

Nuevos métodos de análisis aplicables a los materiales empleados en la aviación

Por el DR. J. VÁZQUEZ-GARRIGA

Licenciado en Ciencias Químicas

SI bien es cierto que los materiales destinados a cualquier uso industrial necesitan antes de su adquisición y empleo una cuidadosa comprobación, esta necesidad adquiere un señalado relieve en el caso de la Aviación, donde se trata de materiales de cuyas características ha de depender la eficacia y seguridad de aparatos costosos, y aun la vida de sus ocupantes. Entre las más importantes pruebas de reconocimiento que generalmente se exigen para la admisión de materiales metálicos figura el reconocimiento de su composición elemental cuantitativa, y ésta es una de las condiciones exigidas para la recepción de materiales en los centros oficiales.

La importancia decisiva del conocimiento lo más exacto posible de la composición elemental de los materiales metálicos, está de palmario acuerdo con el resultado de las más recientes investigaciones metalográficas, que demuestran la sensibilidad con que varían las propiedades físicas de los metales con las pequeñas diferencias en la composición, e incluso por la presencia de impurezas en cantidades del orden de 0,0001 a 0,001 por 100 (1).

Ahora bien: la determinación cuantitativa de la composición elemental por medio del análisis químico usual es

una operación sumamente engorrosa y que exige una pérdida de tiempo considerable a pesar de que los métodos empleados son métodos estandarizados, que por ello

permiten ganar algún tiempo, pero en cambio no se caracterizan por su precisión, a la inversa de lo que sucede con los métodos científicos, que aunque en ciertos casos son exactísimos, son siempre de una lentitud tal que los hace inaplicables a las necesidades de la industria.

Por otra parte, la ciencia metalográfica no ha dicho todavía su última palabra, y en el interesantísimo problema de la rebusca e investigación de nuevos materiales metálicos más apropiados a las necesidades actuales, en cuya composición entrarán a no dudarlo metales que hoy calificamos de «raros» por su desconocimiento y falta de empleo en la industria, pero que el progreso los incluirá en nuestro común patrimonio, nos encontramos con la insuficiencia del análisis químico para la caracterización indubitable de alguno de estos metales.

Además, el análisis químico implica la destrucción de la parte de material sobre la que realmente se ejecuta el análisis, y si el resultado difiere del previsto no se puede saber con seguridad absoluta si esto se debe a una falta del analista o a una accidental deshomogeneidad poco probable, pero posible, del material de ensayo.

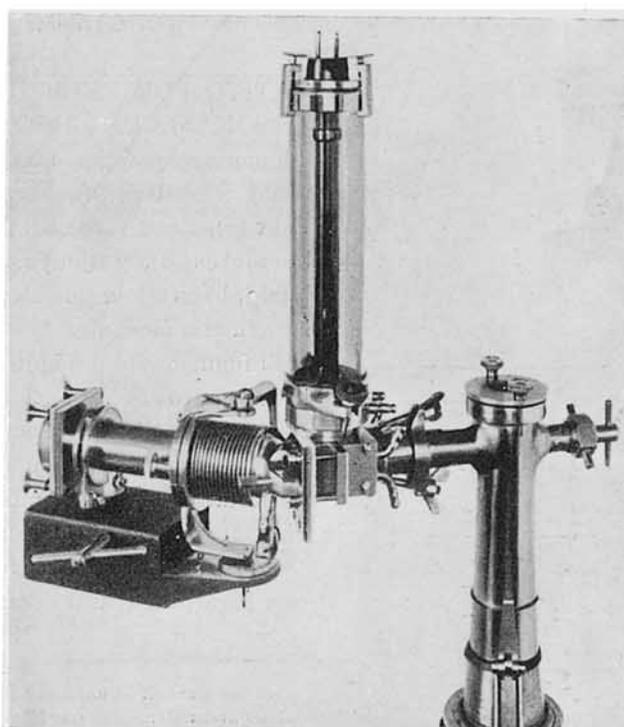


Fig. 1.^a — Vista parcial del aparato de análisis. En el centro se ve el tubo especial de rayos X sólidamente unido a la bomba de alto vacío (a la derecha del grabado) y a la cámara espectrográfica (a la izquierda). No están instaladas las conducciones de agua para la refrigeración, ni los cables para la alta tensión e incandescencia del tubo. En la parte inferior de la cámara se distingue la llave del aparato de relojería, que hace desplazar continuamente la cámara en un intervalo angular determinado.

(1) Véase, entre otros, SMITHBELL: *Impurities in Metals* (Chapman & Hall), Londres, 1928.

Todo esto hizo sentir desde hace tiempo la necesidad de un método de análisis que permitiese reconocer y determinar cuantitativamente los elementos de un modo fundamental y exacto, y al mismo tiempo con relativa rapidez. Esta necesidad ha quedado satisfecha actualmente, y gracias a la tenaz labor de investigación de un destacado grupo de científicos alemanes, suecos e ingleses, de los que fué *pioneer* el teniente inglés MOSELEY, muerto gloriosamente en la guerra europea; contamos con un método analítico cuantitativo de suma precisión y rapidez, cuyo fundamento científico es con mucho supe-

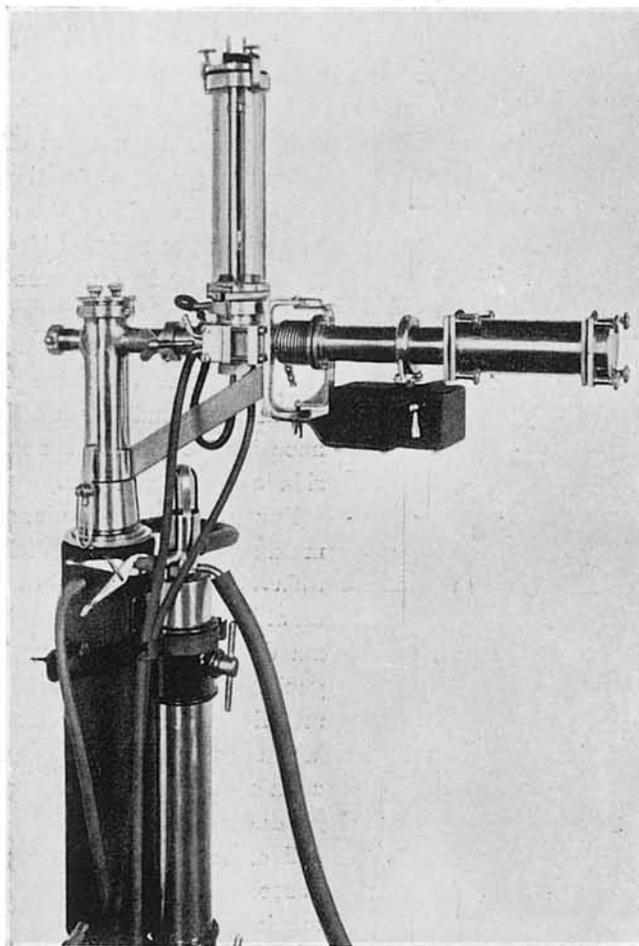


Fig. 2.^a — Vista más ampliada y por la cara opuesta del aparato representado en la fig. 1.^a En ésta puede apreciarse el cuerpo de la bomba de alto vacío (bomba de vapor de mercurio, construída en acero) y también los tubos de goma que sirven de conducción al agua de refrigeración para la bomba y el tubo de rayos X. Puede observarse que la cámara está alargada por medio de una pieza suplementaria. En la parte superior de la pieza que sirve de soporte a la bomba puede distinguirse el fanalillo que protege el manómetro, que indica la presión preliminar de la bomba rotatoria de aceite aneja (no representada en la fotografía).

rior al del análisis químico usual, pues se basa en una propiedad característica y bien definida de los diferentes átomos que constituyen los elementos, propiedad que sirve de criterio analítico absoluto.

Este método, que no implica la destrucción de la probeta

de análisis (que no pierde absolutamente nada de su integridad), y que una vez montados los aparatos y funcionando éstos con regularidad, puede realizarse en pocas horas, es el NUEVO MÉTODO DE ANÁLISIS CUANTI-

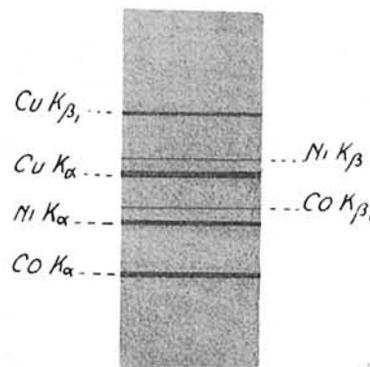


Fig. 3.^a — Espectrograma de rayos X para el análisis de una aleación de Ni y Co. También figuran las rayas Cu para referencia espectrográfica. Se distinguen perfectamente las rayas α y β , del Ni y Co.

TATIVO POR MEDIO DE LOS ESPECTROS DE RAYOS X SECUNDARIOS, cuya elaboración científica debemos a los últimos trabajos de VON HEVESY (1), GLOCKER Y SCHREIBER (2), SEEMANN (3), MOXNES (4), FONDA (5), LABY (6), EDDY Y TURNER (7), etc., y sus numerosos colaboradores (8), y a cuya realización práctica han contribuido, haciéndola posible, las más importantes firmas de la industria alemana.

El fundamento del método consiste en la utilización de los espectros de rayos X secundarios, que, como se sabe, son muy sencillos y característicos para cada elemento (en nuestro caso para cada metal), y realizar su valoración cuantitativa bajo determinadas condiciones, por un procedimiento microfotométrico automático.

Por lo que respecta a los aparatos se necesita, en primer lugar, un aparato de rayos X con su correspondiente

- (1) VON HEVESY: «Quantitative roentgenspektroskopische Analyse mit Sekundärstrahlen.» *Zeitschrift für Physik*, 63; 74 (1930).
- (2) SCHREIBER: «Quantitative chemische Analyse mittels Roentgenemissionspektrums.» *Zeitschrift für Physik*, 58; 619 (1929).
- (3) SEEMANN: «Ein neuer Roentgenspektrograph mit absoluter Nullpunktsbestimmung ohne Teilkreis und das Nullpunktverfahren nach Cornu.» *Zeitschrift für Physik*, 61; 416 (1930), y otros.
- (4) MOXNES: «Quantitative chemische Analyse mittels der Absorption der Roentgenstrahlen.» *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, 152; 330 (1931).
- (5) FONDA: «The cathode ray tube in X-ray spectroscopy and quantitative analysis.» *The Journal of the American chemical Society*, 53; 113 (1931).
- (6) LABY: «Quantitative analysis by X-rays.» *Nature*, 125; 524 (1930). «Atomic analysis by X-ray spectroscopy.» *Transactions of the Faraday Society*, 26; 497 (1930).
- (7) EDDY Y TURNER: «Analysis by X-ray spectroscopy.» *Proceedings of the Royal Society of London*, A, 124; 249 (1929). — EDDY: «Quantitative analysis by X-ray spectroscopy.» *Proceedings of the Royal Society of London*, A, 127; 20 (1930).
- (8) ALEXANDER Y FAESLER: «Eine neue lichtstärke Roentgenröhre für Fluoreszenzerregung.» *Zeitschrift für Physik*, 68; 260 (1931). — EGGERT Y SCHIEBOLD: «Die Roentgentechnik in der Materialpruefung.» *Ergebnisse der technischen Roentgenkunde.* (Leipzig, 1930). — KOEBER Y SCHIEBOLD: «Fortschritte der Roentgenforschung.» *Ergebnisse der technischen Roentgenkunde* (Leipzig, 1932).

tubo de construcción especial, una bomba de alto vacío, un espectrógrafo de rayos X universal, es decir, *apropiado para todas las longitudes de onda usuales*, y un microfotómetro de registro automático.

El modo de conducir un análisis es el siguiente: Del metal que se quiere analizar se saca una probeta de unos 5×20 milímetros, que se encaja a cola de milano y corredera en una pieza especial del tubo de rayos X denominada *radiador de fluorescencia*, se carga la cámara del espectrógrafo con una placa fotográfica especial o película Laue

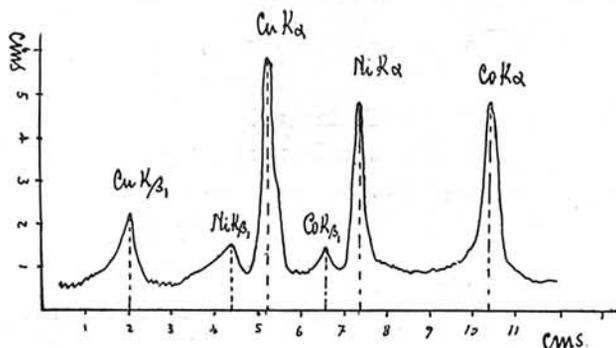


Fig. 4.ª - Reproducción microfotométrica de la fig. 3.ª. Se observa claramente que los dos pares de rayas correspondientes a la radiación K del Níquel y Cobalto, las Ni K_α, Ni K_{β₁} y Co K_α, Co K_{β₁}, tienen la misma altura, indicando que ambos metales se encuentran en la misma proporción en la aleación. Las rayas del Cobre, Cu K_α, Cu K_{β₁} están para referencia espectrográfica.

Agfa, y una vez en punto los aparatos se aplica la alta tensión al tubo de rayos X. El tiempo de exposición varía, según los casos, de diez minutos a seis horas.

Por este procedimiento se obtiene un espectrograma de pocas rayas, el cual, para una determinada exposición y determinado voltaje e intensidad de la corriente aplicada, es absolutamente característico del metal en cuestión.

Para determinar la composición elemental cuantitativa hay que recurrir al método de comparación de VON HEVESY, y una vez valorados todos los elementos que componen el metal, incluso las impurezas, se hace una microfotometría del espectrograma primitivo (1).

Una vez en posesión de la reproducción microfotométrica del espectrograma, ya no es necesario repetir los análisis de comparación para un determinado material, sino que siempre que tengamos necesidad de comprobar la identidad de un material con el material tipo, no hace falta sino una corta exposición, pudiendo realizarse en un solo día la comprobación de numerosas muestras de materiales cosa que por los procedimientos en uso es labor de meses.

El microfotómetro más apropiado para este uso es el microfotómetro de Moll, con termoelemento en el vacío y galvanómetro especial.

Como para dar una idea del montaje de los aparatos

(1) Que ya tan sólo por apreciación visual permite reconocer, no solamente las menores variaciones en la composición, sino la presencia de cualquier impureza.

hemos reproducido algunas fotografías, que aunque no corresponden en los detalles a los últimos modelos de aparatos (que son los recomendables), no varían en nada en lo esencial.

Como ejemplo sencillo de análisis insertamos el espectrograma y su correspondiente reproducción microfotométrica de una aleación a partes iguales de Ni y Co. También incluimos el espectrograma de un acero especial.

Las pequeñas dificultades e imperfecciones que existían cuando se planteó el método han sido por fin superadas actualmente, y la industria suministra hoy en día aparatos perfectísimos, cuyo manejo es cierto que requiere personal muy especializado, pero cuando su uso se generalice sustituirán con ventaja a los «cacharros» de laboratorio incompatibles con la precisión y rapidez que exige el moderno ritmo industrial.

Claro es que este método, por su reciente modernidad, todavía no se ha aclimatado en la industria, y apenas si existen en el mundo más de una docena de empresas industriales (entre otras la Auer Gesellschaft, S. A.) que lo utilizan para sus análisis.

La introducción del citado método en el ensayo de materiales metálicos destinados a la Aviación, no solamente

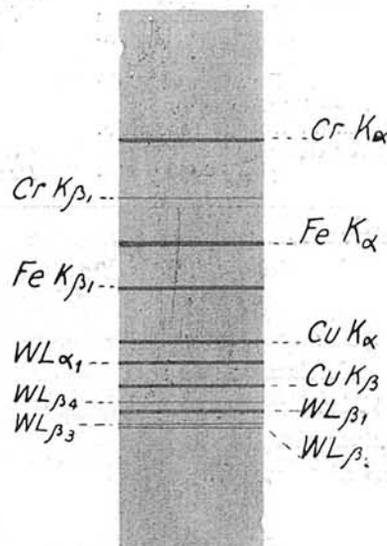


Fig. 5.ª - Espectrograma de rayos X, de un acero especial al wolframio. Se distingue la radiación K de los metales Fe, Cu y Cr, y la radiación L del W, formada por cinco rayas: α₁, β₁, β₂, β₃ y β₄.

ayudaría a resolver un problema práctico de actualidad, sino que en el campo de la investigación metalográfica constituiría un instrumento sin igual para el estudio sistemático de las propiedades técnicas de los metales y aleaciones.

En la literatura científica y técnica española se desconoce hasta ahora esta aplicación de los rayos X, y por eso nos creemos obligados a dar aquí esta breve reseña para difusión entre los estudiosos de esta novísima adquisición de la ciencia analítica.