

### C. Brime (\*).—PREPARACION DE AGREGADOS ORIENTADOS DE ARCILLAS PARA SU ESTUDIO MEDIANTE DIFRACCION DE RAYOS X

Los minerales arcillosos constituyen una porción importante de la mayoría de los sedimentos y suelos y de muchas rocas. Entre los métodos que permiten el estudio de este grupo de minerales el más ampliamente utilizado para su identificación es el de la difracción de rayos X, método que tiene también gran importancia en el estudio de sus características cristalinas.

Los minerales arcillosos adquieren fácilmente un alto grado de orientación preferente. Su estructura laminar está directamente relacionada con las características de la red. Los espaciados basales ( $00l$ ) que se obtienen utilizando agregados orientados dan las periodicidades perpendiculares al plano situado a lo largo del eje  $c$ . Estos espaciados pueden variar con la humedad, deshidratación, glicolación, los cationes situados entre las capas, tratamientos con ácidos, etc. La identificación de los minerales arcillosos depende de las reacciones de los mismos bajo los distintos tratamientos (THOREZ 1975, 1976). Con las muestras sin orientar se obtienen los espaciados de los planos  $hkl$ . Los valores de  $hk$  corresponden a las direcciones  $a$  y  $b$  de la celda elemental en todos los minerales excepto en aquellos de simetría triclinica. Estos espaciados no varían apreciablemente con los tratamientos anteriormente indicados.

Dado que en los estudios de arcillas mediante difracción de rayos X los diagramas obtenidos se utilizan no sólo para la identificación de las distintas fases minerales presentes en las muestras (THOREZ 1975, 1976) sino también para la determinación de algunas características cristalográficas (ESQUEVIN 1969; DUNOYER DE SEGONZAC 1969) y para su cuantificación (SCHULTZ 1964; BISCAYE 1965; GRIFFIN 1969) es imprescindible utilizar un método de preparación de las muestras que permita obtener unos agregados orientados que sean realmente representativos de la muestra objeto de estudio.

#### PREPARACION DE LOS AGREGADOS ORIENTADOS

La ventaja de la utilización de los agregados orientados para la identificación de los minerales arcillosos fue reconocida en primer lugar por BRADLEY y otros (1937) y posteriormente por NAGELSCHMIDT (1941) utilizándose en la actualidad de modo generalizado, por lo que en los últimos años se han desarrollado y contrastado varias técnicas de preparación de los mismos (BROWN 1953; KINTER y DIAMOND 1956; THEISEN y HARWARD 1962; BISCAYE 1965; GIBBS 1965, 1968; FENNER 1966; GRIFFIN y otros 1968; KNEBEL y otros 1968; DREVER 1971; CODY y THOMPSON 1976; KARLSSON y otros 1978).

Aquellas técnicas que implican la utilización de sedimentación de las partículas en una solución acuosa producen una segregación de las mismas (GIBBS 1965, 1968; STOKKE y CARSON 1973) ya que se depositan más rápido las partículas mayores, por lo que la superficie del agregado orientado no es representativa de

---

(\*) E.T.S.I.M., Universidad de Oviedo, España.

la muestra total, variando también las intensidades de los picos de un mismo mineral (BRIME 1980). Sin embargo, este tipo de preparación debido a su simplicidad continúa siendo de los más utilizados (VENKATARATHNAM y RYAN 1971; STOFFERS y MÜLLER 1972; STAUB y COHEN 1978; PETERSEN y RASMUSSEN 1980).

La mayoría de los autores coinciden en las ventajas de los agregados orientados obtenidos por succión rápida de la suspensión a través de una placa de cerámica (GIBBS 1965, 1968; KNEBEL y otros 1968; PARRY y REEVES 1968; STOKKE y CARSON 1971; POLLASTRO 1981) pero este método plantea el problema de obtener, a un coste razonable, una placa de cerámica de las características apropiadas (porosidad adecuada, resistencia a los tratamientos térmicos, etc.). Esta limitación puede evitarse utilizando el método que voy a describir a continuación en detalle.

## DESCRIPCION DEL METODO

Para la preparación de las muestras (Fig. 1) se requiere un erlenmeyer (A) con salida para vacío, al que se acopla una placa de filtrado de unos 5 cm de diámetro (B) sobre la que se coloca un papel de filtro (C) de unas características tales que permita combinar una velocidad de filtrado elevada con la retención de las partículas  $< 2 \mu$  (tamaño de poro  $0.2 \mu$ ). La suspensión (D) conteniendo la fracción  $2 \mu$  se vierte sobre la placa de filtrado y se va haciendo un vacío progresivamente más intenso de modo que el líquido pase rápidamente a través del filtro (C) sobre el que quedan retenidas las partículas formando una delgada capa (E).

Una vez que ha pasado toda la suspensión y mientras que el filtro cubierto de la película de arcilla (E) todavía se encuentra húmedo, se saca de la placa de filtrado y se transfiere la película de arcilla (E) a una lámina de vidrio (Fig. 2) presionando suavemente el filtro sobre el cristal, levantando posteriormente con sumo cuidado el papel de filtro. Finalmente la muestra se deja secar a la temperatura ambiente.

## DISCUSION

Este método aparte de sencillo es muy rápido, y el agregado orientado así obtenido, tiene varias ventajas. Es sabido que la cantidad de muestra necesaria para preparar un agregado orientado es de gran importancia en aquellos métodos de preparación que conllevan sedimentación de las partículas. Si ésta es muy pequeña, el efecto de absorción es elevado disminuyendo por tanto las intensidades, pero si es excesiva, disminuye la fuerza adhesiva entre la muestra y la lámina de vidrio (KODAMA y otros 1977) lo que provoca que la muestra se desprege durante los tratamientos térmicos. Sin embargo los resultados obtenidos sobre agregados orientados preparados por succión son independientes de la cantidad de muestra empleada (STOKKE y CARSON 1973) y en ninguno de los más de mil agregados orientados obtenidos siguiendo el método aquí descrito se produjo despegue de la muestra en ninguna de las fases del estudio.

Otra ventaja que tiene la preparación de las muestras utilizando este método es que una vez obtenida la capa de arcilla (Fig. 1b) las reacciones de

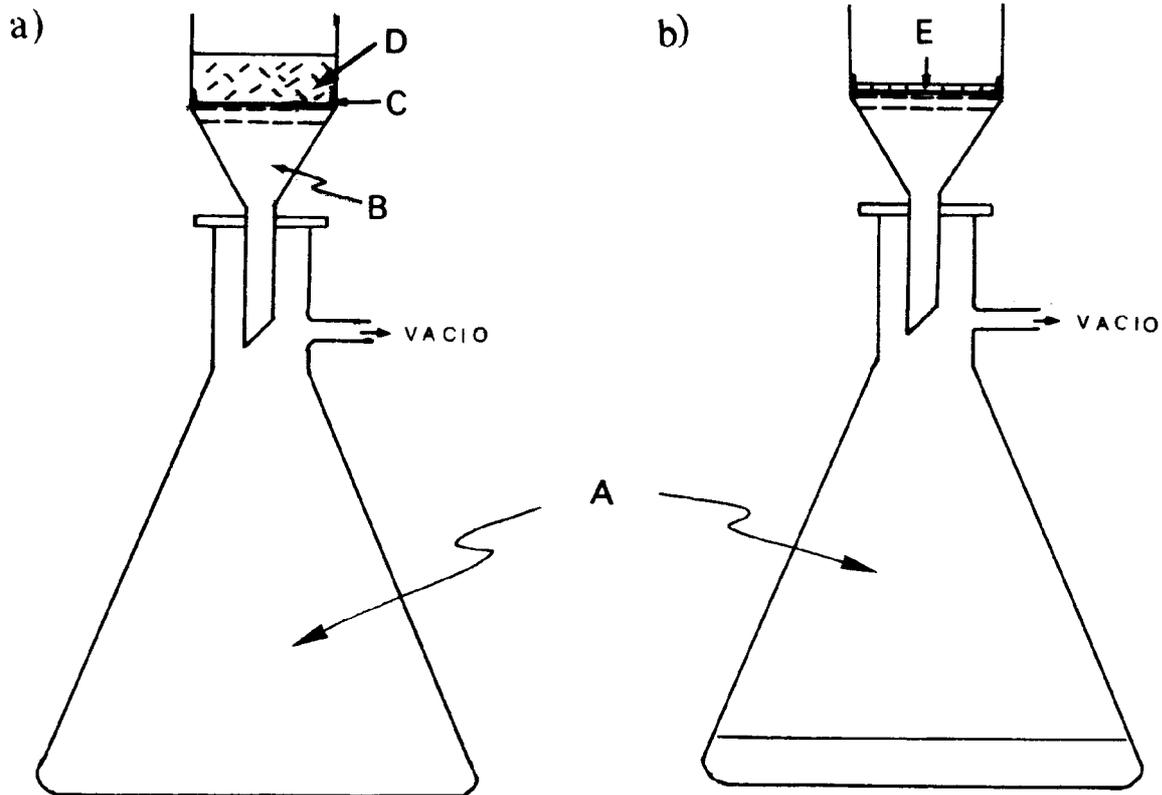


Fig. 1.-Esquema del sistema de succión para la obtención de agregados orientados: (A) erlenmeyer con salida para vacío; (B) placa de filtrado; (C) papel de filtro; (D) suspensión conteniendo los minerales arcillosos; (E) película de arcilla.

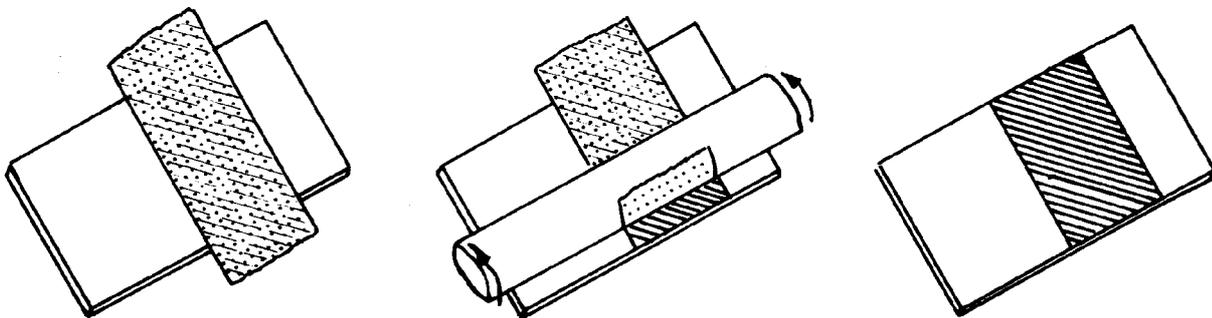


Fig. 2.-Procedimiento para transferir la película de arcilla a la lámina de vidrio.

cambio iónico pueden realizarse sencillamente pasando las soluciones adecuadas a través del filtro (C) con el consiguiente ahorro de tiempo y material.

Por último, el hecho de sustituir las placas de cerámica por un papel de filtro, aparte de su clara ventaja económica, evita la posibilidad de que en el diagrama de la muestra aparezca algún pico procedente de los minerales componentes de la placa.

#### AGRADECIMIENTO

Agradezco al Prof. P. Jørgensen sus consejos acerca de la preparación de agregados orientados.

#### BIBLIOGRAFIA

BISCAYE, P. E. (1965).-Mineralogy and sedimentation of Recent deep-sea caly in the Atlantic Ocean and adjacent seas and oceans. *Bull. geol. Soc. Amer.*, 76, 803-832.

- BRADLEY, W. F., GRIM, R. E. y CLARK, G. L. (1937).—Behaviour of montmorillonite upon wetting (use of oriented layers). *Z. Kristallog.*, 97, 216-222.
- BRIME, C. (1980).—Influencia del modo de preparación de las muestras en la relación I (002)/I (001) de las illitas. *Breviora geol. astur.* XXIV (3-4), 24-28.
- BROWN, G. (1953).—A semi-micro method for preparation of clays for X-ray study. *J. Soil. Sci.*, 4, 229-232.
- CODY, R. D. y THOMPSON, G. L. (1976).—Quantitative X-ray powder diffraction analyses of clays using an orienting internal standard and pressed disks of bulk shale samples. *Clays Clay Min.*, 24, 224-231.
- DREVER, J. I. (1971).—Chemical weathering in a subtropical igneous terrain, Río Ameca, Mexico. *J. Sedim. Petrol.*, 41, 951-961.
- DUNOYER DE SEGONZAC, G. (1969).—Les minéraux argileux dans la diagenèse passage au métamorphisme. *Mem. Serv. Carte Geol. Als.-Lorra.* 29, 320 pp.
- ESQUEVIN, J. (1969).—Influence de la composition chimique des illites sur leur cristallinité. *Bull. Centre Rech. Pau-S.N.P.A.*, 3, 147-154.
- FENNER, P. (1966).—Clay mineral studies: Results of investigation or preparation? *Proc. Intern. Clay Conf. 1966, Jerusalem, Israel*, 1, 401-405.
- GIBBS, R. J. (1965).—Error due to segregation in quantitative clay mineral X-ray diffraction mounting techniques. *Am. Mineral.*, 50, 741-751.
- (1968).—Clay mineral mounting techniques for X-ray diffraction analysis: A discussion. *J. Sedim. Petrol.*, 38, 242-243.
- GRIFFIN, J. J., WINDOM, H. y GOLDBERG, E. D. (1968).—The distribution of clay minerals in the World Ocean. *Deep-sea Res.*, 15, 433-459.
- GRIFFIN, G. M. (1969).—Interpretation of X-ray diffraction data. En CARVER, R. E. (Ed.). *Scientific method in analysis of sediments*. John Wiley & Sons. New York, 541-569.
- KARLSSON, W., VOLLSET, J., BJØRLYKKE, K. y JØRGENSEN, P. (1978).—Changes in Mineralogical composition of Tertiary sediments from North Sea Wells. *Proc. Intern. Clay Conf. 1978, Oxford, Inglaterra*, 281-289.
- KINTNER, E. B. y DIAMOND, S. (1956).—A new method for preparation and treatment of oriented aggregate samples of soil clays for X-ray diffraction analysis. *Soil Sci.*, 81, 111-120.
- KNEBEL, H. J., KELLY, J. C. y WHETTEN, J. T. (1968).—Clay minerals of the Columbia River - a qualitative, quantitative, and statistical evaluation. *J. Sedim. Petrol.*, 38, 600-611.
- KODAMA, H., SCOTT, G. C. y MILES, N. M. (1977).—X-ray quantitative analysis of minerals in soils. *Soil Research Institute, Ottawa*. (Informe interno).
- NAGELSMIDT, G. (1941).—Identification of clays by aggregate diffraction diagrams. *J. sci. Instrum.*, 18, 100-101.
- PARRY, W. T. y REEVES, C. C., Jr. (1968).—Clay Mineralogy of pluvial lake sediments, southern High Plains, Texas. *J. Sedim. Petrol.*, 38, 516-529.
- PETERSEN, L. y RASMUSSEN, K. (1980).—Mineralogical composition of the clay fraction of two fluvio-glacial sediments from East Greenland. *Clay Miner.*, 15, 135-145.
- SCHULTZ, L. G. (1964).—Quantitative interpretation of mineralogical composition from X-ray and chemical data for the Pierre Shale. *Prof. Pap. U. S. geol. Surv.*, 391-C, 31 pp.
- POLLASTRO, R. M. (1981).—Authigenic kaolinite and associated pyrite in Chalk of the Cretaceous Niobrara Formation, Eastern Colorado. *J. Sedim. Petrol.*, 51, 553-562.
- STAUB, J. R. y COHEN, A. D. (1978).—Kaolinite-enrichment beneath coals; a modern analog, Snuggedy swamp, South Carolina. *J. Sedim. Petrol.*, 48, 203-210.
- STOFFERS, P. y MÜLLER, G. (1972).—Clay mineralogy of Black Sea Sediments. *Sedimentology*, 18, 113-121.
- STOKKE, P. R. y CARSON, B. (1973).—Variation in clay mineral X-ray diffraction results with the quantity of sample mounted. *J. Sedim. Petrol.*, 43, 957-964.
- THEISEN, A. A. y HARWARD, M. E. (1962).—A paste method for preparation of slides for clay mineral identification by X-ray diffraction. *Proc. Soil Sci. Soc. Am.*, 26, 90-91.
- THOREZ, J. (1975).—*Phyllosilicates and Clay Minerals-A Laboratory Handbook for their X-Ray Diffraction Analysis*, G. Lelotte, Ed., Dison, Belgica, 604 pp.
- (1976).—*Practical Identification of Clay Minerals-A Handbook for Teachers and Students in Clay Mineralogy*. G. Lelotte, Ed., Dison, Belgica, 90 pp.
- VENKATARATHNAM, K. y RYAN, W. B. F. (1971).—Dispersal patterns of clay minerals in the sediments of the eastern Mediterranean Sea. *Marine Geolo.*, 11, 261-282.