están marcadas los límites de estas tres fases, por lo que nuestra composición puede-- presentar cualquiera de las tres fases.

Los difractogramas se muestran en la tabla 31.

Las fases presentes para el subgrupo están dadas en la tabla 32.

## Tabla 32 subgrupo (r)

En estos difractogramas la fase que siempre ocupó la mayor intensidad relativa fué la correspondiente al  $\text{SiO}_2$  libre, aún aumentando la temperatura.

Aparentemente en la tabla 32 el  $\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$  disminuye en  $I/I_0$  a 850 °C , pero no es así lo que pasa es que el  $\text{SiO}_2$  libre a 850 °C - aumentó en intensidad ( I ) con respecto a 750 °C. A 950°C el  $\text{SiO}_2$  - disminuye en I y aumentan las Intensidades para las fases de  $2\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$  y  $\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$ .

TABLA # 31

COMP. % M	TEMP. DE SINT.	# DE DIFRACTOGRAMA
100%	750	27-1612
100%	850	32-1618
100%	950	37-1623

TABLA # 32  
SUBGRUPO r)

FASES PRESENTES	d. A	I/I <sub>0</sub> DE LAS FASES		
		27 -1612	32-1618	37-1623
SiO <sub>2</sub> libre	3.34	100%	100%	100%
Met. de Li (Li <sub>2</sub> O.SiO <sub>2</sub> )	4.70	20%	15%	28%
2Li <sub>2</sub> O.SiO <sub>2</sub> (Li <sub>4</sub> - SiO <sub>4</sub> )	4.00	25%	21%	54%

## CONCLUSIONES

1.- No es conveniente el empleo de goma en la elaboración de pastillas, ya que a la hora de quemarse esta ocasiona que se desbarate la pastilla.

2.- El empleo de frita además de dar más consistencia al polvo lo cual facilita la formación de la pastilla, aumenta la dureza de las mismas después de la sinterización.

Cuando se hicieron pastillas usando muestra sin fritar, fué necesario agregar una pequeña cantidad de agua y usar más presión durante el formado de la pastilla.

La cantidad de frita provoca un cambio de intensidades en las fases presentes de un difractograma o de los difractogramas de una misma serie, además hace que a menor cantidad de frita se tenga mayor intensidad de  $\text{SiO}_2$  libre.

Las temperaturas de sinterización empleadas son muy importantes ya que determinan la aparición o desaparición de las fases así como su intensidad.

El hecho de que un pico de una fase que no sea el pico representativo, esté en mayor intensidad que el principal, puede ser debido a una

orientación favorable para dicho pico, que lo haga crecer en intensidad, esto se provoca a la hora de montar la muestra.

3.- Las variables a considerar en la obtención de una fase determinada con cierta intensidad son:

- a) Temperatura de sinterización.
- b) Proporción de frita y mezcla sin fritar.
- c) Homogeneidad completa de la muestra.
- d) Tiempo empleado en la sinterización

4.- En el intervalo de composiciones comprendido en la serie A la fase predominante es B-Espodumeno y la intensidad con que aparece aumenta a medida que aumenta la temperatura de sinterización, apareciendo el máximo a 950 °C.

5.- En el intervalo de composiciones comprendido en la serie B, la fase predominante es el  $\gamma$ -LiAlO<sub>2</sub>. Esta fase no aparece en el diagrama de fases dado por Roy. Según este autor para este intervalo de composiciones la fase predominante es B-Eucryptita. Esta fase también aparece en las determinaciones que hicimos para la serie B, con una intensidad considerable.

En esta serie se observa la aparición de  $\alpha$ -Espodumeno y su desaparición subsecuente a 800°C.

6.- En el intervalo de composiciones comprendido en la serie C,

la fase predominante es la de B-Espodumeno al igual que en la serie A. No obstante la proximidad en composición de las dos series no aparece la B-Eucryptita ni el Aluminio Silicato de Litio, sin embargo no puede concluirse que estas fases no estén presentes sino que sus picos de difracción traslapan con los del B-Espodumeno.

7.- En la serie D como es de esperarse la fase predominante es el  $\text{SiO}_2$  libre, como puede verse por su posición en el diagrama.

Empiezan a aparecer ya los distintos silicatos de Litio que se extienden desde esta zona hasta la parte baja del diagrama.

8.- La serie E correspondió a la fase de la B-Eucryptita con combinación prácticamente completa de la  $\text{SiO}_2$  presente.

9.- Las series F y G que no están incluidas en el diagrama corresponden sobre todo a la fase de  $\text{Li}_4\text{SiO}_4$  y la diferencia en la temperatura de sinterización afecta la presencia de sílice libre.

La fase  $\alpha$ -Espodumeno aparece en la serie F solo a  $750^\circ\text{C}$ . y desaparece al aumentar la temperatura.

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Rustum Roy and E.F.Osborn.- The System Lithium Meta-  
silicate-Spodumene- Silica. - Journal American Ceramic Society. -  
71 , 2086 ( 1949).
- 2.- Edward J. Smoke.- Ceramic Compositions Having Negati-  
ve Linear Thermal Expansion.- Journal American Ceramic Society. -  
34, [3], 84, ( 1951 ).
- 3.- M. Krishba Murty and F.A. Hummel.- Phase Equilibria in  
the System Lithium Metasilicate- B-Eucryptita. 19, 14, ( 1951)
- 4.- Rustum Roy , Della M. Roy, and E.F. Osborn.- Compositio-  
nal and Stability Relation Ships Among The Lithium Alumino Silica--  
tes: Eucryptite, Spodumene, and Petalita. - J. A.Cer.S. - 33, [55]  
152 ( 1950 ).
- 5.- F. Singer y S.S. Singer  
Cerámica Industrial  
Vol I  
Ediciones Urmo.  
Bilbao ( 1971 ).

- 6.- Ernst Rosenthal  
Alfarería y Cerámica  
Editorial Reverté, S.A.  
Barcelona ( 1958 )
- 7.- H. Salmang.  
Los Fundamentos Físicos y  
Químicos de la Cerámica.  
Editorial Reverté, S.A.  
Barcelona ( 1955 ).
- 8.- Edward J, Smoke.- Ceramic Compositions Having Ne--  
gative Linear Thermal Expansion Part II.- Journal American Ceramic  
Society.- 13-16,19-20, ( 1953 ).
- 9.- R. P. White and G.R. Rigby.- The thermal Expansion --  
Properties of Compositions Containing Lithia, Alumina and Silica.-  
Trans . Brit.Cer. Age. -324-334 ( 1951 )
- 10.- Von Dr. G. Bayer. - Synthetische Silikate: Herstellung,  
Eigenschaften und Anwendungen.- Revue Technique Suisse.- STZ 44.  
1013-1018. (1975 ).
- 11.- G. Bayer.- Thermal Expansion Anisotropy of Oxide Com-  
pounds.- Brit. Ceram. Soc. (22) ,39-53. ( 1973 ).



9-468 MAJOR CORRECTION

d	2.93	2.90	1.57	6.12	α-LiAl(SiO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	1/2(α-Li <sub>2</sub> O·Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·4SiO <sub>2</sub> )
I/I <sub>1</sub>	100	90	70	30		
Rad. CuKα 1.5418 Filter No. Dia. 14.35cm					ALPHA LITHIUM ALUMINUM METASILICATE	
Cut-off 65m Visual					d Å	I/I <sub>1</sub>
Ref. GABRIEL, SLAVIN AND CARL, ECON. GEOL. 27 116 (1942)					hkl	d Å
Syl. MONOCLINIC S.G. C <sub>2h</sub> - C2/c (15)					I/I <sub>1</sub>	hkl
a 9.55 b 3.32 c 5.25 A 1.144 C 0.631					d Å	I/I <sub>1</sub>
α 111°20' γ 24 Dn 3.19					I/I <sub>1</sub>	hkl
Ref. BARREN AND BRIDGE, Z. KRIST. 80 391-401 (1931)					d Å	I/I <sub>1</sub>
Fa 1.670±.001 n=δ					d Å	I/I <sub>1</sub>
2V D 3.0-3.2 mp					d Å	I/I <sub>1</sub>
Ref. GABRIEL ET AL., 1910. Color Z A c=250					d Å	I/I <sub>1</sub>
IDENTICAL SPACINGS FROM MATERIALS FROM THREE LOCALITIES.					d Å	I/I <sub>1</sub>
FILMS WERE CALIBRATED WITH NaCl.					d Å	I/I <sub>1</sub>
SEE ARTIFICIAL MATERIAL.					d Å	I/I <sub>1</sub>
*D? POSSIBLY A POORLY RESOLVED DOUBLET					d Å	I/I <sub>1</sub>
					ADDITIONAL LINES TO C-250	

5-0490 MINOR CORRECTION

d	3.74	4.26	1.92	4.24	SiO <sub>2</sub>	
I/I <sub>1</sub>	100	35	17	35		
Rad. CuKα 1.5405 Filter No. Dia. 14.35cm					SILICON DIOXIDE	
Cut-off 65m Visual					d Å	I/I <sub>1</sub>
I/I <sub>1</sub> G.C. DIFFRACTOMETER d corr. abs.?					hkl	d Å
Ref. SWANSON AND FUYAT, NES CIRCULAR 539, VOL. III (1951)					I/I <sub>1</sub>	hkl
Syl. HEXAGONAL S.G. C <sub>6h</sub> - P3 <sub>1</sub> 21					d Å	I/I <sub>1</sub>
a 4.913 b c 5.405 A C 1.10					d Å	I/I <sub>1</sub>
α β γ Z 3					d Å	I/I <sub>1</sub>
Ref. 1910.					d Å	I/I <sub>1</sub>
Ea n=δ 1.544f 1.553 Sign +					d Å	I/I <sub>1</sub>
2V D=2.647 mp Color					d Å	I/I <sub>1</sub>
Ref. 1910.					d Å	I/I <sub>1</sub>
MINERAL FROM LAKE TOHAWAY, N.C. SPECT. ANAL.: <0.01% AL; <0.001% Ca, Cu, Fe, Mg.					d Å	I/I <sub>1</sub>
X-RAY PATTERN AT 25°C.					d Å	I/I <sub>1</sub>
REPLACES 1-0649, 2-0458, 2-0459, 3-0427, 3-2446, 3-2471, 3-439					d Å	I/I <sub>1</sub>



20-637

d	4.00	2.65	3.93	5.29	Li <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>			2Li <sub>2</sub> O-SiO <sub>2</sub>			
hkl	100	100	80	30	Lithium Silicate						
Rad. CuK $\alpha$	$\lambda$ 1.5405	Filter Mono.	Dia. 114.6mm								
Cut off	50 $\text{\AA}$	l <sub>1</sub>	Guinier								
Ref.	Technisch	Physische Dienst, Delft, Holland									
Sys.	Monoclinic		S.G.								
a <sub>0</sub>	5.295	b <sub>0</sub> 6.099	c <sub>0</sub> 5.149	A 0.868	C 0.844						
$\beta$	90.323*		Y	Z 2	Dx 2.393						
Ref.	Ibid.										
ca	1.59*	nw $\beta$ 1.60	sy 1.61	Sign *							
TV	small D	2.39	mp	Color	Colorless						
Ref.	Austin, J. Am. Ceram. Soc., 30 218-20 (1947)										
Ref.	Minchell's Micros. Char. Artif. Min., 2nd. Ed.										
d A	1/l <sub>1</sub>	hkl	d A	1/l <sub>1</sub>	hkl	d A	1/l <sub>1</sub>	hkl	d A	1/l <sub>1</sub>	hkl
1.437	4	123, 203	1.291	4	351, 331	5.29	30	100	1.866	8	321
1.398	4	213	1.273	6	142, 133*	5.15	20	001	1.846	18	122
1.321	4	240	1.256	2	411	4.00	100	110	1.841	10	122, 202
1.317	4	322	1.254	2	303	3.93	80	011	1.782	16	131, 131
1.311	6	322, 033*	1.227	4	114, 303	3.70	10	101	1.765	2	300
1.305	2	223				5.68	45	101	1.762	2	212
						3.16	55	111	1.716	2	003
						3.05	16	020	1.695	2	310
						2.645	100	200, 120	1.667	4	301
						2.625	25	021	1.652	2	013
						2.574	55	002	1.630	4	103
						2.431	4	210	1.613	4	311, 230
						2.352	30	121, 201	1.580	6	113
						2.321	<2	102	1.575	4	113, 222
						2.193	10	211	1.540	2	231
						2.161	2	112	1.526	30	132, 320*
						2.033	2	050	1.496	8	023
						2.001	2	022	1.465	4	140, 321
						1.967	2	220	1.441	4	123
						1.898	2	130	Don't lower left corner		

COPY 7-2  
P

Copyright © Joint Committee on Powder Diffraction Standards

766

17-533

d	3.53	1.91	1.64	4.55	LiAlSiO <sub>4</sub>						
hkl	100	40	25	20	Lithium Aluminum Silicate			$\delta$ -Eucryptite			
Rad. CuK $\alpha$	$\lambda$ 1.5418	Filter Ni	Dia.								
Cut off	1/l <sub>1</sub>										
Ref.	Isaacs and Roy, Geochim. et Cosmochim. Acta 15										
Ref.	213-17 (1958)										
Sys.	Hexagonal		S.G.								
a <sub>0</sub>	5.245	b <sub>0</sub>	c <sub>0</sub> 11.20	A	C 2.135						
$\alpha$	$\beta$		$\gamma$	Z	Dx						
Ref.	Ibid.										
ca		n $\alpha$ $\beta$	fy	Color	Sign						
TV	D	mp									
Ref.											
d A	1/l <sub>1</sub>	hkl	d A	1/l <sub>1</sub>	hkl	d A	1/l <sub>1</sub>	hkl	d A	1/l <sub>1</sub>	hkl
4.55	20	100	1.148	2	314	3.53	100	102	1.130	2	400
3.90	2	003				2.628	10	110			
3.53	100	102				2.621	2	-			
2.628	10	110				2.384	4	104			
2.621	2	-				2.274	10	200			
2.384	4	104				2.105	8	115			
2.274	10	200				1.914	40	203			
2.105	8	115				1.763	4	204			
1.914	40	203				1.719	4	106			
1.763	4	204				1.643	25	212			
1.719	4	106				1.515	4	300			
1.643	25	212				1.463	12	214			
1.515	4	300				1.441	16	206			
1.463	12	214				1.332	8	108			
1.441	16	206				1.312	8	220			
1.332	8	108				1.264	8	216			
1.312	8	220				1.247	2	009			
1.264	8	216				1.231	14	118			
1.247	2	009									
1.231	14	118									

8

13-251

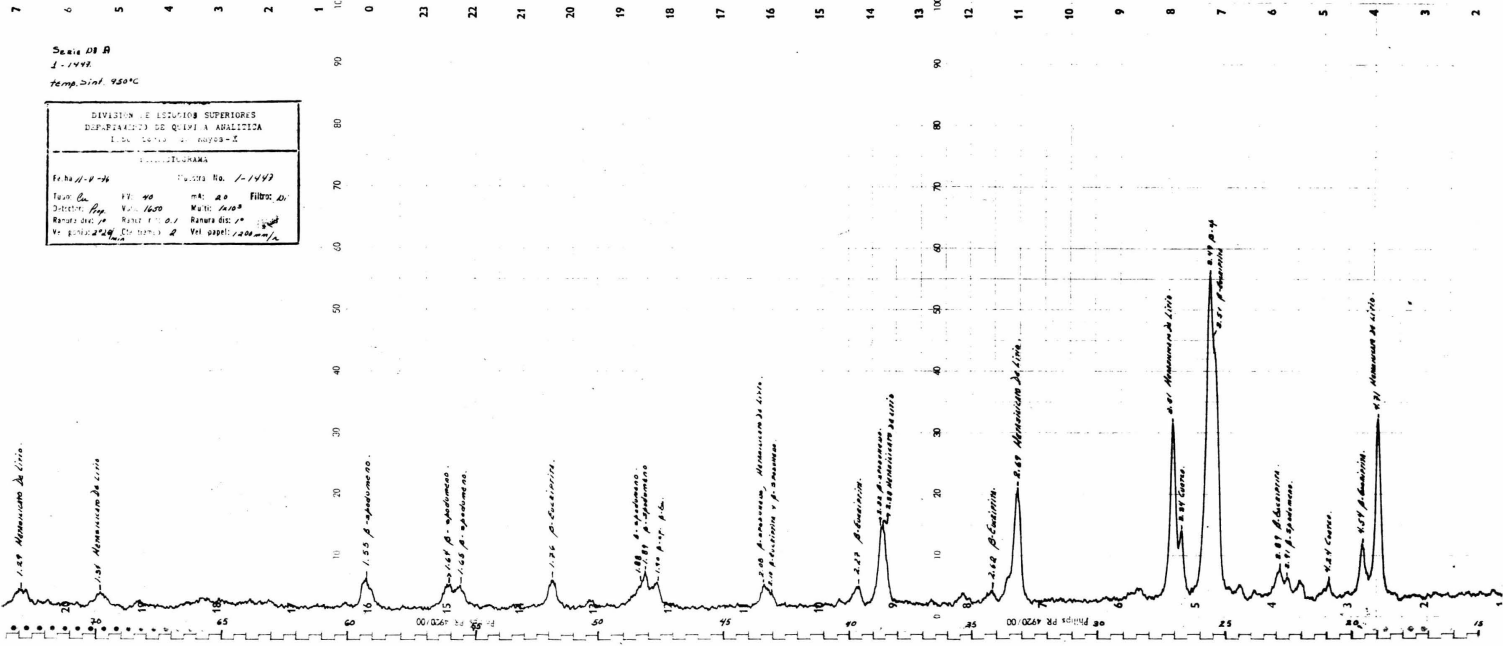
d	3.49	3.92	1.88	5.82	LiAlSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub>						
I/I <sub>1</sub>	100	60	60	30	LITHIUM ALUMINUM SILICATE (SPODUMENE-BETA)						
Rad. CuK α	λ	Filter Ni	Dia.		d Å	I/I <sub>1</sub>	hkl	d Å	I/I <sub>1</sub>	hkl	
Cut off	I/I <sub>1</sub>	VISUAL ESTIMATION				5.82	30	101	1.697	20	412,304
Ref. SCHINNER AND EVANS, AM. J. SCI. (BRADLEY VOL. 258A)					5.34	5	110	1.556	20	421,332	
312 (1960)					4.61	50	111	1.646	40	205	
Sys. TETRAGONAL S.G. P4 <sub>1</sub> 2 <sub>1</sub> (92)					3.920	60	102,200	1.606	10	215,403	
a	b	c	A	C	3.487	100	201	1.543	20	324	
α	β	γ	Z	Dx	3.167	50	211,202	1.535	20	333	
Ref. IBID - DIMENSIONS FROM DIFFRACTOMETER SPACINGS					2.858	10	103	1.494	5	106	
					2.628	30	113				
					2.306	40	222				
					2.291	10	004				
f <sub>g</sub>	D	n <sub>w</sub>	mp	f <sub>y</sub>	2.264	40	213				
2V					2.191	20	104				
Ref. IBID.					2.113	40	312				
					2.106	10	114				
					1.938	50	303				
					1.899	10	322				
					1.882	60	400				
					1.873	40	331				
					1.742	10	402,224				
					1.723	5	323				
SOLID SOLUTION RANGES FROM 62.04% SiO <sub>2</sub> , a <sub>0</sub> =0.5584, c <sub>0</sub> =9.1720 TO 82.29% SiO <sub>2</sub> , a <sub>0</sub> =0.4832, c <sub>0</sub> =9.0004. STRUCTURE LIKE KEATITE, SiO <sub>2</sub>											

107

12-709

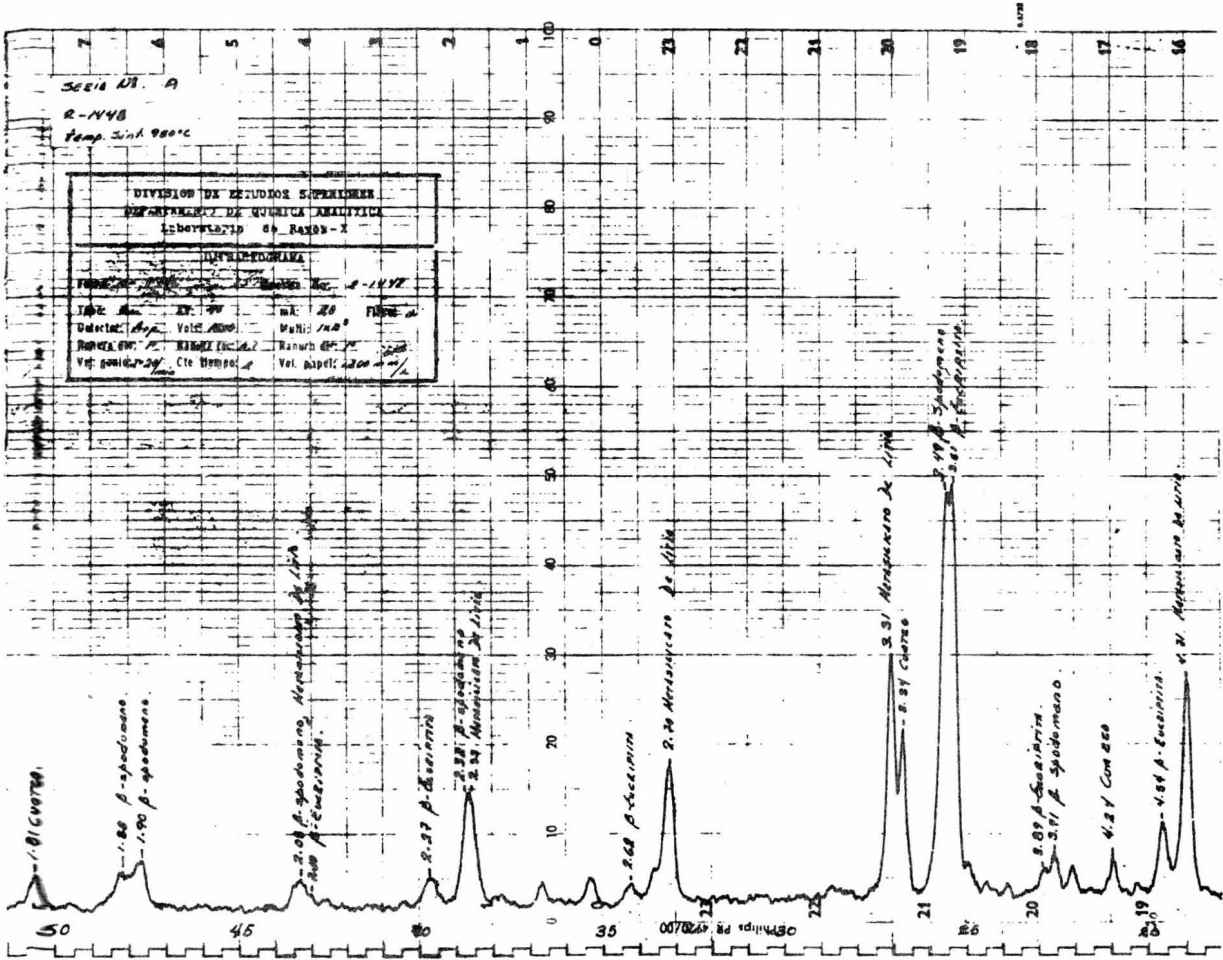
d	3.53	1.91	1.64	4.55	LiAlSiO <sub>4</sub> (SILICA C FORM)					
I/I <sub>1</sub>	100	40	25	26	LITHIUM ALUMINUM SILICATE (CUCRYPTITE, SILICA C FORM)					
Rad. CuK α	λ	Filter Ni	Dia.		d Å	I/I <sub>1</sub>	hkl	d Å	I/I <sub>1</sub>	hkl
Cut off	I/I <sub>1</sub>	DIFFRACTOMETER				4.55	20	100		
Ref. ROT, Z. KRIST. III 195 (1959)					3.53	100	101			
					2.921	10	110			
					2.394	4	102			
					2.274	10	200			
Sys. HEXAGONAL S.G.					2.165	8	201			
a	b	c	A	C	1.914	40	112			
α	β	γ	Z	Dx	1.743	4	202			
Ref. IBID.; LCB (FROM POWDER SPACINGS)					1.643	25	211			
					1.463	12	212			
					1.441	16	203			
f <sub>g</sub>	D	n <sub>w</sub>	mp	f <sub>y</sub>						
2V										
Ref.										
SYNTHETIC MATERIAL IN SILICA C SERIES SiO <sub>2</sub> POOR END-MEMBER IN SiO <sub>2</sub> -LiAlSiO <sub>4</sub> . DIFFERS FROM β CUCRYPTITE ONLY IN C AXIS LENGTH WHICH HERE CORRESPONDS TO SIMPLE QUARTZ CELL, NOT DOUBLED AS IN β CUCRYPTITE.										

107



Serie D1 B  
1-1999  
Temp. 200°C

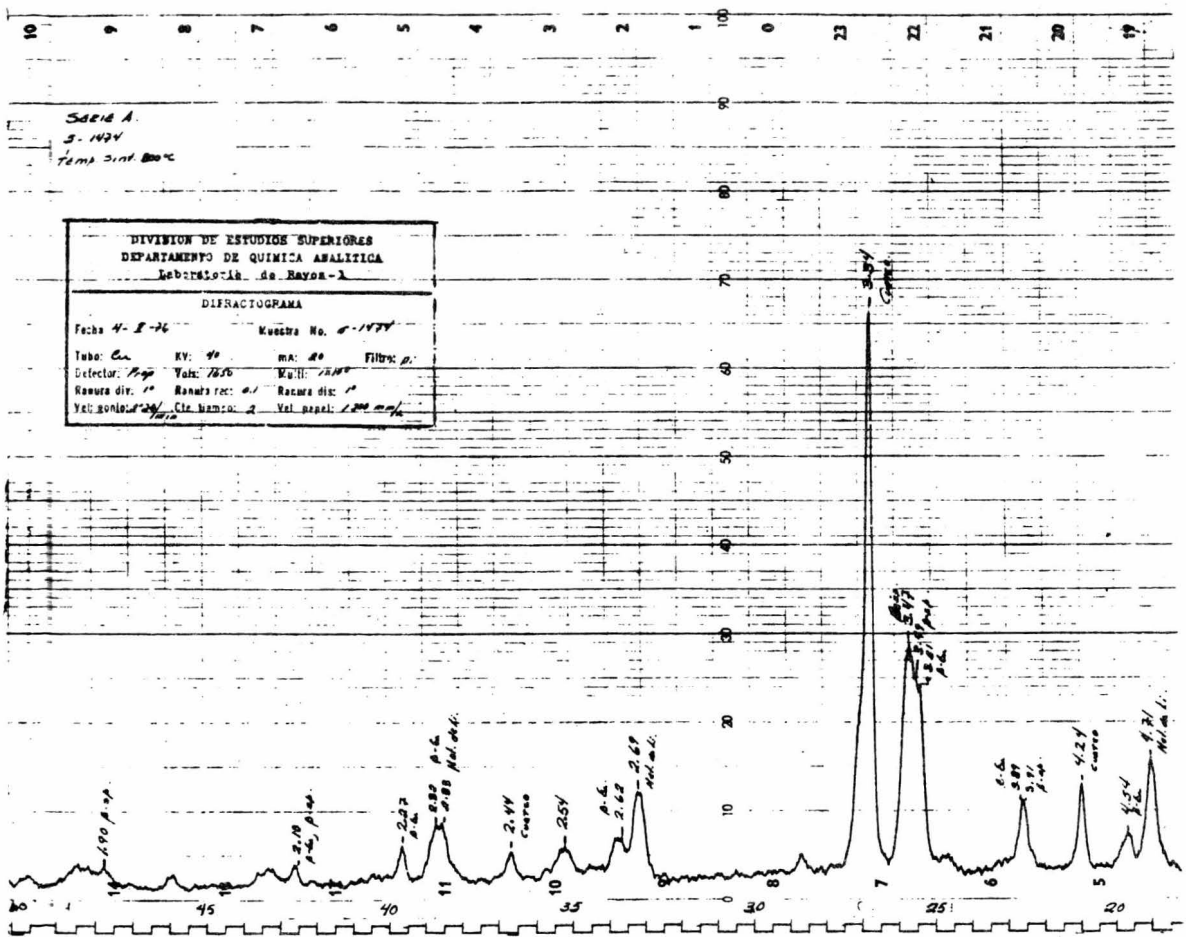
INSTRUMENTOS	
Fecha: 1-19-99	Curso No. 1-1999
Tubo: 20	ml: 20
Detector: FID	Velocidad: 2000
Temperatura: 200	Temperatura: 200
Velocidad: 20	Velocidad: 20





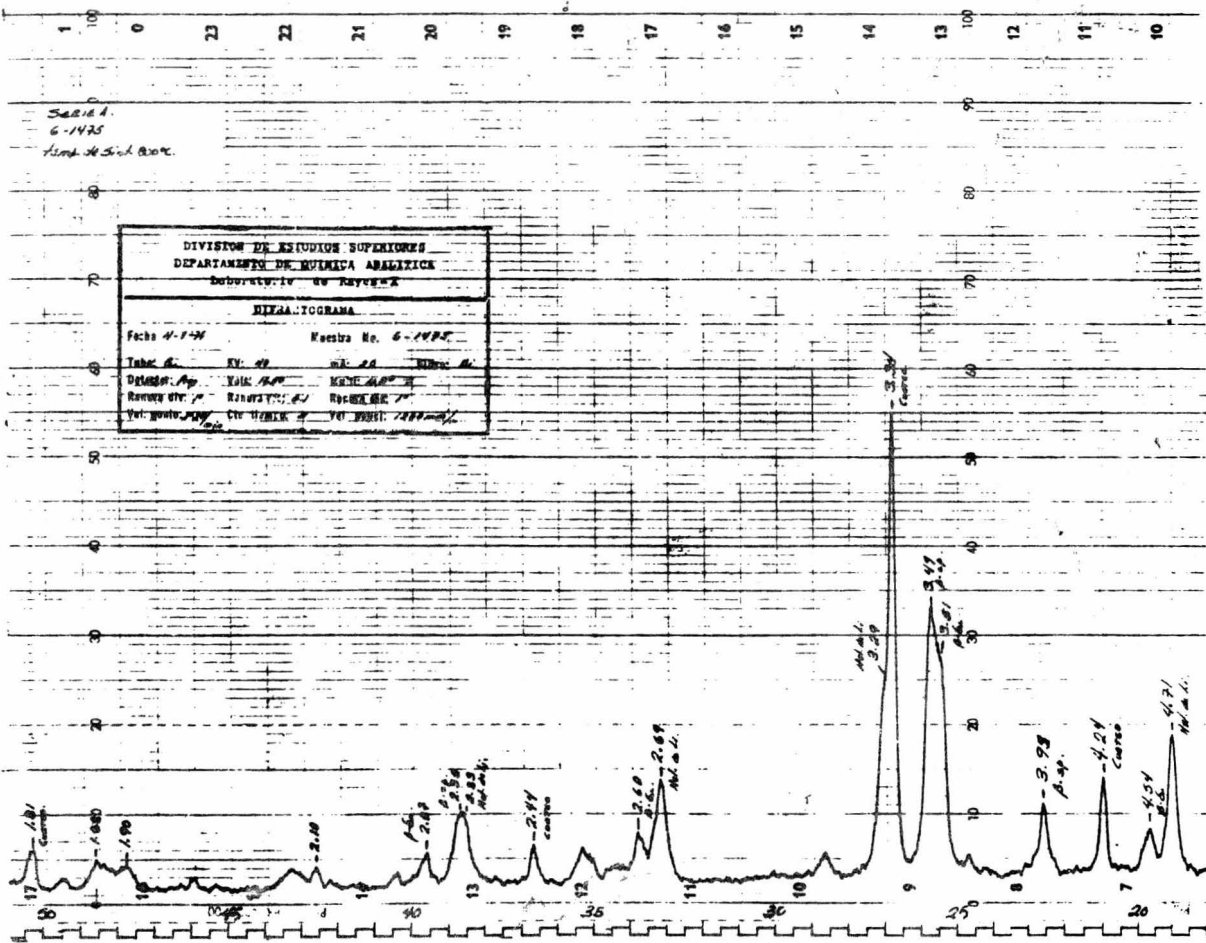






Serie 1.  
6-1475  
Lomb de S. de B. 2000.

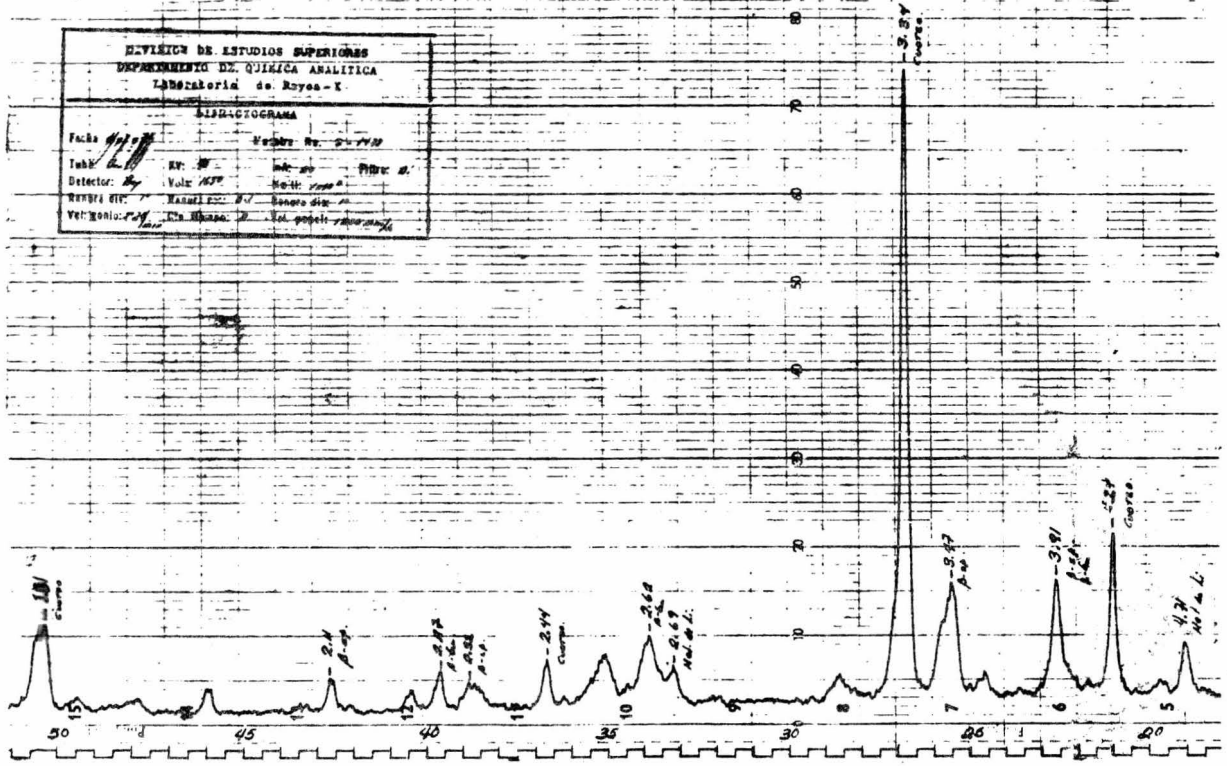
DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES DEPARTAMENTO DE QUIMICA ANALITICA Laboratorio de Quimica			
<b>GRAMAFOGRAMA</b>			
Fecha 4-1-54	Muestra No. 6-1475		
Tubo 6	FV. 49	ml. 20	Veloc. 4
Distors. Ap.	KAL. 400	KAL. 400	
Receptor	RECORDING	RECORDING	
Velocidad	CIN. 4000	VE. 4000	



11 10 9 8 7 6 5 4 3 2 1 0 23 22 21 20 19

Seed  
7-1478  
Temp. 3.01. 000°C

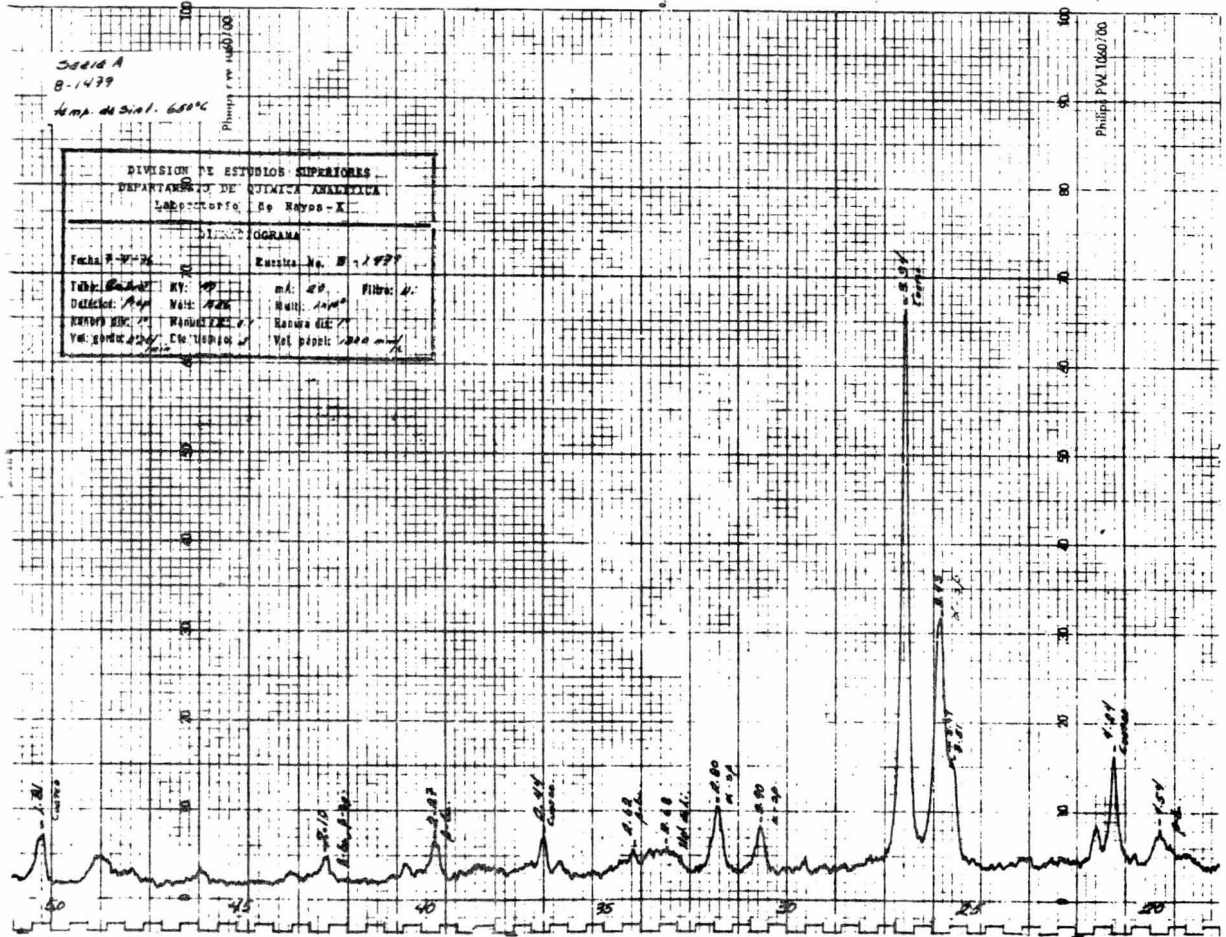
INSTITUTO DE ESTUDIOS SUPERIORES DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ANALÍTICA Laboratorio de Rayos-X			
ESPECTROGRAMA			
Ficha: <i>11/10</i>	Número de: <i>2-1712</i>		
Tubo: <i>11/10</i>	EV: <i>20</i>	Mét: <i>20</i>	Filtro: <i>2</i>
Detector: <i>20</i>	Volts: <i>1000</i>	Scale: <i>1000</i>	
REVEST. INT.: <i>20</i>	Material: <i>20</i>	Genero: <i>20</i>	
Vel. Xonio: <i>20</i>	Ca. Esp.: <i>20</i>	Cal. papel: <i>20</i>	



Serie A  
 B-1479  
 Temp. de anal. 650°C

Philips PW 1060700

DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES DEPARTAMENTO DE QUIMICA ANALITICA Laboratorio de Rayos-X			
Fecha: 7-VI-76		Registro No. B-1479	
Tipo: <i>Carbón</i>	RV: <i>100</i>	mA: <i>20</i>	Filtro: <i>Al</i>
Detector: <i>APV</i>	Volt: <i>20kV</i>	Volt. <i>2000</i>	Filtro: <i>Al</i>
Modelo: <i>APV</i>	Modelo: <i>APV</i>	Modelo: <i>APV</i>	Modelo: <i>APV</i>
Vel. giratoria: <i>1500</i>	Vel. giratoria: <i>1500</i>	Vel. giratoria: <i>1500</i>	Vel. giratoria: <i>1500</i>



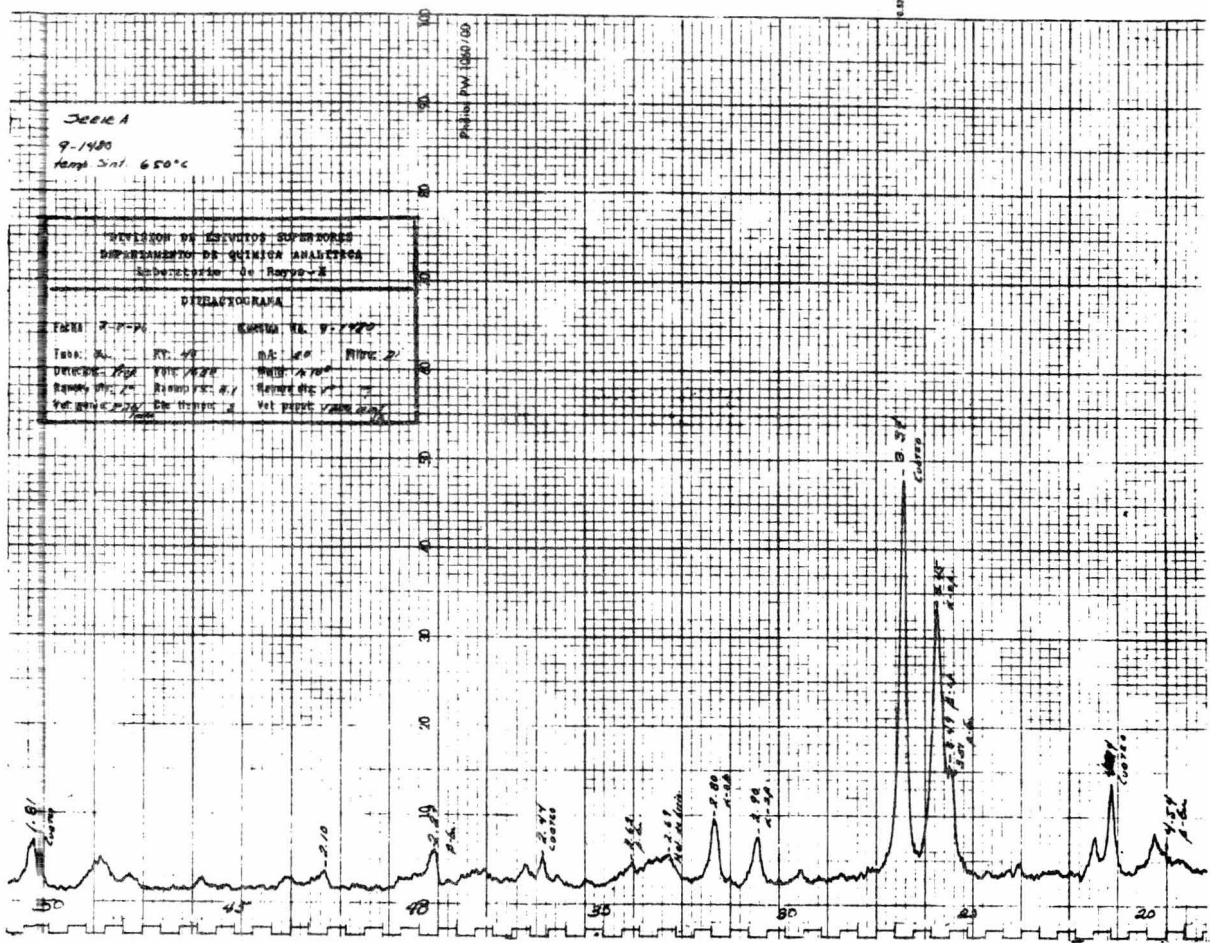
Philips PW 1060700

Série A  
 9-1480  
 Temp. Sol. 650°C

REVISÃO DE RESULTADOS COMPARADOS  
 SUPERVISOR DE QUÍMICA ANALÍTICA  
 Laboratório de Ressonância

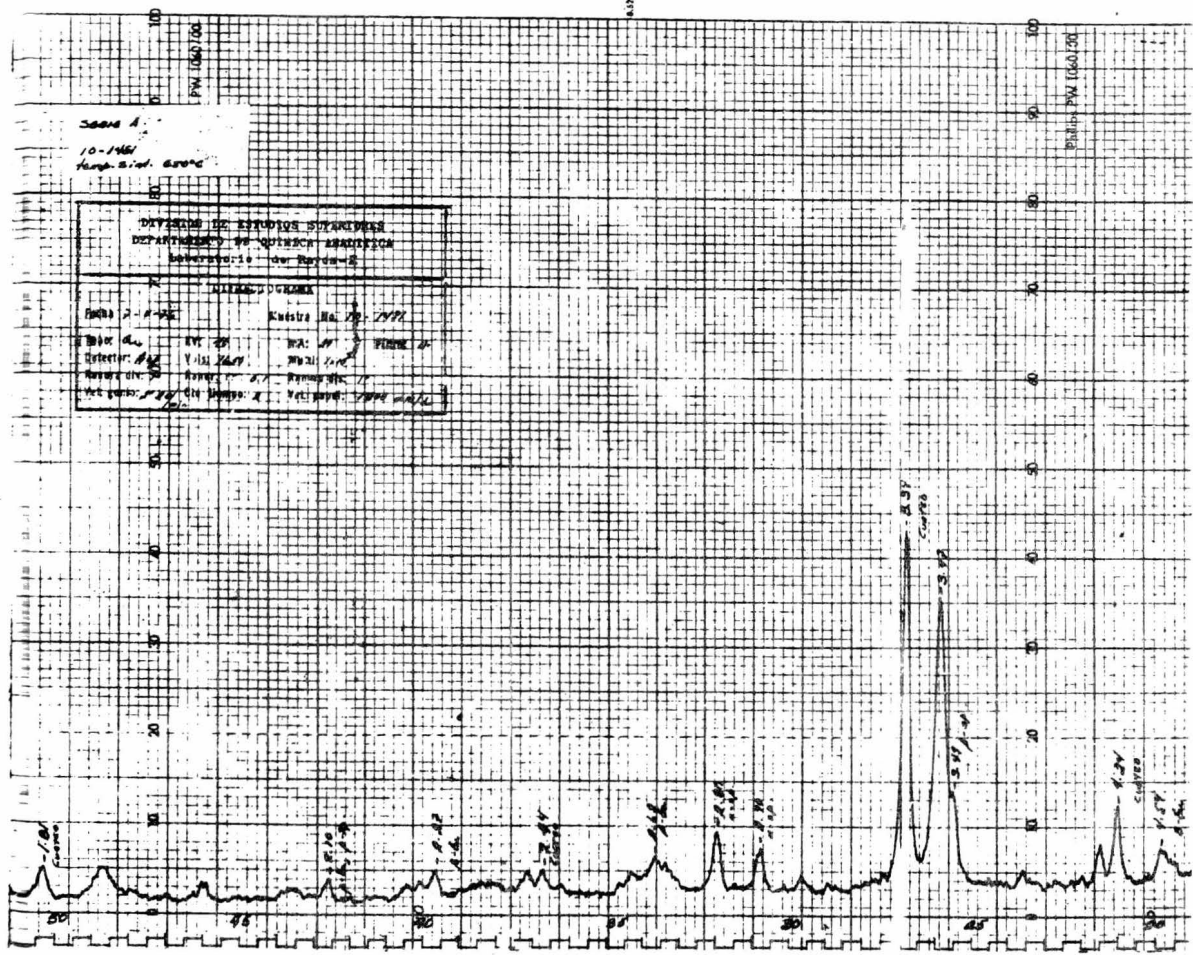
**DIFRATOGRAMA**

FABRIL 7-7-70	QUÍMICA TEL. 9-1120		
Tubo: AL	RT: 40	M.A: 40	FILHO: 2
Distância: 100	Velocidade: 1000	Tempo: 150	
Ranque: 100	Ranque: 100	Ranque: 100	
Vel. girar: 1000	Vel. girar: 1000	Vel. girar: 1000	



Seite 1  
10-1461  
Temp. 21.00. 600°C

DEPARTMENT OF AGRICULTURE DEPARTMENT OF QUINCE ANALYTICAL Laboratory of the Bureau			
ANALYTICAL REPORT			
Sample No. 10-1461	Analysis No. 10-1461		
Name of Analyst: J. H. ...	Date: 10/14/41	No. of Runs: 10	Name of Sample: ...
Name of Material: ...	Name of Method: ...	Name of Instrument: ...	Name of Operator: ...





DATA: 01/12/1955  
 CAMPUS DE SÃO CARLOS

DIVISÃO DE ESCOLAS SUPERIORES DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ANALÍTICA LABORATÓRIO DE ANÁLISE	
FOLHA: 01 Nº DE REGISTRO: 100000	DATA: 01/12/1955 LOCAL: CAMPUS DE SÃO CARLOS
DIRETOR: CARLOS DE MOURA ASSISTENTE: CARLOS DE MOURA	TÍTULO: ANÁLISE DE SÓDIO SUBSTÂNCIA: SÓDIO
DIRETOR: CARLOS DE MOURA ASSISTENTE: CARLOS DE MOURA	TÍTULO: ANÁLISE DE SÓDIO SUBSTÂNCIA: SÓDIO

Philips PVU 100000

55 60 65 70 75 80 85 90 95 100

Philips PVU 100000

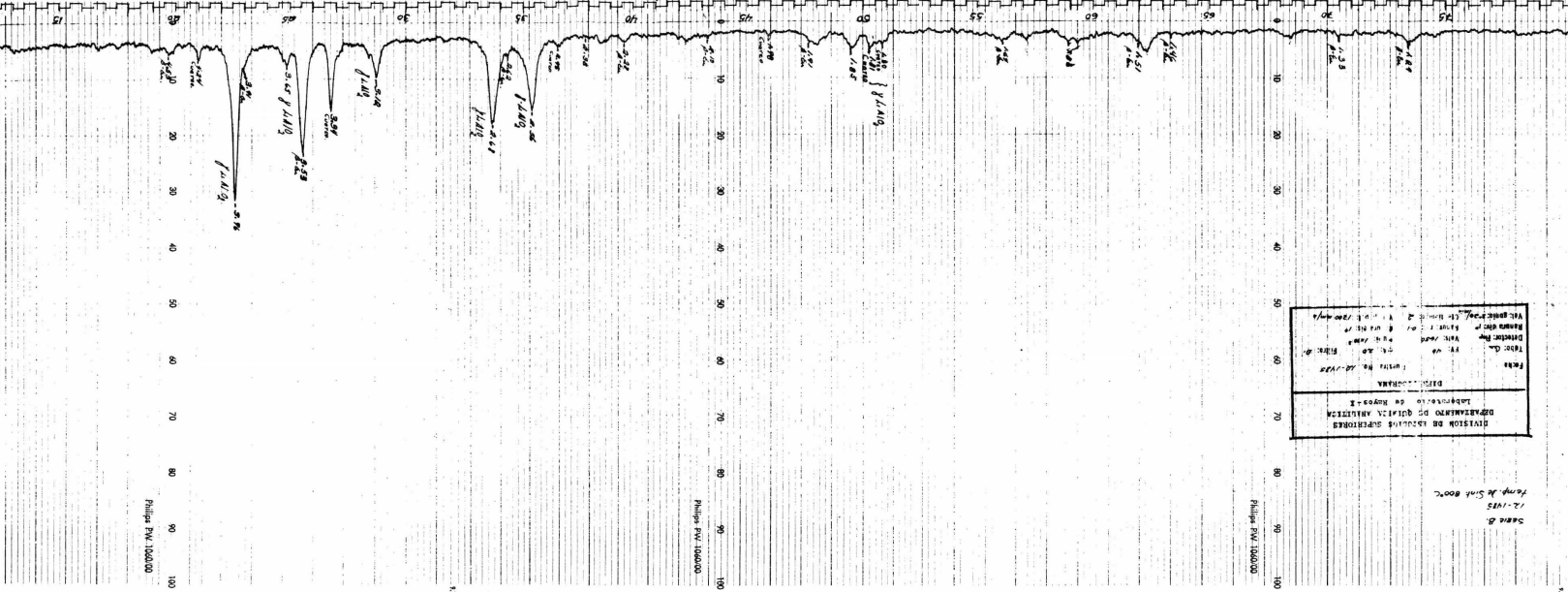
55 60 65 70 75 80 85 90 95 100

5000

55 60 65 70 75 80 85 90 95 100

Philips PVU 100000

55 60 65 70 75 80 85 90 95 100

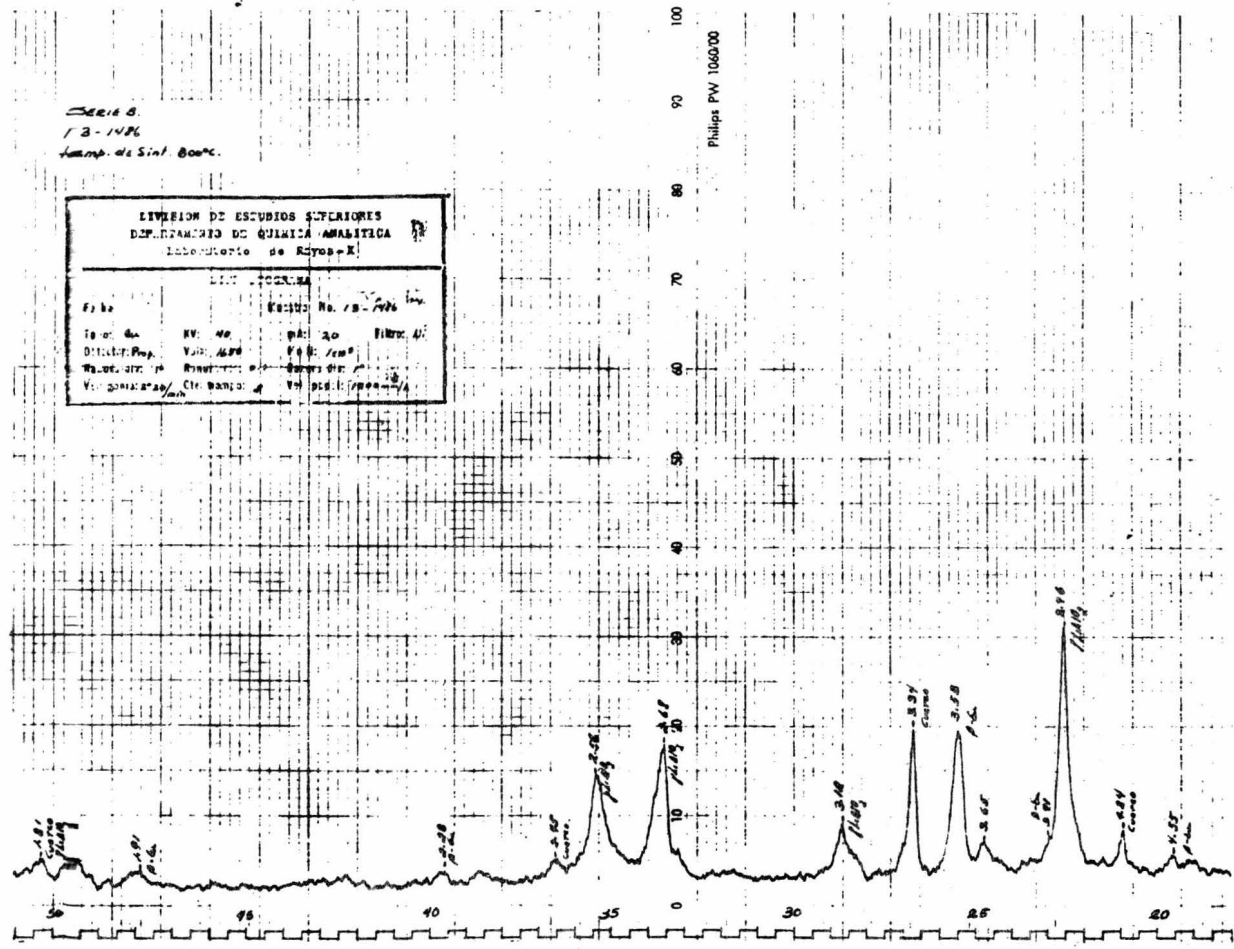




9.2017

Series  
13-1426  
Lamp de Sint. 8000.

DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES DEPARTAMENTO DE QUIMICA ANALITICA Laboratorio de Rayos-X			
DIFRACCION DE RAYOS X			
Expo	Rescto No. 13-1426		
Tubo de	NV No	pl: 20	Filtro: A1
Dif. de Rayos	Volt: 40KV	Vel: 1500	Temp: 25
Velocidad de	Resolucion	Condicion	
Velocidad de	Cte. de	Vel. de	

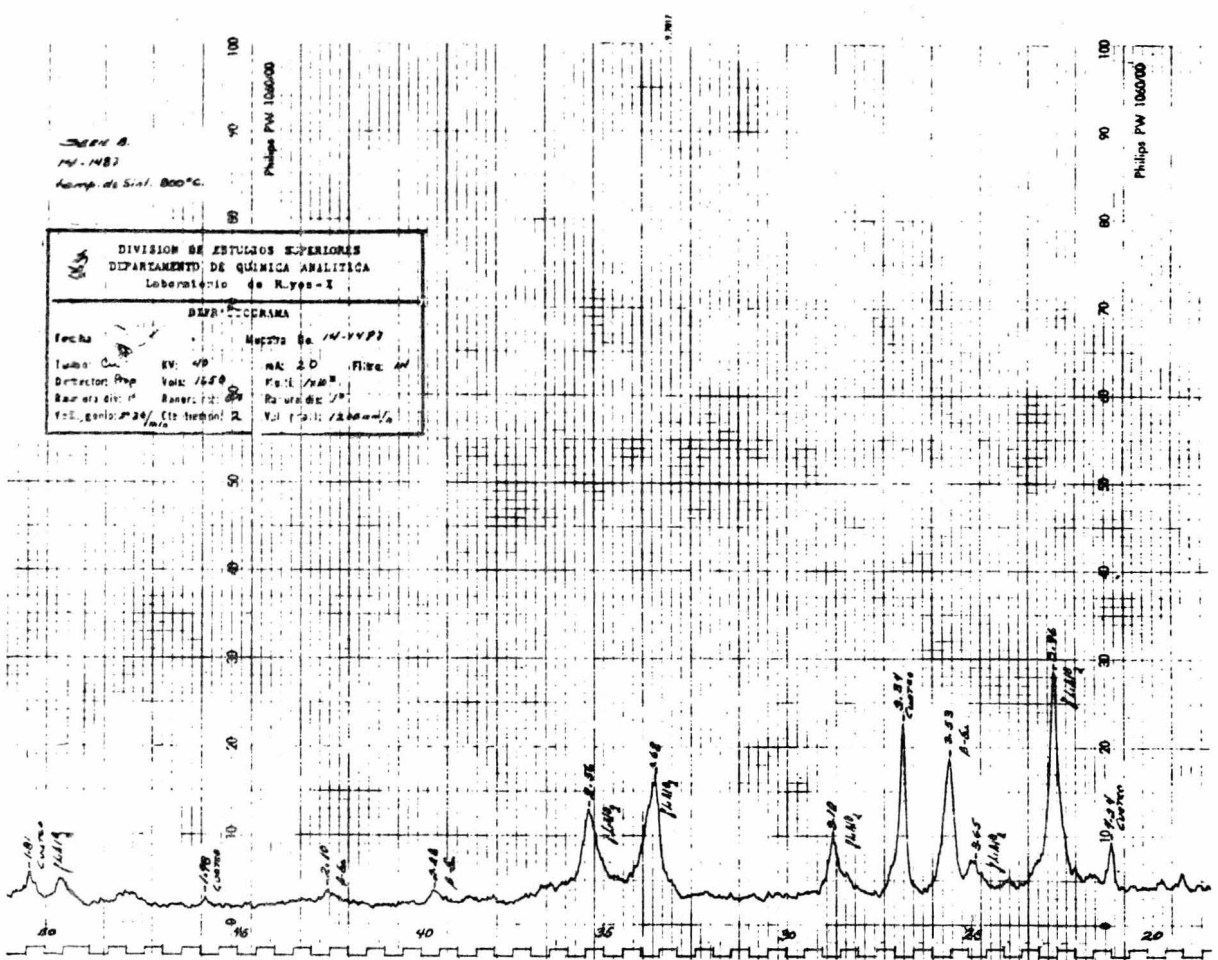


2024 B.  
 14-1482  
 Temp. de Sinal. 800°C.

100  
 90  
 80  
 70  
 60  
 50  
 40  
 30  
 20  
 10  
 0

Philips PW 106000

DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ANALÍTICA Laboratorio de Rayos-X			
DIFRACCIÓN DE RAYOS X			
Fecha: 14/11/77	Muestra No. 14-1482		
Tubo: Cu	V: 40	MA: 20	Filtro: Ni
Detector: Prop	Vol: 150	Pa: 1 / 20"	
Radiación: $\lambda = 1.54$	Rango: 20	Radiación: $\lambda = 1.54$	
V-E. gancho: 24 / Cte. tiempo: 2	Vel: 1.2	Vel: 1.2 / 12000 / 1	



16.8  
 Carter  
 16.8

16.8  
 Carter  
 16.8

16.8  
 P. de  
 16.8

16.8  
 P. de  
 16.8

25.8  
 16.8  
 25.8

25.8  
 16.8  
 25.8

25.8  
 16.8  
 25.8

25.8  
 Carter  
 25.8

25.8  
 P. de  
 25.8

25.8  
 16.8  
 25.8

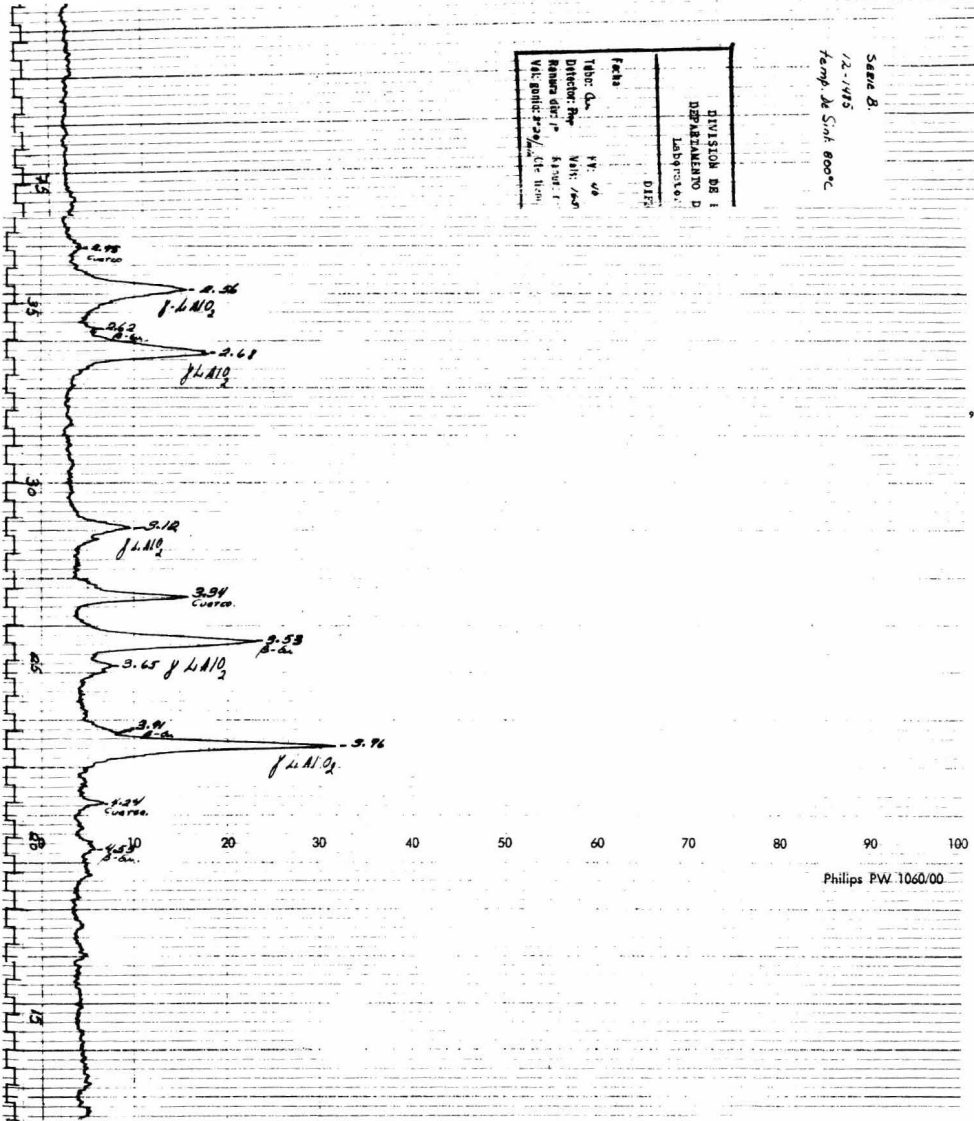
25.8  
 Carter  
 25.8

25.8  
 Carter  
 25.8



Serie B.  
12-1115  
Temp. de Sint. 800°C

DIVISION DE I	
DEPARTAMENTO D	
Laborato.:	
DISE:	
Fecha:	11. 48
Tubo de:	Wt. 750
Detector de:	51304.1
Receptor de:	51304.1
Vol. gólic:	299.0
Cl. N.º:	



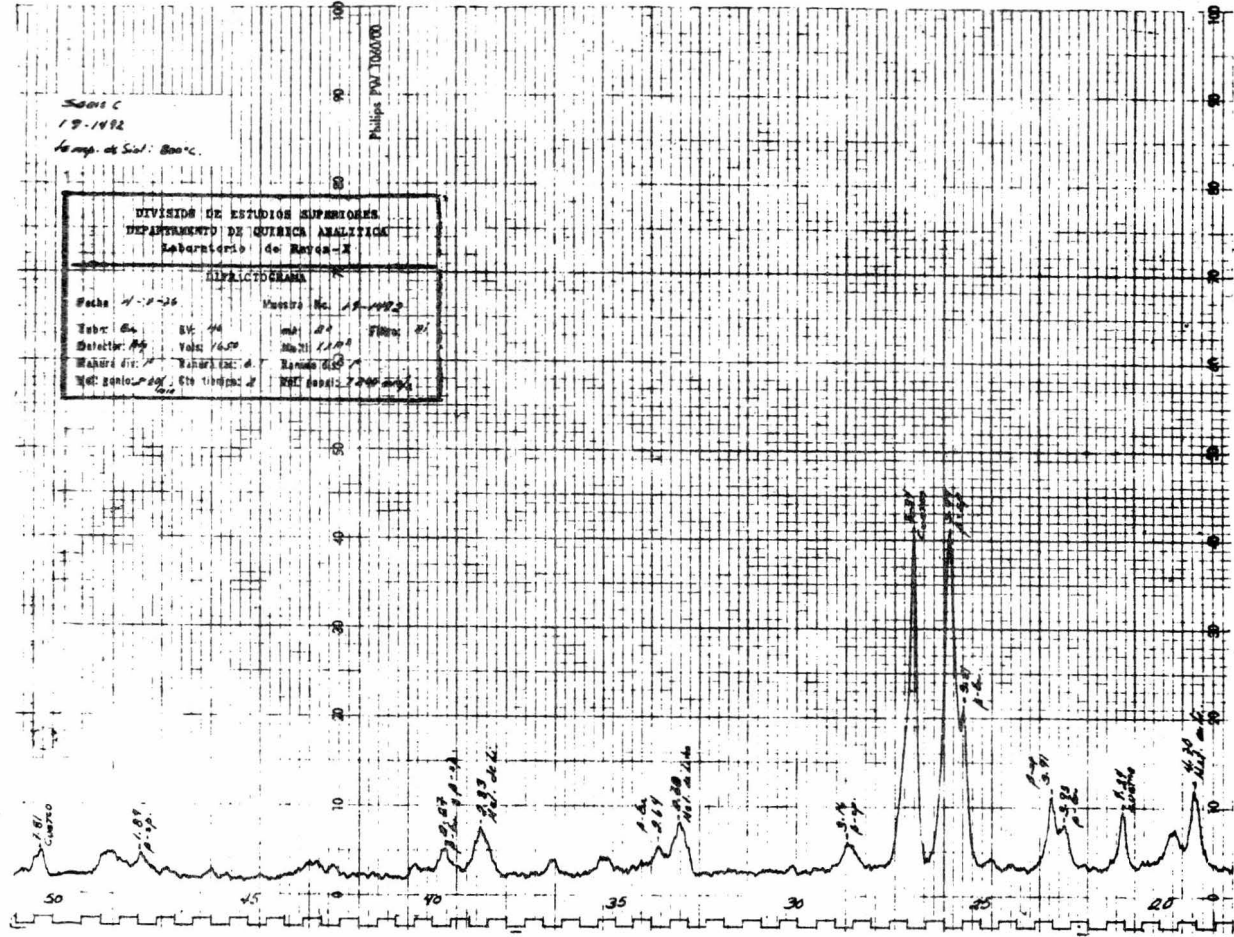


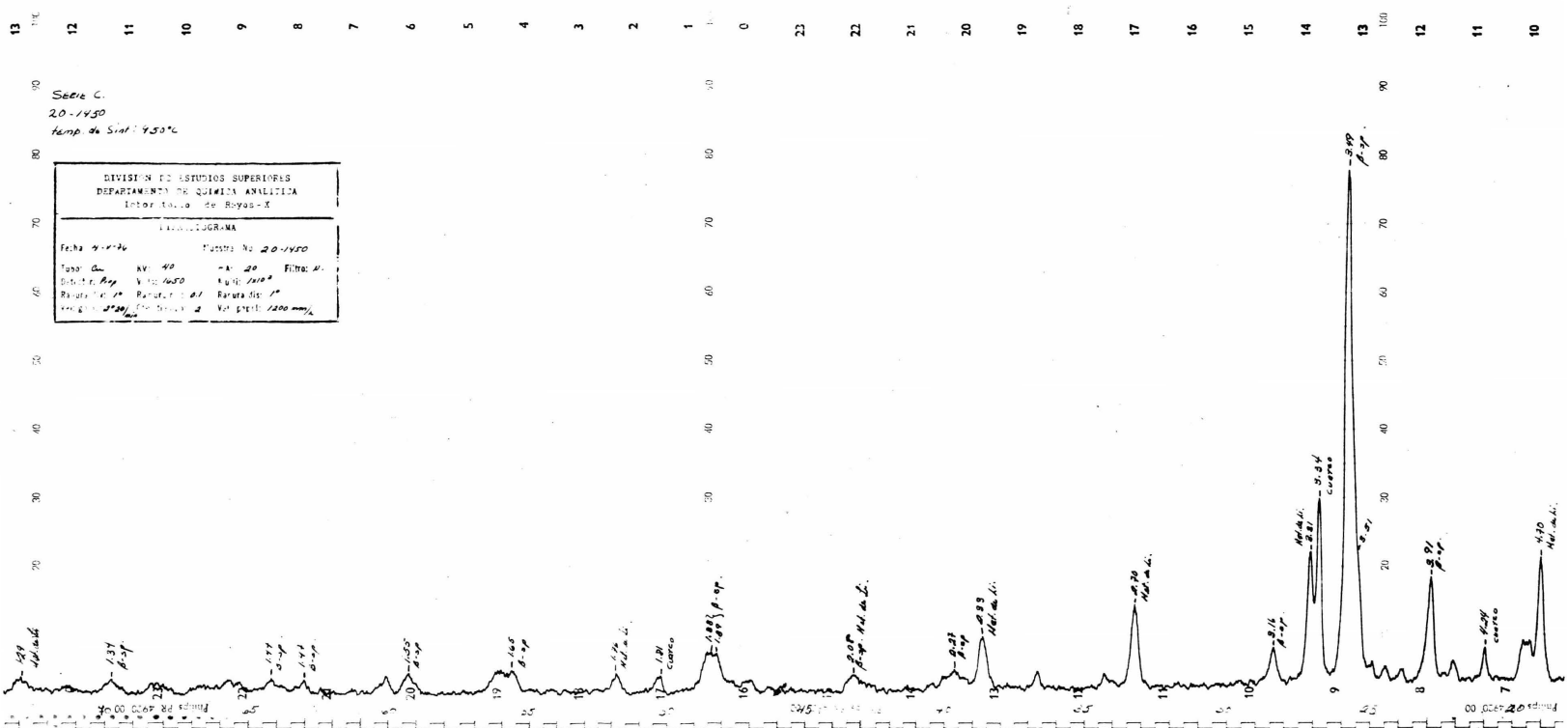


Sandoz C  
 19-1932  
 Temp. de Sol: 800°C.

Philips PW 7000/10

DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES DEPARTAMENTO DE QUIMICA ANALITICA Laboratorio de Rayos-X			
ALFACETOFENONA			
Fecha: 11-1-36		Número No. 19-1932	
Tubo: Cu	Vt: 44	Imp: 20	Filtro: P
Distorte: Rp	Volt: 16.50	Dist: 11.00	
Material: /	Parámetro: d	Longitud: 100	
Vel. Rotación: 100	Esc. Intensidad: 2	Vel. Escala: 2.000	





SEDE C.  
20-1430  
Temp de Sinal 450°C

DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES  
DEPARTAMENTO DE QUIMICA ANALITICA  
Laboratorio de Quimica-X

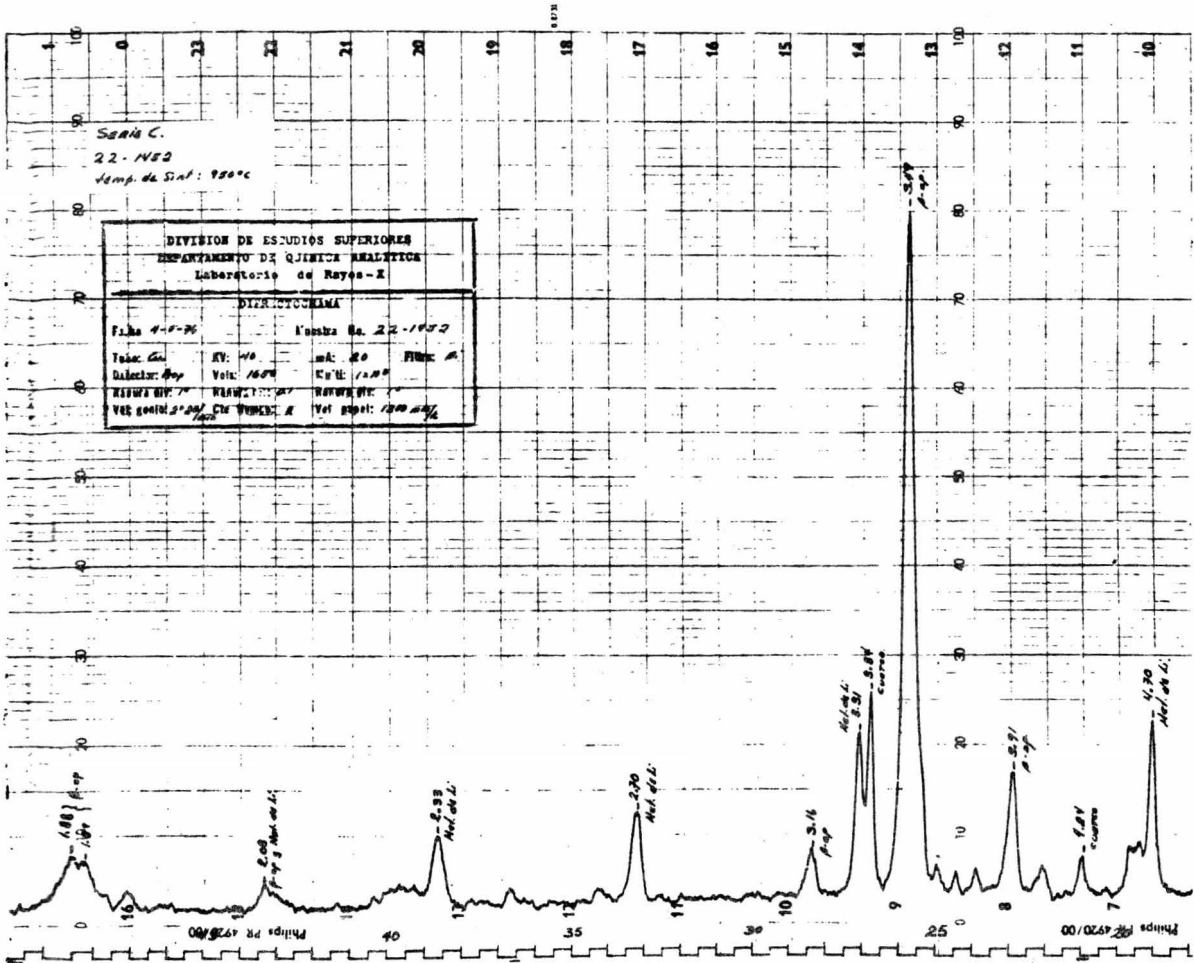
CRONOMETRAGEM

Fecha 4-1-76 Curva No 20-1430

Tubo de. AV. 40 -A. 20 Filtro N.  
Dist. de. 1.0000 -A. 1000  
Punto de. 1.0000 -A. 1000  
Temp. de. 450°C -A. 1000

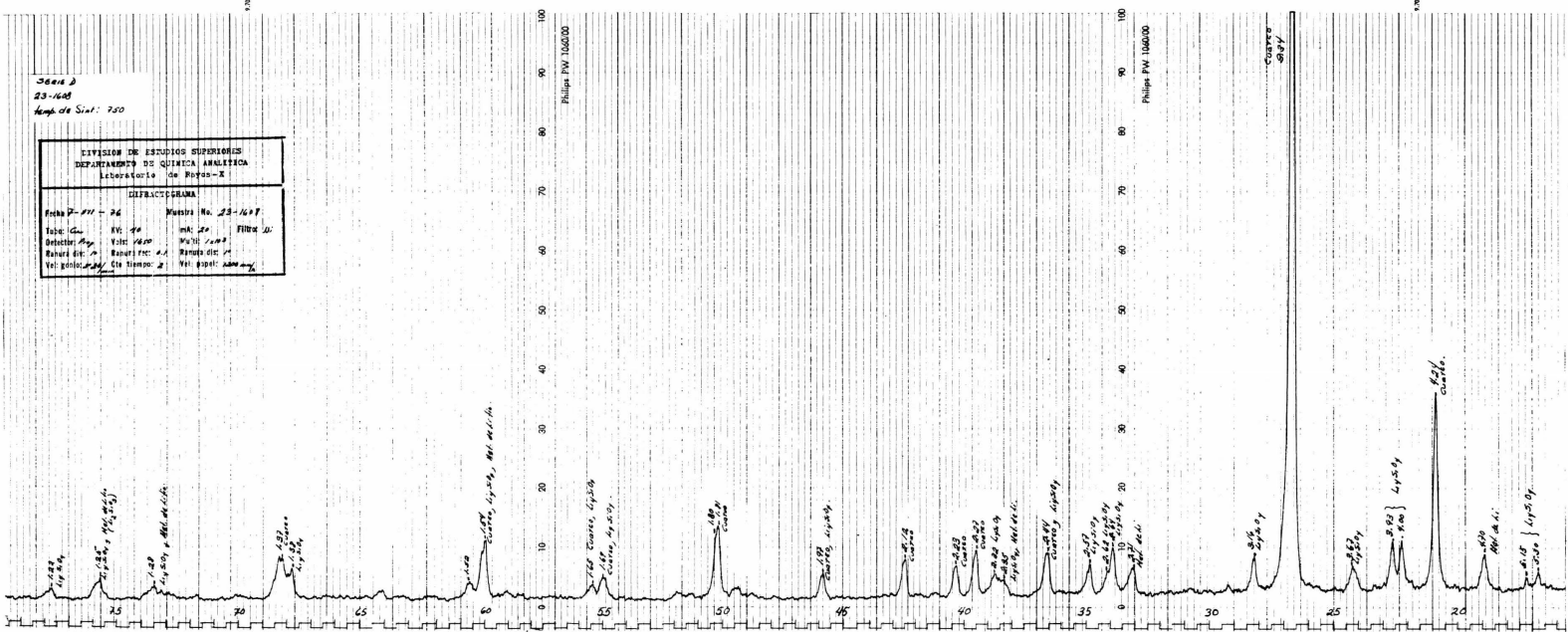






5644 D  
23-6-68  
Temp de Suel: 250

DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES DEPARTAMENTO DE QUIMICA ANALITICA Laboratorio de Razon-X			
DIFRACTOGRAMA			
Fecha P-111 - 26	Muestra No. 23-1617		
Tubo Cu	KV: 40	mA: 20	Filtro: A1
Detector: Mg	Vel: 1000	W: 10	W: 10
Razon de ...	Razon de ...	Razon de ...	Razon de ...
Vel. de ...	Cin. tiempo: 2	Vel. pap: 1000 mm	



1307

1307



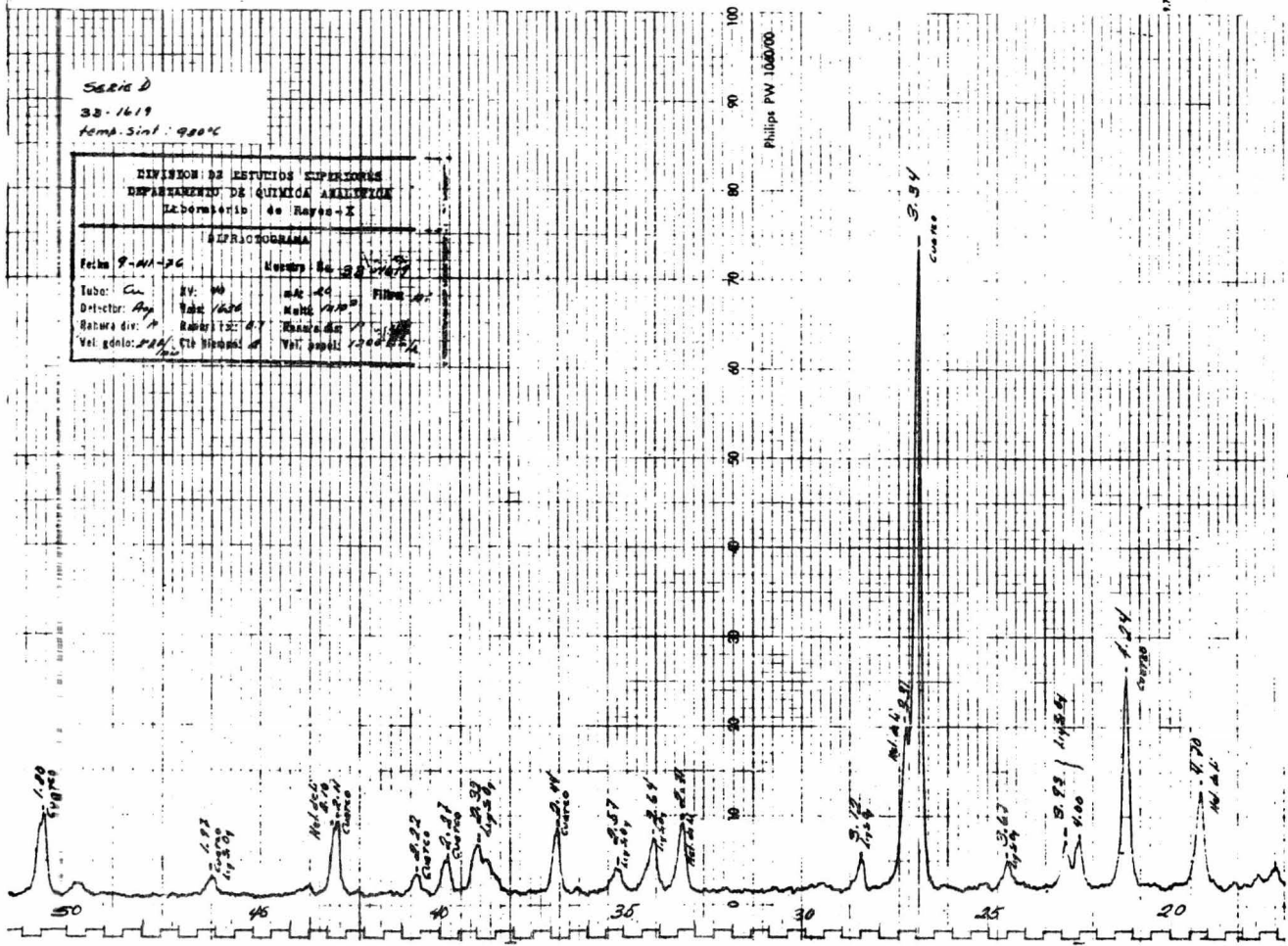
Serie D  
32-1619  
Temp. Sint: 920°C

DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES  
DEPARTAMENTO DE QUIMICA ANALITICA  
Laboratorio de Rayos-X

ESPECTROGRAMA

Fecha 9-11-56  
Tubo: Cu  
Detector: Arg  
Retarda: A  
Vel. gen: 220 kV  
KV: 40  
Volt: 1600  
Rat. 12: 1  
C.A. 1000 mA  
Mens. No. 28  
Malla: 1000  
Kilovolt: 1600  
Filtro: Al  
Vel. papel: 1200 rpm

Philips PW 10600



100

35.4  
Cu<sub>2</sub>O

50

45

40

35

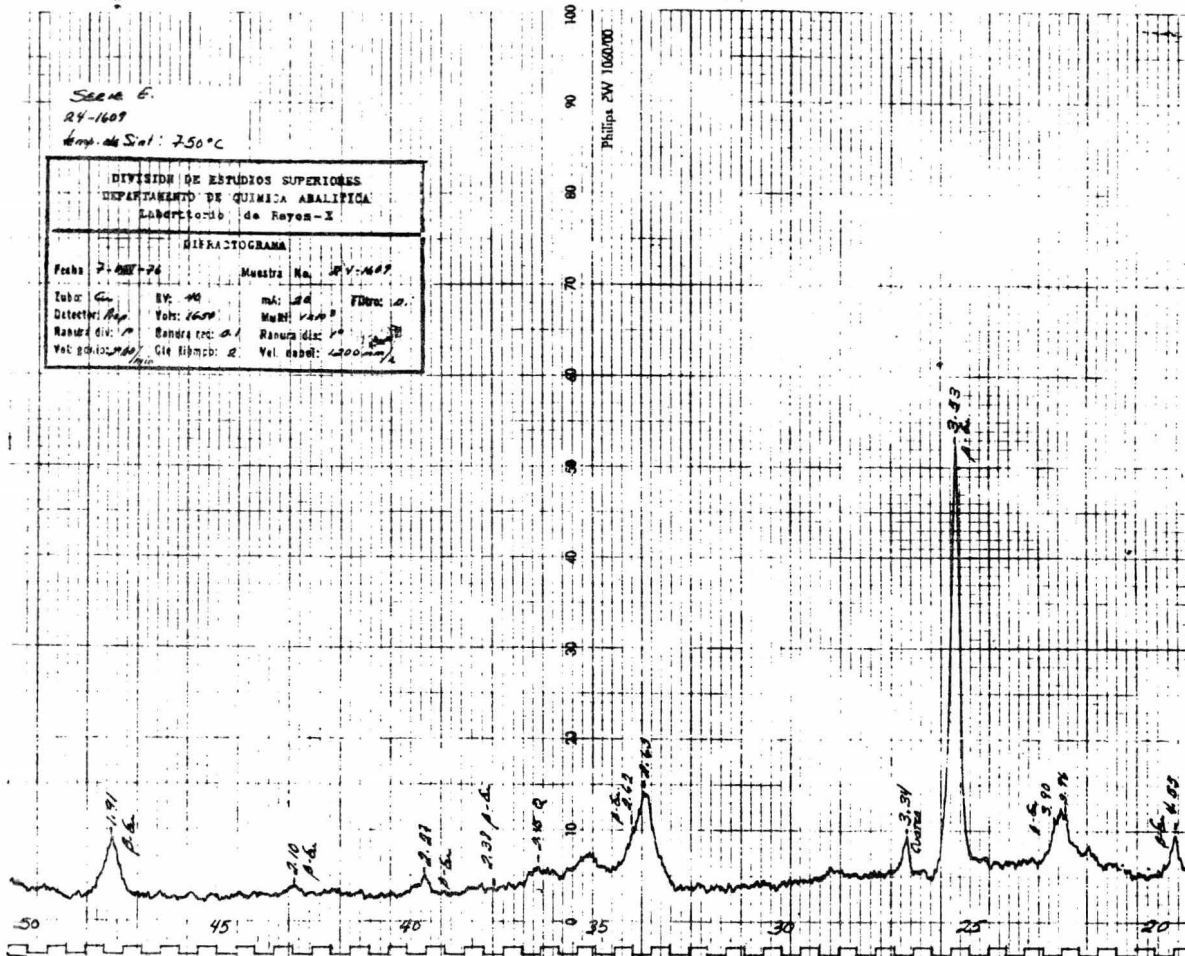
30

25

20

SERIA E.  
 24-1609  
 Temp. de Sol: 750°C

DIFRACTOGRAMA			
Fecha: 7-11-76	Muestra No. 24-1609		
Tubo: Cu	VV: 40	mA: 24	Filtro: 10
Detect: P <sub>1</sub>	Volts: 1600	Modo: VAN	
Radio dia: 1"	Bandas res: 0.1	Radio dia: 1"	
Vel. de rot: 1/100	Cie. Simps: 2	Vel. de det: 1000 mm/h	

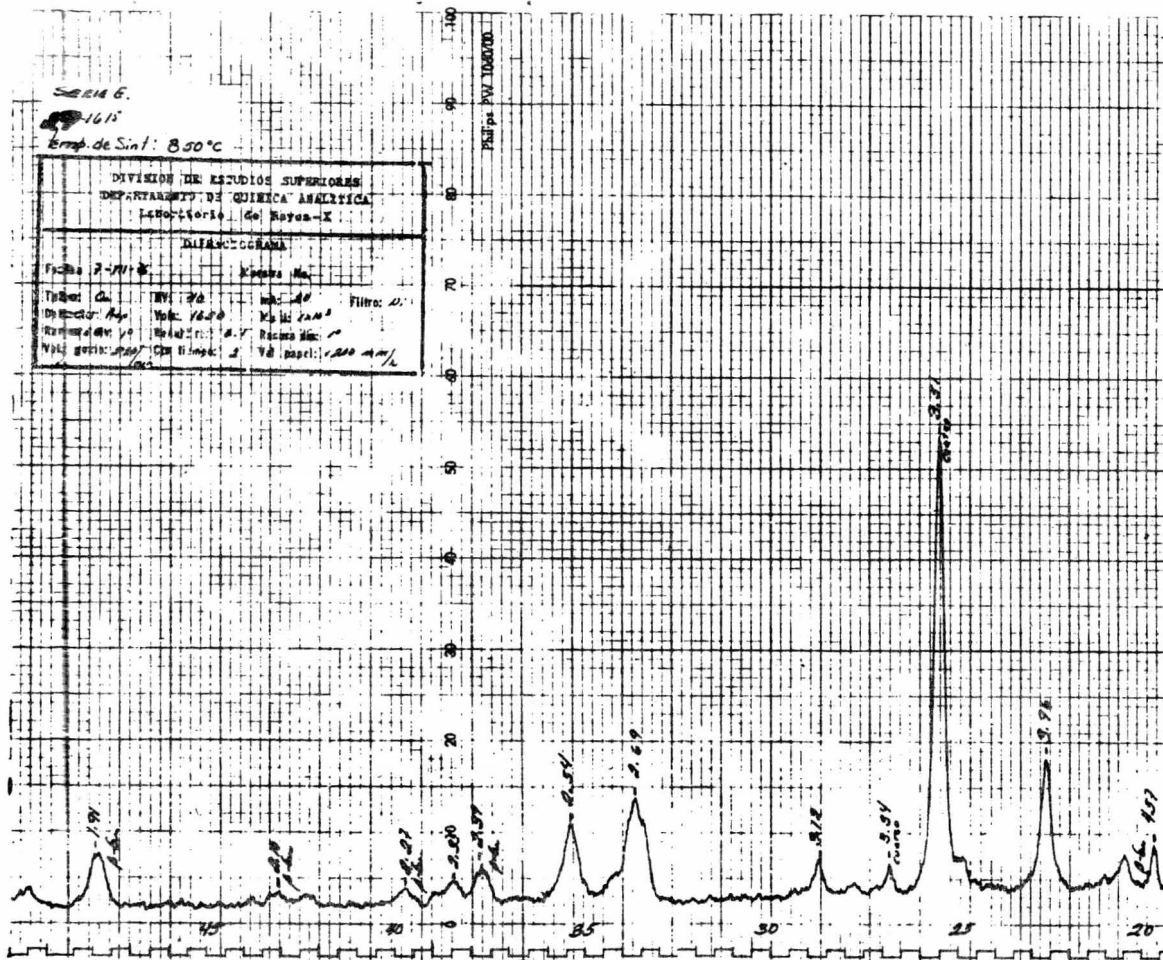


SERIA G.

1615

Temp de Sint: 850°C

DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES			
DEPARTAMENTO DE QUIMICA ANALITICA			
Laboratorio de Quimica-X			
CROMATOGRAMA			
Ficha 7-1118	Nombre Mx		
Tubo: C4	Vol: 20	Vel: 100	Filtro: 11
Detector: A4	Vol: 1000	Vel: 1000	
Resolución: 10	Vel: 100	Resolución: 10	
Vel: 1000	Vel: 1000	Vel: 1000	



Serie 4  
 34-1620  
 Temp. de anal. 250°C

DEPARTAMENTO DE HISTÓRIAS SUPLENIDAS  
 DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ANALÍTICA  
 LABORATÓRIO de Físico-X

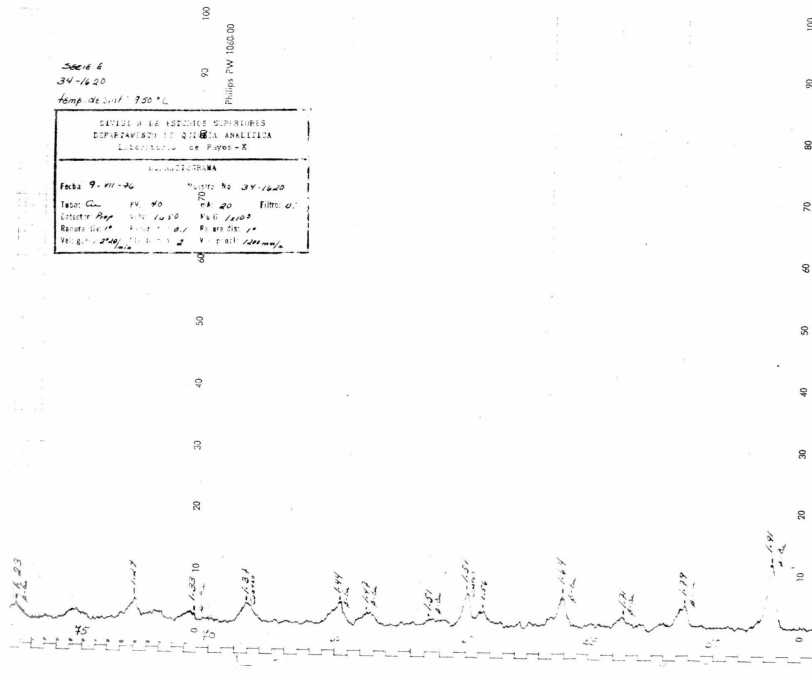
---

ANÁLISE QUÍMICA

Ficha 9-11-36	Unidade No 34-1620
Tubo: C-1	PA 20 Filtro: 0
Veloc. Rep. 1000	Vel. 1000
Revol. por min. 10	Revol. por min. 10
Temp. de anal. 250°C	Temp. de anal. 250°C

100  
 90  
 Philips PW 1060/00

50  
 40  
 30  
 20  
 10  
 0



100  
 90  
 80  
 70  
 60  
 50  
 40  
 30  
 20  
 10  
 0



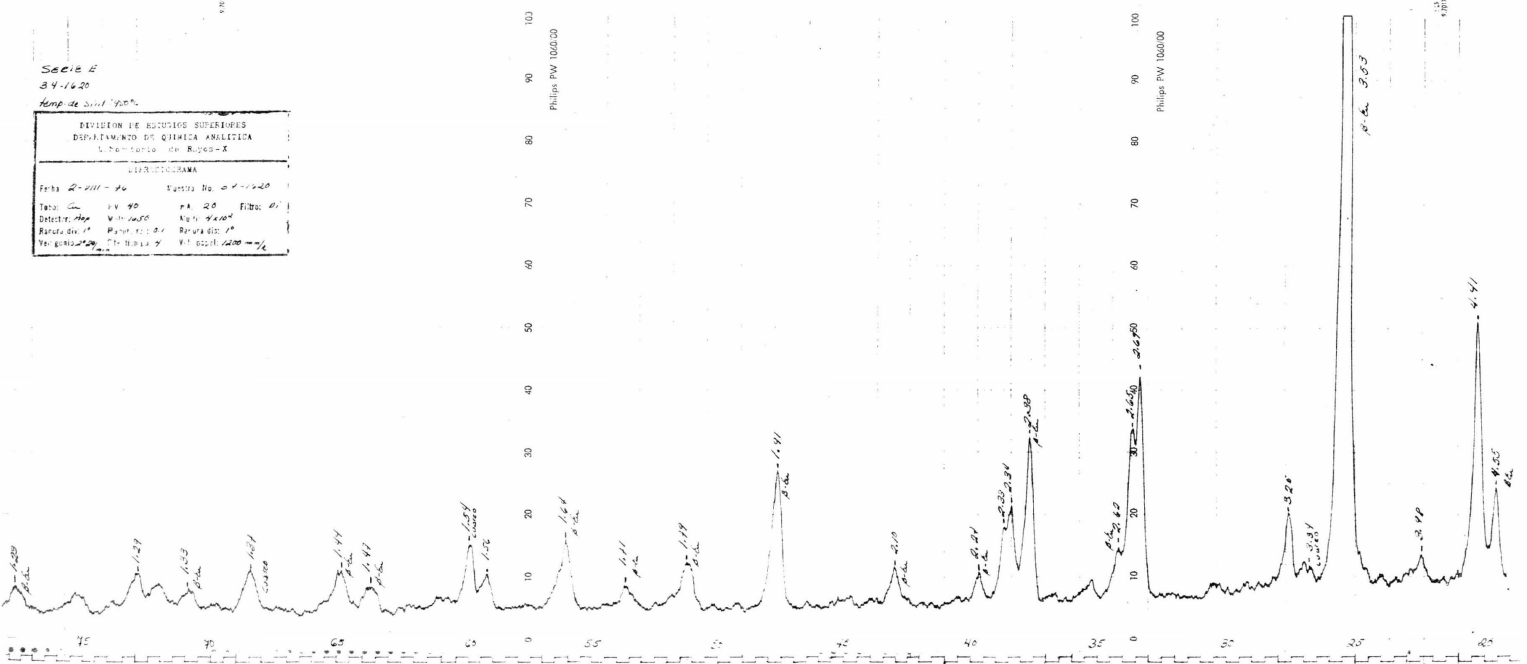
100  
 90  
 80  
 70  
 60  
 50  
 40  
 30  
 20  
 10  
 0



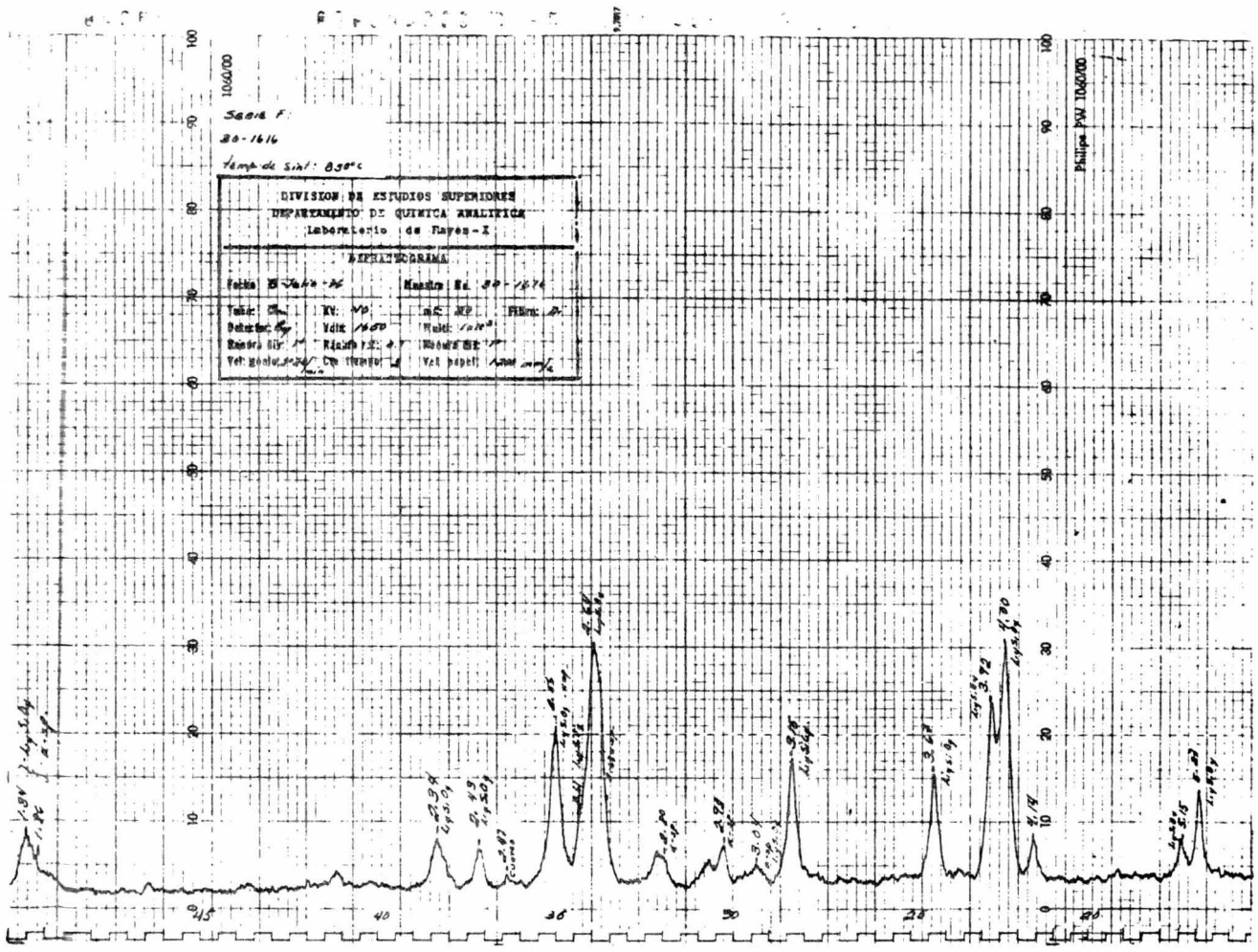


Serie E  
 31-1620  
 Temp de anal 120°C

DIVISION DE QUIMICA SUPERIORES DEPARTAMENTO DE QUIMICA ANALITICA LABORATORIO DE ESPECTROSCOPIA			
Fecha 2-21-76		Estado De 2-2-76	
Tipo de 11 90	PA 20	Filtro 01	
Direccion de 11 90	Velocidad 1000	Magn 1000	
Estado de 11 90	Modo de 11 90	Tipo de 11 90	
Temperatura de 11 90	Tipo de 11 90	Velocidad de 11 90	







Señal F:  
30-1616  
Temp de Sinf: 0.50°C

DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES			
DEPARTAMENTO DE QUIMICA ANALITICA			
Laboratorio de Papeles - I			
CROMATOGRAMA			
Fecha: 21-10-66	Número de: 80-1874		
Tubo: 50	IV: 100	Int: 100	Filtro: 0
Detector: 10	Veloc: 1000	Mult: 1000	
Reserva: 10	Ruido: 10	Modo: 10	
Vel. gas: 100	Con. Temp: 10	Vel. papel: 100	cm/min

Philips PW 106000

Serie F  
 85-1481  
 Temp de S. cal: 90°C.

DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES  
 DEPARTAMENTO DE QUIMICA ANALITICA  
 Laboratorio de Rayos-X

DIFRACTOGRAMA

Fecha: 11-11-56      Hoja No.:

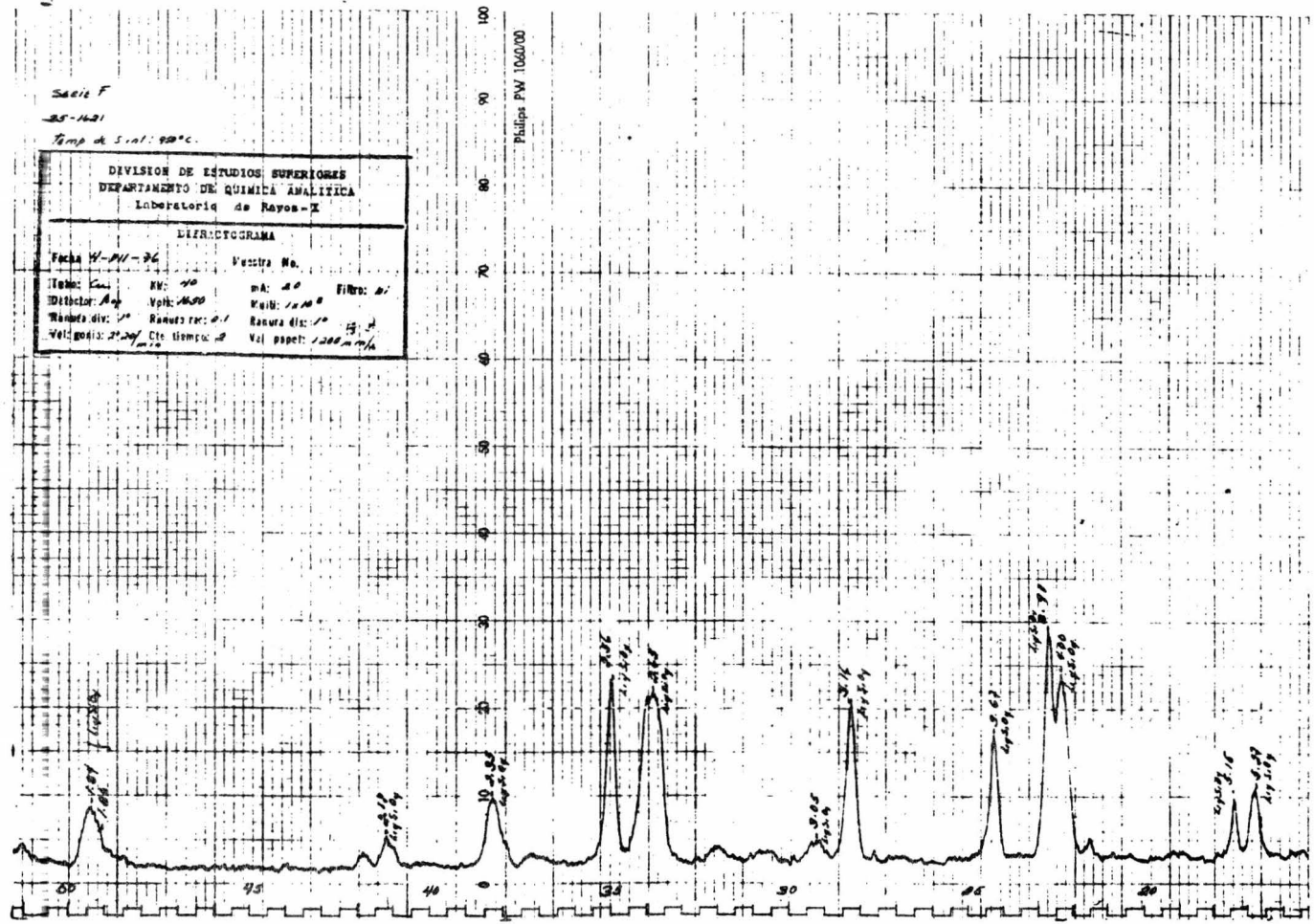
Tubo: Cu      KV: 40      mA: 10      Filtro: Ni

Detector: Ag      Volt: 1000      Veloc: 10000

Wavelength: 1.5406      Slits: 1°      15: 1

Voltagem: 20000      Cte. tiempo: 2      Vel papel: 1000 mm/hr

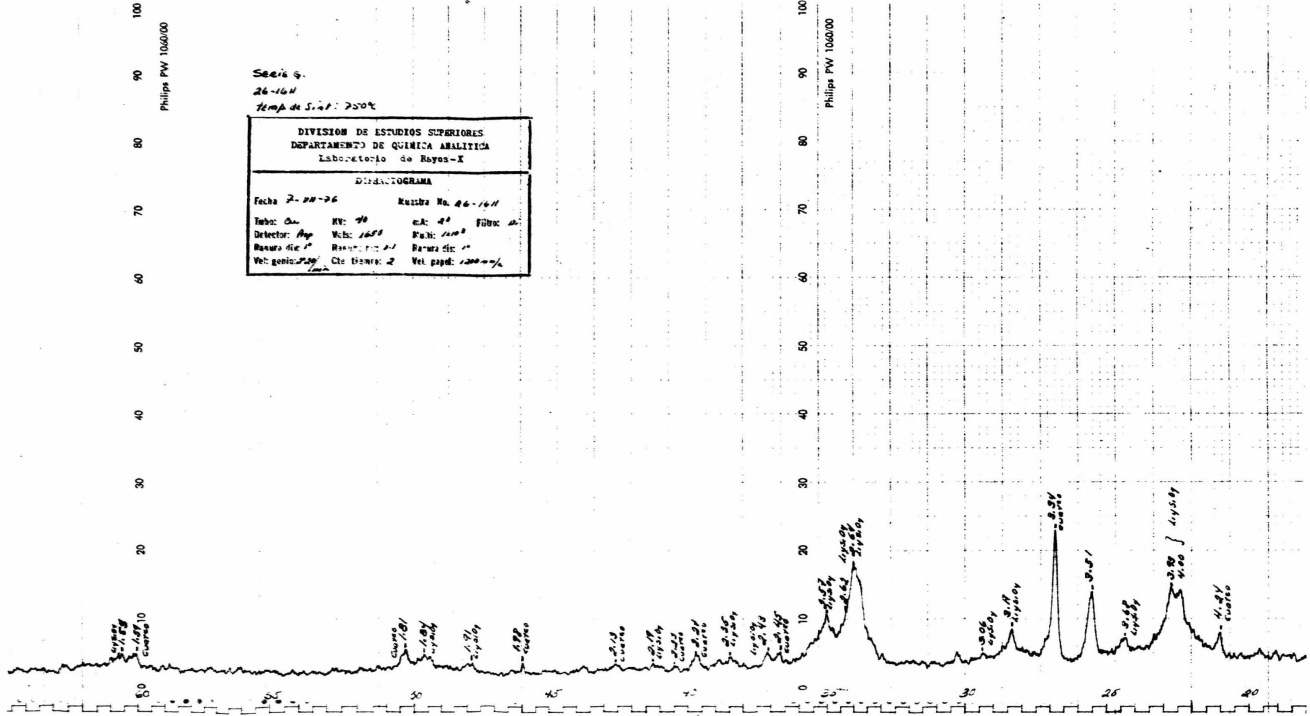
Philips PW 1060/00



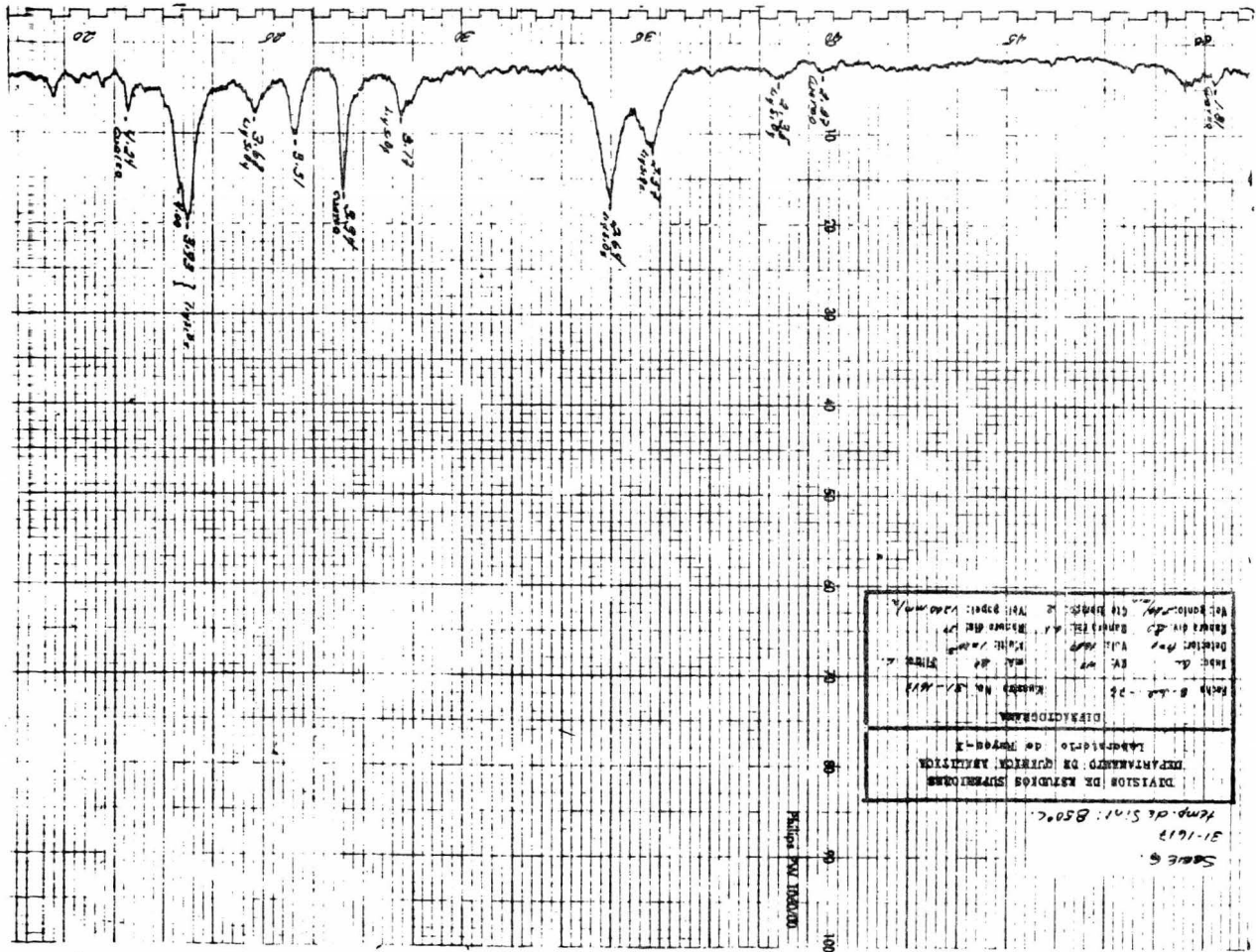
Philips PW 105000

Señal g.  
26-16H  
Temp de S.A.: 250°C

DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES			
DEPARTAMENTO DE QUIMICA ANALITICA			
Laboratorio de Rayos-X			
DIFRACTOGRAMA			
Fecha: 2-28-56	Run: No. 46-16H		
Tubo: Cu	V: 40	ca: 40	Filtro: al
Detector: Ag	Vol: 1000	Esc: 1000	
Revol: 10'	Revol: 10'	Revol: 10'	
Vel: gen: 100%	Cte: 100%	Vel: pap: 1000%	



Philips PW 105000



Fecha: 8 de Julio de 1967  
 Laboratorio: Laboratorio de Química Analítica  
 Director: Dr. J. J. Martínez  
 Asesor: Dr. J. J. Martínez  
 Analista: J. J. Martínez  
 Nombre del Sólido: *[illegible]*  
 Estado del Sólido: *[illegible]*  
 Temperatura: *[illegible]*

Solución  
 31-1617  
 Temp. de Soln.: 85°C.

Número de Ondas

7104000

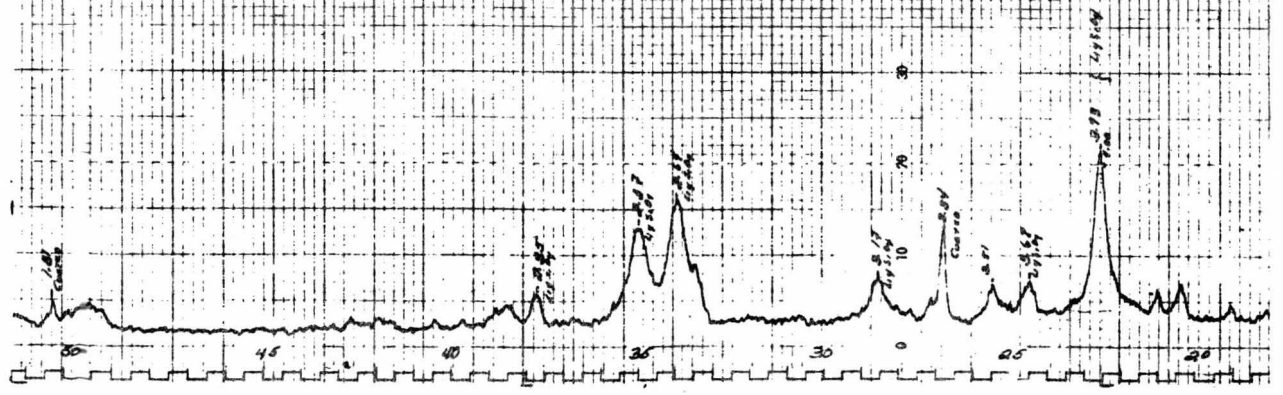
Serie G

36-1622

Temp. de Sint: 900°C

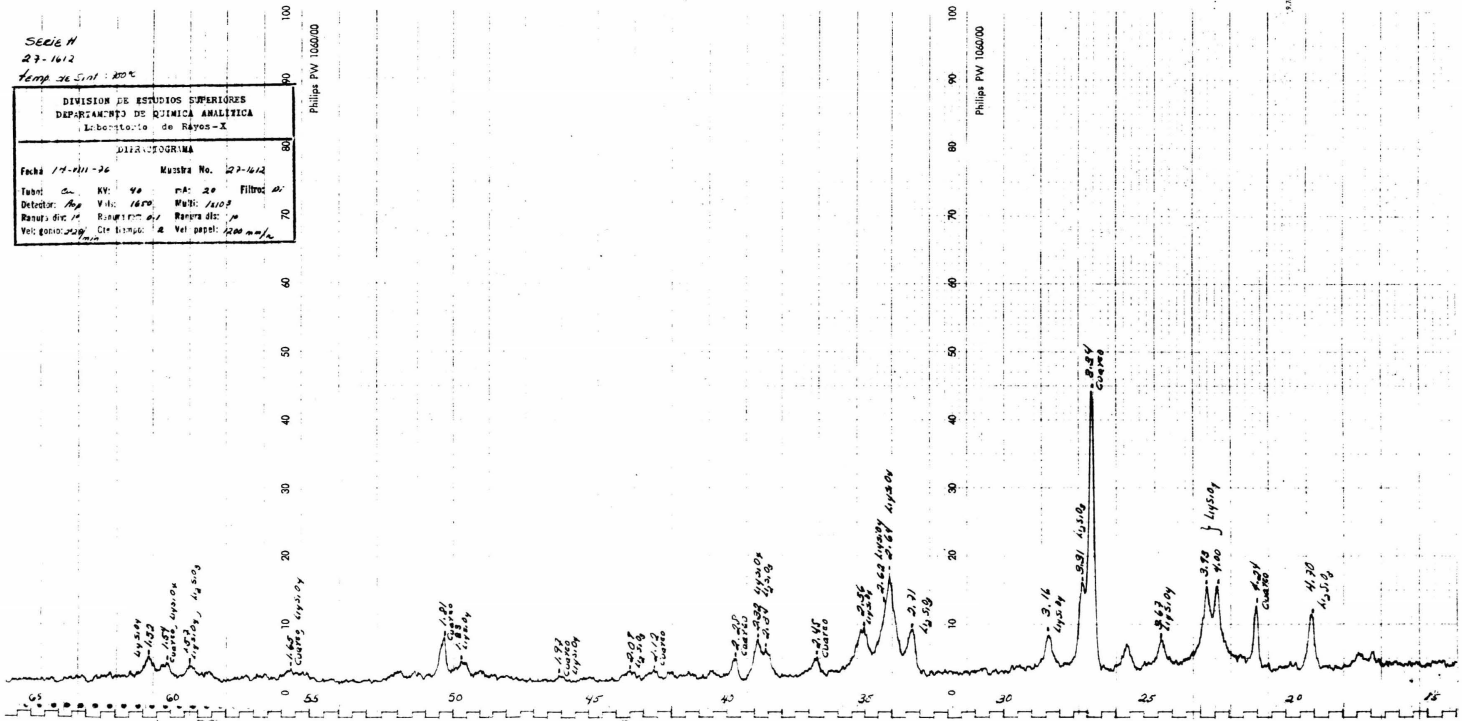
DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES			
DEPARTAMENTO DE QUIMICA ANALITICA			
Laboratorio de Rayos-X			
DIFRACCIÓN			
Fecha: 7-11-54	Muestra No. 36-1622		
Tubo: C	Obj: Fe	Al: 40	Filtro: L
Detector: Arg	Volt: 40KV	Kali: 2000	
Expos. obj: 17	Revol: 100	Adosa: 10	
Vel. giratoria: 1/40	Vel. de tubo: 2	Vel. de esc: 1/2000	

Philips PW 106000



Serie N  
 27-1612  
 Temp de Sal: 20°C

DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES DEPARTAMENTO DE QUIMICA ANALITICA Laboratorio de Rayos-X			
ANALISIS QUIMICA			
Fecha 14-11-56	Muestra No. 27-1612		
Tubo: S	KV: 40	mA: 24	Filtro: A
Detector: Ag	V de: 1000	Walk: 1000	
Vel: 20000	Cont: 1000	W de: 10	
Ci: 1000	Vel pap: 1200	W de: 10	



3817



SERIE H:  
32-1613  
Temp de Sim: 850°C

DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES			
DEPARTAMENTO DE QUIMICA ANALITICA			
Laboratorio 06 Rayos X			
DIFRACCION			
Fecha 8-01-76		Muestra No. 32-1613	
Tubo: Cu	KV: 20	mA: 10	Filtro: //
Detector: Ag	Vol: 1630	W.D: 200	
Resam div: 10	Resam ckt: 1	Radio dia: 77	
Vel goni: 200	Cte tiempo: 2	Vel papel: 200	

