



DEPARTAMENTO DE ESTRATIGRAFIA
FACULTAD DE CIENCIAS GEOLOGICAS
UNIVERSIDAD COMPLUTENSE
28040 MADRID

TELS.: 544 66 25
243 58 56
244 03 79
TELEX: UCGEO-41798
TELEFAX: 24391 62

ANALISIS MINERALOGICO MEDIANTE DIFRACCION DE RAYOS-X.

Se ha realizado el análisis mediante difracción de rayos-X de 6 muestras, pertenecientes a la Hoja de Herrera de Pisuergra (17-9).

Metodologicamente, se han seguido las siguientes etapas analíticas:

A). Preparación de las muestras.

Se han tomado 100 gramos de la muestra y se han triturado hasta un tamaño inferior a los 2 mm. Posteriormente se han secado a estufa hasta alcanzar un grado de humedad en torno al 10%. Tras homogeneización y cuarteo de la muestra seca y triturada, se han separado 5 gramos que se han molido en su totalidad y se han tamizado hasta tamaños inferiores a las 45 micras (325 mallas).

B). Análisis difractométrico. Difractograma de polvo.

Con la muestra obtenida a partir del proceso anterior se ha realizado un difractograma de rayos-X de "polvo total", con un intervalo de barrido entre 2° y 65°, y con una velocidad de goniómetro de 2°/minuto.

El equipo utilizado ha sido un equipo Philips 1140, equipado con monocromador de grafito y con tubo de cobre (radiación Cu k).

A partir del difractograma de "polvo total" de la muestra, se ha establecido la composición mineralógica cualitativa, caracterizándose todos los minerales presentes en la misma, a excepción de los distintos tipos de filosilicatos.

Posteriormente se ha realizado la estimación cuantitativa del contenido de cada mineral, utilizándose el método de los poderes reflectantes. Los poderes reflectantes utilizados han sido los siguientes:

| | |
|-----------------|-----|
| Cuarzo..... | 2 |
| Feldspatos..... | 1 |
| Calcita..... | 1 |
| Dolomita..... | 1 |
| Yeso..... | 1,5 |
| Filosilicatos.. | 0,5 |

El contenido de cada mineral se ha determinado a partir del area de su efecto de difracción mas intenso, teniendo en cuenta el valor de los poderes reflectantes anteriores.

C). Caracterización de los filosilicatos. Agregados orientados.

La distinción y cuantificación de los distintos filosilicatos se ha realizado a partir de difractogramas elaborados sobre "agregados orientados". Para ello se han tomado por cuarteo 10 gramos de la muestra seca y triturada hasta tamaños inferiores a los 2 mm., y se han puesto en suspensión con agua destilada mediante agitación con ultrasonido.

Con el fin de poder realizar una suspensión acuosa estable de las partículas arcillosas, se han eliminado en los casos en que ha sido necesario, los carbonatos, el yeso y la materia orgánica.

La eliminación de los carbonatos se ha realizado mediante ataque de la muestra con una solución de ácido acético y acetato sodico a $\text{ph}=5$, seguida de varios lavados con agua destilada y de centrifugación hasta alcanzar su neutralización.

El yeso se ha eliminado mediante sucesivos lavados acompañados de agitación, con agua destilada a 25°C . Mientras que la materia orgánica se ha eliminado mediante ataque con una solución de hipoclorito sodico y ácido clorhídrico, seguida de varios lavados hasta alcanzar su neutralidad.

De la suspensión estable y al cabo de 8 horas se extraen 2 cm. cúbicos que se colocan sobre portamuestras de vidrio y se dejan secar al aire libre.

De cada muestra se han obtenido dos agregados orientados. En uno de ellos, se ha realizado un difractograma entre 2° y 18° , sin ningún tratamiento específico, y posteriormente otro,

tras haberlo sometido a una solvatación con etilen-glicol, durante 48 horas a una temperatura de 60°C.

El otro agregado orientado, ha sido calentado en un horno a 550°C. durante 48 horas y de él se ha obtenido otro difractograma en las mismas condiciones que el anterior.

Es estudio comparativo de estos tres difractogramas, ha permitido determinar con exactitud los distintos minerales de la arcilla presentes en la muestra y posteriormente, se han cuantificado utilizando los siguientes poderes reflectantes:

| | |
|-------------------|-----|
| Caolinita..... | 1 |
| Ilita..... | 0,5 |
| Esmectita..... | 2 |
| Clorita..... | 0,6 |
| Palygorskita..... | 0,8 |
| Sepiolita..... | 0,7 |

D). Resultados obtenidos.

A continuación se indican los resultados obtenidos en los análisis realizados en cada una de las muestras.

HOJA : 17-9 (HERRERA DE PISUERGA)

CODIGO MUESTRA : 17-9 YP-AE 9007

COMPOSICION MINERALOGICA GLOBAL

| | |
|---------------|-------|
| Cuarzo | : 18% |
| Calcita | : 29% |
| Dolomita | : - |
| Feldespatos | : - |
| Filosilicatos | : 53% |
| | : |
| | : |

COMPOSICION MINERALOGICA FILOSILICATOS

| | |
|---------------------|-------|
| Ilita | : 86% |
| Caolinita | : 8% |
| Esmectita | : - |
| Clorita | : - |
| Interestratificados | : 6% |
| | : |

OBSERVACIONES : Los interestratificados son del tipo ilita/esmectita. Filosilicatos con baja cristalinidad.

HOJA : 17-9 (HERRERA DE PISUERGA)

CODIGO MUESTRA : 17-9 YP-AE 9008

COMPOSICION MINERALOGICA GLOBAL

| | | |
|---------------|---|-----|
| Cuarzo | : | 23% |
| Calcita | : | 52% |
| Dolomita | : | - |
| Feldespatos | : | - |
| Filosilicatos | : | 25% |
| | : | |
| | : | |

COMPOSICION MINERALOGICA FILOSILICATOS

| | | |
|---------------------|---|-----|
| Ilita | : | 74% |
| Caolinita | : | 20% |
| Esmectita | : | - |
| Clorita | : | - |
| Interestratificados | : | 6% |
| | : | |

OBSERVACIONES : Los interestratificados son del tipo ilita/esmectita. Filosilicatos con cristalinidad media.

HOJA : 17-9 (HERRERA DE PISUERGA)

CODIGO MUESTRA : 17-9 YP-AE 9010

COMPOSICION MINERALOGICA GLOBAL

| | |
|---------------|-------|
| Cuarzo | : 17% |
| Calcita | : 21% |
| Dolomita | : - |
| Feldespatos | : - |
| Filosilicatos | : 62% |
| | : |
| | : |

COMPOSICION MINERALOGICA FILOSILICATOS

| | |
|---------------------|------------|
| Ilita | : 64% |
| Caolinita | : 14% |
| Esmectita | : 22% |
| Clorita | : - |
| Interestratificados | : Indicios |
| | : |

OBSERVACIONES : Se observan indicios de interestratificados del tipo clorita/esmectita. Los filosilicatos son de naturaleza dioctaedrica.

HOJA : 17-9 (HERRERA DE PISUERGA)

CODIGO MUESTRA : 17-9 YP-AE 9015

COMPOSICION MINERALOGICA GLOBAL

| | |
|---------------|-------|
| Cuarzo | : 13% |
| Calcita | : 12% |
| Dolomita | : - |
| Feldespatos | : - |
| Filosilicatos | : 75% |
| | : |
| | : |

COMPOSICION MINERALOGICA FILOSILICATOS

| | |
|---------------------|-------|
| Ilita | : 47% |
| Caolinita | : 18% |
| Esmectita | : 35% |
| Clorita | : - |
| Interestratificados | : - |
| | : |

OBSERVACIONES : Filosilicatos dioctaedricos con cristalinidad media.

HOJA : 17-9 (HERRERA DE PISUERGA)

CODIGO MUESTRA : 17-9 YP-AE 9017

COMPOSICION MINERALOGICA GLOBAL

| | | |
|---------------|---|-----|
| Cuarzo | : | 15% |
| Calcita | : | 9% |
| Dolomita | : | - |
| Feldespatos | : | - |
| Filosilicatos | : | 76% |
| | : | |
| | : | |

COMPOSICION MINERALOGICA FILOSILICATOS

| | | |
|---------------------|---|-----|
| Ilita | : | 56% |
| Caolinita | : | 14% |
| Esmectita | : | 30% |
| Clorita | : | - |
| Interestratificados | : | - |
| | : | |

OBSERVACIONES : La esmectita presenta una cristalinidad muy baja.

HOJA : 17-9 (HERRERA DE PISUERGA)

CODIGO MUESTRA : 17-9 YP-AE 9018

COMPOSICION MINERALOGICA GLOBAL

| | | |
|---------------|---|-----|
| Cuarzo | : | 12% |
| Calcita | : | 5% |
| Dolomita | : | - |
| Feldespatos | : | - |
| Filosilicatos | : | 83% |
| | : | |
| | : | |

COMPOSICION MINERALOGICA FILOSILICATOS

| | | |
|---------------------|---|-----|
| Ilita | : | 80% |
| Caolinita | : | 14% |
| Esmectita | : | 6% |
| Clorita | : | - |
| Interestratificados | : | - |
| | : | |

OBSERVACIONES : Filisilicatos de naturaleza dioctadérica.

E). Conclusiones.

Las seis muestras analizadas de esta hoja, presentan naturaleza predominantemente arcillosa. A excepción de la muestra 9008 que presenta contenidos bastante elevados de calcita, estimados en un 52%, en las demás, los filosilicatos son siempre el componente mayoritario, presentando contenidos que oscilan entre el 52% (muestra 9007) y el 83% (muestra 9018). En estas muestras la calcita se presenta como mineral secundario, en contenidos que oscilan entre el 29% (muestra 9007) y el 5% (muestra 9018).

En cuanto a los filosilicatos, la illita se presenta en todas las muestras analizadas como el mineral de la arcilla dominante, en contenidos que oscilan entre el 86% de la muestra 9007 y el 47% de la muestra 9015.

Acompañan a este mineral en todas las muestras, contenidos variables de caolinita, que se sitúan entre el 18% de la muestra 9015 y el 8% de la 9007.

Se ha detectado además la presencia de esmectita en las muestras 9010, 9015, 9017 y 9018, y cuyos contenidos máximos del 35% se han determinado en la muestra 9015. También se han encontrado minerales arcillosos interestratificados del tipo illita/esmectita, en las muestras 9007 y 9008, en porcentajes del 6%, así como indicios de interestratificados illita/clorita en la 9010.

Por último se puede destacar, que la illita y esmectita presentes, son siempre de naturaleza dioctaédrica y se encuentran con una cristalinidad media o baja.


Fdo.: J.M. Breil



ESTRATIGRAFIA
 GEOLOGIA HISTORICA
 CARTOGRAFIA GEOLOGICA
 GEOLOGIA DE ESPAÑA
 PALEOGEOGRAFIA

DEPARTAMENTO DE ESTRATIGRAFIA
 Y GEOLOGIA HISTORICA

TEL. DIRECCION 243 58 56

TEL. CENT. 243 67 01

FACULTAD DE CIENCIAS GEOLOGICAS
 UNIVERSIDAD COMPLUTENSE
 28040 MADRID

ANALISIS MINERALOGICO MEDIANTE DIFRACCION DE RAYOS-X.

Se ha realizado el análisis de la composición mineralógica por difracción de Rayos-X de 6 muestras, pertenecientes a la Hoja de HERRERA DE PISUERGA (17-9).

Metodologicamente, se han seguido las siguientes etapas analíticas:

A). Preparación de las muestras para polvo.

Se han tomado 100 gramos de la muestra y se han triturado hasta un tamaño inferior a los 2 mm. Posteriormente se han secado en estufa a humedad en torno al 10%. Tras homogeneización y cuarteo de la muestra seca y triturada, se han separado 10 gramos que se han molido en su totalidad y se han tamizado hasta tamaños inferiores a las 45 micras (325 mallas).

B). Análisis difractométrico. Difractograma de polvo.

En la muestra así obtenida se ha realizado un difractograma de Rayos-X de polvo, con intervalo de barrido entre 2 θ y 65 θ y a una velocidad de goniometro de 2 θ /minuto.

El equipo utilizado ha sido un equipo Philips PW 1140, equipado con monocromador de grafito y con tubo de cobre (radiación Cu kx).

A partir del difractograma obtenido se ha establecido la composición mineralógica cualitativa, caracterizándose todos los minerales presentes en la muestra a excepción de los distintos tipos de filosilicatos.

Posteriormente se ha realizado la estimación cuantitativa del contenido de cada mineral, por el método de los poderes reflectantes. Los poderes reflectantes utilizados han sido los siguientes:

Cuarzo.....2
 Feldespatos.....1
 Calcita.....1
 Dolomita.....1
 Filosilicatos..0,1

El contenido de cada mineral se ha determinado a partir del área de su efecto de difracción mas intenso, teniendo en cuenta el valor de los poderes reflectantes anteriores.

C). Caracterización de los filosilicatos. Agregados orientados.

La distinción y cuantificación de los distintos filosilicatos se ha realizado a partir de difractogramas elaborados sobre agregados orientados. Para ello se han tomado 10 gramos de la muestra seca y premolida, y se han puesto en suspensión con agua destilada mediante agitación con ultrasonido.

De la suspensión estable, se han extraído 2 centímetros cúbicos que se colocan sobre portamuestras de vidrio y se dejan secar al aire. En un volumen igual de la suspensión se han eliminado parcialmente los carbonatos mediante adición de $\text{ClH } 0,5\text{N}$, centrifugandose y lavándose hasta pH neutro.

De cada muestra se han obtenido dos agregados orientados. En uno de ellos, se ha realizado un difractograma, entre 2θ y 18θ , y posteriormente otro, tras haberlo sometido a un tratamiento de solvatación con etilen-glicol, durante 48 horas a una temperatura de 60C .

El otro agregado orientado, se ha calentado en horno a 550C . durante 48 horas y de él se ha obtenido otro difractograma en las mismas condiciones que el anterior.

El estudio comparativo de estos tres difractogramas ha permitido determinar los distintos minerales de la arcilla presentes en la muestra y posteriormente se han cuantificado utilizando los siguientes poderes reflectantes:

| | |
|-----------------|-----|
| Caolinita..... | 1 |
| Ilita..... | 0,5 |
| Esmectita..... | 2 |
| Clorita..... | 0,6 |
| Pirofilita..... | 1,5 |

A continuación se indican los resultados de los análisis realizados en cada una de las muestras

REGION : HERRERA DE PISUERGA (165)

CODIGO MUESTRA : (17-9) 9103

COMPOSICION MINERALOGICA GLOBAL

| | | |
|---------------|---|-----|
| Cuarzo | : | 11% |
| Calcita | : | - |
| Dolomita | : | - |
| Feldespatos | : | - |
| Filosilicatos | : | 89% |
| | : | |
| | : | |

COMPOSICION MINERALOGICA FILOSILICATOS

| | | |
|---------------------|---|-----|
| Ilita | : | 73% |
| Caolinita | : | 18% |
| Esmectita | : | - |
| Clorita | : | - |
| Interestratificados | : | - |
| Pirofilita | : | 9% |
| | : | |

OBSERVACIONES :

REGION : HERRERA DE PISUERGA (165)

CODIGO MUESTRA : (17-9) 9105

COMPOSICION MINERALOGICA GLOBAL

| | | |
|---------------|---|-----|
| Cuarzo | : | 13% |
| Calcita | : | - |
| Dolomita | : | - |
| Feldespatos | : | - |
| Filosilicatos | : | 87% |
| | : | |
| | : | |

COMPOSICION MINERALOGICA FILOSILICATOS

| | | |
|---------------------|---|-----|
| Ilita | : | 80% |
| Caolinita | : | 15% |
| Esmeclita | : | - |
| Clorita | : | - |
| Interestratificados | : | - |
| Pirofilita | : | 5% |
| | : | |

OBSERVACIONES :

REGION : HERRERA DE PISUERGA (165)

CODIGO MUESTRA : (17-9) 9107

COMPOSICION MINERALOGICA GLOBAL

| | | |
|---------------|---|-----|
| Cuarzo | : | 20% |
| Calcita | : | 6% |
| Dolomita | : | - |
| Feldespatos | : | - |
| Filosilicatos | : | 74% |
| | : | |
| | : | |

COMPOSICION MINERALOGICA FILOSILICATOS

| | | |
|---------------------|---|----------|
| Ilita | : | 82% |
| Caolinita | : | 18% |
| Esmectita | : | indicios |
| Clorita | : | - |
| Interestratificados | : | - |
| | : | |
| | : | |

OBSERVACIONES :

REGION : HERRERA DE PISUERGA (165)

CODIGO MUESTRA : (17-9) 9114

COMPOSICION MINERALOGICA GLOBAL

| | | |
|---------------|---|-----|
| Cuarzo | : | 19% |
| Calcita | : | 22% |
| Dolomita | : | - |
| Feldespatos | : | - |
| Filosilicatos | : | 59% |
| | : | |
| | : | |

COMPOSICION MINERALOGICA FILOSILICATOS

| | | |
|---------------------|---|-----|
| Ilita | : | 67% |
| Caolinita | : | 33% |
| Esmectita | : | - |
| Clorita | : | - |
| Interestratificados | : | - |
| | : | |
| | : | |

OBSERVACIONES :

REGION : HERRERA DE FISUERGA (165)

CODIGO MUESTRA : (17-9) 9116

COMPOSICION MINERALOGICA GLOBAL

| | | |
|---------------|---|-----|
| Cuarzo | : | 16% |
| Calcita | : | 7% |
| Dolomita | : | - |
| Feldespatos | : | - |
| Filosilicatos | : | 77% |
| | : | |
| | : | |

COMPOSICION MINERALOGICA FILOSILICATOS

| | | |
|---------------------|---|-----|
| Illita | : | 76% |
| Caolinita | : | 19% |
| Esmectita | : | 5% |
| Clorita | : | - |
| Interestratificados | : | - |
| | : | |
| | : | |

OBSERVACIONES :

REGION : HERRERA DE PISUERGA (165)

CODIGO MUESTRA : (17-9) 9118

COMPOSICION MINERALOGICA GLOBAL

| | | |
|---------------|---|----------|
| Cuarzo | : | 22% |
| Calcita | : | - |
| Dolomita | : | indicios |
| Feldespatos | : | - |
| Filosilicatos | : | 78% |
| | : | |
| | : | |

COMPOSICION MINERALOGICA FILOSILICATOS

| | | |
|---------------------|---|-----|
| Ilita | : | 76% |
| Caolinita | : | 24% |
| Esmectita | : | - |
| Clorita | : | - |
| Interestratificados | : | - |
| | : | |
| | : | |

OBSERVACIONES :

D.) Resumen de los resultados.

Todas las muestras analizadas de esta hoja presentan contenidos elevados en filosilicatos, situándose los porcentajes mas frecuentes de este grupo de minerales en torno al 70% u 80%.

Los contenidos en cuarzo se sitúan entre el 11% de la muestra 9103 y el 22% de la muestra 9118.

Además en las muestras 9107, 9114 y 9116 se ha determinado la presencia de calcita en porcentajes situados entre el 6% y el 22%. Excepcionalmente la muestra 9118 contiene indicios de dolomita.

Con respecto a los minerales de la arcilla, la illita es siempre el mineral dominante, con contenidos que oscilan entre el 67% de la muestra 9114 y el 85% de la muestra 9105.

En todas las muestras analizadas este mineral presenta naturaleza dioctaédrica.

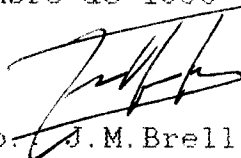
Como minerales acompañantes se encuentra en todas las muestras caolinita, en contenidos que oscilan entre el 15% de la muestra 9105 y el 33%, contenido correspondiente a la muestra 9114.

También se ha detectado como mineral secundario en dos muestras esmectita de naturaleza dioctaédrica, en pequeños contenidos del 5%, en la muestra 9116, o como indicios, en la muestra 9107.

Acompañando a los minerales anteriores se ha determinado también la presencia de pequeños contenidos de pirofilita (muestras 9103 y 9105).

Por último hay que destacar la baja cristalinidad que presentan los filosilicatos en todas las muestras analizadas.

Madrid a 13 de Diciembre de 1990

Fdo.  J.M. Brell

