

# Microdifracción de Rayos-X Aplicada a la Caracterización de Eflorescencias

/ ANTONIO ROMERO, ISABEL GONZÁLEZ DÍEZ, ADOLFO MIRAS

Dpto. Cristalografía, Mineralogía y Química Agrícola. Facultad de Química. Universidad de Sevilla (Spain)

## INTRODUCCIÓN

El drenaje ácido de minas (AMD) es uno de los principales problemas asociados a la minería de sulfuros metálicos. Las propuestas de prevención en los últimos años, están enfocadas al estudio de la mineralogía secundaria de las fases que pueden precipitar en las propias escombreras generando hardpans, sedimentos ocreos en cauces de los ríos y arroyos o como eflorescencias cuando las aguas superficiales se evaporan (Romero et al 2006). La caracterización de las eflorescencias y el conocimiento de las condiciones que favorecen su precipitación, es importante ya que pueden acumular elementos pesados.

La identificación de sulfatos es en general complicada ya que se trata de fases bastante inestables en las que el almacenamiento y preparación de las muestras puede afectar al grado de hidratación y además pueden existir fases accesorias de difícil identificación que incorporan elementos traza. En este trabajo se ha intentado realizar un avance en la caracterización de las eflorescencias mediante microdifracción de rayos-X ( $\mu$ DRX) y microscopía electrónica de barrido (SEM-EDX) en muestras de arroyos cercanos a la mina Peña de Hierro (Riotinto). El objetivo es estudiar la idoneidad de la  $\mu$ DRX para la identificación de estas fases minerales.

## METODOLOGÍA

En la época de estío se tomaron 5 muestras de eflorescencias de sulfatos en tres arroyos de la Mina Peña de Hierro (Y, C y F), con diferentes valores de pH y composición química. La preparación de las muestras para su estudio por difracción de rayos-X (método de polvo), puede conllevar modificaciones de las fases minerales. Esto hace que resulte difícil una buena

caracterización por éste método.

Las muestras se han estudiado por el método de polvo y por  $\mu$ DRX. En el primer caso se utilizó un difractorómetro Bruker D8 Advance A25, de rendija automática, radiación Cu K $\alpha$  y filtro de Ni, y se trabajó a 20 mA y 40 KV. Las muestras se analizaron con pasos de 0.03° y 0.1 s por paso entre 3 y 70°2 $\theta$ .

En el segundo caso, se usó un difractorómetro Bruker DIXCOVER D8, con anticátodo de Cu, espejos Göbel de tercera generación para haces paralelos y colimadores de foco puntual de 1 mm. Las muestras se irradiaron a ángulos de 20, 40 y 60 °2  $\theta$  durante 3 minutos. Los haces difractados se recogieron con un detector de área VANTEC-500 para su posterior integración.

Las muestras se estudiaron también por microscopía electrónica de barrido (SEM) obteniéndose análisis químicos mediante un detector EDX.

## RESULTADOS

Los arroyos de Peña del Hierro son un caso típico y muy avanzado de drenaje ácido de minas. Los más ácidos (Y y C) emanan al pie de las escombreras de tobas llegando a valores de pH de 0.6 y conductividad superior a 20 mS. Además tienen altas concentraciones de hierro (hasta 30g/l) y sulfatos (hasta 33g/l), y altos contenidos de elementos traza (72 mg/l de As, 0,85 mg/l de Cd, 26 mg/l Co, 160 mg/l de Cu, o 140 mg/l de Zn)

Los resultados de DRX indican que las eflorescencias precipitadas en el arroyo C son de coquimbita y en menor medida romboclasa y magnesiocopiapita. El arroyo Y está formado por magnesiocopiapita, pickeringita y coquimbita. El arroyo F está formado por szmolnoquita, magnesiocopiapita y pickeringita.

En el estudio por  $\mu$ DRX de los precipitados amarillos (muestra Y1) se ha identificado magnesiocopiapita, en los de color blanco predomina la coquimbita y los hábitos fibrosos son de pickeringita (Figs 1, 2). En cambio en el arroyo C el color amarillo se corresponde con romboclasa (Figs. 2, 3).

El estudio por SEM-EDX de los fragmentos seleccionados corrobora los resultados obtenidos. En el arroyo C coquimbita (Fig 4) y romboclasa (Fig. 5), mientras que en el arroyo Y, magnesiocopiapita (Fig. 6) y pickeringita (Fig. 7).

En el arroyo F, los precipitados amarillos son de magnesiocopiapita, mientras que los blancos son de szmolnoquita. Estos minerales también se han podido diferenciar por SEM-EDX (Fig.8).

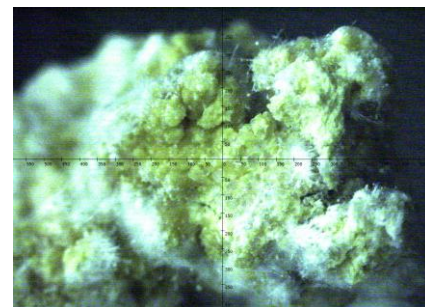


fig 1. Muestra Y1 de magnesiocopiapita y zona sobre la que se hace el estudio por  $\mu$ DRX.



fig 3. Muestra C2 de coquimbita (en blanco) y romboclasa (en amarillo) y zona donde se hace el estudio por  $\mu$ DRX.

**palabras clave:** Microdifracción eflorescencias, caracterización

**key words:** microdiffraction, efflorescences, characterization

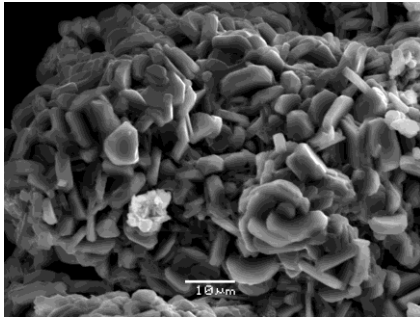


fig 4. Coquimbite vista medianter SEM

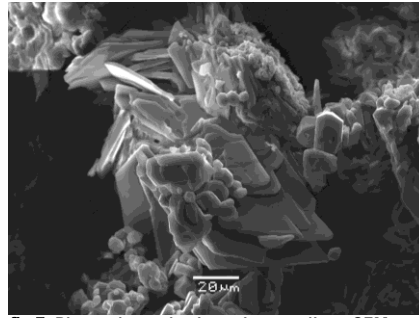


fig 5. Placas de romboclasa vista mediante SEM

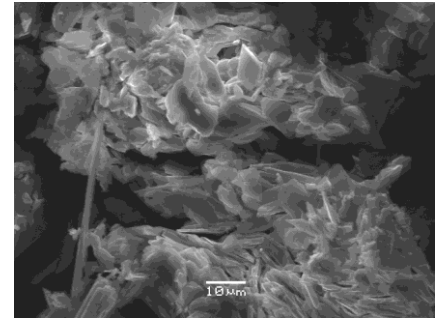


fig 6. Cristales monoclinicos de magnesiocopiapita vistos mediante SEM.

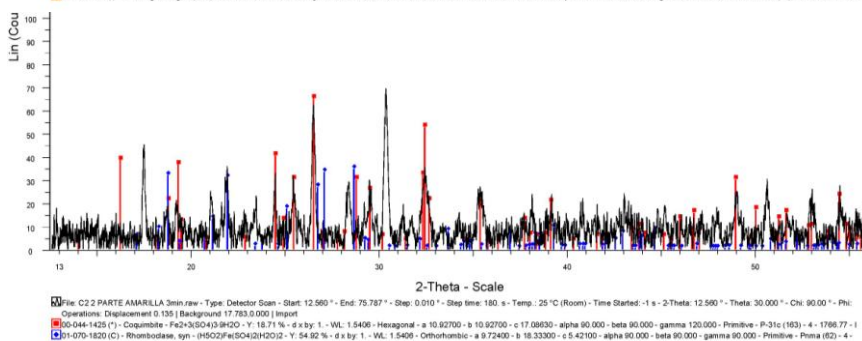
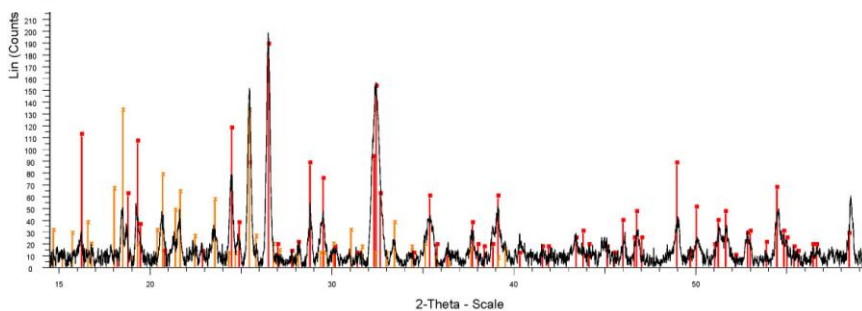
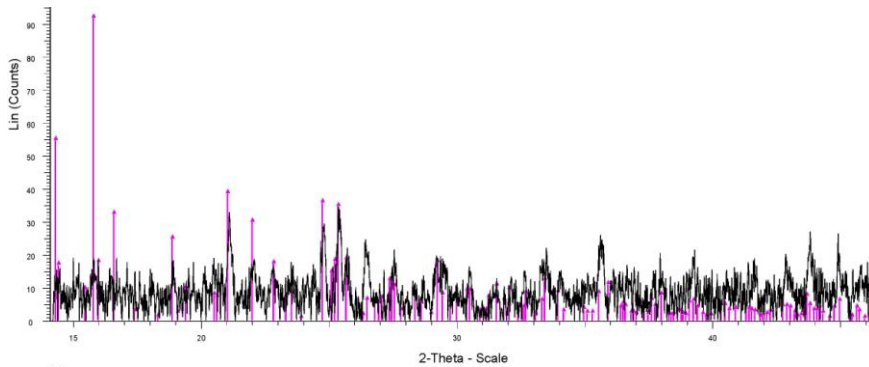


fig 2. Ejemplos de diagramas de µDRX de las muestras Y1, Y2 y C1. La mineralogía resultante es de magnesiocopiapita (Y1); coquimbite y pickeringita (Y2) y coquimbite con romboclasa (C1).

## REFERENCIAS

Romero, A., González, I., Galán, E. (2006): *The Role of Efflorescent Sulphates in the Storage of Trace Elements in Stream Waters Polluted by Acid Mine-Drainage: the Case of Peña del Hierro, Southwestern Spain. Can. Min., 44, 1431-1446*

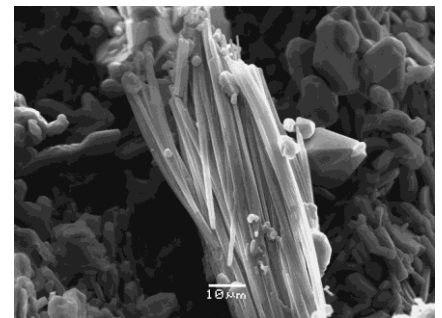


fig 7. Cristales fibrosos de pickeringita sobre coquimbite.

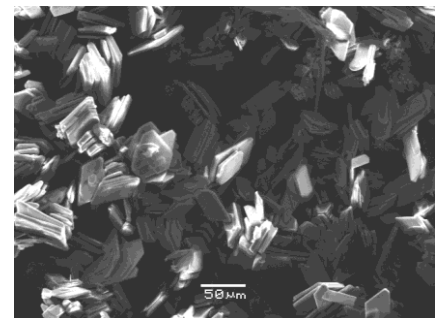


fig 8. Cristales de szomolnokita en la muestra F.

## CONCLUSIONES

El estudio por µDRX permite saber en qué punto realmente se está realizando el análisis lo que resulta una gran ventaja para poder diferenciar sales similares de *visu* como romboclasa o magnesiocopiapita, que en ambos casos pueden presentar colores amarillos. Además, no se modifica el estado de hidratación de la muestra durante la preparación.

Esta técnica presenta como desventaja que es difícil obtener resultados para ángulos bajos (<10 °2θ).

## AGRADECIMIENTOS

Este trabajo se ha desarrollado parcialmente con fondos del Proyecto de Excelencia de la Junta de Andalucía P09-RNM-5163 en los laboratorios de rayos-X y Microscopía de los Servicios Generales de Investigación de la Universidad de Sevilla (CITIUS)