

Datos cristalográficos del tetraborato potásico cálcico octohidratado

por M. V. DOMÉNECH y J. SOLANS HUGUET*

Departamento de Cristalografía y Mineralogía. Universidad de Oviedo

RESUMEN

Se miden cristales del tetraborato potásico cálcico octohidratado, $\text{CaK}_2(\text{B}_4\text{O}_5(\text{OH})_4)_2 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$, tanto por goniometría óptica como por técnicas de rayos X. Se publica la morfología de los cristales, el diagrama de difracción de polvo cristalino, las dimensiones de la celda elemental y la relación paramétrica.

SUMMARY

We measure crystals of calcium and potassium tetraborate octohydrate, $\text{CaK}_2(\text{B}_4\text{O}_5(\text{OH})_4)_2 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$, with optical goniometry and X-ray methods. The morphology of the crystals, the powder diffraction pattern, the unit-cell dimensions, and the axial ratio are given.

Como consecuencia del estudio de la cristalización de boratos de potasio y amonio (Doménech, 1981), se obtienen unos cristales pertenecientes a la hemiedría enantiomórfica rómbica, los cuales se identifican mediante análisis químico cualitativo y estudio cristalográfico con el compuesto formulado por Sauka (1960) como $\text{CaK}_2\text{B}_8\text{O}_{14} \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$. En la presente nota se describe la morfología de los cristales y el diagrama de difracción de rayos X del polvo cristalino, mientras que en una segunda nota (Solans, et al. 1981, 1982) se describe su estructura cristalina. La fórmula estructural de este compuesto es:



Los cristales se obtienen a partir de soluciones acuosas de ácido bórico, cloruro cálcico e hidróxido potásico, en las que se cumple que la relación atómica boro-potasio está comprendida entre 1 y 2, y la proporción boro-potasio es superior a 8. Si la proporción boro-calcio es inferior a 8 cristaliza el tetraborato potásico, y si la proporción boro-potasio es superior a 2 cristaliza inicialmente el pentaborato potásico, por lo que en ambos casos no se forma el compuesto deseado.

* Dirección actual: Departamento de Cristalografía y Mineralogía. Facultad de Geología. Universidad de Barcelona.

Los cristales obtenidos se midieron en un goniómetro óptico STOE, lo que permitió su identificación. La tabla 1 resume los resultados obtenidos y los valores teóricos de las coordenadas esféricas, calculadas a partir de la relación paramétrica obtenida:

$$a : b : c = 1,304 : 1 : 0,904$$

Los valores obtenidos son comparables a los publicados por Sauka (1960), aunque este autor define los cristales con distinta orientación.

Se efectuó un estudio de los cristales mediante la técnica de Weissenberg, usando la radiación K_{α} del cobre. Asimismo se midieron los cristales mediante un difractómetro automático PHILIPS 1100, usando radiación K_{α} del molibdeno. En ambos casos se determina con las dimensiones de la celda elemental, pero siendo mayor la precisión alcanzada con la técnica de difracción, sólo se da el resultado de esta última.

$$a = 16,597 (2) \text{ \AA}; b = 12,469 (2) \text{ \AA}; c = 11,569 (2) \text{ \AA}$$

Estos valores son comparables con los obtenidos por Sauka (1960). Se deduce que el grupo espacial que presenta la estructura es $P 2_1^2 2_1$. La relación paramétrica obtenida a partir de los valores de difracción de rayos X, $a : b : c = 1,3311 : 1 : 0,9278$, es comparable con la obtenida a partir de medidas ópticas.

Se ha obtenido el diagrama de difracción de polvo cristalino, pues una de las dificultades encontradas en el trabajo, se debe a la escasa coincidencia del diagrama obtenido con el publicado por Gode y Kuka (1970). Este diagrama se ha obtenido mediante un difractómetro de polvo PHILIPS con goniómetro vertical, contador de centelleo y monocromador de grafito. La radiación usada es la K_{α} del cobre. Como standard interno se utilizó cloruro potásico ($a = 6,29294 (8) \text{ \AA}$). La tabla 2 recoge el diagrama de difracción medido, el diagrama de difracción calculado a partir de los datos estructurales y el diagrama publicado por Gode y Kuka (1970). Existe concordancia entre los valores medidos y los valores calculados, mientras que son ostensibles las diferencias con el diagrama publicado en la literatura.

Tabla 1

Valores teóricos y experimentales de las coordenadas esféricas de las caras presentes en los cristales

.hkl (001) (010) (100) (101) (110) (120) (121) (111)	Valores teóricos			Valores experimentales			
	ϕ	ρ 0°	n	ϕ	σ	ρ	σ
(001)	—	0°					
(010)	0°	90°					
(100)	90°	90°					
(101)	90°	55° 4'	8			55° 17'	27'
(110)	37° 6'	90°	5	37° 30'	22'		
(120)	20° 43'	90°	8	20° 43'	44'		
(121)	20° 43'	63° 8'	3	20° 43'	44'	61° 31'	1° 13'
(111)	142° 54'	49° 11'	2	142° 30'	22'	50° 26'	2° 00'

Tabla 2

Diagrama de difracción de rayos X de polvo cristalino.

Experimental		Calculado		Gode, Kuka (1970)		
d	I	d	hkl	I	d	I
9,440	4	9,491	101	5,7		
8,425	23	8,481	011	8,7		
8,256	31	8,299	200	18,6		
7,500	25	7,552	111	15,2	7,01	90
6,230	78	6,235	020	37,8	6,38	100
5,905	13	5,836	120	3,2		
5,452	11	5,462	102	3,6		
5,214	65	5,247	012	124,7	5,30	90
		5,211	121			
4,941	23	5,003	112	20,3	5,05	30
		4,985	220			
4,622	38	4,634	311	61,9	4,68	70
4,428	6	4,435	212	5,4		
4,240	40	4,240	022	38,4	4,27	80
4,105	9	4,108	122	5,5		
3,884	22	3,906	401	18,1	3,93	40
		3,896	321			
3,802	20	3,807	312	24,5		
		3,807	131			
3,739	10	3,756	103	6,3		
3,584	9	3,597	113	9,8		
		3,538	231			
3,447	5	3,454	420	2,7		
3,376	34	3,375	032	19,5	3,41	30
		3,372	402			
3,358	5	3,367	213	1,9		
		3,366	322			
3,279	5	3,280	023	3,7		
3,249	10	3,255	412	6,0		
3,209	19	3,217	123	21,6		
		3,194	331			
3,182	5	3,164	303	1,6		
3,115	100	3,117	040	100	3,09	70
3,058	82	3,066	313	78,1		
		3,064	140			
		3,050	223			
3,023	5	3,010	041	0,1		
2,960	15	2,966	422	14,0	2,99	10
		2,962	141			
2,917	6	2,918	240	1,6		
2,871	10	2,881	332	6,7		
		2,879	502			

d	I	d	hkl	I	d	I
2,814	39	2,821	323	52,1	2,84	40
		2,817	014			
2,755	22	2,766	600	21,1	2,78	20
		2,755	413			
2,743	30	2,744	042	11,2		
2,710	15	2,716	340	23,8		
		2,701	610			
2,682	22	2,690	601	18,6	2,71	10
		2,676	233			
2,664	116	2,668	214	18,7		
2,607	20	2,618	432	28,8	2,57	20
		2,614	522			
		2,605	242			
		2,592	124			
2,570	11	2,594	530	18,1		
		2,573	423			
		2,563	304			
2,522	16	2,531	531	25,5		
		2,528	620			
		2,517	333			
2,486	5	2,496	602	3,3		
		2,470	621			
2,455	12	2,458	342	8,5		
		2,438	051			
2,412	26	2,412	151	32,2	2,40	20
2,365	19	2,373	404	14,1		
2,330	32	2,339	251	50,8	2,35	10
		2,336	433			
		2,327	243			
		2,323	701			
2,298	5	2,303	630	2,4		
2,283	112	2,289	442	18,8		
		2,283	711			
2,236	14	2,230	541	19,0		
		2,220	343			
2,176	15	2,181	504	25,1		
		2,177	721			
2,137	15	2,140	632	22,0	2,16	20
		2,135	305			
2,111	10	2,115	542	9,2		
		2,114	623			
2,099	12	2,104	315	12,0		
		2,094	053			
2,052	18	2,062	160	36,5	2,03	10
		2,060	730			
		2,058	524			
2,036	11	2,042	801	15,0		
		2,030	253			
2,015	20	2,020	325	36,2		
1,989	9	1,986	261	2,4		
1,967	5	1,969	820	1,1		
1,955	9	1,959	353	10,9		
1,937	19	1,942	162	12,1		
1,920	10	1,921	723	18,2		
		1,928	006			
		1,920	361			
1,899	9	1,904	624	14,2		
		1,899	335			
1,872	18	1,878	206	6,2		
		1,877	154			

BIBLIOGRAFIA

- DOMENECH, M. V., SOLANS HUGUET, 1981: "Estudio cristalográfico de los boratos hidratados de potasio y amonio". Tesis Doctoral. Universidad de Oviedo, 269 pág.
- GODE, Kuka (1970) Russ. J. Inorg. Chem. 15, 603, 1970 en Set 23 del Powder diffraction file. Inorganic. Ficha 23-1319. 1973.
- SAUKA (1960) "Zh. Strukt. Khim. 1.453" en J. D. H. Donnay,

H. M. Ondik, eds. Crystal Data. Determinative Tables. Vol. II Inorganic Compounds. 143 p.

- SOLANS, X., FONT ALTABA, M., SOLANS, J. and DOMENECH, M. V., 1981: "The crystal and molecular structure of tetraborates of calcium and potassium octaborates". 12. Congreso Internacional de Cristalografía. Ottawa. Comunicación 8.2.2.
- SOLANS, X., FONT ALTABA, M., SOLANS, J. and DOMENECH, M. V., 1982: "Calcium and Potassium Tetraborate Octohydrate". *Acta Cryst.* B 38 (en prensa).

Recibido, enero 1983