

# Determinación de sodio y potasio en ampelitas por fotometría de llama

por A. Agudelo, M. Garcia-Vargas\* y R. Coy-Yll.  
Departamentos de Geología y Química Analítica\* Universidades de Sevilla y Cádiz\*. España

*Determination of sodium and potassium in ampelites by flame photometry*

*Determinació de sodi i potassi en ampelites per fotometria de flama*

Recibido: 4-XI-1981

## RESUMEN

Se describe un método para la determinación de sodio y potasio en ampelitas, por medio de un espectrofotómetro de absorción atómica y llama laminar. También se han estudiado las influencias de los iones extraños (componentes de la matriz) sobre las emisiones atómicas del sodio y potasio.

## SUMMARY

A method for determining sodium and potassium in ampelites by means of an atomic-absorption spectrophotometer and laminar flame has been described. The influences of foreign ions (matrix components) on the atomic emissions of sodium and potassium has also been studied.

## RESUM

Es descriu un mètode per a la determinació de sodi i potassi en ampelites mitjançant un espectrofotòmetre d'absorció atòmica i flama laminar. També s'han estudiat les influències dels ions estranys (components de la matriu) sobre les emissions atòmiques del sodi i del potassi.

## INTRODUCCION

La espectrofotometría de emisión atómica con llama es una técnica instrumental ampliamente utilizada en la determinación de elementos alcalinos y alcalinotérreos, fundamentalmente, en suelos y muestras geoquímicas<sup>(1-3)</sup>. Desde el punto de vista químico, las acciones interferentes más importantes son las denominadas interferencias de ionización<sup>(4,7)</sup>, las cuales constituyen un capítulo importante en la determinación de sodio y potasio. En el presente trabajo se establecen los procedimientos analíticos de emisión con llama, con un espectrofotómetro de absorción atómica, que permiten la determinación

de sodio y potasio en muestras disgregadas con metaborato de litio<sup>(8,19)</sup>, previa consideración de los efectos interferentes de la matriz. Se ha realizado un estudio de dichas interferencias químicas mediante el análisis de las distintas acciones que otros elementos, tales como Al, Fe, Ca, Mg, Mn, Ti, P, B y Li, ejercen sobre la emisión atómica del sodio y del potasio. Las técnicas propuestas han sido aplicadas en pizarras ampelíticas pero pueden hacerse extensible a otros materiales silicatados o no, disgregados con metaborato de litio.

## METODO EXPERIMENTAL

### Instrumentación y soluciones

Se ha utilizado un espectrofotómetro de absorción atómica Perkin-Elmer 460, provisto con mechero con cámara de premezcla y llama aire-acetileno. Las condiciones de trabajo fueron las siguientes: líneas analíticas, 589.0 nm (Na) y 766.5 nm (K); ancho de rendija, 0.7 nm; flujo de acetileno, 3.7 l min<sup>-1</sup>; flujo de aire, 21.7 l min<sup>-1</sup>. Como patrón de ajuste para el sodio y el potasio se usan sendas disoluciones de 10 y 100 µg ml<sup>-1</sup>, respectivamente. Las medidas de las emisiones atómicas de los elementos se efectuaron de forma digital.

Se utilizaron soluciones patrones de 1000 µg ml<sup>-1</sup> de sodio y potasio, preparadas a partir de NaCl y KCl (Merck). Solución de metaborato de litio de 13.9 g de LiBO<sub>2</sub> por litro y soluciones de diversos cationes y aniones de 1 g por litro, para el estudio de las acciones interferentes.

### DISGREGACION DE LAS MUESTRAS

Se pesa exactamente, alrededor de 0.1 g de ampelita, pulverizada y desecada a 110°C y exenta de materia orgánica, en un crisol de platino. Se añaden 0.6 g de metaborato de litio y se funde a 1000°C en una mufla eléctrica durante media hora. El fundido frío se extrae con ácido clorhídrico concentrado y se insolubiliza la sílice por evaporación a sequedad. El filtrado se extrae con ácido clorhídrico diluido y se enrasa en un matraz aforado de 100 ml.

### PROCEDIMIENTOS FOTOMETRICOS

**Determinación de sodio y potasio.** En matraces aforados de 10 ml, se añade disolución patrón de sodio (entre 0.2 y 5 µg ml<sup>-1</sup>) y/o disolución patrón de potasio (entre 10 y 40 µg ml<sup>-1</sup>), 5 ml de la disolución de metaborato de litio y 0.5 ml de ácido clorhídrico concentrado y se enrasa con agua destilada. Se miden las emisiones atómicas de estas muestras en las condiciones operatorias descritas anteriormente.

## RESULTADOS Y DISCUSION

En primer lugar, se ha realizado un estudio previo de las influencias individuales de lones extraños (componentes de la matriz ampelítica y del disgregante) sobre las emisiones atómicas de sodio (2 ppm) y potasio (2 ppm), para concentraciones crecientes de ión extraño/metál analizado desde 1:1 a 100:1. Los resultados obtenidos indican que calcio, sodio y manganeso incrementan la señal atómica del potasio, mientras que el titanio la disminuye. Los otros elementos ensayados (Fe, Al, Si, Mg, Li y B) no ejercen apenas influencia sobre la emisión del potasio en las condiciones instrumentales anteriormente expuestas. Los datos encontrados para el sodio indican que su emisión atómica se incrementa por el calcio, potasio y litio y disminuye levemente por el titanio; no ejerciendo los otros elementos estudiados influencia apreciable (Fe, Al, Si, Mg, Mn, P y B).

Posteriormente, se han estudiado las influencias químicas conjuntas de aquellos elementos que están presentes en la matriz a mayores concentraciones que el sodio y el potasio. En la Tabla I se recogen los resultados obtenidos para el potasio en la presencia de Li y B (añadidos como metaborato de litio) y de Fe, Al y Mg, Li y B. De los datos expuestos se deduce que el orden de concentración estudiados no se observa influencia de parte de iones componentes de las ampelitas (Fe, Al, Mg) ni tampoco de la matriz disgregante.

TABLA I

Influencia de elementos componentes de las ampelitas y metaborato de litio en la emisión atómica del potasio

K	Entidades químicas (ppm)				LiBO <sub>2</sub>	Emisión (λ = 766,5 nm)
	Al	Fe	Mg			
10	-	-	-	-	7000	0.119
10	10	10	10	10	7000	0.119
10	50	10	10	10	7000	0.118
10	100	50	10	10	7000	0.119
20	-	-	-	-	7000	0.148
20	20	20	20	20	7000	0.146
20	100	20	20	20	7000	0.148
20	200	100	20	20	7000	0.146
50	-	-	-	-	700	0.161
50	-	-	-	-	3500	0.160
50	-	-	-	-	7000	0.161
50	50	50	50	50	7000	0.160
50	250	50	50	50	7000	0.162
50	500	250	50	50	7000	0.161

TABLA II

Influencia de elementos componentes de las ampelitas y metaborato de litio en la emisión atómica del sodio

Na	Entidades químicas (ppm)				LiBO <sub>2</sub>	Emisión (λ = 589,0 nm)
	Al	Fe	K			
1	-	-	-	-	-	0.049
1	-	-	-	-	350	0.060
1	-	-	-	-	700	0.062
1	-	-	-	-	1400	0.061
1	-	-	-	-	2100	0.062
1	-	-	-	-	2800	0.061
3	-	-	-	-	-	0.115
3	-	-	-	-	150	0.129
3	-	-	-	-	350	0.130
3	-	-	-	-	700	0.129
3	120	60	60	60	700	0.130
3	-	-	-	-	3500	0.129
3	120	60	60	60	3500	0.131
3	240	60	60	60	3500	0.130
3	240	30	30	30	5000	0.130
3	-	-	-	-	7000	0.129
3	120	60	60	60	7000	0.130

Los resultados obtenidos para el sodio se detallan en la Tabla II. La presencia de metaborato de litio produce un aumento de la señal del mismo hasta alcanzar un valor constante que tiene lugar a partir de un orden de concentración de 150 a 7000 ppm de metaborato de litio. Por otro lado, la presencia simultánea de Fe, Al y K en presencia de la matriz fundente no afecta a la emisión del sodio.

A partir de los resultados obtenidos y aplicando el procedimiento descrito previamente, se han efectuado las determinaciones de sodio y potasio en siete muestras de ampelitas. Las muestras se han recogido en la zona de Hinojales en Santa Olalla de Cala (Huelva, España), donde se han detectado importantes anomalías radiométricas en ciertos niveles ampelíticos. Para la toma de muestra se han seleccionado dos afloramientos de esta zona, que corresponden a las muestras designadas como 1T, 2A, 3A y 4M (siendo esta última el depósito más antiguo) y OA, 10H y 10C (siendo ésta el depósito más antiguo). Se observa en cada zona una intensificación del color negro en cada nivel ampelítico y una desaparición del mismo como consecuencia de procesos óxicos en los horizontes superficiales relativos al estrato ampelítico. Los resultados obtenidos para las determinaciones de sodio y potasio en estas muestras se recogen en la Tabla III. De los mismos se deduce que las determinaciones de estos metales son precisas y la relación potasio/sodio oscila alrededor de 20 en la mayoría de las muestras.

TABLA III

Contenidos en materia orgánica, potasio y sodio en las ampelitas analizadas

Ampelita	Materia orgánica (%) <sup>a</sup>	Potasio (%) <sup>b</sup>	Sodio (%) <sup>b</sup>
1T	1.11	2.40 ± 0.02	0.42 ± 0.02
2A	14.48	1.57 ± 0.03	0.074 ± 0.002
3A	20.67	1.50 ± 0.02	0.073 ± 0.003
4M	1.21	0.60 ± 0.01	0.031 ± 0.002
OA	1.11	0.90 ± 0.02	0.040 ± 0.001
10H	14.57	1.00 ± 0.01	0.061 ± 0.001
10C	2.17	2.37 ± 0.02	0.079 ± 0.002

<sup>a</sup> La materia orgánica fue determinada por el método de Anne (10) y los valores corresponden a la media de tres determinaciones.

<sup>b</sup> Los porcentajes de potasio y sodio están referidos a peso de ampelita sin materia orgánica y corresponden a la media de tres determinaciones separadas al menos.

## BIBLIOGRAFIA

- (1). Bouvier, J.L., *Analisis*, 5, 322 (1977).
- (2). Kustas, V.L., Poleva, G.V., Chuchueva, R.S., y Yudelevich, I.G., *Metody Anal. Khim. Reakt. Prep.*, 20, 32 (1971).
- (3). Orlov, N.A., Pobedonostev, V.A., y Savde, Yu.A., *Bol. ZnPrike. Spektrosk.*, 24, 214 (1976).
- (4). Prudinkov, E.D., *Vsb. Mineralogiya in goekhimiya*, 5, 132 (1975).
- (5). Rutkowski, W.K.M., *Chem. Anal. (Warsaw)*, 21, 707, (1976).
- (6). Luecke, W., *Chem. Geol.*, 20, 265 (1977).
- (7). Hall, D.J., *Spectrochim. Acta*, part B, 32, 397 (1977).
- (8). Ecrement, F., *Int. Congr. At. Abst. At. Fluor., Spec. Pap.* 3ed, 1971.
- (9). Saavedra, J., Garcia Sanchez, A., Rodriguez Perez, S., *Chem. Geol.*, 13, 135, (1974).
- (10). Anne, P., *Ann. Agron.*, 15, 161, (1945).