

Estudio mediante TEM/AEM

El estudio de TEM/AEM revela que la tobelita sintética consiste en partículas delgadas, con diferentes tamaños (Fig. 3): partículas pequeñas con longitudes del orden de 400 Å y espesores del orden de 60 Å coexisten con partículas más grandes (2000x200 Å).

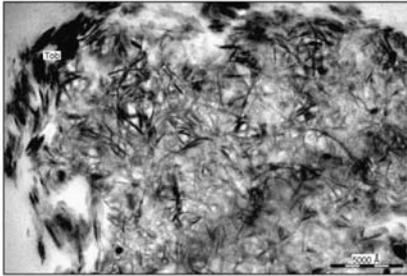


fig 3. Imagen textural de TEM de los productos sólidos de la reacción 1 tras 30 días de reacción.

Las imágenes de alta resolución y los diagramas de difracción de electrones corresponden a un politipo 1M (Fig. 4).

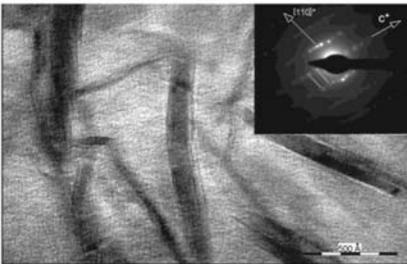
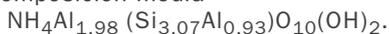


fig 4. Imagen textural de TEM de los productos sólidos de la reacción 1 tras 30 días de reacción.

Los análisis puntuales indican una composición media



CONCLUSIÓN

La tobelita sintetizada a 200°C y 15 MPa muestra algunas diferencias con las tobelitas sintetizadas a mayores presiones y temperaturas.

- Parámetros reticulares ligeramente superiores ($c=10.556$ Å y $\beta=101.41^\circ$).
- La composición química de nuestra tobelita muestra valores más altos en Si.
- La presencia de dos bandas en lugar de una, en los espectros de IR, correspondientes la banda de deformación de la molécula NH_4^+ , desdoblamiento que puede deberse bien a la presencia de dos poblaciones de tobelita con distinta frecuencia de vibración de N-H, o a la presencia de dos tipos estructuralmente diferentes de grupos de

NH_4 en la interlámina.

AGRADECIMIENTOS

A M.M. Abad por su contribución en la obtención de los datos de TEM/AEM. Este estudio ha sido financiado por el proyecto CGL2009- 08186 (Ministerio de Ciencia y Tecnología) y por el Grupo de Investigación RNM-199.

REFERENCIAS

Eugster, H.P. and Muñoz, J. (1966): Ammonium micas: Possible sources of atmospheric ammonia and nitrogen. *Science*, 151, 683-686.

Hallan, M. y Eugster, H.P. (1976): Ammonium silicate stability relations. *Contrib. Mineral. Petrol.*, 57, 227-244.

Harlov, D.E., Andrut, M., Pöter, B. (2001): Characterisation of tobelite $(\text{NH}_4)\text{Al}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2$ and ND_4 -tobelite $(\text{ND}_4)\text{Al}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OD})_2$ using IR spectroscopy and Rietveld refinement of XRD spectra. *Phys. Chem. Miner.*, 28, 268-276.

Shigorova, T.A., Kotov, N.V., Kotel'nikova, Y.N., Shmakin, B.M., Frank-Kamenetskiy, V.A. (1981): Synthesis, diffractometry, and IR spectroscopy of micas in the series from muscovite to the ammonium analogue. *Geochem. Int.*, 18, 76-82.

Stoch, L., Sikora, V.S., Budek, L. (1980): A study of reactions of layer silicates with molten ammonium sulphate. Part I. Reactions of kaolinite, halloysite, muscovite and biotite with $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ at 350°C. *Mineral. Pol.*, 11, 61-79.

Sucha, V., Kraus, I., Madejova, J. (1994): Ammonium illite from anchimetamorphic shale associated with anthracite in the Zemplinicum of the Western Carpathians. *Clay Miner.*, 29, 369-377.

Voncken, J.H.L., Wevers, J.M.A.R., van der Erden, A.M.J., Boss, A., Jansen, J.B.H. (1987): Hydrothermal synthesis of tobelite, $\text{NH}_4\text{Al}_2\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{OH})_2$, from various starting materials and implications for its occurrence in nature. *Geol. Mijnbouw*, 66, 259-269.