
CARACTERISTICAS MINERALOGICAS DE LA FRACCION INFERIOR A DOS MICRAS DE ALGUNAS ARCILLAS DE LA SABANA DE BOGOTA

Julia Rubio de Cubides

Departamento de Química, Universidad Nacional, Bogotá.

SUMARIO

Se realizó el estudio mineralógico de tres muestras de arcilla correspondientes a dos depósitos de la sabana de Bogotá.

Las técnicas de identificación empleadas fueron difracción de rayos X, métodos térmicos (A.T.D., T.G y T.G.D.), espectroscopía I.R y microscopía electrónica.

El mineral predominante en la arcilla de los yacimientos es la caolinita, con cantidades variables de illita y pequeñas cantidades de esmectita. También está presente el cuarzo, pero no se detectaron feldespatos.

La caolinita es predominante pseudomonoclínica (tipo fire-clay), según se dedujo de la relación de las bandas 3695 cm^{-1} y 3625 cm^{-1} por I.R., con orientación al azar.

Los índices de Hinckley y los efectos endotérmicos D.T.A. por abajo de 554°C ratificaron la baja cristalinidad de estas caolinitas.

La morfología de las partículas se presenta pseudohexagonal en las microfotografías electrónicas.

ABSTRACT

The mineralogical study of three samples of clays corresponding to two deposits of the Sabana de Bogotá (Colombia) was carried out. The identification techniques used have been X-ray diffraction, thermic methods (D.T.A., T.G. and D.T.G.), infrared spectroscopy and transmission electron microscopy. Kaolinite was the main component in the clay fraction of all the samples of the two deposits with variable amount of illite (clay mica) and sometimes small amounts of smectite. Also quartz

was present but feldspars were detected. This kaolinite was predominantly pseudo-monoclinic (fire-clay type) as deduced from a low intensity ratio between the bands at 3695 cm^{-1} y 3620 cm^{-1} in I. R. spectra of specimens at random orientation. Determination of the Hinckley index and the presence of endothermal D. T. A. effect below 554°C ratified the low crystallinity of these kaolinites. Particle morphology was predominantly pseudo-hexagonal in transmission electron microphotographs.

INTRODUCCION

En desarrollo del proyecto de investigación de arcillas que se lleva a cabo en el Departamento de Química de la Universidad Nacional, se realiza en este trabajo el estudio mineralógico de la fracción menor de dos micras de muestras representativas de dos yacimientos de arcillas de la Sabana de Bogotá, situados dentro de dos formaciones estratigráficas diferentes denominadas formación Tilatá y formación Sabana.

La estratigrafía de la Sabana de Bogotá fue estudiada por Hubach(1), quien la describe como una cuenca terciaria compleja en donde asoman formaciones que van desde el cenomaniano superior hasta el pleistoceno reciente. Dentro de estas formaciones están la formación Tilatá y la formación Sabana. La formación Tilatá está ubicada en las regiones marginales y valles un poco más altos que la propia planicie de la Sabana y es una formación que se halla en capas horizontales formadas alternativamente de gredas, arenas y cascajos con intercalaciones de caolín y con unos 100 metros de espesor visibles.

La formación Sabana se trata de depósitos lacustres distribuidos en toda la planicie y en los valles que desembocan en ella como también en algunos cerros bajos.

PARTE EXPERIMENTAL

Descripción de las muestras

Muestra No. 1. Tomada a medio kilómetro de Chocontá, por la carretera a Guateque. Es una formación que presenta facies lenticulares arcillosas, conglomeráticas y algunas limolíticas, en general blancuzcas con algunos planos rojos. Son notorias algunas facies de canal. Pertenece esta muestra a la formación Tilatá.

Muestra No. 2. Extraída más o menos a dos kilómetros al noreste de Chocontá. Es un yacimiento de la misma formación anterior y suministra materia prima a una pequeña ladrillera. Es una arcilla abigarrada, moteada de amarillo y rojo, algo limolítica.

Muestra No. 3. Representativa de un yacimiento que suministra materia prima a la "Ladrillera Alemana", situada sobre la margen oriental de la carretera que conduce a Usme a uno y medio kilómetros de la cárcel de La Picota. Es un material uniforme, blanquecino y con algunos tintes negros. La formación estratigráfica a que pertenece es la formación Sabana.

Preparación de las muestras

Las muestras representativas del material tomado del depósito, se secaron al aire, se trituraron con martillo y rodillo de madera y se pasaron luego a través de un tamiz de 2 mm. Se dispersaron 100 g de esta fracción en 4 litros de agua desionizada, previa adición de hexametáfosfato sódico y fuerte agitación mecánica. Se procedió a separar la fracción de diámetro esférico equivalente a menos de 2 micras (fracción arcilla) por sedimentación controlada (2).

Métodos de estudio y equipo utilizado

Se emplearon como técnicas de identificación:

a. Difracción de rayos X. Se utilizó fue un difractómetro Philips tipo PW 1130/00 congoniómetro automático PW 1050/25, contador proporcional PW 1965/30, de amplificador y registro gráfico del tipo PM 8000. Las condiciones de excitación utilizada fueron de 40 kilovoltios y 40 miliamperios. Otras condiciones fueron las siguientes:

Tubo de cobre
Radiación $K\alpha$ del Cu ($K\alpha = 1.5419 \text{ \AA}$).
Filtro: Ni
Ranura de divergencia 1° .
Ranura de recepción 0.2° .
Ranura de dispersión 1° .
Velocidad de exploración $2^\circ/\text{min}$.
Velocidad del papel 20 mm/min .
Constante de tiempo -1 seg.

Las muestras se estudiaron en las condiciones siguientes:

- a. Polvo fracción menor de 2 mm.
- b. Polvo fracción menor de 2 micras.
- c. Agregado orientado seco al aire.
- d. Agregado orientado seco a 105°C durante 8 horas.
- e. Agregado orientado tratado con glicerina.
- f. Agregado orientado calentado a 500°C durante 3 horas. (Brown G. 1961).

b. Métodos térmicos. Los análisis termogravimétricos, térmico diferencial y diferencial termogravimétrico, se llevaron a cabo en una termobalanza de la casa comercial CHIO tipo TRDA₃ - H con registro acoplado. Este aparato permite hacer la determinación simultánea de termogravimetría (TG), termogravimetría diferencial (TGD) y análisis térmico diferencial (ATD) en un sólo proceso y con la misma muestra.

Las condiciones operativas fueron:

Corriente de aire.
Velocidad de calentamiento, 10°C/min .

Los ensayos se realizaron en crisoles de platino con muestras iniciales de aproximadamente 200 mgrs., utilizando alúmina calcinada como muestra patrón de ATD.

c. Espectroscopía de absorción infrarroja. Los espectros de absorción infrarroja se obtuvieron empleando como célula de absorción comprimidos de KBr. Aproximadamente 1,5 mgrs de la fracción arcilla se diluyeron en 300 mgrs de KBr. El registro se realizó en un espectrofotómetro Perkin-Elmer modelo 225 de doble haz que cubre la región espectral entre $4000 - 200 \text{ cm}^{-1}$.

d. Microscopía electrónica. Las muestras fueron examinadas en un microscopio electrónico Philips M. E. 300 por transmisión directa empleando suspensiones muy diluidas y despersadas mediante ultrasonido.

RESULTADOS Y DISCUSION

Difracción de Rayos X

Los difractogramas hechos al polvo de la fracción menor de 2 mm., nos muestran que el mineral arcilloso predominante en las muestras es la caolinita, ya que en estos difractogramas están presente reflexiones a 7.1, 3,5 y 1,49 Å típicas de dicho mineral. La impureza predominante es el cuarzo con las reflexiones características a 4,26, 3,34, 2,45, 2,28, 2,12, 1,98 y 1,81 Å.

a. Muestra No. 1 (Fig. 1)

El difractograma en *polvo desorientado* de la fracción menor de 2 micras si se compara con el de la fracción menor de 2 mm, nos muestra que las reflexiones de la caolinita se han incrementado, mientras que las de cuarzo han disminuido en intensidad debido a la menor proporción de este mineral en la fracción arcilla. De la caolinita tenemos las reflexiones 7,15, 4,46, 3,56, 2,56, 2,55, 2,49, 2,38, 2,33, 2,11, 1,53 y 1,48 Å. Junto al mineral caolínítico se presentan reflexiones que nos muestran presencia de illita, como son las correspondientes a los espaciados de 10, 4,95, 4,48, 3,33 y 2,51 Å. En el difractograma de *agregado orientado seco al aire* vemos las reflexiones basales tanto de la caolinita como de la illita se han reforzado si las comparamos con las mismas reflexiones en la fracción menor de 2 micras polvo. De la caolinita se hacen manifiestas las reflexiones 7,15 (001), 3,57 (002) 2,38 (003), 1,78 (004) y de la illita 10 (002) 4,9 (004) y 3,33 (008).

El difractograma del *agregado orientado calentado a 105°C* presenta más simétrica y aguda la banda correspondiente a la primera reflexión de la illita, comparada con la anterior. Las demás reflexiones no sufren modificación con este tratamiento.

En el *agregado orientado con glicerina* el difractograma presenta la reflexión basal de la illita a 10 Å más simétrica si se compara con el agregado orientado seco al aire y aparece una pequeña reflexión alrededor de 6° (14,7 Å) característica de esmectita.

En el *agregado orientado calentado a 500°C* el difractograma nos muestra que han desaparecido los picos correspondientes a la caolinita intensificándose los de la illita debido a que esa temperatura hay destrucción de la red de los minerales caolíníticos como consecuencia de los grupos OH en coordinación octaédrica. El efecto de la illita es muy asimétrico hacia ángulos bajos lo cual indica que junto a la illita hay un mineral de tipo esmectítico.

b. Muestra No. 2 (Fig 2).

En el diagrama en *polvo de la fracción menor de 2 micras*, al compararlo con el de fracción menor de 2 milímetros, se ve que han aumentado las intensidades de las reflexiones debidas a la caolinita como en las correspondientes a 7,15, 4,48, 3,57, 2,56, 2,50, 2,38, 2,33, 2,17 y 1,48 Å, como consecuencia de la mayor proporción de este mineral en la fracción menor de 2 micras. También en este diagrama se pone en evidencia una reflexión característica de la illita como es la correspondientes al espaciado 10 Å y posiblemente la 3,33 atribuida anteriormente al cuarzo. Las reflexiones características del cuarzo se presentan en menor intensidad por haber disminuido su proporción respecto al polvo total.

El *agregado orientado seco al aire* da un diagrama que comparado con el diagrama de la fracción arcilla, polvo, vemos que se han reforzado las reflexiones basales de la caolinita correspondientes a los espaciados 7,15 (001), 3,55 (002), 2,38 (003) y 1,78 (004). Se refuerzan también las reflexiones correspondientes a los espaciados basales de la illita 10 (002), 4,97 (004), 3,33 (006) y 1,99 Å.

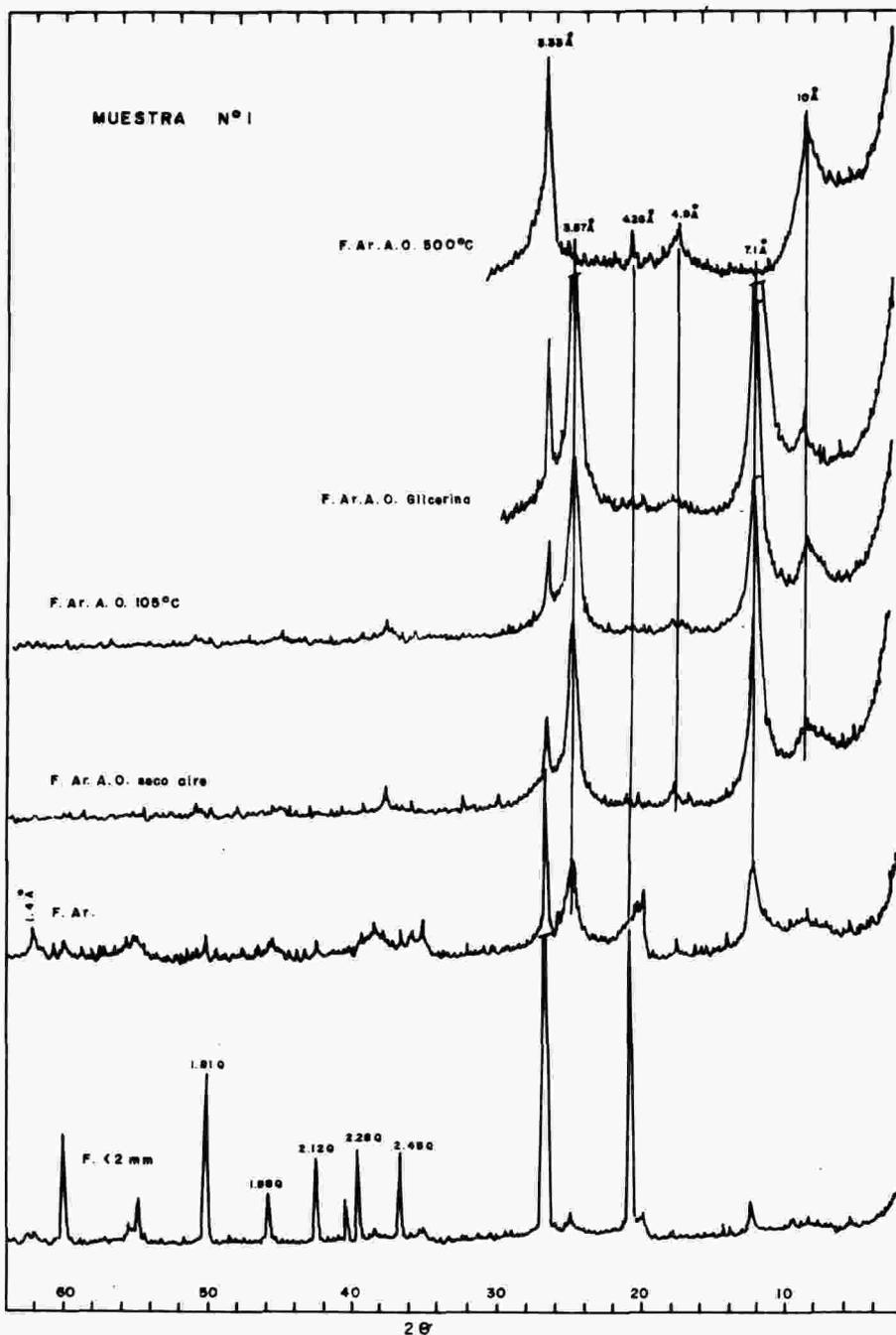


FIGURA 1. Diagrama de difracción de Rayos X de la muestra #1 con diferentes tratamientos.

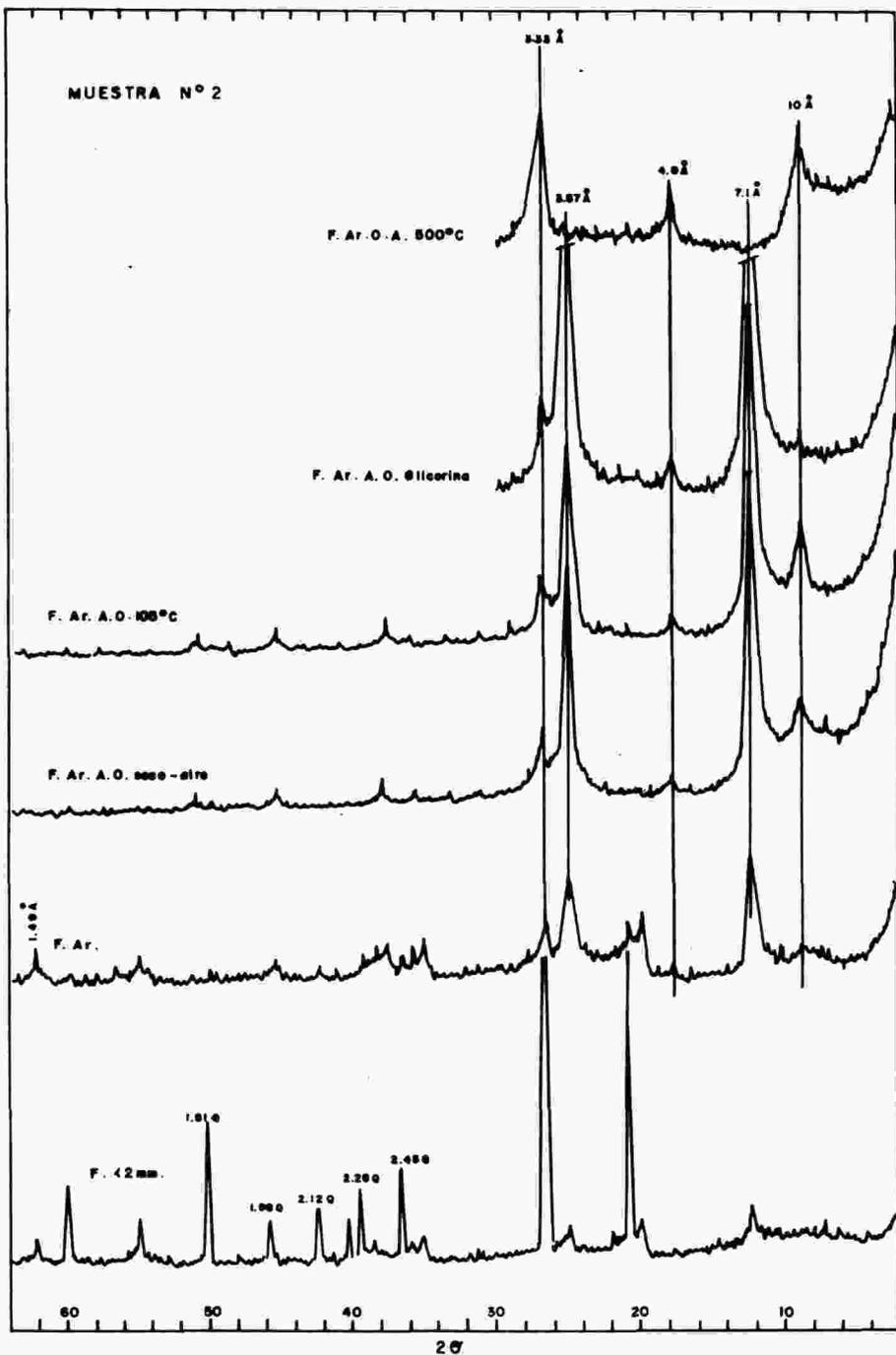


FIGURA 2. Diagrama de difracción de Rayos X de la muestra # 2 con diferentes tratamientos.

En el diagrama de *agregado orientado calentado a 105°C* con respecto al agregado orientado seco al aire se ha hecho más simétrica y aguda la reflexión correspondiente a la illita a 10 \AA , puesto que disminuye principalmente la cola que dicha reflexión tiene a bajos ángulos en el agregado orientado.

El agregado orientado con glicerina da un diagrama en donde disminuye la reflexión de la illita comparada con la del agregado orientado y no aparecen efectos bien definidos a ángulos bajos, aunque parece que hay un material de tipo esmectítico en pequeñas cantidades que no se hace ostensible en una banda bien definida.

Para el *agregado orientado calentado a 500°C* se obtiene un difractograma que comparado con los anteriores vemos que se han eliminado las reflexiones características de la caolinita por destrucción de la red. Aparecen nuevamente bien definidas las reflexiones de los espaciados de $10,0, 4,9, \text{ y } 3,3 \text{ \AA}$ de la illita. La primera reflexión de la illita no es simétrica presentando una cola a bajos ángulos.

También hay cuarzo como impureza pero en menor proporción que en la primera muestra.

c. Muestra No. 3 (Fig. 3).

La fracción menor de 2 micras con respecto a la fracción menor de 2 mm dá un difractograma en que las reflexiones en éste son más intensas como son las de $7,1, 3,5 \text{ y } 1,49 \text{ \AA}$ debido a la mayor proporción de caolinita en la muestra. El cuarzo como impureza se manifiesta con las reflexiones $4,26, 3,34 \text{ \AA}$ y otras de menor intensidad.

En el agregado orientado seco al aire, como en las muestras anteriores se refuerzan todas las reflexiones basales de la caolinita como son las $7,15 (001), 3,55 (002), 2,37 \text{ y } 1,78 \text{ \AA}$ cuando comparamos este difractograma con polvo menor de 2 micras. Hay una reflexión ancha y no bien definida cuyo máximo está alrededor de $8,8^\circ(2\theta)$ que se atribuye a illita y esmectita.

En el difractograma del *agregado orientado calentado a 105°C comparado con el diagrama anterior* se observa que la reflexión a $8,8^\circ (2\theta)$ se hace mucho más simétrica, más aguda y mejor definida. También se manifiesta en este difractograma la reflexión $4,99 (004)$ de la illita.

El diagrama del *agregado orientado con glicerina* comparado con el de agregado orientado, muestra un desdoblamiento de la banda ancha en ángulos bajos, en dos bandas; una que permanece a $8,8^\circ$ atribuida a la illita mientras que aparece una segunda banda en un máximo a 18 \AA típico de esmectita. Las reflexiones de los otros minerales no sufren modificación con dicho tratamiento.

El *agregado orientado calentado a 500°C* marca un diagrama en donde se ha eliminado las reflexiones características de la caolinita por destrucción de la red a esa temperatura. También se ha intensificado la reflexión basal de la illita a 10 \AA debido a la deshidratación de la montmorillonita o la esmectita anhidra cuya reflexión se superpone a la illita. Dicha reflexión es mucho más simétrica que la misma presentada en la primera y segunda muestra, teniendo una cola muy pequeña a ángulos bajos.

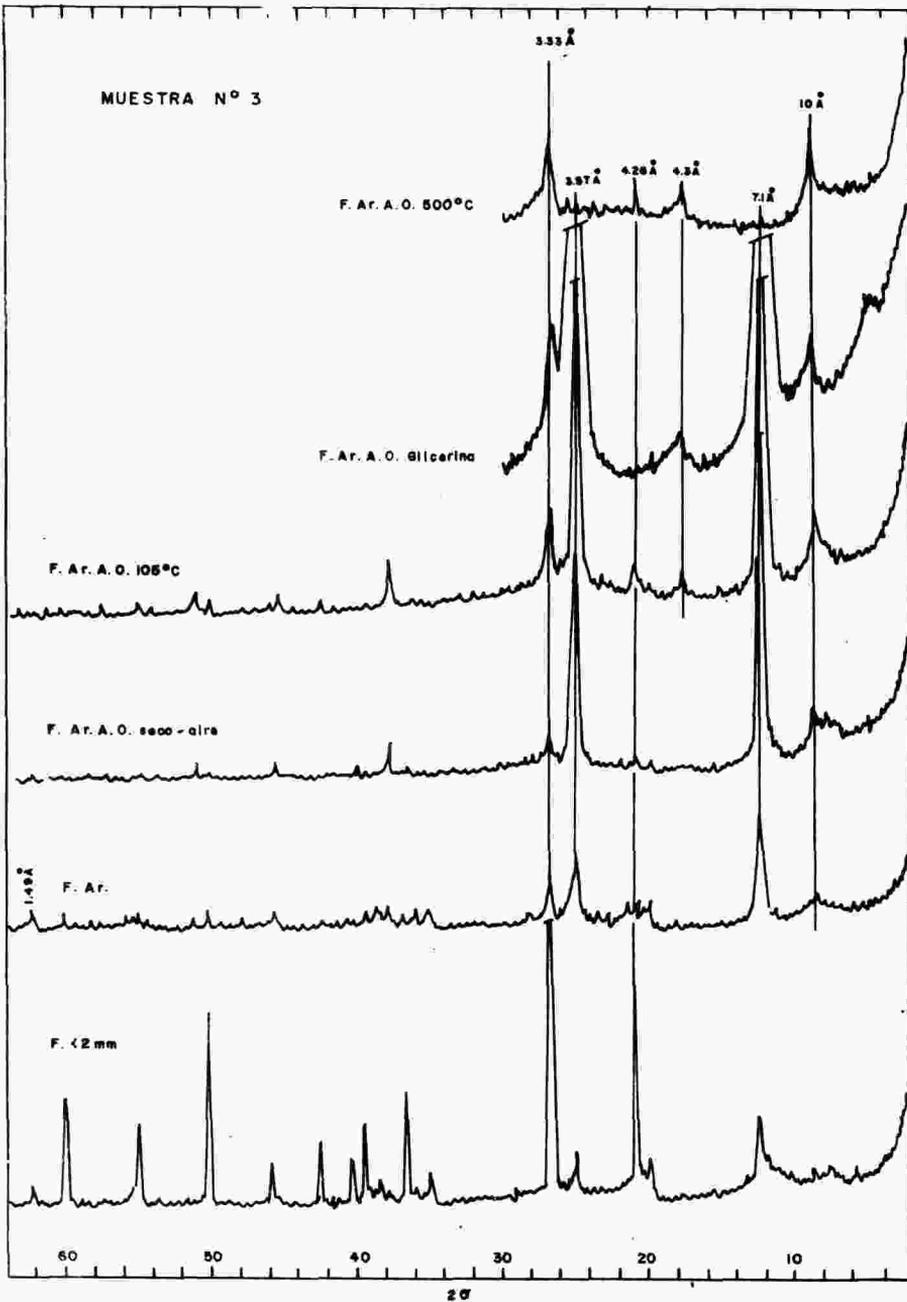


FIGURA 3. Diagrama de difracción de Rayos X de la muestra # 3 con diferentes tratamientos.

Métodos térmicos

a. Análisis térmicos diferencial

Como podemos ver en las figuras 4, 5 y 6 se manifiestan en todos los termogramas los picos característicos de la caolinita como son los de deshidroxilación en la región entre 500 y 700°C y el pico exotérmico o pico de formación de nuevos compuestos alrededor de 1000°C. Las diferencias en las temperaturas de deshidroxilación ocurren debido a las diferencias de cristalinidad que presentan los minerales arcillosos (3).

Muestra No. 1. El pico endotérmico de pérdida de agua reticular tiene su máximo a 520°C y el exotérmico a 934°C.

Muestra No. 2 El pico endotérmico de deshidroxilación tiene un máximo a 525°C y el exotérmico a 922°C.

Muestra No. 3. El pico endotérmico de deshidroxilación con un máximo de 544°C y el exotérmico a 930°C.

Si tenemos en cuenta el concepto de Mackenzie (3) sobre el pico endotérmico de deshidroxilación, podemos juzgar que de todas las muestras la caolinita menor cristalizada es la No. 3. Parece indicar por la temperatura a la cual presentan todos los efectos endotérmicos de pérdida de agua reticular de todas las muestras, que se tratan de caolinitas monoclinicas desordenadas. Todas las muestras presentan un primer efecto endotérmico a bajas temperaturas entre 98 y 105°C debido al agua de hidratación que contienen.

El pico exotérmico a altas temperaturas en todas las muestras está afectado por impurezas asociadas fuertemente a las partículas, lo cual hace que se ensanche y se reduzca notablemente el tamaño de dicho efecto (4).

b. Análisis termogravimétrico

Las pérdidas de agua por calentamiento se presentan en las gráficas 4, 5 y 6 y se resumen los datos en la Tabla No. 1

Tabla No. 1
PERDIDA DE AGUA POR CALENTAMIENTO EN LA FRACCION MENOR
DE 2 MICRAS EN LAS ARCILLAS

Muestra No.	o/o Pérdida 20 – 300°C	o/o Pérdida 300 – 700°C	Pérdida Total o/o
1	3,4	9,0	12,4
2	2,9	9,2	12,1
3	1,0	9,5	10,5

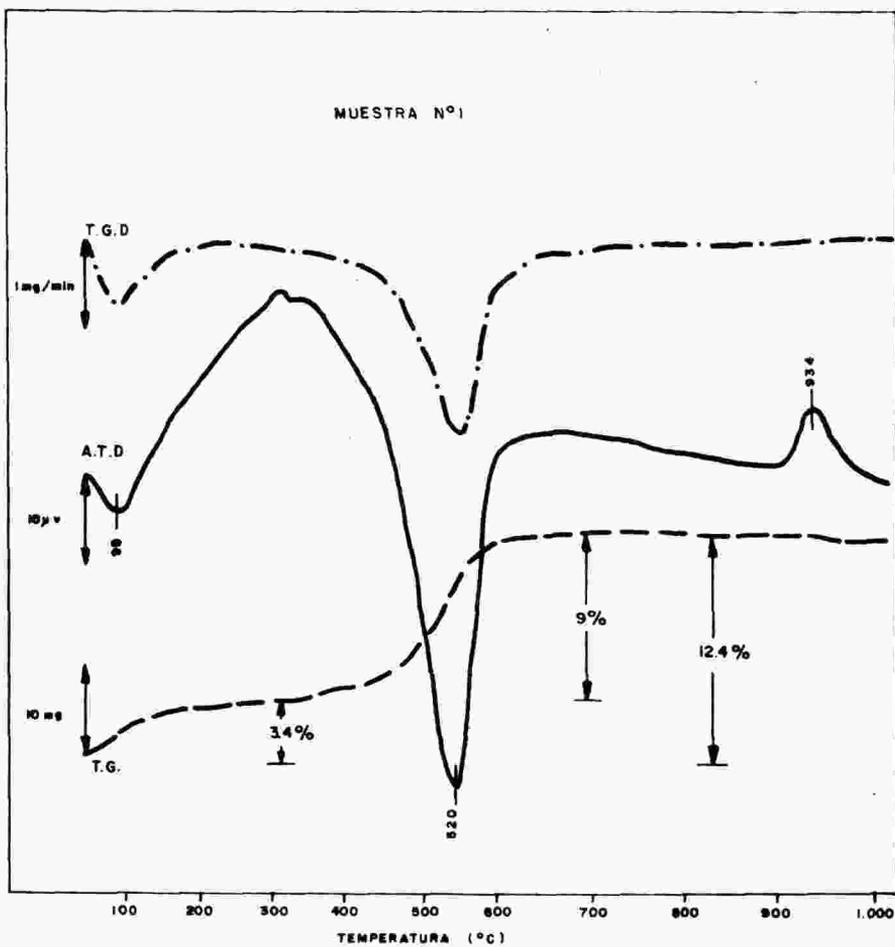


FIGURA 4. Diagrama de T.G.D., A.T.D. y T.G. de la arcilla # 1

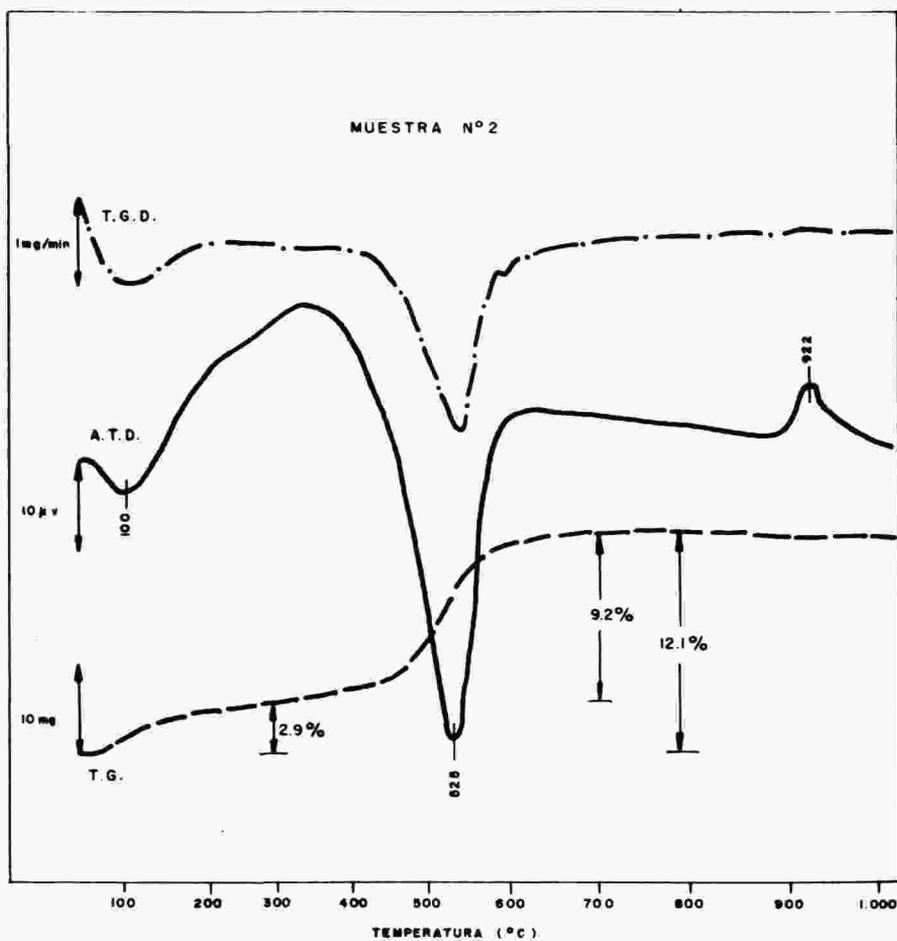


FIGURA 5. Diagrama de T.G.D., A.T.D. y T.G. de la arcilla # 2

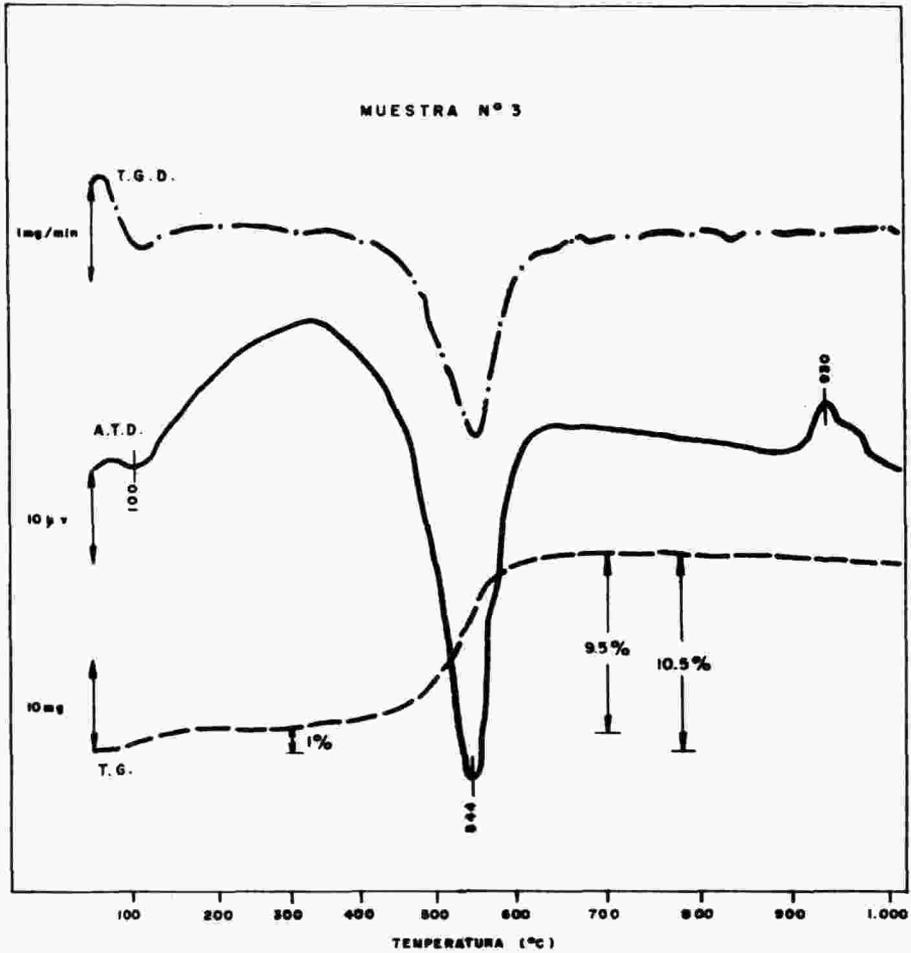


FIGURA 6. Diagrama de T.G.D., A.T.D. y T.G. de la arcilla # 3

La pérdida de agua hasta 300°C varía entre 1 hasta 3,4%, pérdidas que en las muestras No. 1 y No. 2 son muy superiores a una caolinita para lo cual se confirma que estas muestras contienen material ílítico y algunas veces esmectítico.

Entre 300–700°C en general todas las muestras presentan una pérdida menor que la caolinita pura, confirmando la presencia de illita y esmectita puestas de manifiesto por rayos X. Por encima de 700°C ninguna muestra presenta pérdida de agua.

En todos los termogramas, se presentó una banda exotérmica ancha con un máximo alrededor de 340°C, banda que no es típica de esta clase de materiales arcillosos; tal efecto se pudo demostrar que dependía de un defecto del crisol o portamuestras del aparato.

Espectroscopía de absorción infrarroja (Figs. 8 y 9).

Los espectros de todas las muestras son característicos de caolinita ya que presentan las bandas típicas de dicho material, como son las correspondientes a 3,620, 3.650 cm^{-1} debidas a vibraciones de tensión de los grupos OH de los minerales caoliniticos. En la región del espectro entre 1.200 y 300 cm^{-1} aparecen unas bandas a 1.100, 1.030 debidas a las vibraciones de tensión Si–O. En todas las muestras aparecen bandas alrededor de 912, 748, 696, 536, 484 y 428 cm^{-1} Farmer (5), todas bastante intensas atribuidas a minerales de red tipo 1:1. En las tres muestras se observa el doblete a 798 y 778 cm^{-1} típico del cuarzo.

La banda a 1.640 cm^{-1} se debe principalmente al agua retenida por las muestras.

Microscopía electrónica de transmisión

En las figuras 9, 10 y 11 encontramos las microfotografías de transmisión de las muestras. En todas ellas pueden verse cristales de hábito hexagonal y pseudo-hexagonal de caolinita. También se observan algunas formas de illita (6).

Cristalinidad

En el estudio de las caolinitas por espectroscopía infrarroja se encuentran trabajos en donde se describen métodos comparativos de intensidades de bandas para tratar de ver la cristalinidad de las muestras estudiadas.

En el caso del trabajo de Parker (7), en donde se determinan las relaciones de las bandas en las absorbancias a 3,695 cm^{-1} y 3.625 cm^{-1} , teniendo en cuenta que dichas bandas de absorción son típicas de la caolinita y siempre se presentan bien definidas dependiendo de la naturaleza, de la forma de las partículas y del ángulo de incidencia de la radiación. En el presente trabajo se midieron dichas bandas con ángulos de incidencia de la radiación de 45 grados y sobre pastillas preparadas con bromuro de potasio. Con el objeto de poder tener datos comparativos se hizo también una pastilla con un caolín bien cristalizado como es el caolín Lage (España—, en las mismas condiciones de las muestras ensayadas. Los resultados de tales relaciones son las siguientes:

Muestra	Angulo de incidencia 45 grados Relación de altura de bandas
Caolín Lage	
1	1,148
2	1,041
3	0,948
	1,109

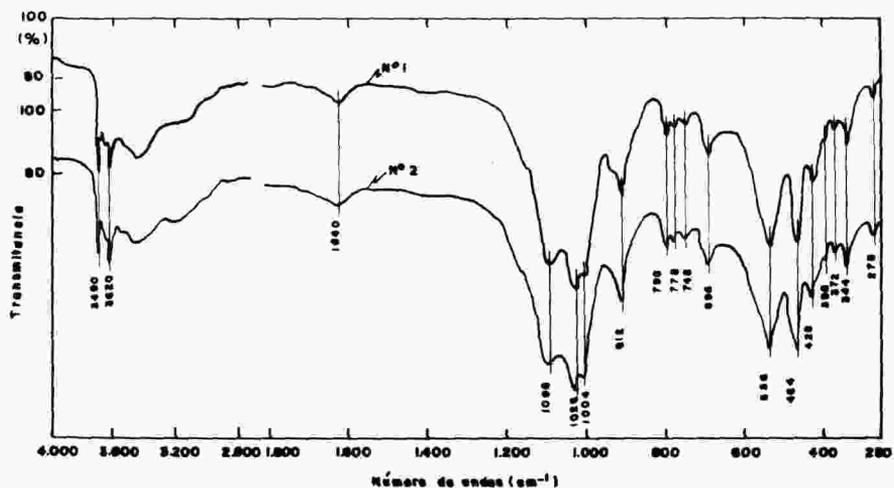


FIGURA 7. Espectros de absorción Infrarroja de las arcillas #1 y #2

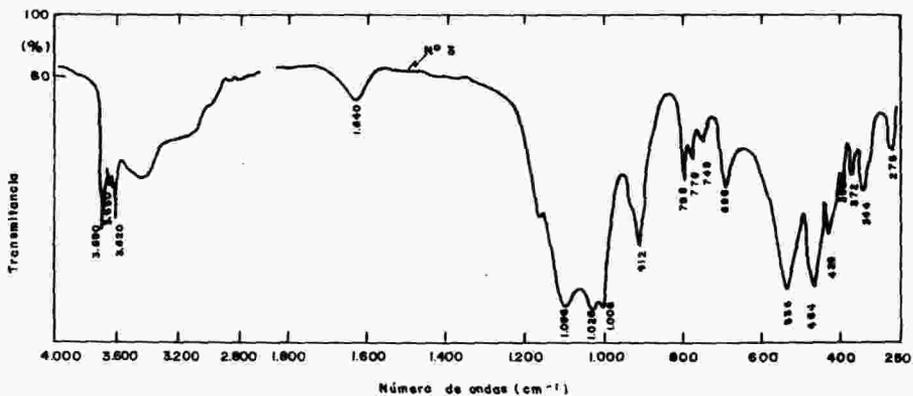
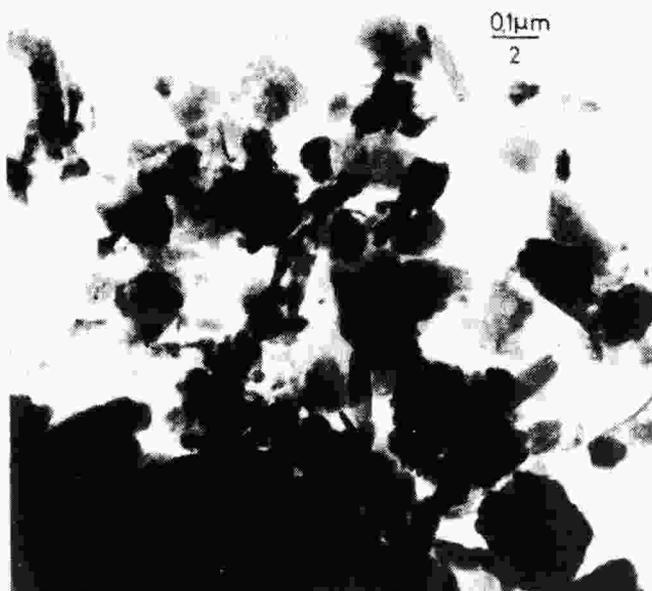
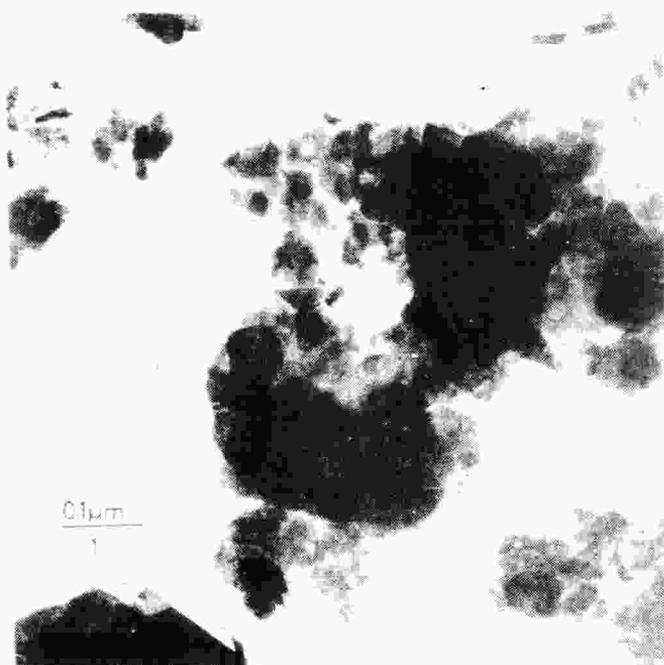
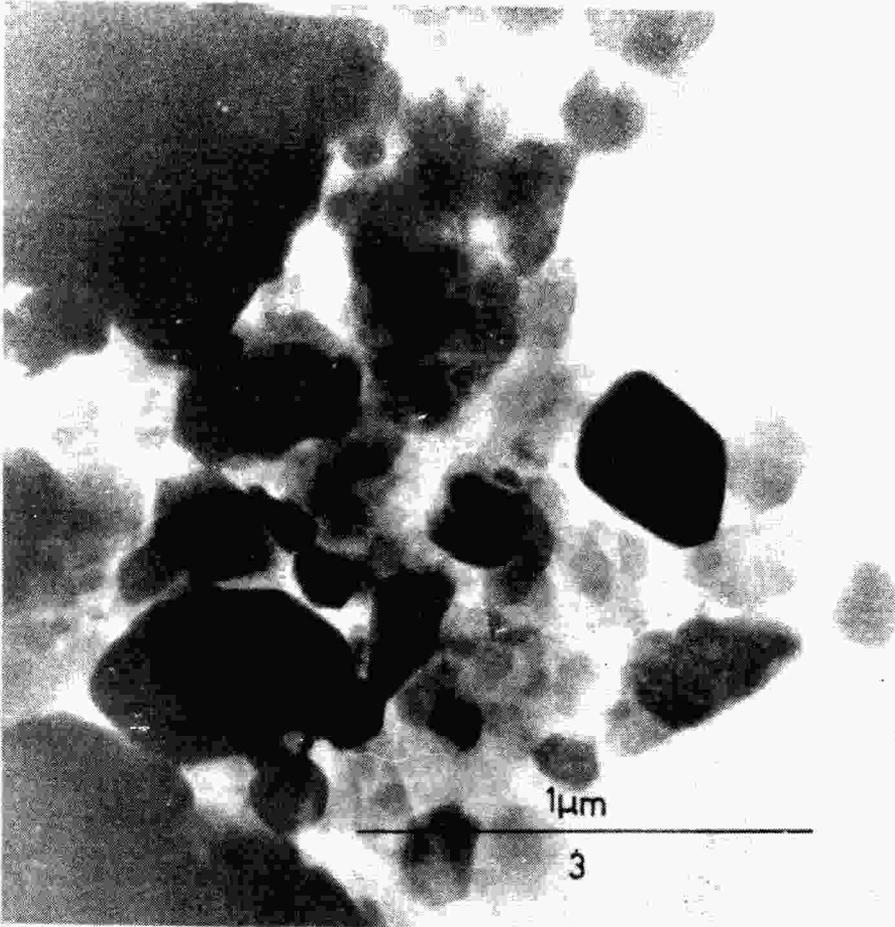


FIGURA 8. Espectro de absorción Infrarroja de la arcilla #3





También a través de estudios por rayos X, Hinckley (8) presenta valores de grado de cristalinidad de muestras de caolines midiendo bandas de difracción características del caolín. A los caolines de la Sabana de Bogotá se les determinaron también las relaciones entre las bandas de difracción a $20,4^{\circ}$ ($1\bar{1}0$) y $21,3^{\circ}$ (111) y se compararon con la misma relación del patrón de caolín Lage en las mismas condiciones. Los difractogramas se hicieron sobre polvo de las muestras por triplicado utilizando el método descrito por Bates and Hinckley (9) que consiste en dar una relación de alturas de los picos $1\bar{1}0$ y 111 sobre una línea trazada atravesando los puntos finales de los picos 020 ($19,9^{\circ}$) y $1\bar{1}0$ ($20,4^{\circ}$) hasta aproximadamente 22° . Estas alturas sumadas y divididas por la altura total del pico $1\bar{1}0$, da una medida de intensidad, relación que Hinckley llama índice de cristalinidad. En la siguiente tabla se dan los datos encontrados para el patrón y las muestras estudiadas.

Muestra No.	Índice de Hinckley
Caolín Lage	1,13
1	0,38
2	0,38
3	0,89

Según estos resultados obtenidos, la muestra No. 3 es la que presenta mejor cristalinidad, estando también de acuerdo con el índice obtenido por espectroscopia infrarroja.

BIBLIOGRAFIA

1. E. Hubach, Bol. Geol., Vol. V, No. 2 (Instituto Geológico Nacional), Bogotá, 1957.
2. M. L. Jackson, "Soil Chemical Analysis Advanced Course", University of Wisconsin, Dpt. of Soil Madison 6, Wis, 1956.
3. R.C. Mackenzie, "Differential thermal analysis", Vol. 1, Cap/18, Academic Press, London-New York, 1970.
4. S. Cailleres and S. Henin, Annis. Agron., 17, 23 (1947).
5. V. C. Farmer, "The infrared spectra of mineral", 1974.
6. H.H.W. van der Marel, Beutelspacher, "Atlas of electron microscopy of clay minerals", Mineral Soc. (clays mineral group), London, 1961.
7. T.W. Parker, "A Classification of kaolinites by infrared spectroscopy", 1969.
8. D.N. Hinckley, "Variability in crystallinity values among the kaolin deposits of the coastal plain inf Georgia and South Caroline", 1963.
9. T. F. Bates and D. N. Hinckley, "Mineralogy and petrology of the kaolin clays of the Piedmont and Coastal plain regions of southerestern United States: Progress Report, 1 June, 1958 - 1 June 1959, The Pennsylvania State University, University Park, Pa., 1959.

Agradecimientos:

Este trabajo se realizó en el Instituto de Edafología del Consejo Superior de Investigaciones Científicas de Madrid, España, mediante financiación del Ministerio de Educación Español, a través del Programa de Cooperación Internacional con Iberoamérica. Agradezco, también, la dirección efectiva y continua de los profesores de investigación, Drs. José García Vicente y Pascual Covadonga Rodríguez. Así mismo, doy mis agradecimientos a la Universidad Nacional de Colombia, quien me dio la oportunidad de dedicar mi año sin carga docente específica al desarrollo del presente trabajo.