

# Influencia de las impurezas en el análisis cristalógico de esmectitas.

Adrián Lorenzo (1\*), Andrea García-Vicente (1), Juan Morales (1), Emilia García-Romero (2, 3) y Mercedes Suárez Barrios (1).

(1) Departamento de Geología. Universidad de Salamanca, 37008, Salamanca (España).

(2) Instituto de Geociencias (IGEO). Universidad Complutense de Madrid – Consejo Superior de Investigaciones Científicas, 28040, Madrid (España).

(3) Departamento de Mineralogía y Petrología. Universidad Complutense de Madrid, 28040, Madrid (España).

\* Corresponding author: [adrianlorenzo@usal.es](mailto:adrianlorenzo@usal.es)

**Palabras Clave:** Esmectita, Fórmula estructural, Análisis químico. **Key Words:** Smectite, Structural formula, Chemical analysis.

## INTRODUCCIÓN

Una esmectita es un filosilicato 2:1 laminar caracterizado por tener una carga laminar que va desde -0.4 hasta -1.2 por celda unidad y está compensada con la presencia de cationes hidratados en la interlámina. Los parámetros cristalógicos (carga neta de la lámina, localización de la carga y carácter di o trioctaédrico) se obtienen a través de las fórmulas estructurales, pudiendo así clasificar la esmectita. El dato de partida con el cual se obtienen las fórmulas estructurales es la composición química de las esmectitas. Hay distintos métodos de obtención de la fórmula estructural de las esmectitas que permiten distintas aproximaciones, siendo prácticamente imposible conocer la fórmula real, ya que influyen factores como la presencia de impurezas, estado de oxidación de algunos cationes, posibilidad de que un determinado catión ocupe dos tipos de posiciones estructurales diferentes, y la existencia de F sustituyendo a grupos OH<sup>-</sup> en la capa octaédrica, entre otros (García-Romero et al., 2021). En este trabajo, se han calculado las fórmulas estructurales de 4 esmectitas, obteniendo la composición química mediante dos métodos diferentes, con el fin de analizar la viabilidad del cálculo de las fórmulas estructurales, a partir de análisis químico convencional en muestras de muy alta pureza y relacionarlo con resultados de espectroscopía. Este trabajo de caracterización cristalógica de detalle se enmarca en un proyecto cuya finalidad es desarrollar un método de cuantificación mineralógica mediante espectroscopía VNIR-SWIR (visible e infrarrojo cercano y de onda corta).

## MATERIALES Y MÉTODOS

Para este trabajo, se han seleccionado 4 muestras: COU (V) procedente de Washington (EEUU), PUT procedente de Cerdeña (Italia), R4 procedente de Toledo (España) y SAN procedente de Arizona (EEUU). La caracterización mineralógica de las muestras se ha llevado a cabo mediante difracción de Rayos-X (DRX) y espectroscopía VNIR-SWIR. El difractómetro de polvo utilizado fue un Bruker D8 Advance ECO equipado con un detector LYNXEYE SSD160 de alta resolución. El estudio de espectroscopía se hizo con un espectrorradiómetro de campo ASD FieldSpec 4 Standard-Res. La composición química de elementos mayores se ha obtenido mediante análisis químico de roca total en el Activation Laboratories Ltd en Ontario (Canadá) utilizando FUS-ICP y mediante microscopía electrónica de transmisión (MET) con un microscopio JEOL 1400, con un sistema de micro-análisis acoplado (AEM), en el Centro Nacional de Microscopía Electrónica Luís Bru.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La caracterización mineralógica mediante DRX refleja que las muestras son bentonitas de muy alta pureza, compuestas mayoritariamente por minerales del grupo de las esmectitas, junto con pequeñas impurezas de cuarzo y feldspatos. Los valores de la reflexión 060 indican que la esmectita de la muestra R4 es trioctaédrica, mientras que el resto son dioctaédricas. Los espectros VNIR-SWIR presentan rasgos de absorción intensos y asimétricos en longitudes de onda de 1410 nm y 1910 nm relacionados con combinaciones de los modos de vibración del H<sub>2</sub>O, así como picos característicos de los enlaces M-OH a mayores valores de longitud de onda (Bishop et al., 2008).

A partir de los porcentajes de los óxidos de los elementos mayores obtenidos en el análisis químico de roca total y en el micro-análisis químico puntual, se han calculado las fórmulas estructurales. Las calculadas a partir de datos obtenidos mediante análisis químico de roca total están influidas por la presencia de impurezas en la muestra. En general, tienen una mayor cantidad de Si, Al octaédrico y cationes interlaminares debido a la presencia de pequeñas cantidades de cuarzo y feldspatos, así como un menor contenido de Mg, frente a las calculadas a partir de datos obtenidos mediante AEM. Estas diferencias modifican los parámetros cristaloquímicos obtenidos de las fórmulas estructurales calculadas para las esmectitas, hasta tal punto que una misma muestra tiene una clasificación diferente dependiendo del método.

En la Tabla 1 se recogen las correlaciones entre los contenidos de los óxidos de los cationes octaédricos y las intensidades relativas de los picos principales de la 2ª derivada de los espectros VNIR-SWIR localizados en los determinados intervalos de longitudes de onda. Se definieron intervalos estrechos de longitudes de onda, por ejemplo, las siglas RA\_1411\_1417 indican que las 4 muestras presentan un rasgo de absorción cuyo valor máximo está entre 1411 nm y 1417 nm. Observamos como los valores de las correlaciones varían dependiendo del método de análisis, debido a las impurezas que pueden crear rasgos de absorción propios o modificar la intensidad de los de las esmectitas.

Análisis químico		RA_1465_1467	RA_1901_1906	RA_2205_2214	RA_2243_2247	RA_2288_2293
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C. P.	-,786	-,426	-,434	,001	,305
	S. b.	,214	,574	,566	,999	,695
MgO	C. P.	,280	,616	,844	-,520	-,674
	S. b.	,720	,384	,156	,480	,326
Fe Total	C. P.	,483	-,492	-,780	,693	,712
	S. b.	,517	,508	,220	,307	,288

AEM		RA_1465_1467	RA_1901_1906	RA_2205_2214	RA_2243_2247	RA_2288_2293
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C. P.	-,818	-,393	-,376	-,057	,255
	S. b.	,182	,607	,624	,943	,745
MgO	C. P.	,262	,622	,854	-,530	-,685
	S. b.	,738	,378	,146	,470	,315
Fe Total	C. P.	,554	-,405	-,722	,750	,640
	S. b.	,446	,595	,278	,250	,360

**Tabla 1.** Correlaciones entre cationes octaédricos y rasgos de absorción más importantes (intensidades relativas de la 2ª derivada de los espectros).  
C. P.: Correlación de Pearson, S. b.: Significación bilateral.

## CONCLUSIONES

Las muestras estudiadas son bentonitas de muy alta pureza compuestas en su gran mayoría por esmectitas e impurezas de cuarzo y feldspatos. Las fórmulas estructurales obtenidas por ambos métodos presentan variaciones debido a la influencia de las impurezas, llegando incluso a cambiar la clasificación debido a diferencias en la carga de la lámina y en la distribución de la carga. Las correlaciones significativas entre los cationes octaédricos y las intensidades de los picos de la segunda derivada de los espectros VNIR-SWIR varían dependiendo del método de análisis utilizado, siendo mejores los coeficientes de correlación y la significación bilateral cuando se utilizan los datos de análisis puntual. No obstante, los coeficientes de correlación correspondientes a los datos del análisis químico convencional son lo suficientemente altos como para validar su uso en la interpretación de los resultados de espectroscopía.

## REFERENCIAS

- Bishop, J.L., Lane, M.D., Dyar, M.D., Brown, A.J. (2008): Reflectance and emission spectroscopy study of four groups of phyllosilicates: smectites, kaolinite-serpentines, chlorites and micas. *Clay Miner.*, **43**, 35–54. DOI: 10.1180/claymin.2008.043.1.03.
- García-Romero, E., Lorenzo, A., García-Vicente, A., Morales, J., García-Rivas, J., Suárez, M. (2021): On the structural formula of smectites: a review and new data on the influence of the exchangeable cations. *J. Appl. Crystallogr.*, **54**, 251–262. DOI: 10.1107/S1600576720016040.