



**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**

**FACULTAD DE CIENCIAS**

**ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**“ESTUDIO QUÍMICO DE LA PRESENCIA DE MONTMORILLONITA EN  
ARCILLAS DE LA CUENCA SEDIMENTARIA MIOCÉNICA DE LOJA  
MEDIANTE TÉCNICAS DE ESPECTROSCOPIA MOLECULAR”**

**TESIS DE GRADO**

**PREVIA LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE  
INGENIERA QUÍMICA**

**PRESENTADO POR:  
ANA CRISTINA CADENA NOGALES**

**RIOBAMBA – ECUADOR**

**2013**

## **DEDICATORIA**

*A Gladys y Gustavo, por ser luz en mi camino*

*A Elizabeth y Mercedes, por cuidarme tanto  
A Pedro y Diego, por ser amigos y hermanos*

*A Miguel Ángel por ser compañía en la escarpada*

*A quien investiga y no se cansa de buscar hasta comprender, entrelazar y  
crear.*

## **AGRADECIMIENTO**

*Gracias a Dios que solo somos semillitas de su amor*

*Cada avance en nuestras vidas lo hacemos rodeados de personas que si miramos con cuidado estuvieron allí, siendo testigos de nuestros pasos, formando lazos, evitando caídas, alentando batallas, y en ocasiones peleando a nuestro lado.*

*Gracias por su valiosa contribución, sin la cual no habría sido posible esta investigación:*

*PROINSTR, Andrés y Gabriel Vizcaíno.  
Personal de la empresa CEMENTO CHIMBORAZO.*

*UNIVERSIDAD TÉCNICA PARTICULAR DE LOJA por abrirme sus puertas, haberme hecho parte de su investigación, y su contribución en los análisis.*

*Árbol en el cual me formé  
ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO*

*Sinceramente gracias por su guía, apoyo colaboración y amistad:*

*Dr. Robert Cazar  
Dr. Carlos Pilamunga  
Ing. Verónica Freire  
Dr. Marcelo Ramos*

*A mis familiares y amigos, a los cuales comparto una de las muy acertadas frases de Facundo Cabral gracias por ser “viento que refresca, lluvia que renueva, nieve del invierno y flores de la primavera.”*

<b>NOMBRE</b>	<b>FECHA</b>	<b>FIRMA</b>
Dr. Silvio Alvares L. <b>DECANO FAC. CIENCIAS</b>	.....	.....
Ing. Mario Villacrés A. <b>DIRECTOR ESC. ING. QUIMICA</b>	.....	.....
Dr. Robert Cazar <b>DIRECTOR DE TESIS</b>	.....	.....
Dr. Carlos Pilamunga <b>MIEMBRO DEL TRIBUNAL</b>	.....	.....
Tec. Carlos Rodríguez <b>DIRECTOR CENTRO DOCUMENTACIÓN</b>	.....	.....

“Yo, **ANA CRISTINA CADENA NOGALES** soy responsable de las ideas expuestas y propuestas en el presente trabajo de investigación y en patrimonio intelectual de la Memoria de Grado pertenece a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO”

.....  
Ana Cristina Cadena Nogales

## ÍNDICE DE ABREVIATURAS

<b>A<sub>AM</sub></b>	Área cubierta por un catión de azul de metileno
<b>AM</b>	Azul de metileno
<b>CIC</b>	Capacidad de intercambio catiónico
<b>δ<sub>l</sub></b>	Densidad del líquido
<b>δ<sub>s</sub></b>	Densidad del sólido
<b>DRX</b>	Difracción de rayos X
<b>fa</b>	Fracción arcilla
<b>FRX</b>	Fluorescencia de rayos X
<b>h</b>	altura
<b>MBT</b>	Ensayo del Azul de Metileno
<b>N<sub>AV</sub></b>	Número de Avogadro
<b>η</b>	Viscosidad del agua
<b>P<sub>AM</sub></b>	Peso azul de metileno
<b>P<sub>m</sub></b>	Peso muestra
<b>PM<sub>AM</sub></b>	Peso molecular azul de metileno
<b>P1M1</b>	Muestra 1 correspondiente al Punto 1
<b>P1M2</b>	Muestra 2 correspondiente al Punto 1
<b>P2M1</b>	Muestra 1 correspondiente al Punto 2
<b>P2M2</b>	Muestra 2 correspondiente al Punto 2
<b>P3M1</b>	Muestra 1 correspondiente al Punto 3
<b>P4M1</b>	Muestra 1 correspondiente al Punto 4
<b>P4M2</b>	Muestra 2 correspondiente al Punto 4
<b>P4M3</b>	Muestra 3 correspondiente al Punto 4
<b>P5M1</b>	Muestra 1 correspondiente al Punto 5
<b>P6M1</b>	Muestra 1 correspondiente al Punto 6
<b>P6M2</b>	Muestra 2 correspondiente al Punto 6

<b>P7M1</b>	Muestra 1 correspondiente al Punto 7
<b>P8M1</b>	Muestra 1 correspondiente al Punto 8
<b>P9M1</b>	Muestra 1 correspondiente al Punto 9
<b>P9M2</b>	Muestra 2 correspondiente al Punto 9
<b>P10M1</b>	Muestra 1 correspondiente al Punto 10
<b>P10M2</b>	Muestra 2 correspondiente al Punto 10
<b>Se</b>	Superficie específica
<b>t</b>	tiempo

## ÍNDICE GENERAL

	pág.
ÍNDICE DE ABREVIATURAS.....	i
ÍNDICE GENERAL .....	iii
ÍNDICE DE TABLAS .....	vi
ÍNDICE DE FIGURAS .....	viii
ÍNDICE DE ANEXOS .....	xi
RESUMEN .....	xiii
INTRODUCCIÓN .....	xv
ANTECEDENTES .....	xix
JUSTIFICACIÓN .....	xx
OBJETIVOS .....	xxii
OBJETIVO GENERAL.....	xxii
CAPÍTULO I .....	- 1 -
1. MARCO TEÓRICO .....	- 1 -
1.1 Arcillas.....	- 1 -
1.1.1 Minerales Arcillosos .....	- 2 -
1.1.2 Propiedades de las arcillas .....	- 2 -
1.2 Montmorillonita.....	- 12 -
1.2.1 Tipo de aparición de la montmorillonita.....	- 14 -

1.2.2	Propiedades físicas.....	- 14 -
1.2.3	Cristalografía de la montmorillonita.....	- 15 -
1.3	Propiedades de los rayos X.....	- 15 -
1.3.1	Espectrometría por fluorescencia de rayos X.....	- 16 -
1.3.2	Difracción de rayos X.....	- 19 -
CAPÍTULO II.....		- 22 -
2.	PARTE EXPERIMENTAL.....	- 22 -
2.1	Muestreo.....	- 22 -
2.1.1	.....	- 22 -
2.1.2	Método de recolección de las muestras.....	- 22 -
2.2	Metodología.....	- 25 -
2.2.1	Metodología de trabajo.....	- 25 -
2.2.2	Tratamiento de las muestras.....	- 25 -
2.2.3	Métodos y técnicas.....	- 25 -
2.1	Datos experimentales.....	- 41 -
2.1.1	Datos.....	- 41 -
2.2	Datos adicionales.....	- 46 -
2.2.1	Datos referentes a la densidad de las muestras de arcilla.....	- 46 -
CAPÍTULO III.....		- 47 -
3.	LÍNEA DE INVESTIGACIÓN.....	- 47 -
3.1	Cálculos.....	- 47 -
3.1.1	Cálculo de la superficie específica.....	- 47 -
3.1.2	Cálculo del tiempo de sedimentación necesaria para la separación de la fracción de arcilla (<4µm). .....	- 51 -
3.1.3	Cálculo del porcentaje de arcilla presente en las muestras.....	- 52 -

3.1.4	Cálculo de la superficie específica en relación a la fracción de arcilla ....	- 54 -
3.1.5	Cálculo del porcentaje de montmorillonita.....	- 57 -
3.1.6	Cálculo del porcentaje de montmorillonita en relación a la fracción de arcilla -	58 -
3.2	Resultados y análisis .....	- 59 -
3.2.1	Volumen de Azul de metileno consumido y superficie específica en las muestras .....	- 59 -
3.2.2	Porcentaje de material arcilloso presente en las muestras .....	- 61 -
3.2.3	Superficie específica de la fracción arcillosa.....	- 64 -
3.2.4	Resultados de la fluorescencia de rx.....	- 65 -
3.2.5	Porcentaje de montmorillonita presente en las muestras .....	- 66 -
3.2.6	Porcentaje de montmorillonita relacionado a la fracción arcillosa.....	- 69 -
CAPÍTULO IV .....		- 71 -
4	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES .....	- 71 -
4.1	Conclusiones .....	- 71 -
4.2	Recomendaciones.....	- 73 -
CAPÍTULO V .....		- 74 -
5	ANEXOS .....	- 74 -
BIBLIOGRAFÍA .....		- 92 -

## ÍNDICE DE TABLAS

pág.

Tabla 1 Clasificación de los filosilicatos planos hidratados .....	- 8 -
Tabla 2 Datos referentes a la prueba de azul de metileno .....	- 42 -
Tabla 3 Datos Referentes a la fluorescencia de rayos X de las muestras purificadas (Porcentajes de óxidos).....	- 43 -
Tabla 4 Porcentaje elemental de los componentes de las muestras purificadas .....	- 44 -
Tabla 5 Porcentaje mineralógico de las muestras purificadas .....	- 45 -
Tabla 6 Densidad de las muestras de arcilla .....	- 46 -
Tabla 7 Tiempo de sedimentación para la separación de las fracciones de arcilla.....	- 52 -
Tabla 8 Separación de limos y arcillas .....	- 53 -
Tabla 9 Capacidad de Intercambio Catiónico y Superficie Específica.....	- 60 -
Tabla 10 Porcentaje de arcilla en las muestras .....	- 62 -
Tabla 11 Superficie específica de las muestras y de la fracción arcillosa .....	- 64 -

Tabla 12 Composición química de las muestras.....	- 66 -
Tabla 13 Porcentaje de montmorillonita en las muestras .....	- 67 -
Tabla 14 Porcentaje de arcilla y montmorillonita en las muestras .....	- 69 -
Tabla 15 Porcentaje montmorillonita y arcilla en las muestras .....	- 70 -

## ÍNDICE DE FIGURAS

	pág.
Figura 1 Esquema de una montmorillonita.....	- 13 -
Figura 2 Espectrómetro secuencial de rayos X (Siemens SRS 3000) .....	- 18 -
Figura 3 Dispersión de la radiación por un átomo.....	- 19 -
Figura 4 Difractómetro de rayos-x de muestras policristalinas .....	- 20 -
Figura 5 Ubicación geográfica del área de estudio.....	- 23 -
Figura 6 Polígono de Exploración. ....	- 24 -
Figura 7 Prueba del azul de metileno (MBT) .....	- 27 -
Figura 8 Eliminación de materia orgánica.....	- 28 -
Figura 9 Extracción y separación en fracciones .....	- 30 -
Figura 10 Análisis mediante fluorescencia de rayos X.....	- 33 -
Figura 11 Análisis mediante difracción de rayos X.....	- 35 -
Figura 12 Verificación de las condiciones del equipo.....	- 36 -
Figura 13 Establecer las condiciones para el análisis .....	- 36 -

Figura 14 Diffrac.Comander.....	- 37 -
Figura 15 Identificación de las fases por códigos de colores (EVA).....	- 38 -
Figura 16 Cuantificación (SOFTWARE TOPAS).....	- 39 -
Figura 17 Resultados de la cuantificación .....	- 40 -

## ÍNDICE DE GRÁFICOS

	pág.
Gráficos 1 Porcentaje de arcilla en las muestras.....	- 63 -
Gráficos 2 Superficie específica en las muestras y en la fracción de arcilla .....	- 65 -
Gráficos 3 Porcentaje de montorillonita obtenido por DRX y por SE .....	- 68 -

## ÍNDICE DE ANEXOS

	pág.
ANEXO 1 DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA P1M1 .....	- 75 -
ANEXO 2 DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA P1M2 .....	- 76 -
ANEXO 3 DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA P2M1 .....	- 77 -
ANEXO 4 DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA P2M2 .....	- 78 -
ANEXO 5 DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA P3M1 .....	- 79 -
ANEXO 6 DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA P4M1 .....	- 80 -
ANEXO 7 DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA P4M2 .....	- 81 -
ANEXO 8 DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA P4M3 .....	- 82 -
ANEXO 9 DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA P5M1 .....	- 83 -
ANEXO 10 DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA P6M1 .....	- 84 -
ANEXO 11 DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA P6M2 .....	- 85 -
ANEXO 12 DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA P7M1 .....	- 86 -
ANEXO 13 DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA P8M1 .....	- 87 -

ANEXO 14 DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA P9M1 .....	- 88 -
ANEXO 15 DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA P9M2 .....	- 89 -
ANEXO 16 DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA P10M1 .....	- 90 -
ANEXO 17 DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA P10M2 .....	- 91 -

## RESUMEN

Se caracterizaron químicamente y mediante técnicas de espectroscopía molecular diecisiete muestras de arcilla provenientes del polígono de la cuenca sedimentaria miocénica de Loja, para conocer si tienen algún porcentaje de montmorillonita. El interés de establecer su existencia radica en que conociendo sus propiedades químicas, se puede potencializar aplicaciones.

Las muestras fueron recolectadas por ingenieros de geología y minas (Universidad Técnica Particular de Loja, UTPL). Se realizaron un análisis de superficie específica, utilizando la prueba del azul de metileno (MBT), posterior a ello se eliminó materia orgánica, se separaron fracciones limo ( $> 4 \mu\text{m}$ ) y arcilla ( $\leq 4\mu\text{m}$ ) y se eliminaron carbonatos (purificación de las muestras) en los laboratorios de Análisis Instrumental (Facultad de Ciencias, ESPOCH) y los departamentos de Geología y Minas e Ingeniería Civil (UTPL)

Las muestras purificadas fueron sometidas a análisis de difracción de rayos X para definir cualitativa y cuantitativamente sus fases (software EVA y TOPAS). Se realizaron análisis de fluorescencia de rayos X para determinar su composición química y elemental.

Utilizando los valores de superficie específica y fracción de arcilla se estimó el porcentaje de montmorillonita, el mismo que sigue una tendencia similar al establecido por difracción de rayos X, verificando así los resultados. Se estableció que 13 de las 17 muestras analizadas son montmorillonitas, para cada muestra se señaló el punto del polígono correspondiente y se comparó el porcentaje de arcilla y montmorillonita, facilitando posteriores análisis de eficiencia de explotación.

En conclusión, la muestra 1 del punto 2 (P1M2) contiene mayor cantidad de arcilla y la muestra 2 del punto 9 (P9M2) menor. La muestra 2 del punto 4 (P2M4) mayor porcentaje de montmorillonita y la muestra 1 del punto 2 (P2M1) menor

En el caso de caracterización de materiales se recomienda realizar análisis complementarios con el fin de verificar los resultados.

## ABSTRACT

It was chemically characterized and by molecular spectroscopy techniques seventeen clay samples of polygon form the miocene sedimentary basin of Loja, to know if they have some percentage of montmorillonite. The interest of establishing its existence is that knowing their chemical properties may potentiate applications.

The samples were collected by geology and mining engineers (Technical University of Loja, UTPL). Analysis of specific surface area were performed, using the methylene blue test (MBT), after it was removed organic matter, silt fractions were separated ( $< 4 \mu\text{m}$ ) and clay ( $\leq 4 \mu\text{m}$ ) carbonates were removed (purification of samples) in the laboratories of Instrumental Analysis (Faculty of Science, ESPOCH) and departments of Geology and Mining and Civil Engineering (UTPL).

Purified samples were subjected to analysis of X-ray diffraction to establish qualitative and quantitative phases (software EVA and TOPAS). An analysis of X- ray fluorescence was conducted to know its chemical and elemental composition.

Using the values of specific surface and clay fraction was estimated the percentage of montmorillonita, it follows a similar trend to that established by X- ray diffraction, verifying the results. It states that 13 of 17 samples analyzed are montmorillonites, it was pointed out the corresponding polygon point and compared the percentage of montmorillonita clay for each sample, facilitating subsequent exploitation efficiency analysis.

In conclusion, sample 1 point 2 (P1M2), contains more clay and sample 2 point 9 (P9M2) lower. Sample 2 point 4 (P2M4) greater percentage of montmorillonita and sample 1 point 2 (P2M2) lower.

For material characterization complementary analysis is recommended in order to verify the results.

## INTRODUCCIÓN

En el ámbito industrial, de la investigación e innovación de nuevos productos es importante conocer las propiedades de los materiales a utilizar con el fin de optimizar su uso y potencializar sus aplicaciones.

En el caso particular de las arcillas, el conocer las fases (arcillosas) que están presentes en su composición y, más aún, establecer la predominante, nos lleva a anticiparnos al comportamiento y reacciones que se producen en su aplicación.

El polígono de la cuenca sedimentaria miocénica de Loja presenta afloramientos de arcillas establecidos por anteriores investigaciones, señaladas en el presente documento. Ingenieros de geología y minas de la Universidad Técnica Particular de Loja realizaron muestreos puntuales de la zona, obteniendo diecisiete muestras del mencionado polígono, representando a cada uno de los puntos tomados de la siguiente manera: P1M1, P1M2, P2M1, P2M2, P3M1, P4M1, P4M2, P4M3, P5M1, P6M1, P6M2, P7M1, P8M1, P9M1, P9M2, P10M1, P10M2; en donde P representa el punto y M la muestra tomada en dicho punto.

En esta investigación se efectúa la caracterización química de dichas muestras y mediante técnicas de espectroscopía molecular, se determina si son montmorillonitas y, en caso de serlo su porcentaje. Para lo cual se realizaron análisis de superficie específica (Se) utilizando la prueba del azul de metileno (MBT), eliminación de materia orgánica, separación de fracciones lo cual ayuda establecer la fracción arcilla (fa) presente en la muestra, eliminación de carbonatos. Se realizan análisis de Fluorescencia y Difracción de Rayos X (FRX y DRX respectivamente).

Con los resultados de la Se se estima el porcentaje de montmorillonita en la fracción arcilla (%montmorillonita fa) y se lo relaciona con aquel correspondiente al análisis de DRX.

En el presente trabajo se establecen las fases arcillosas en las muestras pertenecientes al polígono de la cuenca sedimentaria estudiada, su composición química, y su superficie específica.

## **ANTECEDENTES**

Según el trabajo de fin de carrera realizado por Jumbo Yan(2012),“la cuenca sedimentaria se encuentra asentada en el basamento metamórfico de la formación Chiguinda, constituida por rocas como: cuarcitas, filitas, esquistos, pizarras; sobre las que yacen discordantemente rocas de origen sedimentario como arcillas, areniscas, lutitas, conglomerados. Material volcánico aparece en forma restringida en la parte Noroeste del sector de estudio”.

Las arcillas afloran en la parte Este y Noroeste. En esta litología encontramos arcillas compactas de diferente coloración, desde marrón hasta gris, muy suaves al tacto y que en algunos casos, presentan aspereza. Cabe recalcar que dentro del área de investigación no es posible encontrar arcillas de color blanco, pero sí la presencia de pequeñas micro-capas de areniscas de grano fino. Los afloramientos que corresponden a esta unidad litológica se los puede observar en el trayecto de la vía Loja-Cuenca, Loja-Zamora.

El muestreo se lo realizó en las formaciones geológicas de Loja que, se conoce poseen un alto porcentaje de arcilla, y sitios de los cuales, conociendo sus descripciones litológicas, se los considera de interés. Los puntos fueron ubicados por ingenieros en geología y minas de la Universidad Técnica Particular de Loja, los mismos que muestrearon los sitios seleccionados.

## JUSTIFICACIÓN

Las arcillas pueden ordenarse en función de sus principales usos industriales.

Según García (2004) “las arcillas rojas tienen aplicación fundamentalmente en la cerámica industrial (pavimentos, revestimientos y cerámica estructural) y alfarería, las arcillas de cocción blanca también se emplean en cerámica industrial, los caolines en las industrias del papel y la cerámica, las halloysitas en cerámica artística (porcelanas), las arcillas refractarias en material granular para pavimentos de gres natural, las montmorillonitas en la industria de los absorbentes y el petróleo, y finalmente las sepiolitas y paligorskitas en el campo de los absorbentes domésticos.”

Muñoz (2007) menciona que “en el caso de las esmectitas es importante caracterizarlas física y químicamente para aprovechar su espacio inter-laminar.”, por lo que es importante estudiar cada una de las muestras recolectadas correspondientes a los puntos e identificarlas para potencializar sus usos y aplicaciones.

En su manual de mineralogía, Dana y otros autores (1977) manifiestan que “la montmorillonita tiene la propiedad inusual de expandirse cuando es colocada en agua, esta propiedad da lugar a interesantes usos industriales, el más importante es como lodo de perforación en el cual le da al fluido varias veces la viscosidad del agua. También es usada para detener fugas en suelos, rocas y presas.”

Silva y otros autores (2012) señalan que “la arcilla montmorillonita tiene el área de superficie más grande y la mayor capacidad de intercambio catiónico, manifiesta una fuerza de gel mejorada, capacidad muco-adhesiva para cruzar la barrera gastrointestinal y adsorber toxinas bacterianas y metabólicas tal como metabolitos esteroideos, también es la esmectita más comúnmente utilizada para la preparación de nanocompuestos poliméricos.”

En la publicación de Pinzón (1977) se establece que “una de las aplicaciones importantes de la montmorillonita es como adsorbente tanto en estado natural como después de un tratamiento químico, en diferentes procesos industriales, por ejemplo: para la separación de gases, líquidos y sustancias iónicas y no iónicas en solución.”

Es de gran interés, por lo tanto, caracterizar las arcillas para poder potencializar sus propiedades y optimizar su uso, por lo que el estudio de las arcillas de la cuenca sedimentaria miocénica de Loja se torna una actividad importante por el efecto tecnológico, económico y social que se puede generar.

Otro importante campo de interés son las aplicaciones nanotecnológicas del estudio. Esto se menciona en la publicación de Aguilar y Rigail (2006) “las nanoarcillas<sup>1</sup> últimamente se las ha aplicado para prevención de contaminantes y remediación medioambiental mediante la absorción de contaminantes de suelos, para remoción de aceites en aguas residuales y para remoción de metales pesados mejorando los procesos hasta ahora utilizados. Los primeros éxitos comerciales de la nanotecnología fueron los realizados con los polímeros y se la considera una de las tecnologías clave más importantes en la actualidad.”

---

<sup>1</sup> Material híbrido (orgánico e inorgánico) donde los cationes inorgánicos entre las capas de las arcillas como  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{K}^+$ , etc. son reemplazados por cationes orgánicos, lo que conlleva un incremento entre las capas tetraédricas de silicio promovido por la penetración de modificadores orgánicos entre las capas. (Perugachi y otros, 2006).

## **OBJETIVOS**

### **OBJETIVO GENERAL**

- Caracterizar mediante análisis químicos la presencia de montmorillonita en arcillas de la cuenca sedimentaria miocénica de Loja y utilizando técnicas de espectroscopía molecular.

### **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Mediante un análisis de superficie específica, estimar el contenido de montmorillonita en las muestras del polígono de la cuenca sedimentaria miocénica de Loja.
- Separar la fracción de arcilla de las muestras (menor a  $4\mu\text{m}$ ) y determinar el porcentaje de dicha fracción.
- Aplicar análisis de espectroscopía de fluorescencia y difracción de rayos X a las muestras con el fin de establecer su composición química y mineralógica.
- Comparar los porcentajes de arcilla con los de montmorillonita en las muestras.
- Proponer aplicaciones relevantes de las arcillas estudiadas, en base a los resultados de su caracterización.

## CAPÍTULO I

### 1. MARCO TEÓRICO

Según Guggenheim (1995) “La fase sólida inorgánica del suelo es la más abundante de su volumen total. Esta fase está constituida por fragmentos de rocas y minerales y por los productos provenientes de su alteración. Si desde un punto de vista cuantitativo esto es importante, no es menor su importancia cualitativa.”

#### 1.1 Arcillas

Del trabajo conjunto de los comités de nomenclatura, AIPEA (Asociación de Inmigrantes de Países de Europa del Este en Alicante) y CMS (Sociedad de Minerales Arcillosos), para definir a las arcillas se ha establecido que:

“El término arcilla se refiere a los materiales naturales compuestos principalmente por minerales de grano fino, las cuales son generalmente plásticas a adecuados contenidos de agua y se endurecen al ser secadas o cocidas. Aunque las arcillas contienen generalmente filosilicatos<sup>2</sup>, estas pueden contener otros materiales que le impartan plasticidad o dureza al secarse o cocerse, fases asociadas en las arcillas pueden contener materiales que no impartan plasticidad.” (Guggenheim y Martin 2007)

---

<sup>2</sup> La mayoría de los muchos miembros de este grupo tienen hábitos laminares o de pequeñas piezas con una prominente superficie entre las mismas. Son generalmente suaves de gravedad específica relativamente baja, pueden mostrar flexibilidad o incluso elasticidad de espacio inter-laminar. (Dana, 1977).

“Aunque los principales componentes de las arcillas son filosilicatos, otros minerales que imparten plasticidad y dureza en el secado y la cocción pueden incluir en las arcillas, minerales como cuarzo, calcita, dolomita, feldespatos, óxidos, hidróxidos, fases orgánicas, etc. O fases no cristalinas como sílica coloidal, geles de hidróxido de hierro, geles orgánicos, etc.” (Guggenheim 2007)

“Químicamente por arcilla se designa una serie de sustancias que con frecuencia se identifican con el caolín<sup>3</sup> y son de composición muy variable, incluyendo Al, Si y Fe, elementosalcalinos y alcalinotérreos” (Guggenheim 2007)

Debemos tomar en cuenta que conceptualmente el término arcilla es diferente según la ciencia en la que se la maneja.

*1.1.1 Minerale Arcillosos* Según García (2004) “El término mineral arcilloso hace referencia a los se refiere a los minerales filosilicatos y a los minerales los cuales imparten plasticidad a la arcilla, así como dureza en el secado y la cocción.”

Dentro de los minerales de arcilla tenemos a los aluminosilicatos hidratados cristalinos, que han sido sustituidos parcial o totalmente por aluminio, magnesio o hierro y que incluyen en ciertos casos elementos alcalinos (como Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>) o alcalinotérreos (como Ca<sup>++</sup>, Mg<sup>++</sup>).

*1.1.2 Propiedades de las arcillas* Según la web (“claysproperties and clasiffication”, 2012) las propiedades de las arcillas incluyen plasticidad, contracción al fuego y al secado en aire, finura de grano, color después del fuego, dureza, cohesión, y capacidad de adsorción de la

---

<sup>3</sup> También llamado “arcilla de china”, principal componente en la fabricación de porcelana, papel, caucho, pintura, y en la manufactura de refractarios. El caolín encontrado en la naturaleza usualmente contiene cantidades variables de otros minerales como moscovita, cuarzo, feldespato, anatasa (octaedrita, una de las cinco formas minerales del óxido de titanio), suele ser de color amarillo cuando contiene pigmentos de hierro. En la web todacultura.com (“Las arcillas características y composición”)

superficie. En base a las cualidades, las arcillas se dividen en clases o grupos, los productos están generalmente hechos por arcillas y otras clases de sustancias.

Las partículas individuales de arcilla son siempre más pequeñas que 0.004 mm. Las arcillas a menudo forman suspensiones coloidales en el agua, pero floculan (se aglomeran) y sedimentan rápidamente en agua salada. Las arcillas son fácilmente moldeadas y mantienen esta forma cuando están secas. Son duras y pierden su plasticidad cuando se someten al calor.

- **Cristaloquímica de las arcillas** (“Geología y morfología del terreno, 2009-2010)

La cristaloquímica es la parte de la mineralogía que se encarga de relacionar la estructura cristalina de los minerales con la composición química que estos poseen y las propiedades que de ello se derivan.

Las arcillas pertenecen a una clase particular de minerales denominados silicatos. Los silicatos son, desde un punto de vista práctico, el conjunto de minerales de mayor importancia de la naturaleza puesto que constituyen el 25 % de los minerales conocidos y cerca del 40 % de los más corrientes. Si se hace un promedio del porcentaje en peso de los principales elementos de la corteza terrestre vemos que el 46.6 % es oxígeno, el 27.72 % silicio, el 8.13 % aluminio, el 5.0 % hierro, el 3.63 % calcio, el 2.83 % sodio, el 2.59 % potasio y el 2.09 % magnesio, es decir que las arcillas están hechas de los mismos elementos químicos que la propia corteza terrestre. Ello es lógico pues las arcillas no son más que una de las etapas en el devenir de los elementos a lo largo de los ciclos geológicos. Todos los silicatos están caracterizados por la presencia de una unidad estructural fundamental, cuya forma idealizada es un tetraedro. Este tetraedro está constituido por 4 átomos de oxígeno rodeando 1 átomo de silicio. La valencia de los átomos de silicio en los silicatos es 4+ y la del oxígeno 2-, cada unidad estructural tetraédrica posee un déficit de carga negativo de 4 cargas:  $[\text{SiO}_4]^{4-}$ . Las diferentes formas de combinación de estos tetraedros entre sí y con otros iones da lugar a la formación de los 6 grupos de silicatos existentes: nesosilicatos, sorosilicatos, ciclosilicatos, inosilicatos, filosilicatos y tectosilicatos.

Los minerales de la arcilla pertenecen al grupo de los filosilicatos, o silicatos en hojas, dada la morfología característica que suelen presentar estos minerales: hábitos tabulares y una exfoliación basal perfecta.

Aquí algunos términos importantes:

*Plano atómico:* Se dice de aquella superficie que contiene alineaciones de átomos.

*Hojas:* Conjunto de planos atómicos definidos por la presencia de unidades estructurales básicas. Por ejemplo, una hoja tetraédrica es aquella definida por dos planos de átomos (uno en la base y otro en el ápice) correspondientes a tetraedros unidos lateralmente a lo largo de grandes distancias.

*Capas o Láminas:* Apilamiento de varias hojas

La estructura de todos los filosilicatos puede entenderse a partir de la combinación de hojas tetraédricas (T) y octaédricas (O). Tanto los tetraedros como los octaedros que constituyen estas capas son poliedros idealizados, es decir, no existen en la realidad pero su dibujo nos ayuda a visualizar mejor la estructura. Sin embargo, los átomos de silicio y oxígeno así como los respectivos cationes y aniones en las hojas tetraédricas y octaédricas sí están unidos (coordinados) mediante enlaces covalentes, energéticamente muy fuertes.

Una hoja tetraédrica está constituida por una disposición bidimensional de tetraedros de  $[\text{SiO}_4]^{4-}$ , yaciendo sobre una de sus caras y compartiendo 3 de los 4 oxígenos que poseen. El plano que contiene los tres oxígenos de la cara sobre la que yace el tetraedro recibe el nombre de plano basal mientras que el cuarto oxígeno se denomina apical y se encuentra desplazado una cierta distancia sobre el plano basal (4.63 Å). La disposición de los tetraedros en la hoja es tal que quedan libre en la misma unos huecos de forma hexagonal. En el centro de esas cavidades y a una altura correspondiente a la de los oxígenos apicales se ubican grupos OH. Cualquier catión externo que se enlace con la hoja tetraédrica lo hará con dos oxígenos y el OH que quedan por coordinar. El triángulo formado por los dos oxígenos y el OH es casi igual al correspondiente a la cara triangular de un octaedro  $\text{XO}_6$  (donde X es, en general Mg o Al) con lo que es posible enlazar con la hoja tetraédrica una nueva hoja de octaedros abatidos sobre una de sus caras (que será la formada por los 2 oxígenos y el OH), unidos lateralmente (capa TO).

- **Isomorfismo**

Se denomina isomorfismo a aquella propiedad que presentan determinadas sustancias mediante la cual se produce la substitución, en proporciones variables, de determinados elementos químicos que la componen, propiedad que presentan los filosilicatos. (“Geología y morfología del terreno, 2009-2010)

- **Superficie específica**

Comprende el área de la superficie por unidad de masa ( $m^2/g$ ). Constituye la suma del área de la superficie de todas las partículas que forman un grano de material.

En el caso de los suelos, la superficie de las partículas presenta una alta reactividad físico-química con el medio, lo que implica la existencia de fenómenos como la adsorción de cationes y moléculas de agua o variación de carga eléctrica y de las fuerzas de atracción-repulsión entre partículas en función del pH, salinidad y temperatura del medio. La fuerte dependencia que presentan estos fenómenos en función de la superficie específica, hace que este parámetro tenga una importancia decisiva en el comportamiento físico-químico y mecánico del material geológico. (“Superficie específica de las arcillas”, 2012)

La superficie específica aumenta al disminuir el tamaño de partícula, existe un mayor número de partículas en un gramo.

- **Capacidad de intercambio catiónico (CIC o CEC)**

Es una de las propiedades más destacables derivada a partir del diferente grado de substitución, debido a que las arcillas suelen presentar un grado variable de isomorfismo el cual puede afectar tanto a la hoja tetraédrica como a la octaédrica.

Las substituciones suelen implicar cambios de Si por otros cationes de menor valencia (Al) o del Al de la hoja octaédrica por cationes divalentes. Ello conduce a la circunstancia de que casi todas las arcillas poseen un déficit estructural de carga positiva, es decir, sus cristales suelen estar cargados negativamente. (“Geología y morfología del terreno, 2009-2010)

Según la web (“Capacidad de intercambio catiónico”). Cualquier estructura cristalina puede soportar un limitado desequilibrio eléctrico pero, sobrepasado un cierto umbral, la estructura deja de ser viable y colapsa. Para compensar ese desequilibrio de cargas, las arcillas incorporan cationes a su estructura en los huecos dejados entre los apilamientos de capas TO o TOT. A veces esos cationes pueden ser fácilmente movilizados o intercambiados por otros presentes en una solución acuosa. Se denominan entonces cationes de cambio y la CEC es la medida de la capacidad de intercambio catiónico que posee una arcilla, que suele medirse en meq/100 g de arcilla. Aquellas arcillas más descompensadas eléctricamente serán las que posean mayor valor en su CEC.

No todos los cationes quedan igualmente retenidos dado que es función de la energía de enlace que se establece entre el catión y la estructura, lo que a la vez está relacionado con el lugar donde se produce la sustitución isomórfica (hoja tetraédrica u octaédrica). Los cationes en cualquier solución acuosa tienden a estar solvatados (rodeados de un determinado número de moléculas de agua), por lo que al incorporarse a la arcilla también se incorpora una cierta cantidad de agua a la misma. Así mismo, la propia molécula de agua posee una estructura polar y dado que las partículas de arcillas actúan como condensadores planos cargados negativamente, tienden a atraer las moléculas de agua que son dispuestas de manera ordenada en la superficie de las partículas.

Los iones en la proximidad de las partículas de arcilla también poseen una disposición condicionada por la presencia de fuerzas electrostáticas operando en sus inmediaciones. Este modelo no refleja otra cosa que el efecto de dos fuerzas actuando en sentido contrario: por un lado la atracción electrostática y por otro la tendencia de los cationes a difundirse para tener así concentraciones iguales en toda la solución.

1.1.3 *Clasificación de las arcillas*“Las arcillas comúnmente contienen una fracción considerable de capas de minerales de silicio que ejercen una fuerte influencia en la naturaleza de todo el material. La estructura y las características químicas de los componentes de las capas de silicatos toman parte en determinar el alcance de esta

influencia. Ellas son las principales características, necesarias para explicar las variaciones en las propiedades de las arcillas.” (Martín y Otros, 1995)

La siguiente es una conveniente clasificación de las arcillas tomando en cuenta las características estructurales (tipo de capa de silicato o el acoplamiento de la configuración) y las características químicas (la importancia de la carga de capa,  $x$ , por unidad de fórmula y el tipo de material de la capa intermedia). Las características estructurales están relacionadas con las características químicas.

Cada grupo está dividido en subgrupos en relación al carácter octaédrico (di octaédrico o tri octaédrico).

**Tabla 1 Clasificación de los filosilicatos planos hidratados**

Tipo de capa	Material de la capa intermedia	Grupo	Carácter octaédrico	Especies
1:1	Ninguno o solamente agua (x ~ 0)	Serpentina- caolín	Trioctaédrico	Lizardita, bertierina, amesita, cronstedtita, nepoulita, kellyita, fraipontita, brindleyta.
			Dioctaédrico	Caolinita, dickita, nacrita, halloysita (planar).
			Di-trioctaédrico	Odinita.
2:1	Ninguno (x ~ 0)	Talco- pirofilita	Trioctaédrico	Talco, willemseita, kerolita, pimelita
			Dioctaédrico	Pirofilita, ferripirofilita
	Cationes intercambiables hidratados (x ~ 0.2-0.6)	Esmectita	Trioctaédrico	Saponita, hectorita, sauconita, estevensita, eswinefordita
			Dioctaédrico	Montmorillonita, beidelita, nontronita, volkonskoita
	Cationes intercambiables hidratados (x ~ 0.6-0.9)	Vermiculita	Trioctaédrico	Vermiculita trioctaédrica
			Dioctaédrico	Vermiculita dioctaédrica
	Cationes monovalentes no hidratados (x ~ 0.6-1.0)	Mica genuina (flexible)	Trioctaédrico	Biotita, plogopita, lepidolita.
			Dioctaédrico	Moscovita, illita, glauconita, celadonita, paragonita.
	Cationes divalentes no hidratados (x ~ 1.8-2.0)	Mica frágil	Trioctaédrico	Clintonita, kinoshitalita, bityita, anandita
			Dioctaédrico	Margarita
	Hoja de hidróxidos (x= variable)	Clorita	Trioctaédrico	Clinocloro, chamosita, penantita, nimita, baileyclorita
			Dioctaédrico	Donbasita
			Di-trioctaédrico	Cookeita, sudoita
2:1	Regularmente interestratificado (x= variable)	Variable	Trioctaédrico	Corrensita, alietita, hidrobiotita, kulkeita
			Dioctaédrico	Rectorita, tosudita

Fuente: Clays and Clay minerals. Copyright 1991. TheClayMineralsSociety

Hay varias clases de arcillas como las esmectitas (montmorillonita, saponita), mica (illita), caolinita, serpentita, pirofilita (talco), vermiculita y sepiolita (Shichi and Takagi 2000).

Las arcillas también contienen material denominado plagioclasa, son tectosilicatos (grupo del SiO<sub>2</sub>, grupo de los feldespatos, feldespatoides, Series de escapolita, grupo de las zeolitas) dentro de la familia de los feldespatos.

1.1.4 *Factores de que depende la caracterización de la arcilla* (Besoanin 1895) La caracterización de las arcillas depende de la complejidad y proporción de los componentes que la constituyen, así debemos considerar:

La composición de los minerales de la arcilla

La composición del material no arcilloso acompañante

- La materia orgánica
- La textura
  
- **Composición de los minerales de la arcilla**

Se entiende por composición la clase y cantidad de minerales de una mezcla, muchas veces la cantidad de un mineral puede influir fuertemente sobre las propiedades, por lo que la caracterización debe ser completa.

La proporción de los minerales en una arcilla varía con el tamaño del gránulo, es decir hay tendencia de que se concentren algunos minerales entre límites de determinado tamaño, así el cuarzo y más aún el feldespato se acumula preferente mente en la fracción de arcilla gruesa (2- 0,2 μm de diámetro). Por lo contrario los minerales propios de la arcilla son abundantes en las fracciones más finas, es decir por los tamaños de (0,2 μm de diámetro) existen solo minerales de arcilla y algunos óxidos. La determinación completa de una arcilla solo puede lograrse efectuando las segregaciones o fraccionamientos de tamaños adecuados, preservando las

características de los minerales en estado natural u tratar de evitar reacciones que puedan modificarlas.

Generalmente la arcilla de suelos contiene una apreciable cantidad de material asociado no arcilloso, especialmente óxidos de hierro y aluminio, cristalinos o amorfos, óxidos de titanio y otros. Tales sustancias suelen disponerse como películas concéntricas alrededor del núcleo de la arcilla, modificando sensiblemente sus propiedades e impidiendo su adecuada caracterización, y son las que necesariamente deben ser eliminadas para su análisis. La eliminación de estos materiales por métodos más o menos drásticos puede determinar una considerable alteración de la matriz arcillosa.

La variación en el grado de cristalinidad en los minerales de una misma especie, hace la caracterización de un material arcilloso más difícil. Algunas propiedades de la arcilla son fuertemente dependientes del grado de cristalinidad y la identificación cuando la cristalinidad es muy baja se dificulta, a veces se contradice.

Desde el punto de vista genético e industrial, la composición química de una arcilla puede ser un antecedente de importancia. Genéticamente la presencia de un elemento (Cu, Zn, Ni, etc.) indica condiciones ambientales de procedencia. Industrialmente, la existencia de un elemento en proporción elevada (por ejemplo Fe) puede ser perjudicial en un determinado propósito cerámico, de catálisis y otros.

En consecuencia hay dos condiciones indispensables que debe considerarse para la caracterización de la arcilla: la segregación no debe ser destructiva y el análisis debe ser completo. Una adecuada combinación de métodos, como son rayos x, análisis térmico diferencial y fotometría infrarroja con el complemento del análisis elemental, suele ser suficiente. Si el material arcilloso es de composición simple, incluyendo una o dos especies bien diferenciadas, por lo general no existen problemas de caracterización. Si la arcilla contiene varios componentes incluyendo minerales amorfos o interestratificados la interpretación se hace difícil y debe complementarse

con otros análisis como microscopía electrónica, difracción de electrones, disolución selectiva u otros.

- **Composición del material no arcilloso**

Los componentes no arcillosos pueden ser de origen primario o secundario. Entre los primeros figuran los granos de materiales resistentes como cuarzo, cristobalita, algunos feldespatos, mica y ocasionalmente, en arcillas de suelos derivados de cenizas volcánicas o suelos de origen aluvial muy modernos, minerales ferromagnesianos. Los minerales secundarios más importantes son gibbsita, óxidos de hierro(hematita, goetita, lepidocrocita y geles), calcita, yeso, óxido de titanio. Debido a que los materiales primarios tienden a acumularse en la fracción más gruesa de la arcilla ( $2 - 0,2 \mu\text{m}$  de diámetro) y como el grado de meteorización es función del tamaño, es muy improbable encontrarlo en fracciones más finas. De ahí que una adecuada segregación de tamaños pueda eliminar estos minerales.

En el caso de los óxidos la situación es diferente ya que por tamaño no pueden eliminarse; su granulometría es muy fina y se debe recurrir a métodos químicos. El contenido de óxidos en la arcilla, cuando se encuentran en proporción baja (<5%), es difícil de evaluar cuantitativamente dentro de un margen de seguridad mínimo.

- **Sustancias Orgánicas**

Generalmente la arcilla de suelos contiene materia orgánica en proporción variable. Frecuentemente esta sustancia orgánica (ácidos húmicos, fúlvicos, enzimas y otras) está unida a la superficie de la arcilla en forma compleja.

En propósito de la caracterización, la materia orgánica debe ser necesariamente eliminada de la arcilla, a fin de facilitar el análisis por rayos X, ATD (análisis térmico diferencial), infrarrojo y otros medios. Para ello a menudo se usa agua oxigenada, su riesgo de ineficiencia en el caso de las arcillas alofánicas. Tratándose de una pequeña porción de arcilla, la ozonificación de la muestra en suspensión con un líquido no-polar como acetona elimina prácticamente la totalidad de materia orgánica.

- **Textura de la arcilla**

Por textura se entiende la disposición que presentan los elementos constitutivos de un cuerpo y en suelos, se refiere a la proporción relativa de las partículas constituyentes del mismo; su expresión numérica es la composición granulométrica. La textura de arcillas implica no solo el tamaño de los gránulos sino la forma en la que están unidos, su orientación en el espacio, compactación y otros.

La morfología de los gránulos constituye un factor de importancia en la determinación de la textura de una arcilla, ya que la forma influirá en la sedimentación de las partículas.

## **1.2 Montmorillonita**

“Un tipo de mineral de arcilla esmectita, que se hincha en el agua y posee alta capacidad de intercambio catiónico, la fórmula teórica de la montmorillonita (sin sustituciones estructurales) es  $(OH)_4Si_8Al_4O_{20}$ .”(Enciclopedia Británica, “Montmorillonite”)

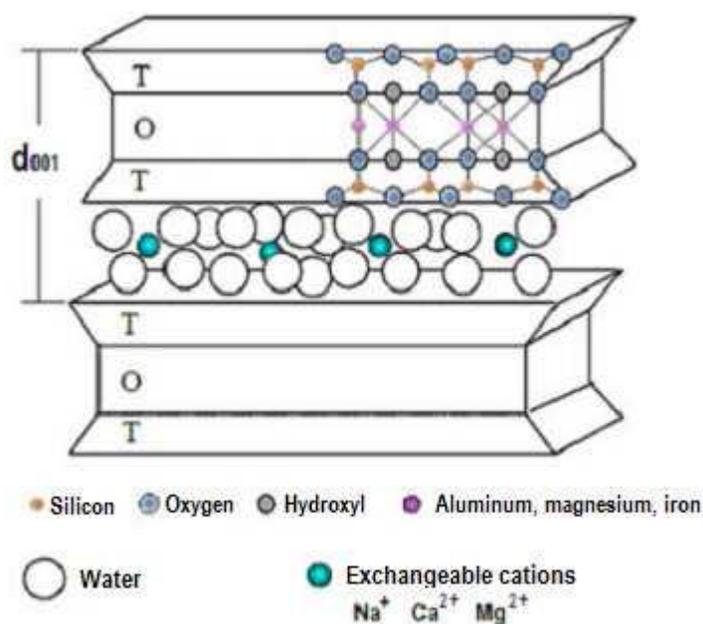
La clasificación, descrita en el Manual de Mineralogía de Dana de 1977, nos dice lo siguiente:

“El grupo de la montmorillonita comprende un número de minerales arcillosos compuestos de capas de silicatos t-o-t (tetraédrico – octaédrico – tetraédrico) de ambos tipos dioctaédrico y trioctaédrico. La característica excepcional de los miembros de este grupo es la capacidad de absorber moléculas de agua entre las capas, así produciendo marcada expansión de la estructura. Las arcillas de tipo dioctaédrico son la montmorillonita, beidelita y nontronita; mientras que las de tipo trioctaédrico son la hectorita y la saponita.”(Dana 1977)

La composición química de las esmectitas varía por su capacidad de sustitución elemental y de absorción de agua, a través de enlaces de hidrógeno.

Los minerales de montmorillonita son productos de la actividad volcánica e hidrotérmica y se componen de silicatos de aluminio hidratados en forma de partículas extremadamente pequeñas.(mindat.org, “montmorillonite”)

**Figura 1 Esquema de una montmorillonita**



Fuente: SUÉDINA M.L. Applications of infrared spectroscopy to analysis of chitosan/clay nanocomposites

“La montmorillonita es un aluminosilicato hidratado, con una estructura sándwich de triple hoja, la cual consiste en capa de alúmina octaédrica hidratada central enlazada a dos capas tetraédricas de sílice por iones compartidos”, (Silva, 2012) como podemos observarlo en la figura 1.

La celda unitaria de esta estructura ideal tiene una masa molar de 720 g/mol. La sustitución del Al<sup>3+</sup> en las capas octaédricas por Mg<sup>2+</sup>(menos común Fe<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, y

otros) y menos frecuentemente en la capa tetraédrica la sustitución del Si por el  $Al^{3+}$ , genera un carga neta negativa en el cristal, esta es compensada por la presencia de cationes como  $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $Ca^{2+}$  o  $Mg^{2+}$  absorbidos entre las capas y los bordes circundantes.

Una montmorillonita idealizada tiene 0.67 unidades de carga negativa por unidad de celda, es decir se comporta como un ácido débil. Los cationes que no pertenecen a la estructura cristalina pueden fácilmente ser cambiados por otros ya sean orgánicos u inorgánicos.

“La capacidad de intercambio catiónico (CEC) de la montmorillonita tiene un intervalo de 0.8 a 1.2 meq/g de arcilla secada al aire, resultando en 0.6 a 0.9 cationes intercambiables por unidad de celda.” (Silva, 2012)

#### *1.2.1 Tipo de aparición de la montmorillonita (Liu y Otros, 2008)*

- **Localidad Típica:** Montmorillon, Viena, Poitou-Charentes, Francia.
- **Apariencia General:** Mineral compacto, tosco y macizo.
- **Año de descubrimiento:** 1847
- **Características geológicas:** Producto alterado de tobas y cenizas volcánicas.

#### *1.2.2 Propiedades físicas(Liu y Otros, 2008)*

- **Transparencia:** Translúcido

**Observación:** Bajo brillo debido a la naturaleza de grano fino del mineral.

- **Color:** Blanco, amarillo, verde, rara vez de color rosa pálido a rojo.

**Observación:** La coloración de rosada a roja se debe a la alta valencia de Manganeso.

- **Color característico:** Blanco.

- **Dureza (Mohs):** 1-2

**Observación:** blando debido a la presencia de granos finos.

- **Fractura:** Irregular/desigual

- **Densidad (medido):** 2 – 3 g/cm<sup>3</sup>

1.2.3 *Cristalografía de la montmorillonita*(Liu y Otros, 2008)

- **Sistema Cristalino:** Monoclínico
- **Clase (H-M):**2/m – Prismático
- **Grupo espacial:** B2/m {B1 1 2/m} {C2/m} {C1 2/m 1}
- **Parámetros de celda:** a= 5.17 Å, b= 8.94 Å c= 9.95 Å
- **Ratio:** a: b: c = 0.578 : 1 : 1.113
- **Volumen de celda unitaria:** V 453.53 Å (Calculada en la celda unitaria)

### 1.3 Propiedades de los rayos X

“Los rayos X fueron descubiertos en 1895 por Wilhelm Conrad Röntgen en la Universidad de Würzburg, Bavaria. Él observó que ciertos cristales de Ba, estando completamente sellados con papel negro, eran luminiscentes cuando cerca de ellos se producía una descarga generada por un tubo de rayos catódicos. Gracias a este trabajo, Röntgen recibió en 1901 el primer premio Nobel de Física.” (Valentinuzzi, 2008)

Gracias a importantes aportes teóricos y experimentales, de Barkla 1906, Bragg, en 1912 Laue, Friedrich y Knipping los rayos X fueron clasificados como radiación electromagnética de baja longitud de onda, es decir de alta energía.

Entre sus propiedades puede mencionarse:

- Son invisibles.
- Se propagan e línea recta a la velocidad de la luz.
- No son afectados por campos eléctricos o magnéticos.
- Pueden ser reflejados, difractados y polarizados.
- Pueden afectar propiedades eléctricas de líquidos y sólidos.
- Pueden liberar electrones de capas profundas de los átomos
- Pueden producir reacciones biológicas como por ejemplo dañar o matar células vivas o producir mutaciones genéticas.
- Son emitidos con espectros características de elementos químicos, por lo cual pueden ser utilizados para la caracterización de materiales.

La Difracción de Rayos X y Análisis por Fluorescencia tiene como objetivo la caracterización de materiales por medio de técnicas de rayos X, obteniéndose información sobre la estructura cristalina de un material, elementos que lo componen, posición y distancia entre los átomos. (sai. unizar.es, “servicio de difracción por fluorescencia”).

*1.3.1 Espectrometría por fluorescencia de rayos X* Cuando una muestra es irradiada con rayos X, una de las posibilidades consiste en que se cree una vacancia en una capa atómica (efecto fotoeléctrico), en este caso, el estado atómico excitado decae al llenarse la vacancia por un electrón de una capa más externa y se libera una cantidad de energía como un fotón de rayos X, cuya probabilidad de ocurrencia se presenta mediante la producción de fluorescencia. (Perez, 2004)

*1.3.1.1 Fundamentos del método*(uned.es, “espectrometría de fluorescencia de rayos X”) Los electrones se encuentran en el átomo distribuidos en los distintos niveles y subniveles de energía. Los electrones se sitúan en estos niveles ocupando primero aquéllos de menor energía hasta colocarse todos; a este estado de mínima energía del átomo se le denomina estado fundamental. Si ahora bombardeamos estos átomos con un haz de electrones o con fotones de rayos X, una pequeña parte de la energía se invierte en la producción del espectro característico de rayos X de los elementos que componen la muestra bombardeada. El proceso de producción de este espectro característico puede esquematizarse del modo siguiente:

- **Excitación**

El choque de un electrón o fotón X incidente con un electrón de las capas internas del átomo, produce la expulsión de dicho electrón quedando el átomo en estado de excitado.

- **Emisión**

Este átomo en estado excitado tiende a volver inmediatamente a su estado fundamental, para lo cual se producen saltos de electrones de niveles más externos para cubrir el hueco producido. En este proceso hay un desprendimiento de energía, igual a la diferencia de energía de los niveles entre los que se produce el salto electrónico, en forma de radiación electromagnética correspondiente a la región de rayos X.

Al proceso de excitación con otra radiación X se le denomina excitación primaria, y la radiación X producida por excitación de otra radiación X se denomina radiación X secundaria o radiación de fluorescencia. Es la radiación X secundaria característica la que se utiliza para el análisis químico en los espectrómetros de fluorescencia de rayos X.

*1.3.1.2 Equipo* Ya desde los años 80 la mayoría de los fabricantes de espectrómetros secuenciales de rayos X utilizan los tubos de rayos X con ventanas frontales de alta

tecnología en vez de la tecnología anticuada de las ventanas laterales. Los modernos tubos de rayos X con ventana frontal combinados con los generadores de rayos X de frecuencia mediana son la base para un análisis por rayos X preciso y altamente reproducible. (Uhlig y Muller, 1995)

**Figura 2 Espectrómetro secuencial de rayos X (Siemens SRS 3000)**

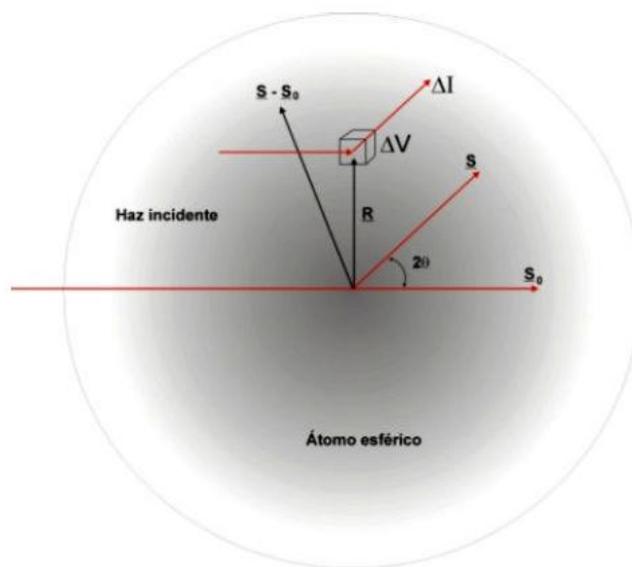


FUENTE: APLICACIONES MODERNAS DEL ANÁLISIS DE RAYOS X EN LA INDUSTRIA CERÁMICA Y DEL VIDRIO, S. UHLIG, J. MULLER. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio. Febrero 1995

En un espectrómetro secuencial, los cambiafiltros en el haz primario permiten incorporar hasta 10 filtros y máscaras para mejorar la relación de pico/ruido de fondo o para suprimir la radiación propia del material anódico (por ejemplo Rh). Todos los elementos desde el berilio hasta el uranio (dependiendo de la selección de canales fijos) se pueden analizar en pocos segundos con una precisión alta, desde concentraciones de unos pocos ppm hasta un 100%. (Uhlig y Muller, 1995)

1.3.2 *Difracción de rayos X*(Pinilla, 2005)La difracción es un método netamente ondulatorio que conlleva a la generación de interferencias constructivas entre las ondas dispersadas por un medio luego de producirse la interacción de las ondas incidentes con ese medio. Cuando un haz de rayos X incide sobre un átomo, sus electrones son puestos a oscilar alrededor del núcleo como resultado de la perturbación. A este tipo de dispersión se la llama comúnmente **dispersión coherente**, ya que la radiación al chocar con la materia, se desvía sin pérdida de energía. Un caso particular de la dispersión coherente es precisamente la **difracción**.

**Figura 3** Dispersión de la radiación por un átomo



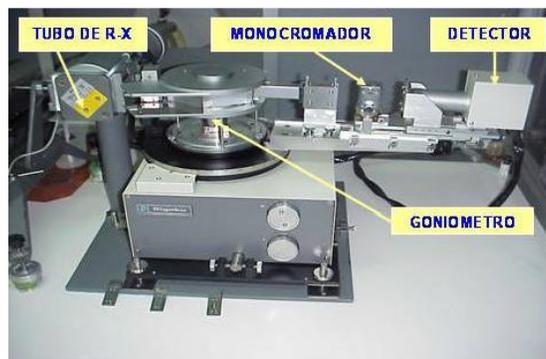
FUENTE: IMPLEMENTACIÓN DE LOS MÉTODOS DE RIR Y RIETVELD PARA ANÁLISIS CUANTITATIVO DE FASES CRISTALINAS CON Y SIN PRESENCIA DE MATERIAL AMORFO POR DIFRACCIÓN DE RAYOS-X DE MUESTRAS POLICRISTALINAS. Jesús Andelfo Pinilla. Universidad de Santander.

En la figura 3 se observa este tipo de fenómeno, en el cual, la diferencia entre los vectores del haz incidente ( $S_0$ ) y difractado ( $S$ ) se conoce como **vector de dispersión ( $S-S_0$ )**. Este vector tiene una importancia trascendente en difracción de

rayos-x, ya que representa el cambio de dirección que experimenta el rayo incidente sobre el cristal al producirse el fenómeno. En las condiciones experimentales en la que se llevan a cabo los estudios de difracción por cristales, se tiene en cuenta fundamentalmente los procesos de dispersión coherente.

El campo de aplicación más importante de la técnica de DRX está en la identificación de fases cristalinas. En muchas ocasiones esta técnica es insustituible, ya que aporta valiosa información en una variada gama de estudios, tanto de investigación como de control de procesos industriales. Otra relevante característica de la técnica es la sencillez de su utilización práctica, tanto en las técnicas experimentales como en la preparación de las muestras.

**Figura 4** Difractómetro de rayos-x de muestras policristalinas



FUENTE: IMPLEMENTACIÓN DE LOS MÉTODOS DE RIR Y RIETVELD PARA ANÁLISIS CUANTITATIVO DE FASES CRISTALINAS CON Y SIN PRESENCIA DE MATERIAL AMORFO POR DIFRACCIÓN DR RAYOS-X DE MUESTRAS POLICRISTALINAS. Jesús Andelfo Pinilla. Universidad de Santander.

Con el difractómetro (figura 4) se obtiene un registro gráfico de las señales que las reflexiones originan en detectores electrónicos de radiación; dichas señales son, en principio, proporcionales a las intensidades de las reflexiones.

*1.3.2.1 Método de Rietveld* Es un método de análisis cuantitativo que se basa en el hecho de que existe una relación entre el factor de escala de refinamiento de cada

fase y su fracción en peso en la mezcla de multifases, haciendo uso eficiente de toda la información contenida en el patrón de difracción y lo convierte en un efectivo procedimiento de análisis sin estándares (puede ser realizado sobre los datoscolectados de difracción sin la adición de un estándar interno y sin la necesidad de curvas de calibración. Lo único que se debe tener en cuenta es la existencia de un modelo estructural confiable de cada una de las fases a ser cuantificadas.

Si el método de Rietveld es usado correctamente sobre datos de difracción de alta calidad, el método puede ser usado para cuantificar fases cristalinas cuyo porcentaje en peso este por debajo del 1%, así como para determinar el porcentaje de material amorfo presente en la mezcla de multifases, para lo cual se requiere agregar una cantidad conocida de un estándar interno a la muestra y así cuantificar correctamente dicho material.

## CAPÍTULO II

### 2. PARTE EXPERIMENTAL

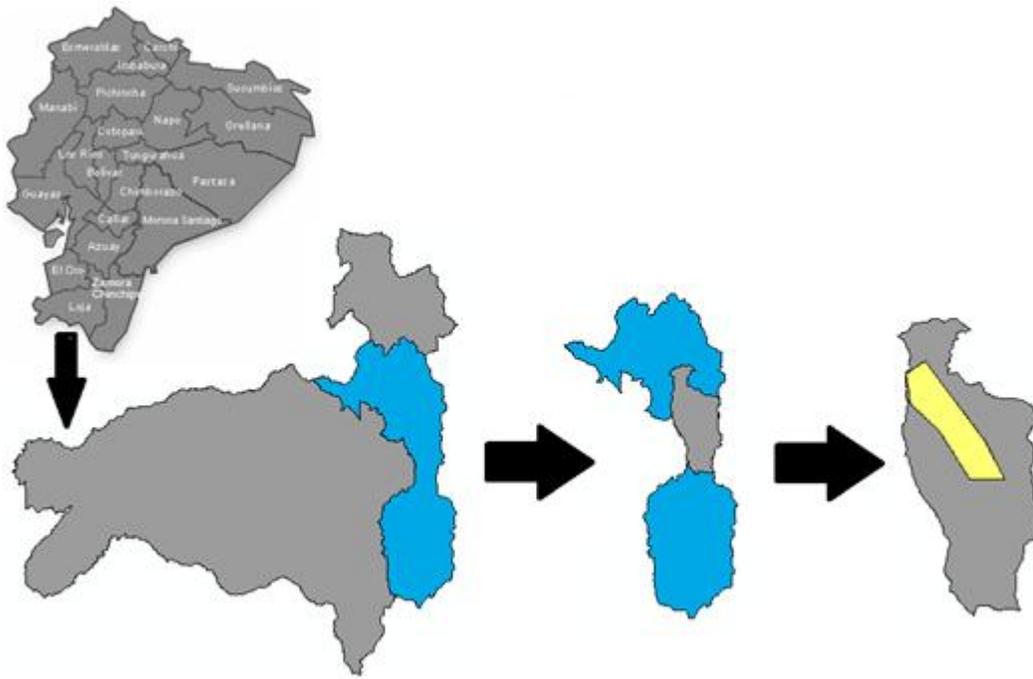
La caracterización de las arcillas se llevó a cabo con varios métodos experimentales con el fin de investigar todas las características relevantes.

#### 2.1 Muestreo

*2.1.1 Localización del área de investigación* El polígono de exploración se ubica a lo largo de una franja de dirección NO-SE dentro del sector norte de la Cuenca Sedimentaria Miocénica de Loja, enmarcado en las coordenadas UTM 702000 - 9553000 al sur, y 694000-9557000 al norte. Esta franja abarca las formaciones San Cayetano y Salapa.

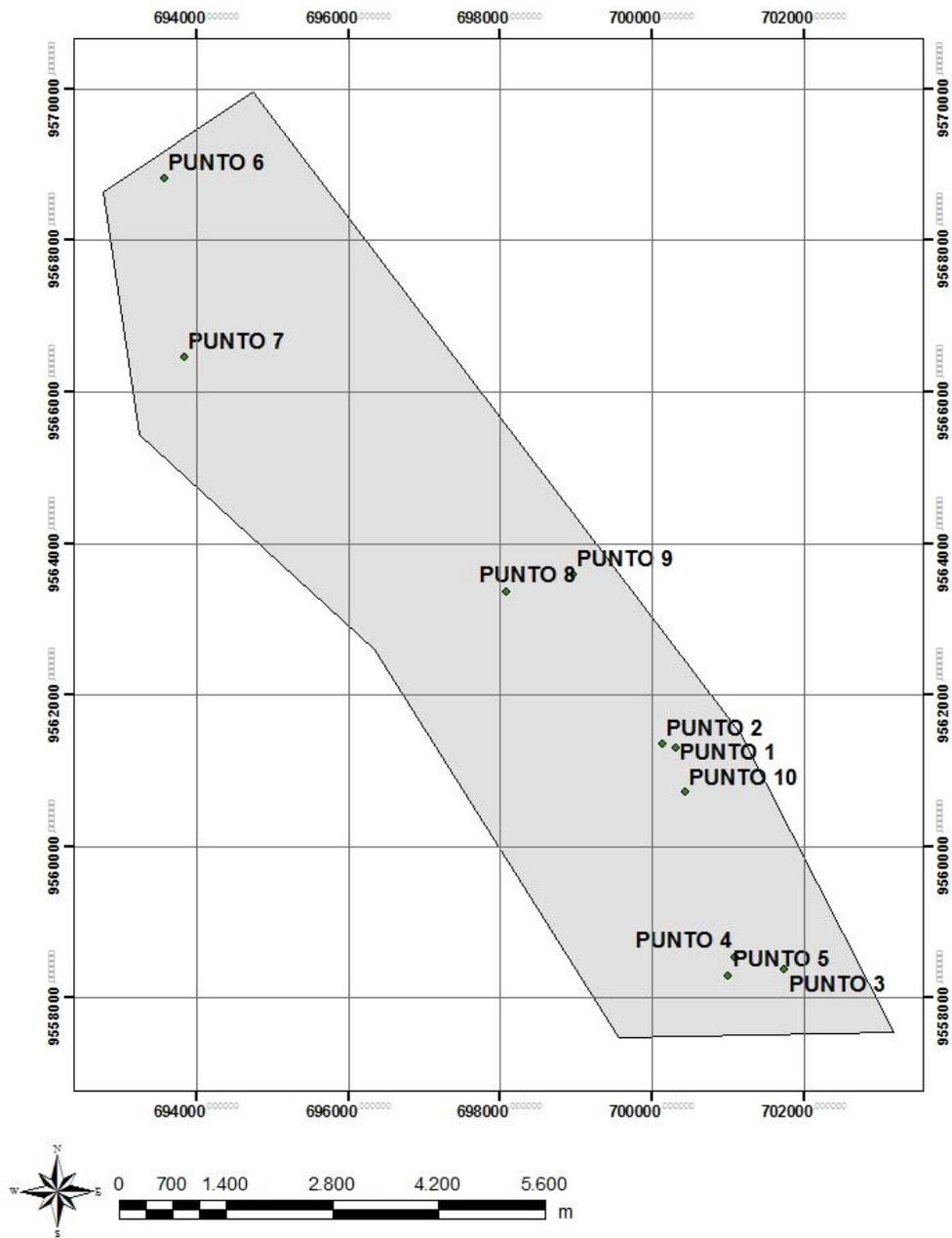
*2.1.2 Método de recolección de las muestras* Se realizó el muestreo puntual de los estratos arcillosos que componen el mencionado sector (figuraS 5 y 6).

**Figura 5 Ubicación geográfica del área de estudio**



**Fuente: CARACTERIZACION FISICO-MECANICA Y QUIMICA DE LAS  
ARCILLAS DE LA FRANJA DE DIRECCIÓN NW-SE DEL SECTOR NORTE  
LA CUENCA SEDIMENTARIA MIOCENICA DE LOJA. YetzabelGerarda  
Flores Carpio**

**Figura 6 Polígono de Exploración.**



**Fuente: CARACTERIZACION FISICO-MECANICA Y QUIMICA DE LAS  
ARCILLAS DE LA FRANJA DE DIRECCIÓN NW-SE DEL SECTOR NORTE  
DE LA CUENCA SEDIMENTARIA MIOCENICA DE LOJA. Yetzabel Gerarda  
Flores Carpio**

## 2.2 Metodología

*2.2.1 Metodología de trabajo* El trabajo fue realizado con las muestras recolectadas durante la realización del proyecto “caracterización físico-mecánica y química de las arcillas de la franja de dirección NO-SE del sector norte de la cuenca sedimentaria miocénica de Loja”, dicha recolección consiste en el levantamiento geológico mediante recorridos del polígono de exploración.

El muestreo fue puntual y representativo de los estratos aflorantes en taludes. Una vez recolectadas fueron etiquetadas de acuerdo al lugar de procedencia.

Se describirá detalladamente los afloramientos naturales y artificiales encontrados a lo largo de las rutas geológicas previamente trazadas.

*2.2.2 Tratamiento de las muestras* Las muestras fueron trituradas, pulverizadas en un mortero de ágata, se eliminó la materia orgánica, se separaron los limos de las arcillas por sedimentación, se secaron las muestras y se eliminaron los carbonatos.

### 2.2.3 Métodos y técnicas

#### 2.2.3.1 Métodos

- **Determinación de la superficie específica en las muestras trituradas.-  
Método del azul de metileno**

“La superficie específica, o área superficial por unidad de peso es una propiedad importante de los adsorbentes” (Narsilio, 2000)

## **Equipo**

- Balanza analítica

## **Materiales**

- Papel filtro Whatman
- Frasco Erlenmeyer, 250 ml
- Pipeta volumétrica de 1 ml
- Pipeta volumétrica de 10 ml
- Reverbero
- Varilla de agitación
- Vidrio reloj
- Espátula
- Bureta
- Vaso de precipitación

## **Reactivos**

- Agua Oxigenada ( $H_2O_2$ ) disolución al 3%
- Ácido Sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) disolución 5N
- Solución de azul de metileno (3,74 g/l; 1ml = 0,01 meq)
- Agua destilada

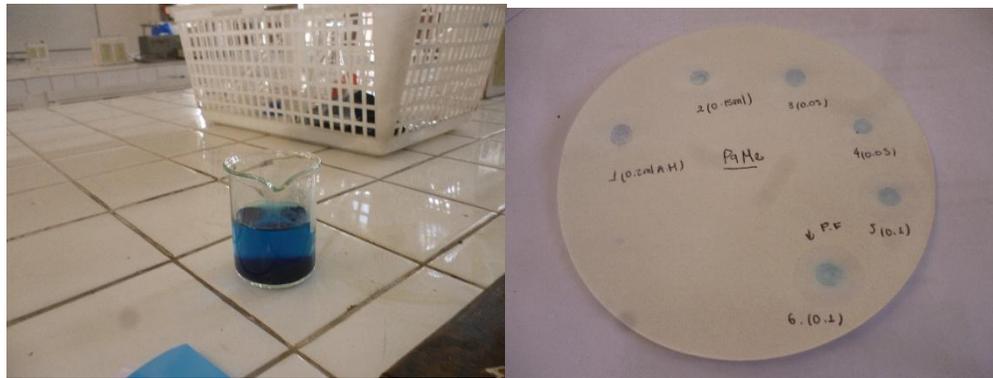
## **Procedimiento**

- a) Agregar 10 ml de agua destilada.
- b) Pesar 1 g de muestra y añadir 1 ml de agua destilada, agregar al agua destilada.
- c) Agregar 15 ml de agua oxigenada.
- d) Agregar 0,5 ml de ácido sulfúrico (5N)
- e) Hervir suavemente durante 10 min.
- f) Aforar hasta 50 ml de agua destilada.
- g) Agregar 0,5ml de Azul de Metileno y agitar

- h) Tomar una gota de líquido con la varilla de agitación y colocarla sobre el papel filtro. Mantener la varilla completamente en posición vertical.
- i) Repetir el literal g hasta que se observe una saturación por la formación de un halo de tinta alrededor de una gota de la suspensión de sólidos
- j) Registrar la cantidad de Azul de Metileno gastada.

Procedimiento tomado de FLUIDOS DE PERFORACIÓN, Yrán Romai, México 2008.

**Figura 7 Prueba del azul de metileno (MBT)**



(a)

(b)

**Vaso con la solución preparada (a). Formación de halo en el papel filtro, punto final (b)**

Realizado en el laboratorio de análisis instrumental de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo

- **Purificación de las muestras eliminación de materia orgánica**

#### **Materiales**

- Vasos de precipitación
- Varilla de agitación

#### **Reactivos**

- Agua oxigenada (peróxido de hidrógeno,  $H_2O_2$ )
- Agua destilada

### **Procedimiento**

- a) Añadir 900 ml de agua destilada a la muestra
- b) Añadir 30 ml de peróxido de hidrógeno
- c) Agitar y continuar añadiendo  $H_2O_2$  hasta que ya no se produzca burbujeo.

Procedimiento tomado de GARCIA (Universidad Complutense Madrid), SUÁREZ (Universidad de Salamanca). Las arcillas propiedades y usos. 2004

**Figura 8 Eliminación de materia orgánica**



- **Extracción y separación de fracciones**

### **Equipo**

- Balanza analítica
- Ultrasonido

## **Materiales**

- Vasos de precipitación
- Varilla de agitación
- Espátula

## **Procedimiento**

- a) Suspender 10 g de muestra en un litro de agua destilada.
- b) Agitar durante 20 min
- c) Someter 3 min a ultrasonidos (para mejorar la dispersión de las partículas de arcilla)
- d) Agitar nuevamente durante 30 min
- e) Dejar sedimentar la suspensión el tiempo necesario para que la fracción <math><4\ \mu\text{m}</math> quede retenida en 10 cm de sobrenadante.

$$t = \frac{9}{2} \cdot \frac{.h}{\text{gravedad} \cdot r^2 (\delta_s - \delta_l)}$$

- f) Transcurrido este tiempo, se recoge el sobrenadante y se deja sedimentar durante 124 horas, extrayendo ahora en 10cm la fracción menor de 0,5  $\mu\text{m}$  que se elimina. La suspensión que queda contiene la fracción 0.5-4  $\mu\text{m}$  de la esmectita.
- g) El material resultante se seca a 40° en una estufa, se muele en un mortero de ágata y se almacena para su caracterización.

Procedimiento tomado de MECANISMO Y VELOCIDAD DE DISOLUCIÓN DE MONTMORILLONITA EN SOLUCIONES DE ELECTROLITOS INERTES. INFLUENCIA DEL pH Y LA TEMPERATURA, Marisa Rozalén Astudillo Granada, 2004

**Figura 9 Extracción y separación en fracciones**



**(a)**

**(b)**



**(c)**

**Agitación de las muestras (a). Sedimentación de las muestras según el tiempo establecido para cada una (b). Sedimentación del sobrenadante durante 124 horas (c).**

- **Eliminación de carbonatos**

### **Equipo**

- Balanza analítica

## **Materiales**

- Vasos de precipitación
- Varilla de agitación
- Espátula

## **Procedimiento**

- a) Agregar 40 ml de agua destilada y 30 ml de ácido clorhídrico diluido al 10 %
- b) Transcurrido un período de 3 min agregar 5 ml más de reactivo y agitar, si la reacción efervescente continúa, esperar un período de 3 min y agregar nuevamente 5 ml del ácido.
- c) Continuar con el proceso hasta que no se produzca reacción al agregar el reactivo, indicativo de que los carbonatos han sido eliminados.
- d) Lavar la muestra con abundante agua destilada. Esperar que sedimente y eliminar el exceso de agua.
- e) Secar la muestra a una temperatura no mayor a 50 °C.

Eliminación de materia orgánica, separación de fracciones y eliminación de carbonatos fueron realizadas en los departamentos de Geología y Minas e Ingeniería Civil de la Universidad Técnica Particular de Loja.

- **Análisis de muestras en el equipo de fluorescencia de rayos X**

## **Objetivo**

Análisis químico cuantitativo de los óxidos presentes en las muestras sólidas.

## **Equipos**

- Estufa
- Pulverizadora
- Equipo de rayos X SIEMENS SRS 3000 (Empresa Cemento Chimborazo)

## **Materiales**

- Mortero de ágata

## **Preparación de las muestras**

Se han eliminado previamente la materia orgánica y carbonatos de las muestras

## **Procedimiento**

- a) Secar las muestras con una T máxima de 50°C
- b) Triturar las muestras utilizando un mortero de ágata
- c) Llevar la muestra a la pulverizadora.
- d) Prensar la muestra y preparar una pastilla para introducir en el equipo de fluorescencia de rayos X.

**Figura10 Análisis mediante fluorescencia de rayos X**



**(a)**

**(b)**



**(c)**

**Pulverización de la muestra en mortero de ágata (a). Pulverizadora (b). Equipo de fluorescencia de rayos X (c)**

Realizado en la empresa Cemento Chimborazo.

- **Análisis de las muestras mediante difracción de rayos x**

**Equipo**

- Bruker S2
- Radiación: Cu  $\alpha$  ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ )
- Monocromador: Grafito

### **Materiales**

- Espátula
- Porta objetos
- Porta muestras para DRX

### **Preparación de las muestras**

Para muestras en las que previamente se ha eliminado materia orgánica, carbonatos, y se ha separado la fracción de arcilla.

### **Procedimiento (preparación de las placas para el análisis)**

- a) Tomar una pequeña cantidad de muestra utilizando la espátula.
- b) Colocarla en el porta muestras.
- c) Utilizando un porta objetos distribuir la muestra uniformemente, de tal manera que la superficie resultante se encuentre a nivel y sin irregularidades.
- d) Colocar la muestra en el equipo.

**Figura11 Análisis mediante difracción de rayos X**



**(a)**

**(b)**



**(c)**

**(d)**

**Arcilla en el porta muestras (a). Muestra preparada (b). Equipo de difracción de rayos X (c). Colocación de la muestra en el equipo (d).**

**Procedimiento (obtención del difractograma, identificación de las fases, cuantificación)**

- **Obtención del difractograma (diffrac.comander)**

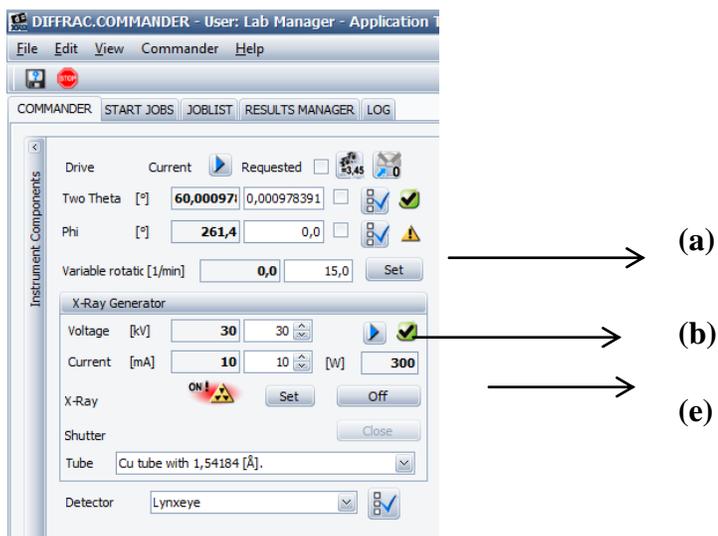
Verificar las condiciones del equipo

- a) Variable de rotación 15
- b) 30 V; 10 mA

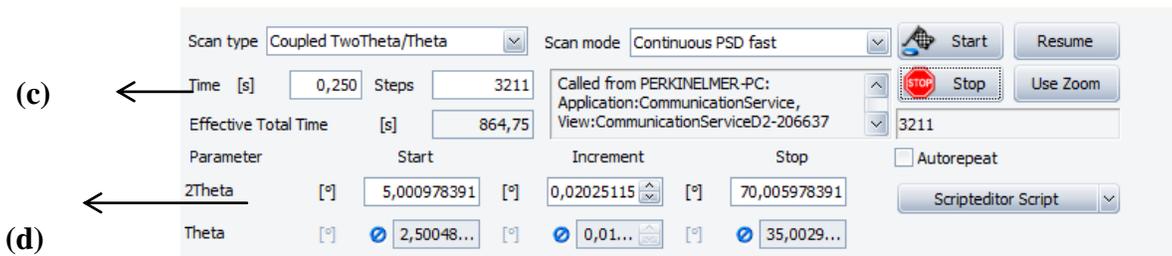
Establecer las condiciones para el análisis

- c) Tiempo de barrido 15 min (dentro de los límites recomendados).
- d) Ángulo de barrido de 5° a 70°.
- e) Encender los rayos X (on)

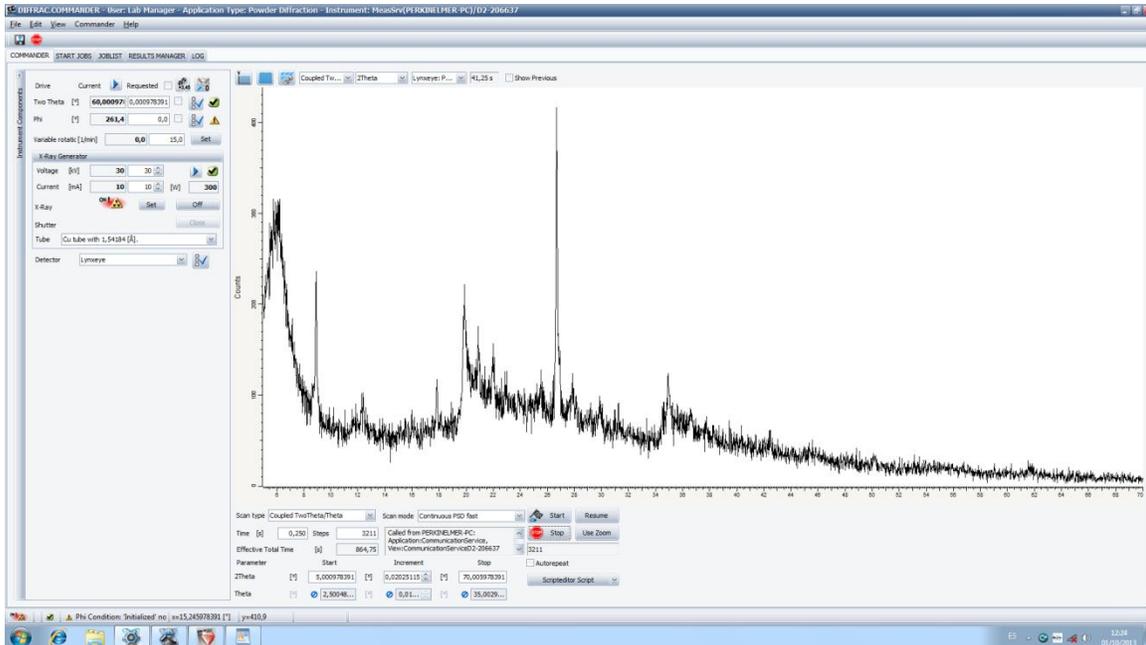
**Figura 12 Verificación de las condiciones del equipo**



**Figura 13 Establecer las condiciones para el análisis**



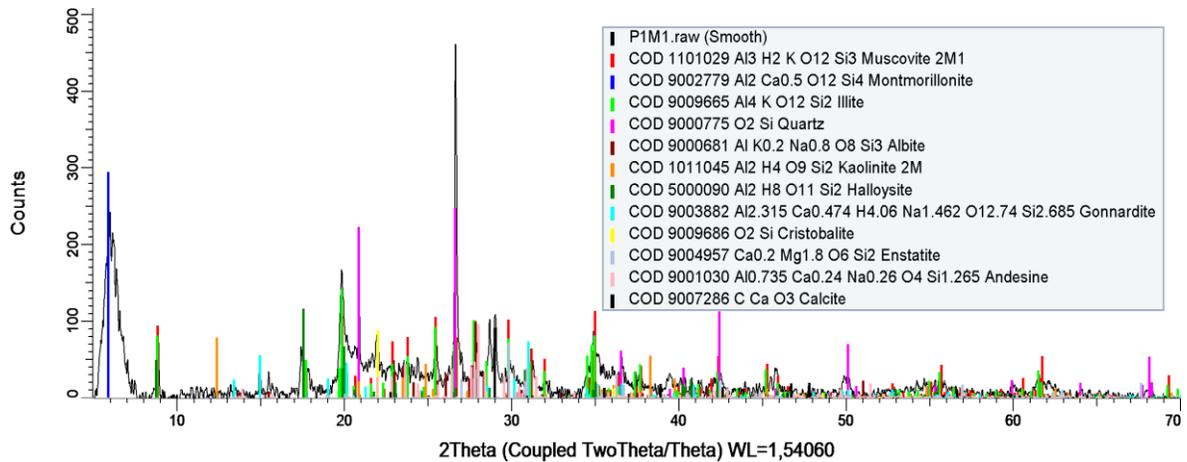
**Figura 14** Diffrac. Comander



▪ **IDENTIFICACIÓN DE LAS FASES ( SOFTWARE EVA)**

- a) Importar el difractograma.
- b) Utilizando el comando de herramientas: eliminar el ruido “background”
- c) Suavizar el difractograma “smooth”, elegir los filtros de elementos químicos a buscar según los antecedentes de la muestra, elegir la base según la cual se va a realizar el análisis (mineral), en la lista de opciones “candidatelist” elegir las fases que correspondan al difractograma.
- d) Buscar.

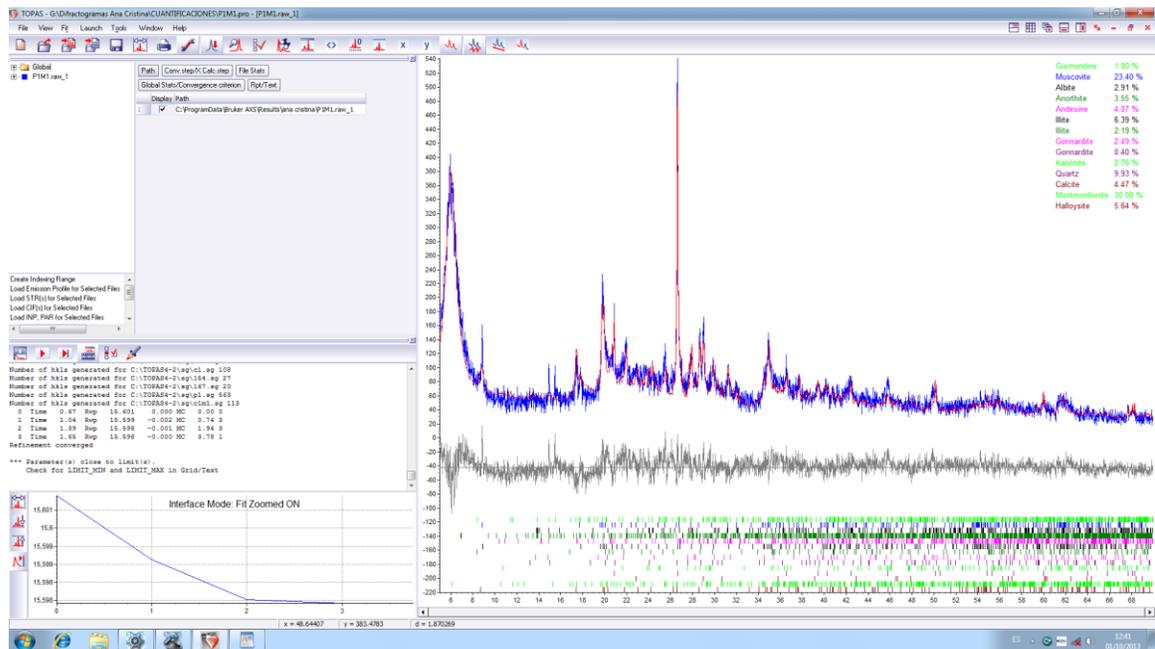
**Figura 15 Identificación de las fases por códigos de colores (EVA)**



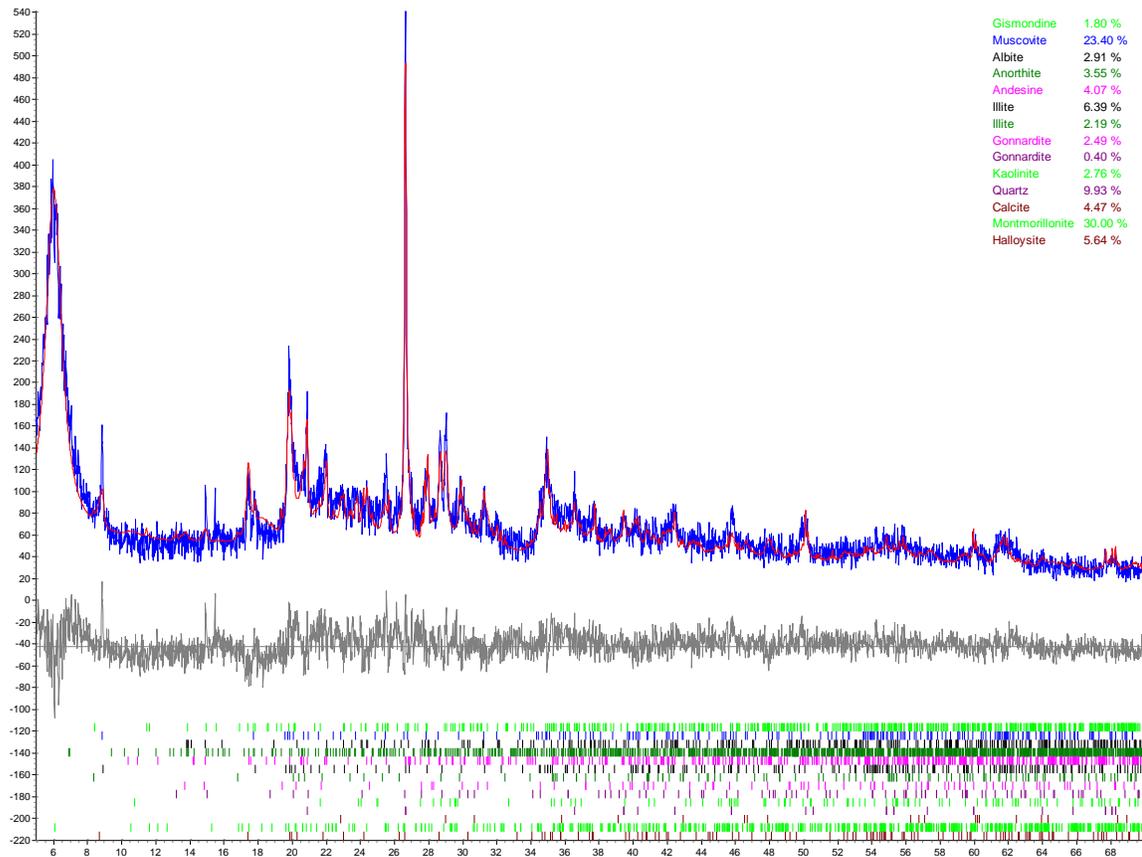
▪ **Cuantificación (software topas)**

- a) Cargar los archivos escaneados “load scan files”
- b) Buscar las fases correspondientes a la muestra (determinadas anteriormente) en la base del equipo, en el caso de no existir podemos encontrarlo en el COD (Cristallography Open Database)

Figura 16 Cuantificación (SOFTWARE TOPAS)



**Figura 17 Resultados de la cuantificación**



La línea azul corresponde al difractograma de la muestra, la línea de color rojo representa la simulación del difractograma mediante el método de Rietveld. Mientras la línea gris presente menor cantidad de picos indica mayor exactitud en el análisis.

## **2.1 Datos experimentales**

### *2.1.1 Datos*

*2.1.1.1 Datos referentes a la prueba del azul de metileno* A continuación se exponen los datos de la prueba del azul de metileno a la que se han sometido las 17 muestras de arcilla una vez trituradas y pulverizadas. Utilizamos 0,1 g de muestra.

**Tabla 2 Datos referentes a la prueba de azul de metileno**

<b>Muestra</b>	<b>Azul de metileno consumido (ml)</b>	<b>Azul de metileno consumido (meq)</b>
P1M1	1,6	0,016
P1M2	0,55	0,0055
P2M1	0,95	0,0095
P2M2	0,9	0,009
P3M1	0,7	0,007
P4M1	1	0,01
P4M2	0,9	0,009
P4M3	0,9	0,009
P5M1	0,85	0,0085
P6M1	0,4	0,004
P6M2	0,4	0,004
P7M1	0,15	0,0015
P8M1	2,3	0,023
P9M1	0,9	0,009
P9M2	0,55	0,0055
P10M1	1,2	0,012
P10M2	0,55	0,0055

2.1.1.2 *Datos referentes a la fluorescencia de rayos x*El análisis en el equipo de rayos X se realizó en el Laboratorio de control de Calidad de la empresa Cemento Chimborazo, para las 17 muestras de las cuales se ha eliminado previamente la materia orgánica y carbonatos.

**Tabla 3 Datos Referentes a la fluorescencia de rayos X de las muestras purificadas (Porcentajes de óxidos)**

<b>MUESTRA</b>	<b>SiO2</b> %	<b>Al2O3</b> %	<b>Fe2O3</b> %	<b>CaO</b> %	<b>MgO</b> %	<b>Na2O</b> %	<b>K2O</b> %	<b>TiO2</b> %	<b>TOTAL</b> %
<b>P1M2</b>	56,22	12,73	3,24	12,33	11,82	1,17	2,18	0,32	100
<b>P2M2</b>	73,36	17,37	3,13	1,09	1,37	0,99	2,19	0,49	100
<b>P3M1</b>	61,55	28,41	4,71	1,26	1,99	0,84	0,84	0,40	100
<b>P4M1</b>	60,04	24,97	5,93	1,19	2,59	1,43	3,24	0,61	100
<b>P4M2</b>	63,87	20,19	7,86	1,24	2,06	1,48	2,61	0,68	100
<b>P4M3</b>	57,35	32,26	4,75	1,29	1,17	1,15	1,27	0,75	100
<b>P5M1</b>	71,51	19,33	3,31	1,10	1,27	0,78	2,20	0,50	100
<b>P6M1</b>	68,92	25,09	2,40	1,24	0,34	0,70	1,19	0,13	100
<b>P6M2</b>	66,83	28,15	1,44	1,05	0,27	0,69	1,44	0,14	100
<b>P8M1</b>	66,12	22,11	4,02	2,00	1,75	1,39	1,76	0,86	100
<b>P9M1</b>	69,57	15,46	4,69	1,96	3,98	1,09	2,81	0,45	100
<b>P9M2</b>	74,69	14,24	2,88	1,41	2,83	1,27	2,07	0,60	100
<b>P10M1</b>	68,91	19,85	5,01	1,17	1,60	0,96	1,96	0,55	100
<b>P10M2</b>	70,57	19,11	2,98	1,03	1,48	1,18	3,22	0,43	100

**Tabla 4 Porcentaje elemental de los componentes de las muestras purificadas**

<b>MUESTRA</b>	<b>Si %</b>	<b>Al %</b>	<b>Fe %</b>	<b>Ca %</b>	<b>Mg %</b>	<b>Na %</b>	<b>K2 %</b>	<b>Ti %</b>	<b>O %</b>
<b>P1M2</b>	26,28	3,37	1,13	8,81	7,12	0,43	0,91	0,19	51,75
<b>P2M2</b>	34,29	4,60	1,10	0,78	0,83	0,37	0,91	0,30	56,84
<b>P3M1</b>	28,77	7,52	1,65	0,90	1,20	0,31	0,35	0,24	59,07
<b>P4M1</b>	28,07	6,61	2,07	0,85	1,56	0,53	1,35	0,36	58,60
<b>P4M2</b>	29,86	5,34	2,75	0,89	1,24	0,55	1,08	0,41	57,88
<b>P4M3</b>	26,81	8,54	1,66	0,92	0,71	0,43	0,53	0,45	59,96
<b>P5M1</b>	33,43	5,12	1,16	0,79	0,77	0,29	0,91	0,30	57,24
<b>P6M1</b>	32,22	6,64	0,84	0,88	0,21	0,26	0,49	0,08	58,39
<b>P6M2</b>	31,24	7,45	0,50	0,75	0,16	0,25	0,60	0,08	58,96
<b>P8M1</b>	30,91	5,85	1,40	1,43	1,05	0,52	0,73	0,51	57,59
<b>P9M1</b>	32,52	4,09	1,64	1,40	2,40	0,40	1,17	0,27	56,11
<b>P9M2</b>	34,91	3,77	1,01	1,01	1,71	0,47	0,86	0,36	55,90
<b>P10M1</b>	32,21	5,25	1,75	0,84	0,96	0,36	0,81	0,33	57,49
<b>P10M2</b>	32,99	5,06	1,04	0,74	0,89	0,44	1,34	0,26	57,25

2.1.1.3 Datos referentes a la difracción de rayos x

**Tabla 5 Porcentaje mineralógico de las muestras purificadas**

Muestra	Emectita	Caolín			Vermiculita	Mica			tectosilicatos					piroxenos	dolomita	calcita			
	montmorillito	Caolinita	Haylosita	Dickita	Vermiculita	illita	Moscovita	phengita	Grupo de los feldespatos			Grupo del SiO2		Grupo de las Zeolitas			Enstatita		
									plagioclase			Cuarzo	Heulandita	Gonardita	Gismodite				
									Albita	Anortita	Andesita								
P1M1	56,65	2,74	8,28			3,72	6,51		0,77	1,76	2,74	11,77			0,8			4,26	
P1M2	42,7	3,71	3,72			9,24	9,21		0,96	2,07	1,27	3,36			1,35		1,2	21,04	0,18
P2M1	19,1			11,89		3,83	18,54		6,55	3,23	5,33	22,9							1,46
P2M2	20,94		5,94	6,49		1,87	18,61		8,71	2,14	2,89	32,37					0,68		1,24
P3M1		0,37			9,52	2,49	55,84		1,74	6,12	8,96	14,3							
P4M1	36,22		3,8	10,35		11,75	21,07		3,53	3,79	2,3	11							
P4M2	66,37	2,53	5	1,66		0,76	12,51		1,7	1,63	0,68	5,54					1,62		
P4M3	27,76	6,02	4,99	10,88		4,58	30,66		0,45	1,17	1,54	11,6							
P5M1	31,64	1,53		13,66		4,44	31,27		1,16	1,93	0,79	13,23						0,33	
P6M1		14,11		14,32		8,63	11,07					51,87							
P6M2		62,36		21,78		7,95	0,12		1,06	1,45	4	1,27							
P7M1		13,45		24,68		14,18	7,16			5		40,11					0,42		
P8M1	40,55	8,04	4,94	2,95		8,95	2,33		6,59		2,99	7,05		9,82	0,8				
P9M1	39,14		5,48				17,54		2,39	2	1,57	3,31					1,04	26,92	0,61
P9M2	49,93		14,06				16,5		6,15	4,22	2,61	4,62					0,9		0,58
P10M1	50,15	2,98	5,84	3,54		17,89	3,35		3,06	2,41	4,7	4,53		0,89	0,65				
P10M2	19,53	11,37		3,84			33,1	11,63	5,5	3,56	5,54	4,01					1,5		0,53

## 2.2 Datos adicionales

### 2.2.1 Datos referentes a la densidad de las muestras de arcilla

**Tabla 6 Densidad de las muestras de arcilla**

MUESTRA	$\rho$ (g/ml)
P1M1	1,94
P1M2	2,38
P2M1	2,12
P2M2	2,18
P3M1	2,59
P4M1	2,3
P4M2	2,61
P4M3	2,44
P5M1	2,44
P6M1	2,5
P6M2	2,42
P7M1	2,46
P8M1	2,45
P9M1	2,59
P9M2	2,5
P10M1	2,09
P10M2	2,39

Fuente: **CARACTERIZACION FISICO-MECANICA Y QUIMICA DE LAS ARCILLAS DE LA FRANJA DE DIRECCIÓN NW-SE DEL SECTOR NORTE DE LA CUENCA SEDIMENTARIA MIOCENICA DE LOJA.** YetzabelGerarda Flores Carpio

## CAPÍTULO III

### 3. LÍNEA DE INVESTIGACIÓN

#### 3.1 Cálculos

##### 3.1.1 Cálculo de la superficie específica

$$Se = \frac{P_{AM}}{PM_{AM}} * \frac{1}{V_{AM}} * (V) * N_{AV} * A_{AM} * \frac{1}{P_m}$$

Se = Superficie específica (m<sup>2</sup>/g)

P<sub>AM</sub> = Peso azul de metileno (g)

PM<sub>AM</sub> = Peso molecular del azul de metileno, 319,87 (g/mol)

V<sub>AM</sub> = Volumen de solución de azul de metileno (ml)

V = Volumen de azul de metileno consumido (ml)

N<sub>AV</sub> = Número de Avogadro, 6,02 x 10<sup>23</sup>(moléculas/mol)

A<sub>AM</sub> = Área cubierta por un catión de AM, asumida generalmente en 1,3 x 10<sup>-18</sup> (m<sup>2</sup>)

P<sub>m</sub> = Peso de la muestra (g)

Ecuación tomada de NARSILIO G Y SANTAMARINA C, Clasificación de suelos, 2000

Para todas las muestras se preparó 250 ml de solución de azul de metileno (V<sub>AM</sub>), siendo necesarios 0,935 g de azul de metileno (P<sub>AM</sub>) y se pesó 0,1 g de muestra (P<sub>m</sub>). V es la única variable (obtenida con cada muestra) para el cálculo de la superficie específica.

**P1M1**

$$V = 1,6 \text{ ml}$$

$$Se = V * 91,54 = 146,46 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P1M2**

$$V = 0,55 \text{ ml}$$

$$Se = 0,55 * 91,54 = 50,34 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P2M1**

$$V = 0,95 \text{ ml}$$

$$Se = 0,95 * 91,54 = 86,96 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P2M2**

$$V = 0,9 \text{ ml}$$

$$Se = 0,9 * 91,54 = 82,39 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P3M1**

$$V = 0,7 \text{ ml}$$

$$Se = 0,95 * 91,54 = 64,08 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P4M1**

$$V = 1 \text{ ml}$$

$$Se = 1 * 91,54 = 91,54 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P4M2**

$$V = 0,9 \text{ ml}$$

$$Se = 0,9 * 91,54 = 82,39 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P4M3**

$$V = 0,9 \text{ ml}$$

$$Se = 0,9 * 91,54 = 82,39 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P5M1**

$$V = 0,85 \text{ ml}$$

$$Se = 0,85 * 91,54 = 82,39 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P6M1**

$$V = 0,4 \text{ ml}$$

$$Se = 0,4 * 91,54 = 36,62 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P6M2**

$$V = 0,4 \text{ ml}$$

$$Se = 0,4 * 91,54 = 36,62 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P7M1**

$$V = 0,15 \text{ ml}$$

$$Se = 0,15 * 91,54 = 13,73 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P8M1**

$$V = 2 \text{ ml}$$

$$Se = 2 * 91,54 = 183,08 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P9M1**

$$V = 0,8 \text{ ml}$$

$$Se = 0,8 * 91,54 = 73,23 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P9M2**

$$V = 0,45 \text{ ml}$$

$$Se = 0,45 * 91,54 = 41,19 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P10M1**

$$V = 0,4 \text{ ml}$$

$$Se = 1,2 * 91,54 = 109,85 \text{ m}^2/\text{g}$$

## P10M2

$$V = 0,55 \text{ ml}$$

$$Se = 0,55 * 91,54 = 50,35 \text{ m}^2/\text{g}$$

3.1.2 *Cálculo del tiempo de sedimentación necesaria para la separación de la fracción de arcilla (<4 $\mu\text{m}$ ).*

$$t = \frac{9}{2} \cdot \frac{\eta \cdot h}{g \cdot r^2 (\delta_s - \delta_l)}$$

Ecuación tomada de MECANISMO Y VELOCIDAD DE DISOLUCIÓN DE MONTMORILLONITA EN SOLUCIONES DE ELECTROLITOS INERTES. INFLUENCIA DEL pH Y LA TEMPERATURA, Marisa Rozalén Astudillo Granada, 2004

- t = tiempo (s)
- $\eta$  = viscosidad del agua (g/cm\*s)
- h = altura de la solución
- g = fuerza de gravedad
- r = radio de partícula (cm)
- $\delta_l$  = densidad del líquido (g/cm<sup>3</sup>)
- $\delta_s$  = densidad del sólido (g/cm<sup>3</sup>)

**Tabla 7 Tiempo de sedimentación para la separación de las fracciones de arcilla**

MUESTRA	$\eta$ (g/cm*s)	h(cm)	ds(g/cm3)	dl(g/cm3)	r(cm)	t(s)	t(h)	Horas	Minutos
P1M1	1	8	1,94	1	0,004	2158,163265	0,599489796	0	35
P1M2	1	10	2,38	1	0,004	3960,459184	1,100127551	1	6
P2M1	1	9	2,12	1	0,004	2892,857143	0,803571429	0	48
P2M2	1	9	2,18	1	0,004	3047,831633	0,846619898	0	50
P3M1	1	8,5	2,59	1	0,004	3878,667092	1,077407526	1	4
P4M1	1	10,6	2,3	1	0,004	3954,719388	1,098533163	1	5
P4M2	1	10	2,61	1	0,004	4620,535714	1,283482143	1	17
P4M3	1	9,5	2,44	1	0,004	3926,020408	1,090561224	1	5
P5M1	1	9,5	2,44	1	0,004	3926,020408	1,090561224	1	5
P6M1	1	8	2,5	1	0,004	3443,877551	0,956632653	0	57
P6M2	1	9,5	2,42	1	0,004	3871,492347	1,075414541	1	4
P7M1	1	7	2,46	1	0,004	2933,035714	0,814732143	0	48
P8M1	1	8	2,45	1	0,004	3329,081633	0,924744898	0	55
P9M1	1	8,5	2,59	1	0,004	3878,667092	1,077407526	1	4
P9M2	1	9	2,5	1	0,004	3874,362245	1,076211735	1	4
P10M1	1	9	2,09	1	0,004	2815,369898	0,782047194	0	46
P10M2	1	9	2,39	1	0,004	3590,242347	0,997289541	0	59

### 3.1.3 Cálculo del porcentaje de arcilla presente en las muestras

Tomando en cuenta el peso inicial de la muestra y el peso de los limos separados limos (fracción mayor a  $4\mu\text{m}$ ) se determina la cantidad de arcillas (fracción menor a  $4\mu\text{m}$ ) y su porcentaje.

$$> 4\mu\text{m} = \text{Peso de los limos secos}$$

$$\leq 4\mu\text{m} = \text{Peso de las arcillas secas}$$

$$\leq 4\mu\text{m} (\text{arcillas}) = \text{Peso de los limos secos} - \text{peso inicial}$$

$$\% \text{ arcillas} = \frac{\text{arcillas} * 100}{\text{peso inicial}}$$

**Tabla 8 Separación de limos y arcillas**

<b>MUESTRAS</b>	<b>Peso inicial(g)</b>	<b>&gt;4μm (g limos)</b>	<b>≤4μm (g arcillas)</b>	<b>% ARCILLAS</b>
P1M1	100,67	62,65	38,02	37,77
P1M2	102,55	86,28	16,27	15,87
P2M1	100,04	38,27	61,77	61,75
P2M2	103,63	55,18	48,45	46,75
P3M1	100,3	79,76	20,54	20,48
P4M1	108,98	67,49	41,49	38,07
P4M2	122,78	80,69	42,09	34,28
P4M3	122,55	82	40,55	33,09
P5M1	130,37	90,58	39,79	30,52
P6M1	107,96	79,45	28,51	26,41
P6M2	104,54	96,67	7,87	7,53
P7M1	159,59	126,16	33,43	20,95
P8M1	102,94	42,93	60,01	58,30
P9M1	113,85	88,57	25,28	22,20
P9M2	111,92	100,06	11,86	10,60
P10M1	108,86	83,72	25,14	23,09
P10M2	116,74	85,96	30,78	26,37

### 3.1.4 Cálculo de la superficie específica en relación a la fracción de arcilla

Para lo cual sustituimos el Pm utilizado en la ecuación de cálculo de la superficie específica con el de fracción de arcilla existente en las muestras (asumido a partir del peso de la muestra añadida y su porcentaje de arcilla).

$$Se\ fa = \frac{P_{AM}}{PM_{AM}} * \frac{1}{V_{AM}} * (V) * N_{AV} * A_{AM} * \frac{1}{P_{mfa}}$$

$P_{mfa}$  = peso de arcilla en las muestras

#### **P1M1**

$$P_{mfa} = 0,038$$

$$Se\ fa = 387,78\ 35\ m^2/g$$

#### **P1M2**

$$P_{mfa} = 0,016$$

$$Se\ fa = 317,25\ 35\ m^2/g$$

#### **P2M1**

$$P_{mfa} = 0,062$$

$$Se\ fa = 140,83\ 35\ m^2/g$$

#### **P2M2**

$$P_{mfa} = 0,047$$

$$Sefa = 176,23 \text{ 35 m}^2/\text{g}$$

### **P3M1**

$$P_mfa = 0,020$$

$$Sefa = 312,88 \text{ 35 m}^2/\text{g}$$

### **P4M1**

$$P_mfa = 0,038$$

$$Sefa = 240,45 \text{ 35 m}^2/\text{g}$$

### **P4M2**

$$P_mfa = 0,034$$

$$Sefa = 240,33 \text{ m}^2/\text{g}$$

### **P4M3**

$$P_mfa = 0,033$$

$$Sefa = 240,45 \text{ m}^2/\text{g}$$

### **P5M1**

$$P_mfa = 0,031$$

$$Sefa = 248,97 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P6M1**

$$P_{mfa} = 0,026$$

$$Sefa = 138,64 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P6M2**

$$P_{mfa} = 0,008$$

$$Sefa = 486,27 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P7M1**

$$P_{mfa} = 0,031$$

$$Sefa = 65,54 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P8M1**

$$P_{mfa} = 0,058$$

$$Sefa = 314,03 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P9M1**

$$P_{mfa} = 0,022$$

$$Sefa = 329,87 \text{ m}^2/\text{g}$$

**P9M2**

$$P_{mfa} = 0,011$$

$$Sefa = 388,61 \text{ m}^2/\text{g}$$

### **P10M1**

$$P_{mfa} = 0,023$$

$$Sefa = 475,74 \text{ m}^2/\text{g}$$

### **P10M2**

$$P_{mfa} = 0,026$$

$$Sefa = 190,92 \text{ m}^2/\text{g}$$

#### *3.1.5 Cálculo del porcentaje de montmorillonita*

De acuerdo que la superficie específica de la montmorillonita PURA es  $810 \text{ m}^2/\text{g}$ , se asumió el porcentaje de la misma en la muestra.

$$\% \text{ montmorillonita} = (Se * 100)/810$$

Fórmula tomada de MODIFICACIÓN A NIVEL NANOMOLECULAR DE LAS PROPIEDADES DE LAS ARCILLAS PERTENECIENTES AL GRUPO ANCON DE LA PENÍNSULA DE SANTA ELENA (PSE), Perugachi Benalcázar, César Rodrigo 2006.

Cálculo para las muestras que tienen fases montmorilloníticas, según los análisis obtenidos por la difracción de rayos X (Tabla 5).

**Tabla 9 Porcentaje de montmorillonita**

Muestras	% Montmorillonita
P1M1	18,08
P1M2	6,22
P2M1	10,74
P2M2	10,17
P4M1	11,30
P4M2	10,17
P4M3	10,17
P5M1	9,61
P8M1	22,60
P9M1	9,04
P9M2	5,09
P10M1	13,56
P10M2	6,22

*3.1.6 Cálculo del porcentaje de montmorillonita en relación a la fracción de arcilla*

Tomando en cuenta la relación anterior (literal 3.1.5) para la Se fa tenemos:

$$\% \text{ montmorillonita} = (Se \text{ fa} * 100) / 810$$

**Tabla 10 Porcentaje de montmorillonita en la fracción arcilla**

Muestras	% montmorillonita fa
P1M1	47,87
P1M2	39,17
P2M1	17,39
P2M2	21,76
P4M1	29,69
P4M2	29,67
P4M3	30,74
P5M1	31,47
P8M1	38,77
P9M1	40,73
P9M2	47,98
P10M1	58,73
P10M2	23,57

### **3.2 Resultados y análisis**

#### *3.2.1 Volumen de Azul de metileno consumido y superficie específica en las muestras*

**Tabla 11 Azul de metileno consumido y superficie específica**

Muestras	ml(MB)	Se ( $m^2/g$ )
P1M1	1,6	146,46
P1M2	0,55	50,35
P2M1	0,95	86,96
P2M2	0,9	82,39
P3M1	0,7	64,08
P4M1	1	91,54
P4M2	0,9	82,39
P4M3	0,9	82,39
P5M1	0,85	77,81
P6M1	0,4	36,62
P6M2	0,4	36,62
P7M1	0,15	13,73
P8M1	2	183,08
P9M1	0,8	73,23
P9M2	0,45	41,19
P10M1	1,2	109,85
P10M2	0,55	50,35

Para todas las muestras mediante el “Método del azul de metileno”, MBT, se pudo establecer mediante los cálculos anteriormente realizados superficie específica del material que contiene diferentes fases arcillosas así como también limos.

Esta prueba se realizó con el fin de estimar si las muestras de suelos presentan estas fases (arcillosas) y si son montmorillonitas al establecer si estas poseen capacidad de cambio catiónico y utilizarlo para estimaciones posteriores.

Según García 2004 la montmorillonita presenta una superficie específica que supera los 80  $m^2/g$

Este resultado corresponde a muestras sin una separación previa de limos y arcillas ni la eliminación de carbonatos, para 0,1 g de muestra.

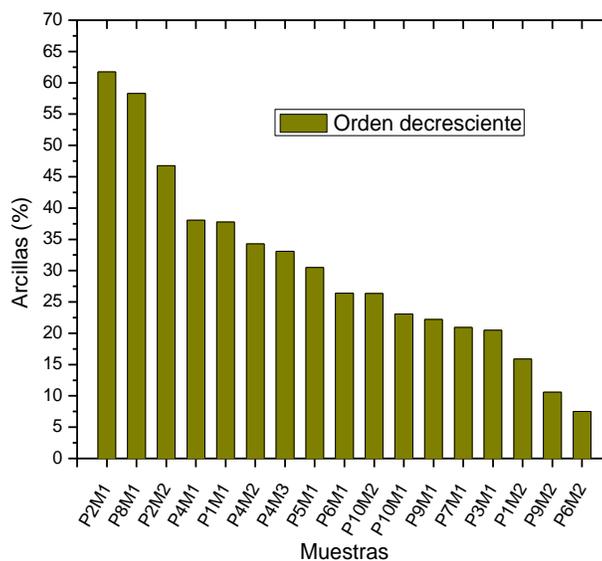
### 3.2.2 *Porcentaje de material arcilloso presente en las muestras*

Para la fracción menor a 4 $\mu$ m, de mayor a menor:

**Tabla 12 Porcentaje de arcilla en las muestras**

<b>MUESTRAS</b>	<b>% ARCILLAS</b>
P2M1	61,75
P8M1	58,3
P2M2	46,75
P4M1	38,07
P1M1	37,77
P4M2	34,28
P4M3	33,09
P5M1	30,52
P6M1	26,41
P10M2	26,37
P10M1	23,09
P9M1	22,2
P7M1	20,95
P3M1	20,48
P1M2	15,87
P9M2	10,6
P6M2	7,53

### Gráficos 1 Porcentaje de arcilla en las muestras



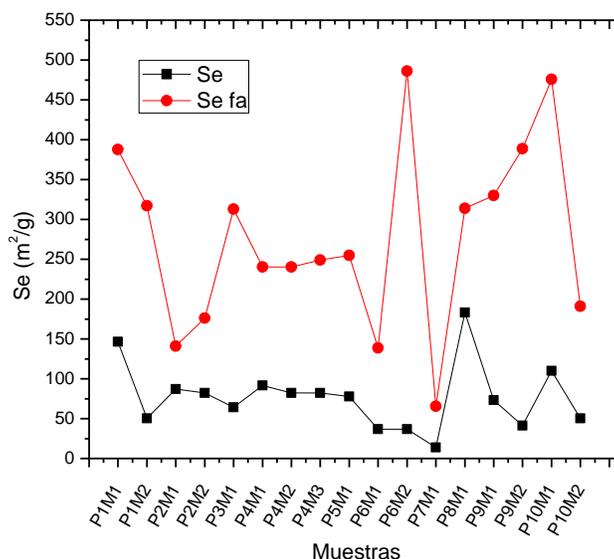
Realizando la separación de limos y arcillas, anteriormente descrita se puede obtener la fracción de arcilla presente en cada una de las muestras, observando que este valor oscila entre 8 y 60%, de los cuales la muestra P2M1 es la que posee mayor cantidad de material arcilloso en su composición (61,75 g de arcilla por cada 100 g de muestra) y la muestra P6M2 se compone de apenas 7,53 g de arcilla por cada 100 g de muestra.

### 3.2.3 Superficie específica de la fracción arcillosa

**Tabla 13 Superficie específica de las muestras y de la fracción arcillosa**

Muestras	Sem <sup>2</sup> /g	Se.fam <sup>2</sup> /g
P1M1	146,46	387,78
P1M2	50,35	317,25
P2M1	86,96	140,83
P2M2	82,39	176,23
P3M1	64,08	312,88
P4M1	91,54	240,45
P4M2	82,39	240,33
P4M3	82,39	248,97
P5M1	77,81	254,94
P6M1	36,62	138,64
P6M2	36,62	486,27
P7M1	13,73	65,54
P8M1	183,08	314,03
P9M1	73,23	329,87
P9M2	41,19	388,61
P10M1	109,85	475,74
P10M2	50,35	190,92

## Gráficos 2 Superficie específica en las muestras y en la fracción de arcilla



A partir de los datos de superficies específicas obtenidas de las muestras sin purificar y la fracción de arcilla determinada para cada una de ellas se puede estimar la superficie específica para la fracción de arcilla presente en cada muestra, mediante los cálculos anteriormente realizados. Se establecen los valores de la Tabla 10.

Se puede observar claramente que la superficie específica de las muestras aumenta considerablemente al tomarse en cuenta solamente la fracción arcillosa, este cambio se da en mayor o menor proporción dependiendo de la cantidad de arcilla presente en la muestra.

### 3.2.4 Resultados de la fluorescencia de rayos-X

Fue realizado para conocer la composición química de los minerales que están presentes en la arcilla. Los datos dados en la tabla 9 muestran que los óxidos de silicio y aluminio están presentes en mayores cantidades.

**Tabla 14 Composición química de las muestras**

MUESTRA	SiO2 %	Al2O3 %	Fe2O3 %	CaO %	MgO %	Na2O %	K2O %	TiO2 %	TOTAL %
P1M2	56,22	12,73	3,24	12,33	11,82	1,17	2,18	0,32	100
P2M2	73,36	17,37	3,13	1,09	1,37	0,99	2,19	0,49	100
P3M1	61,55	28,41	4,71	1,26	1,99	0,84	0,84	0,40	100
P4M1	60,04	24,97	5,93	1,19	2,59	1,43	3,24	0,61	100
P4M2	63,87	20,19	7,86	1,24	2,06	1,48	2,61	0,68	100
P4M3	57,35	32,26	4,75	1,29	1,17	1,15	1,27	0,75	100
P5M1	71,51	19,33	3,31	1,10	1,27	0,78	2,20	0,50	100
P6M1	68,92	25,09	2,40	1,24	0,34	0,70	1,19	0,13	100
P6M2	66,83	28,15	1,44	1,05	0,27	0,69	1,44	0,14	100
P8M1	66,12	22,11	4,02	2,00	1,75	1,39	1,76	0,86	100
P9M1	69,57	15,46	4,69	1,96	3,98	1,09	2,81	0,45	100
P9M2	74,69	14,24	2,88	1,41	2,83	1,27	2,07	0,60	100
P10M1	68,91	19,85	5,01	1,17	1,60	0,96	1,96	0,55	100
P10M2	70,57	19,11	2,98	1,03	1,48	1,18	3,22	0,43	100

Los valores de los óxidos obtenidos proporcionan información de los elementos químicos existentes en las muestras analizadas y contribuyen con información para la identificación de las fases presentes (durante el análisis de DRX).

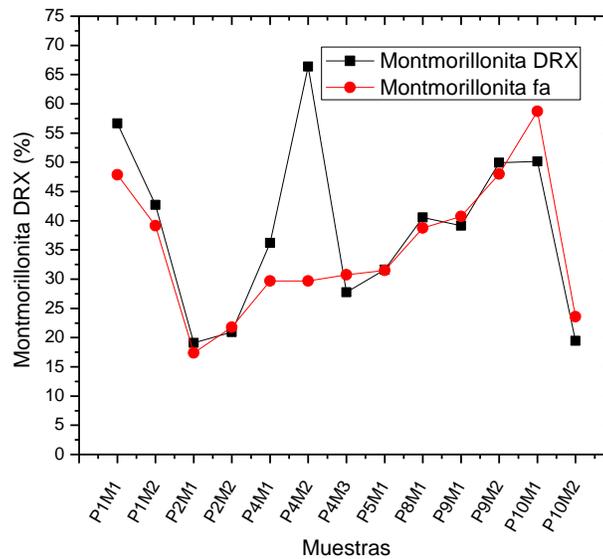
### 3.2.5 Porcentaje de montmorillonita presente en las muestras

Porcentaje de montmorillonita existente en las muestras, en las que se demostró son montmorilloníticas (identificación DRX), y su comparación con el porcentaje de esta arcilla aproximado a partir del cálculo de la superficie específica y fracción arcillosa de cada una de ellas.

**Tabla 15 Porcentaje de montmorillonita en las muestras**

Muestras	% montmorillonita	% montmorillonita fa	% montmorillonita DRX
P1M1	18,08	47,87	56,65
P1M2	6,22	39,17	42,7
P2M1	10,74	17,39	19,1
P2M2	10,17	21,76	20,94
P4M1	11,30	29,69	36,22
P4M2	10,17	29,67	66,37
P4M3	10,17	30,74	27,76
P5M1	9,61	31,47	31,64
P8M1	22,60	38,77	40,55
P9M1	9,04	40,73	39,14
P9M2	5,09	47,98	49,93
P10M1	13,56	58,73	50,15
P10M2	6,22	23,57	19,43

### Gráficos 3 Porcentaje de montmorillonita obtenido por DRX y por SE



Ambas representaciones, tienen la misma tendencia. El promedio de los valores de una varían de la otra en 3,31 %.

La muestra 2 correspondiente punto 4 (P4M2), presenta una desviación de la tendencia la misma que se presume es debido a la compactación de la muestra, característica observada durante la separación en fracciones.

### 3.2.6 Porcentaje de montmorillonita relacionado a la fracción arcillosa

**Tabla 16 Porcentaje de arcilla y montmorillonita en las muestras**

Muestras	% montmorillonita fa	% montmorillonita DRX	% arcilla
P2M1	17,39	19,1	61,75
P8M1	38,77	40,55	58,3
P2M2	21,76	20,94	46,75
P4M1	29,69	36,22	38,07
P1M1	47,87	56,65	37,77
P4M2	29,67	66,37	34,28
P4M3	30,74	27,76	33,09
P5M1	31,47	31,64	30,52
P10M1	58,73	50,15	23,09
P9M1	40,73	39,14	22,2
P1M2	39,17	42,7	15,87
P9M2	47,98	49,93	10,6

La tabla en orden descendente según el porcentaje de arcilla en las muestras muestra los porcentajes de montmorillonita tomando como total el porcentaje de arcilla, es decir la muestra P2M1 está formada por 61,75 % de arcillas de las cuales 14,2 y 19,1 son montmorillonitas según el método de SE y DRX respectivamente.

A pesar de que se obtenga un porcentaje elevado de montmorillonita se debe tomar en cuenta la fracción de arcilla de la cual proviene, ya que el porcentaje de la primera viene posterior a la obtención de la segunda. Así como también una fracción de arcilla elevada no significa que el porcentaje de montmorillonita en la misma va a ser similar. Así que para establecer los mejores afloramientos para su explotación se debe tomar en cuenta ambos factores.

**Tabla 17 Porcentaje montmorillonita y arcilla en las muestras**

Muestras	% montmorillonita DRX	% montmorillonita fa	% arcilla
P4M2	66,37	29,67	34,28
P1M1	56,65	47,87	37,77
P10M1	50,15	58,73	23,09
P9M2	49,93	47,98	10,6
P1M2	42,7	39,17	15,87
P8M1	40,55	38,77	58,3
P9M1	39,14	40,73	22,2
P4M1	36,22	29,69	38,07
P5M1	31,64	31,47	30,52
P4M3	27,76	30,74	33,09
P2M2	20,94	21,76	46,75
P10M2	19,43	23,57	26,37
P2M1	19,1	17,39	61,75

Se ordenan las muestras que contienen mayor porcentaje de montmorillonita que se obtuvo por DRX (con tendencia similar al porcentaje obtenido por superficies específicas) independiente al porcentaje de arcilla.

La comparativa a realizar es la siguiente: La muestra P4M2 presenta el porcentaje más elevado de la arcilla buscada pero se debe tomar en consideración que de cada 100 g de muestra tomada 33,37 son arcillas y de estos el 66,37 son montmorillonitas.

## CAPÍTULO IV

### 4 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

#### 4.1 Conclusiones

- Mediante análisis de superficie específica se puede conocer si existe arcilla montmorillonita en las muestras del polígono de la cuenca sedimentaria miocénica de Loja, comparando el valor de superficie específica obtenida para cada una con el característico de las arcillas que presentan estas fases (superior a  $80 \text{ m}^2/\text{g}$ ). Para su cuantificación mediante este método es importante conocer la fracción de arcilla ya que esta porción es la que le da las propiedades de superficie y en la cual se pueden potenciar las futuras aplicaciones. La obtención de este porcentaje (% de montmorillonita a partir de su superficie específica) contribuye con la verificación de los porcentajes de la fase obtenidos mediante DRX, así también mediante difracción de rayos X se estableció que muestras de arcillas que presentaban montmorillonita en sus fases.
- Mediante sedimentación, con el cálculo del tiempo que cada muestra requiere para separar la fracción menor a  $4 \mu\text{m}$  tomando en cuenta sus densidades se establece el porcentaje de material arcilloso existente en cada una de las muestras el cual puede proporcionar datos de rendimiento de la explotación de los puntos establecidos en el polígono siendo en orden decreciente el siguiente el porcentaje de arcilla presente en las muestras para cada punto P2M1 61,75; P8M1 58,3; P2M2 46,75; P4M1 38,07; P1M1 37,77; P4M2 34,28 ; P4M3 33,09; P5M1 30,52 ; P6M1 26,41; P10M2 26,37; P10M1 23,09; P9M1 22,2; P7M1 20,95; P3M1 20,48; P1M2 15,87;

P9M2 10,6; P6M2 7,53. Los porcentajes de arcilla oscilan entre el 60 y 10 gramos de arcilla por cada 100 g de muestra.

- Como se sabe, es prácticamente imposible identificar las diversas variedades de arcillas a solo a partir de análisis de composición química, por lo que en este caso el método empleado para la identificación de las muestras de arcillas fue difracción de rayos X, valiéndose también de los datos obtenidos mediante los estudios químicos realizados (capacidad de intercambio catiónico, fluorescencia de rayos X).

Las arcillas tienen fases cristalinas diferentes y los planos estructurales de difracción de estas varían de un tipo a otro por lo que se utiliza DRX para su identificación.

Con estos análisis se establece la presencia de montmorillonita en las muestras siguientes con sus correspondientes porcentajes: P4M2, 66,37; P1M1, 56,65; P10M1, 50,15; P9M2, 49,93; P1M2, 42,7; P8M1, 40,55; P9M1, 39,14; P4M1, 36,22; P5M1, 31,64; P4M3, 27,76; P2M2, 20,94; P10M2, 19,53; P2M1, 19,1. Un total de 13 muestras de las 15 analizadas, las 4 muestras restantes corresponden a: P3M1, moscovita; P6M1, la fase de mayor porcentaje en esta muestra es el cuarzo, en segundo lugar con similares proporciones caolinita y dickita; P6M2 Caolinita; P7M1 dickita con un porcentaje menor de caolinita.

Cabe señalar que las mencionadas muestras presentaron valores bajos de superficie específica.

.

- La montmorillonita es utilizada en la industria de los adsorbents debido a su elevada superficie específica, dato que ha sido comprobado en el presente trabajo, ya que las muestras que presentaron mayor superficie específica resultaron ser montmorilloníticas, por el mismo motivo ser utilizada para purificación de agua, se la puede modificar llevandola a ser “nanoarcilla” potencializando así sus propiedades.

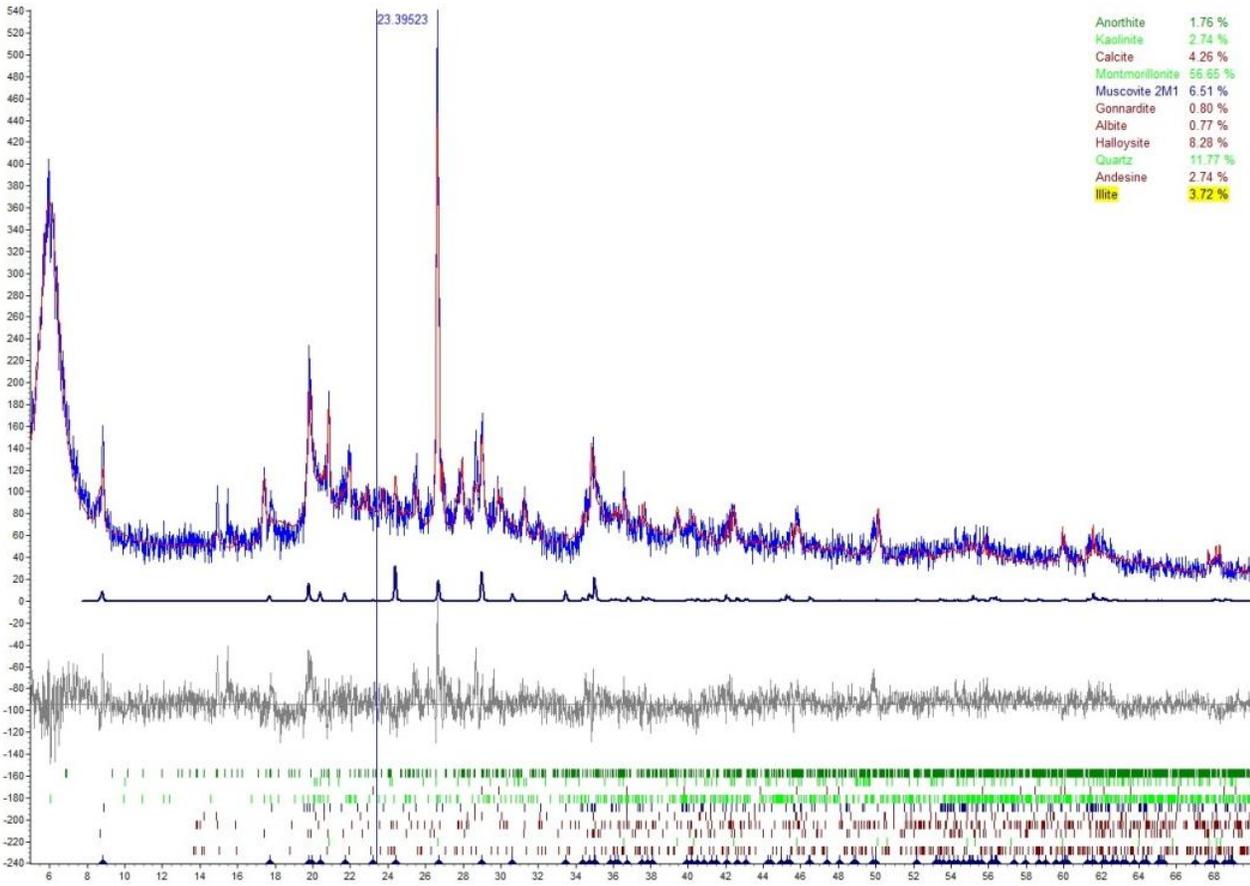
## **4.2 Recomendaciones**

- Para la caracterización de muestras de arcillas es importante realizar más de un tipo de análisis con el fin de confirmar los datos obtenidos o complementar unos métodos con otros como en el caso de la fluorescencia y difracción de rayos X.
- Para la estimación de los valores es necesario conocer las relaciones que estos tienen entre sí, ya sea directa o inversa.
- Realizar análisis de superficie específica previo y posterior a la separación de fracciones, esto permitirá realizar comparativas y establecer si se ha perdido algún mineral arcilloso durante la dicha purificación (separación en fracciones)

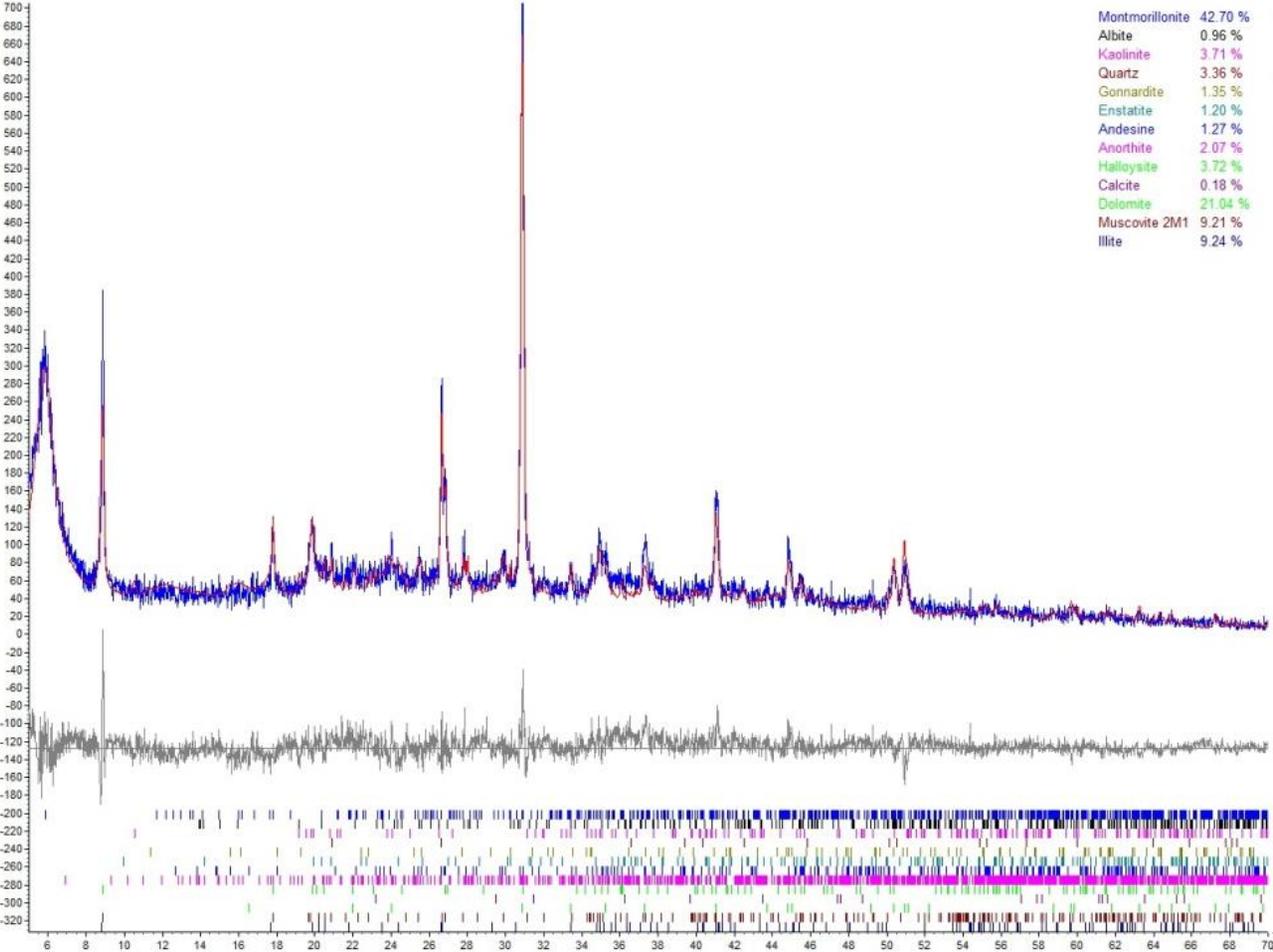
## **CAPÍTULO V**

### **5 ANEXOS**

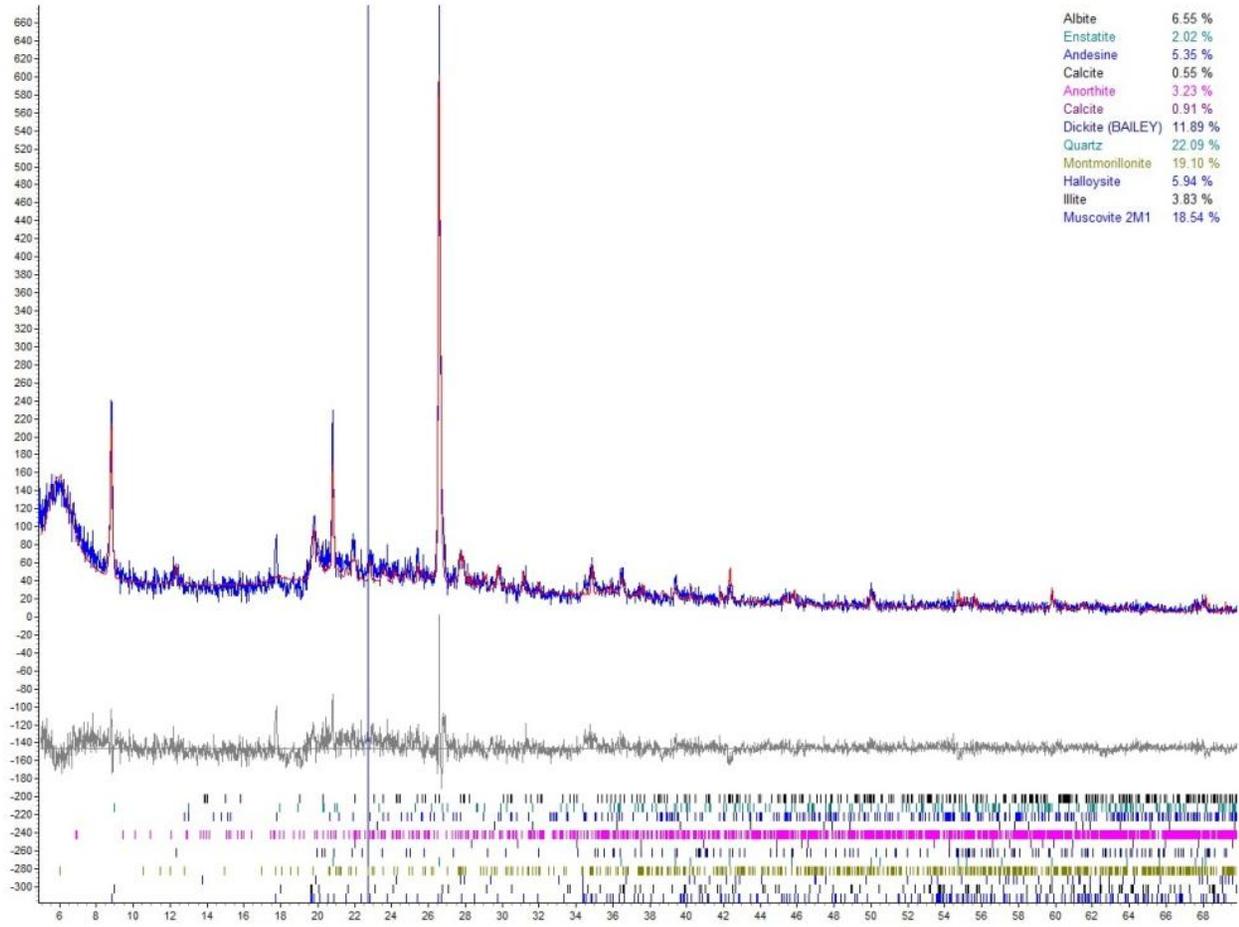
**Anexo 1 Difractograma de la muestra P1M1**



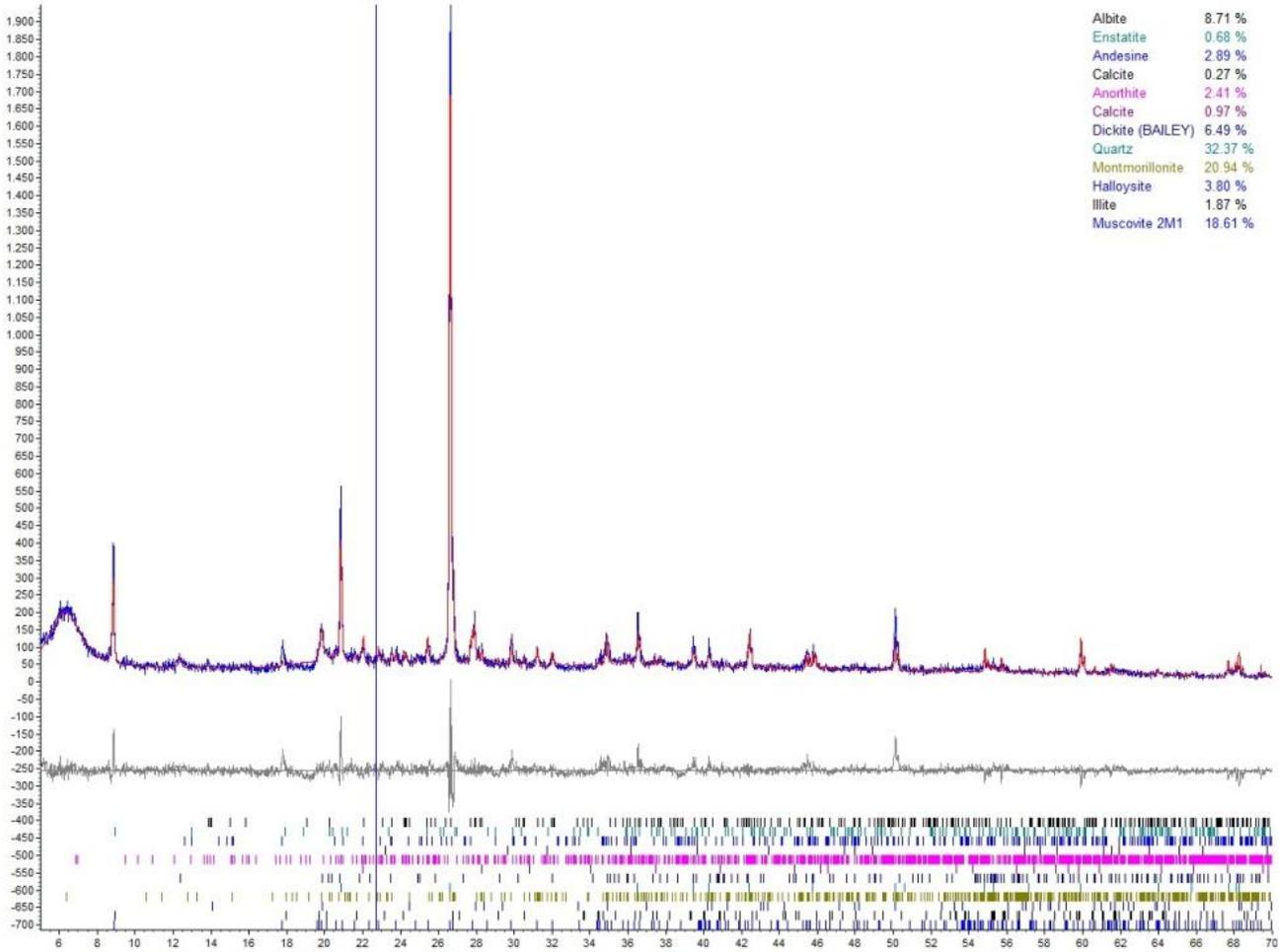
**Anexo 2 Difractograma de la muestra P1M2**



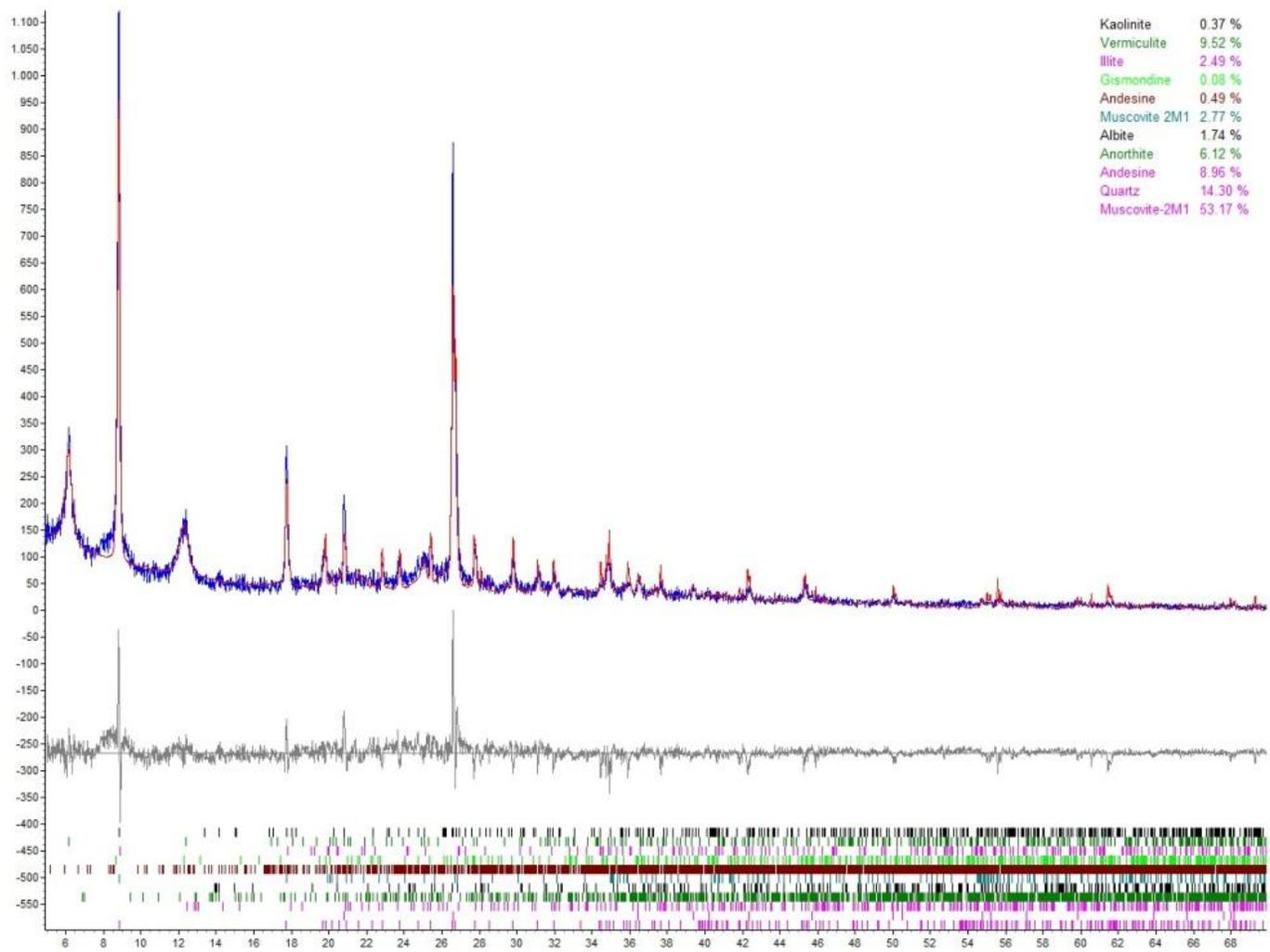
### Anexo 3 Difractograma de la muestra P2M1



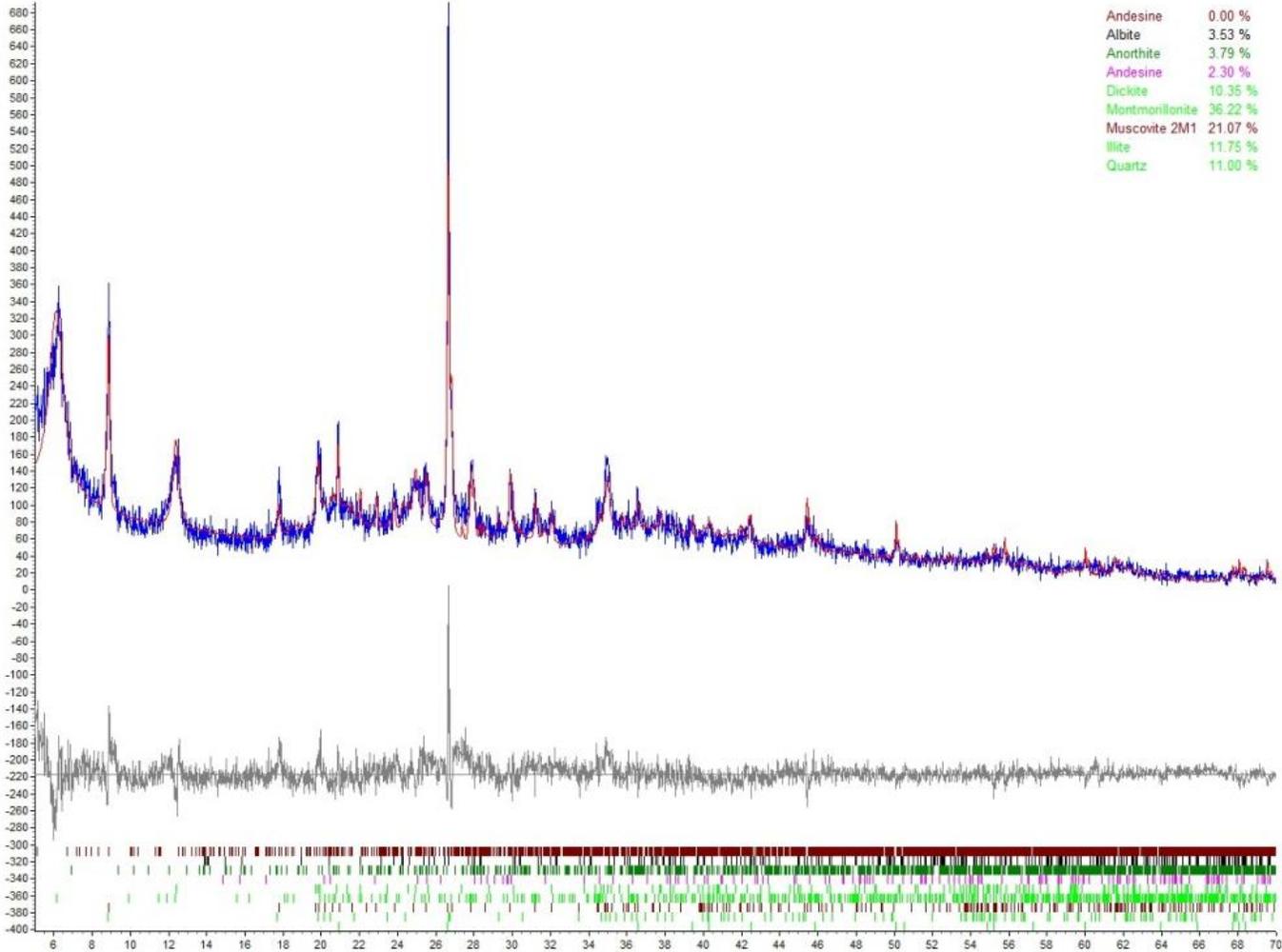
**Anexo 4 Difractograma de la muestra P2M2**



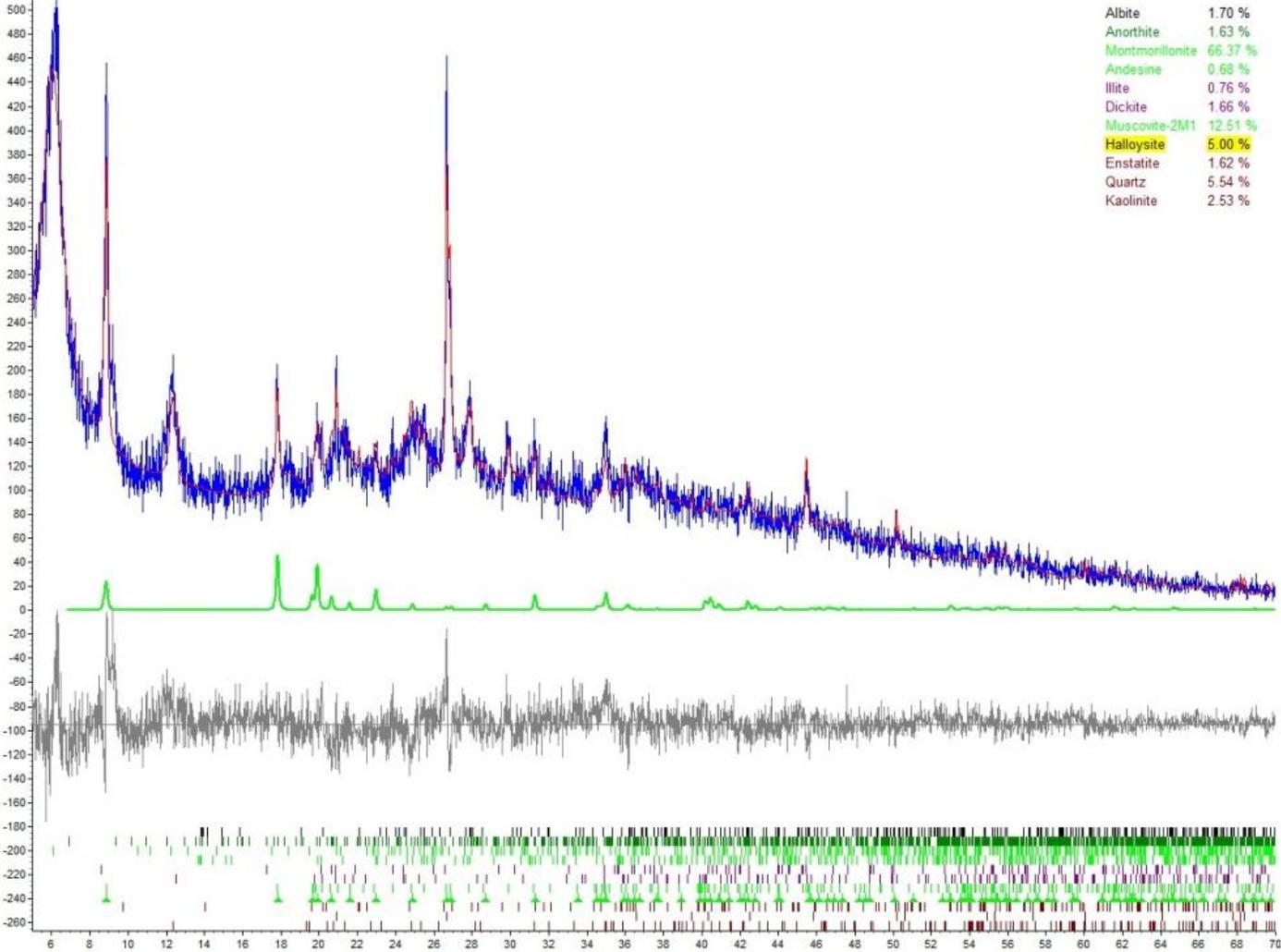
### Anexo 5 Difractograma de la Muestra P3M1



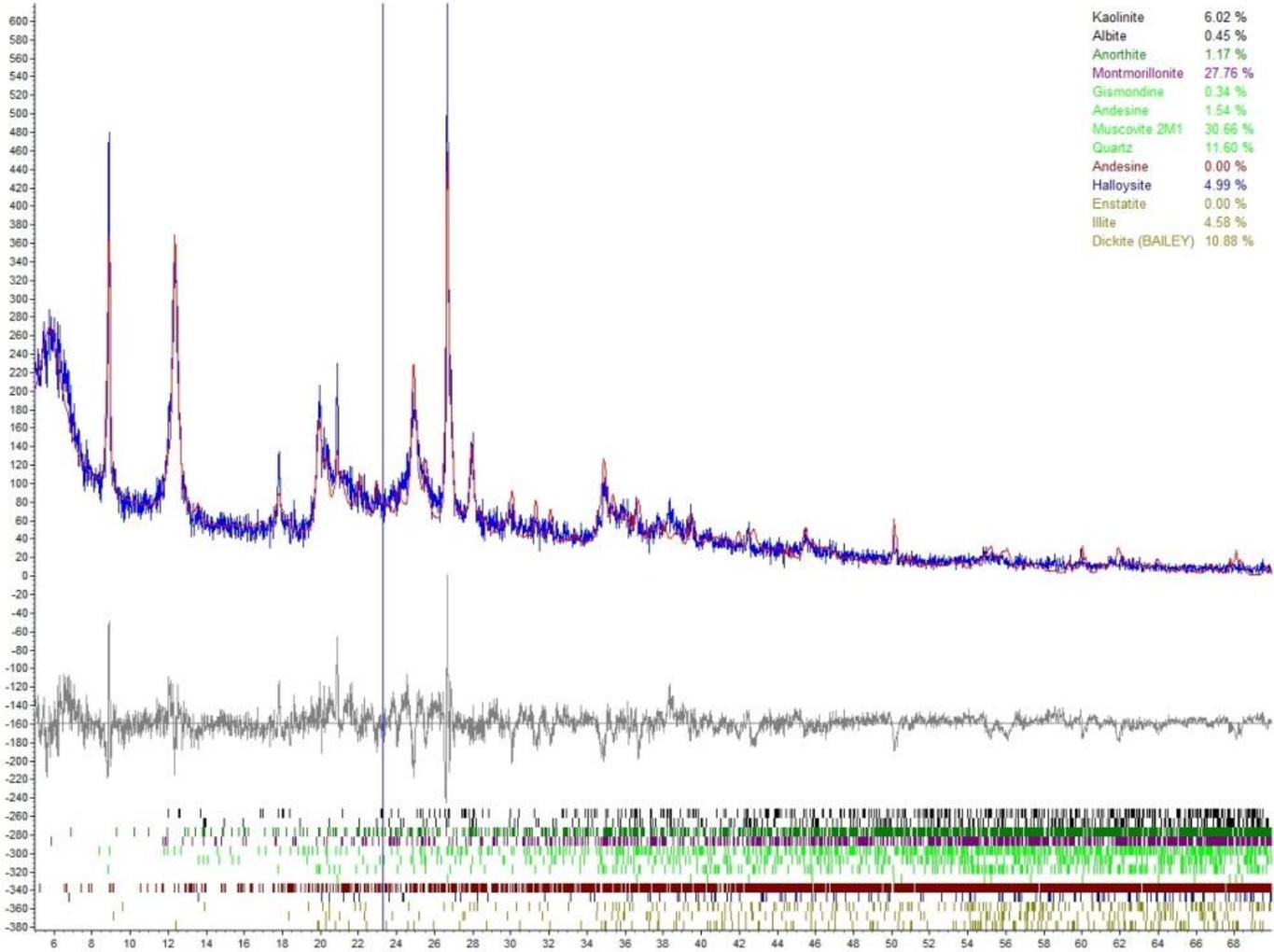
**Anexo 6 Difractograma de la muestra P4M1**



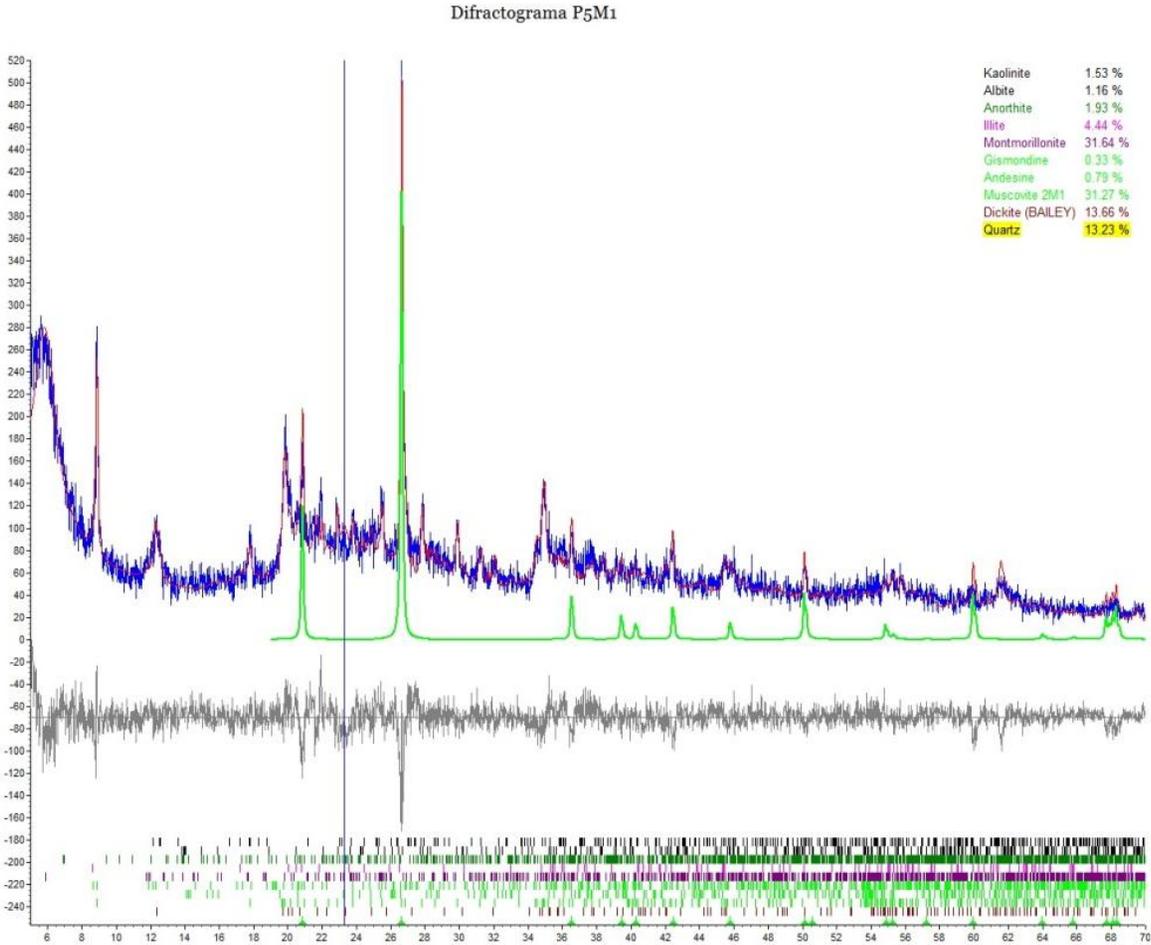
**Anexo 7 Difractograma de la Muestra P4M2**



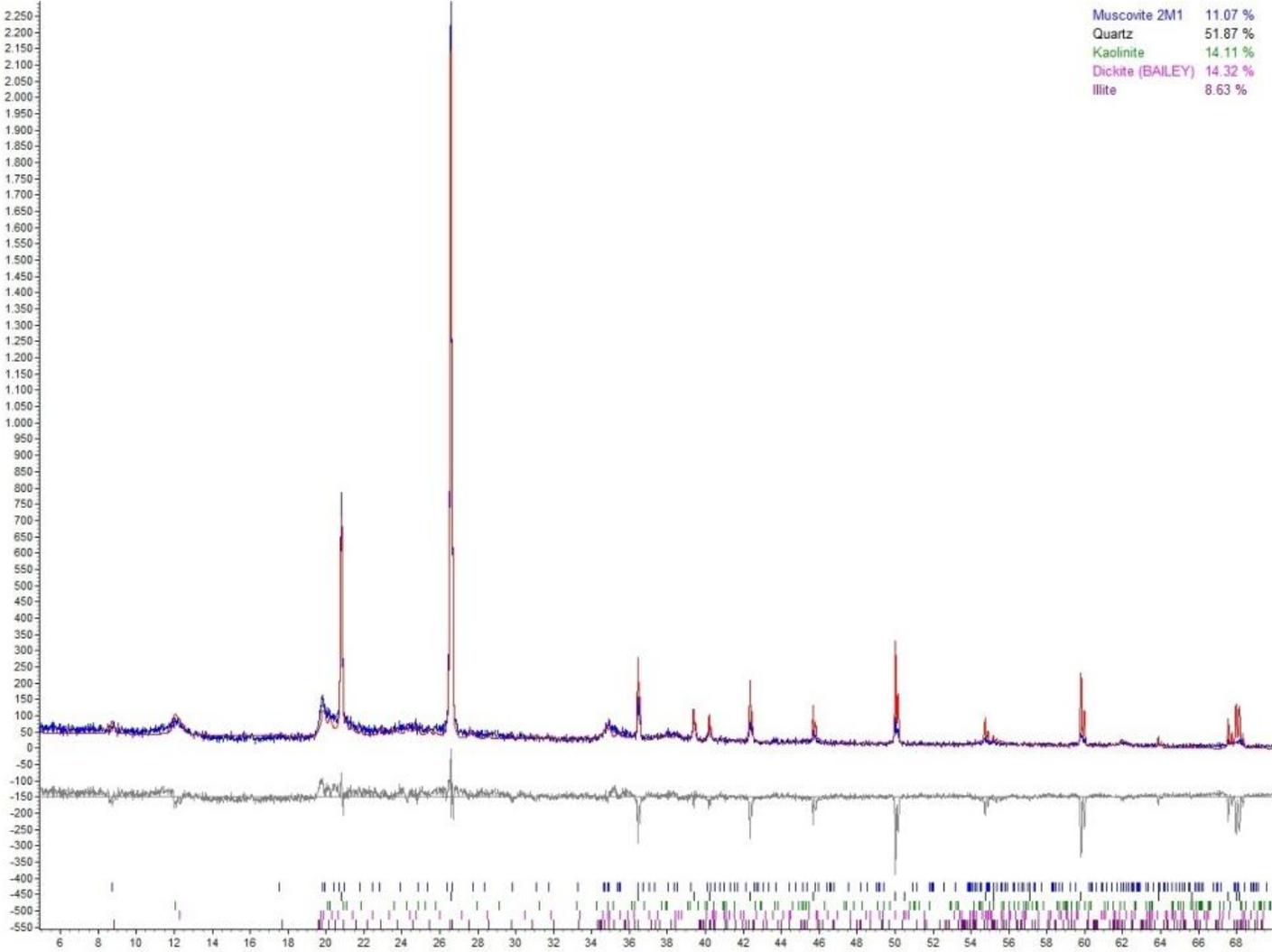
### Anexo 8 Difractograma de la Muestra P4M3



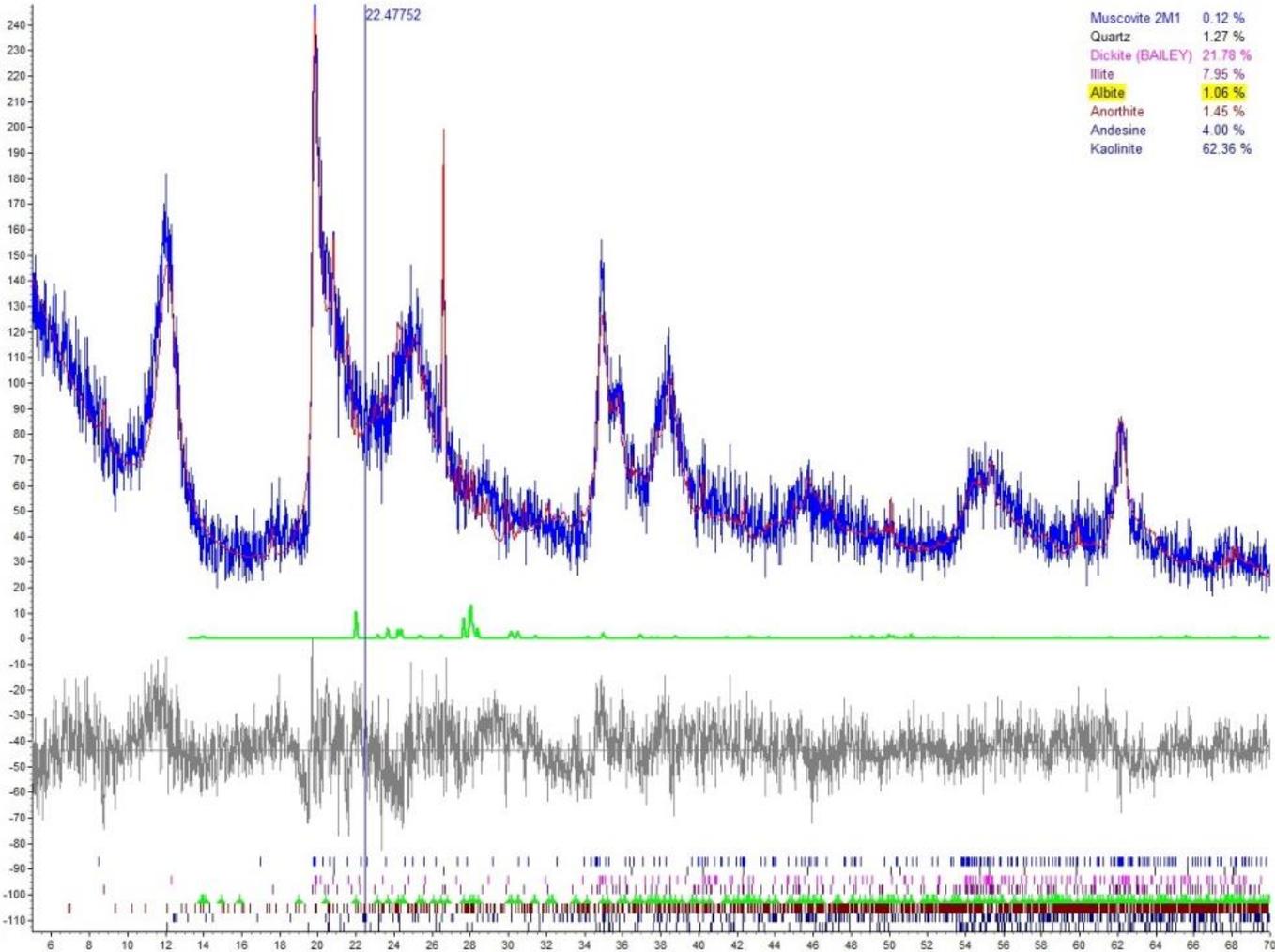
# Anexo 9 Difractograma de la Muestra P5M1



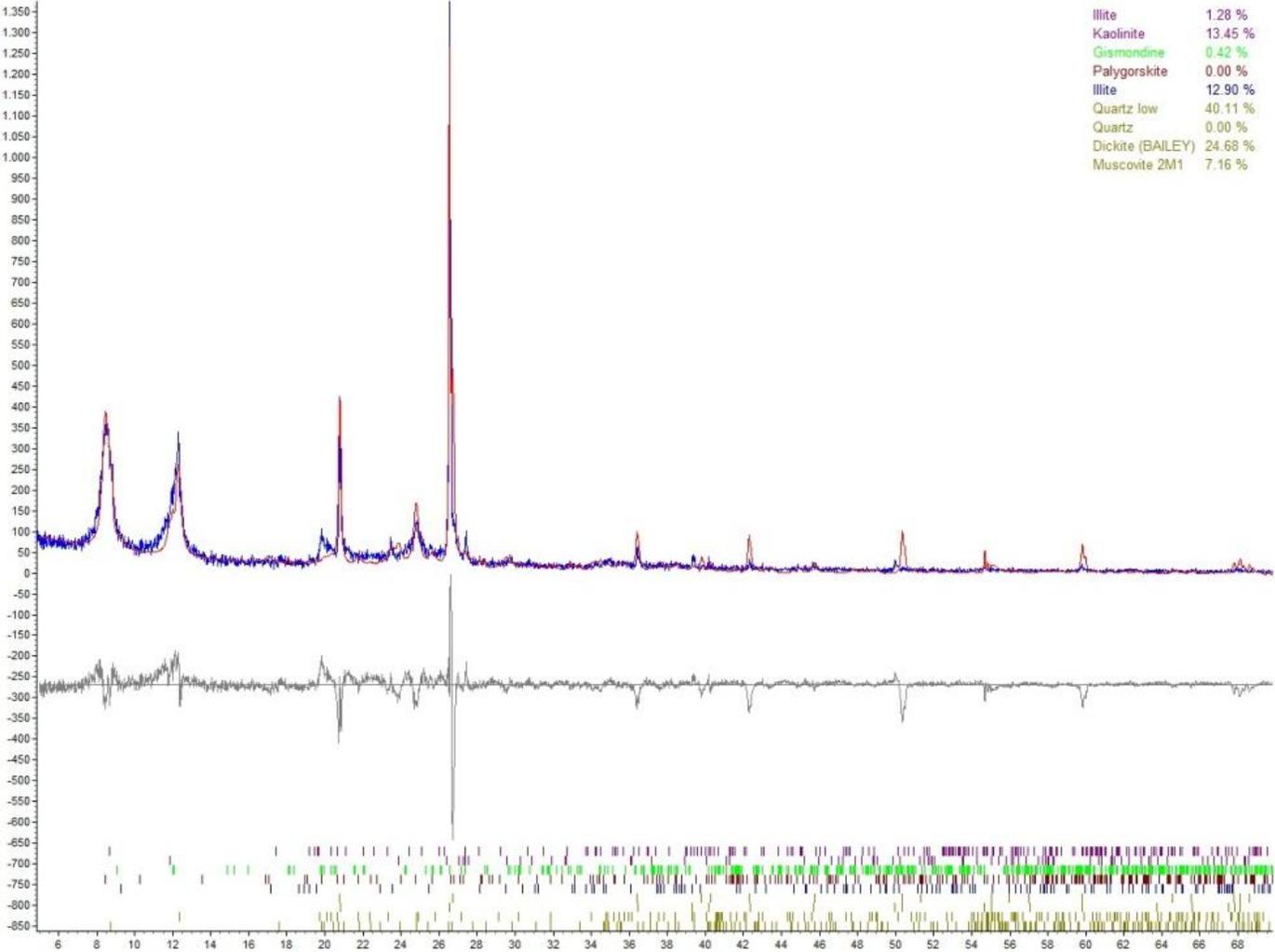
Anexo 10 Difractograma de la Muestra P6M1



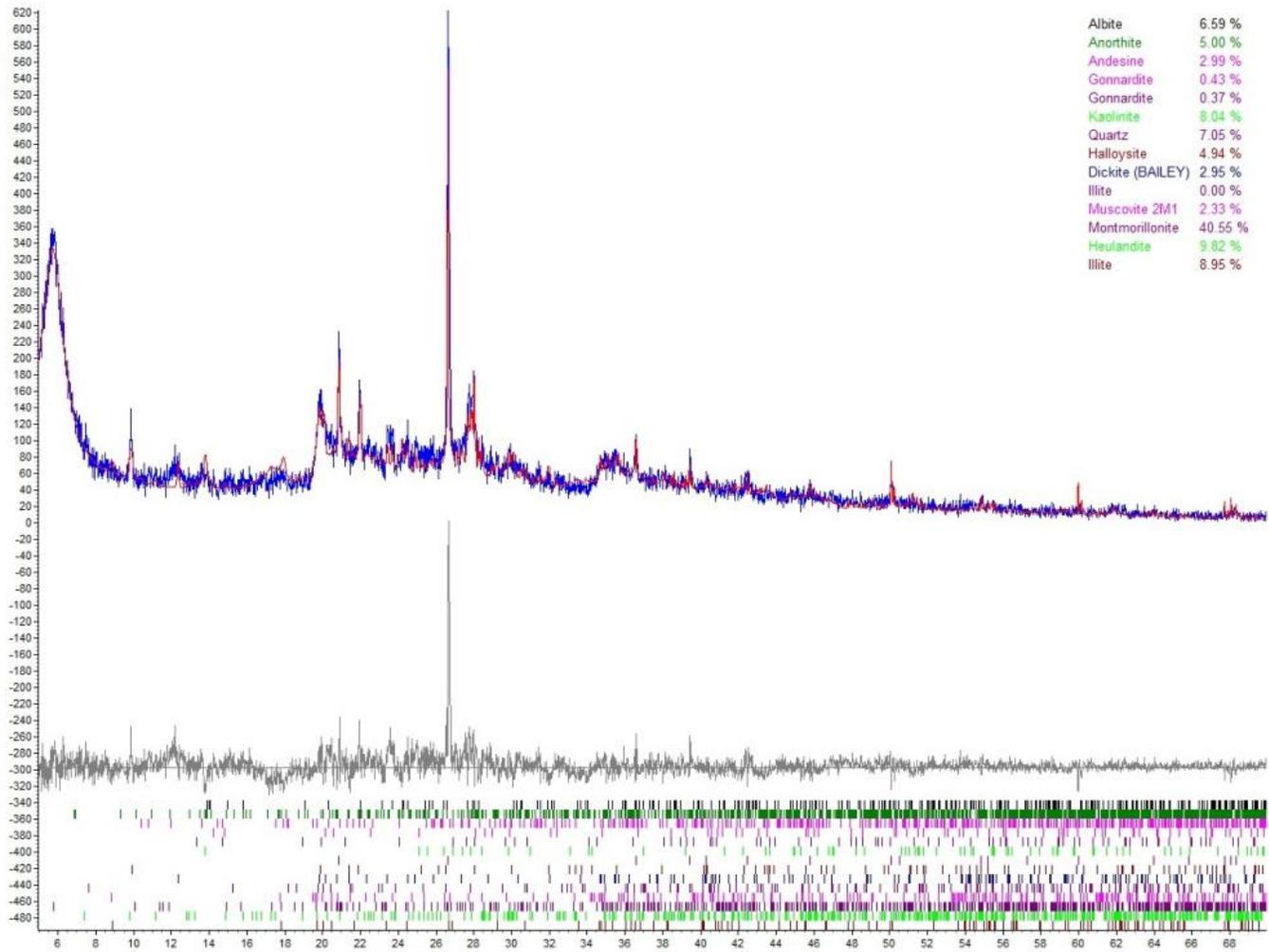
**Anexo 11 Difractograma de la Muestra P6M2**



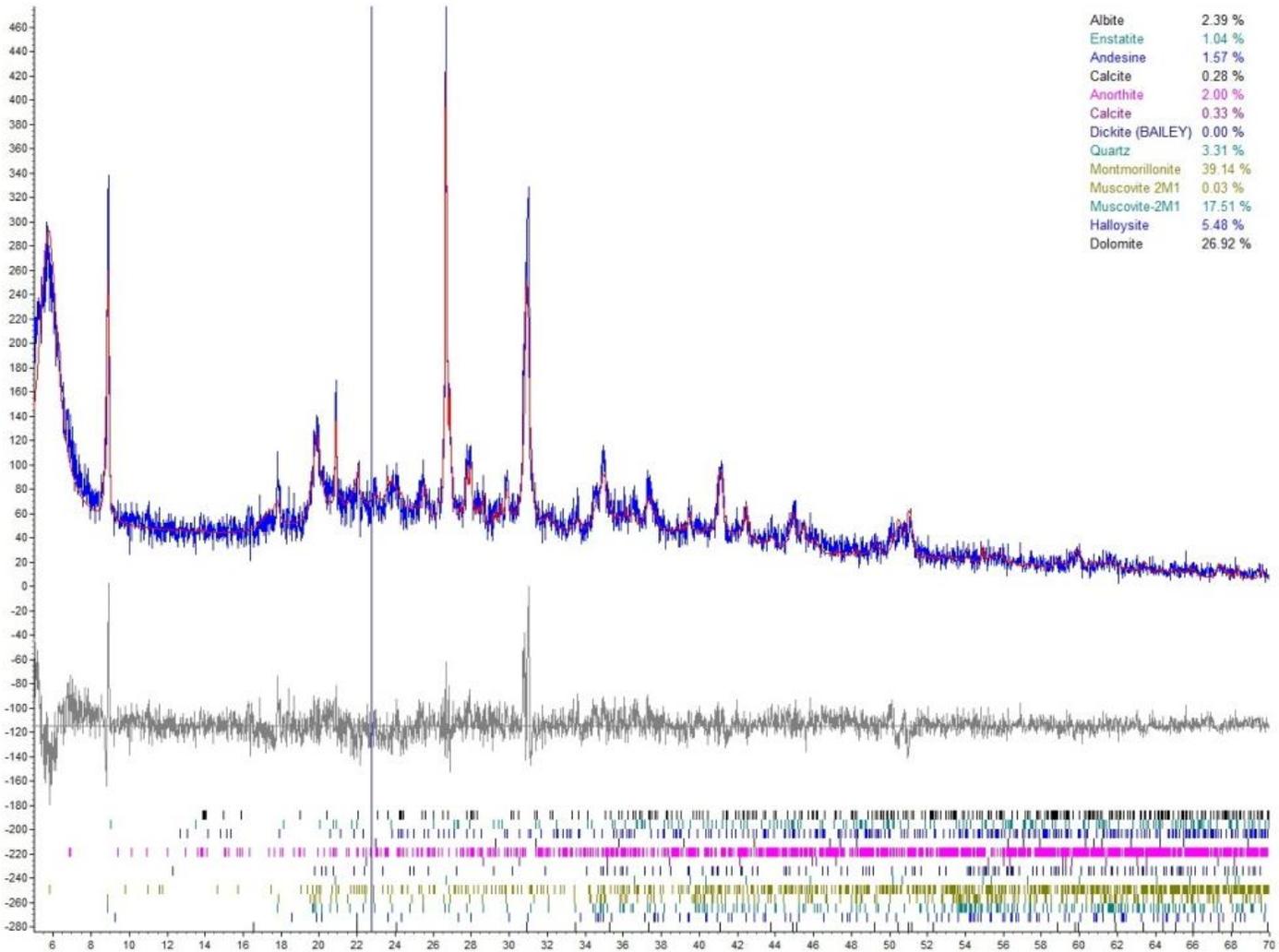
**Anexo 12 Difractograma de la muestra P7M1**



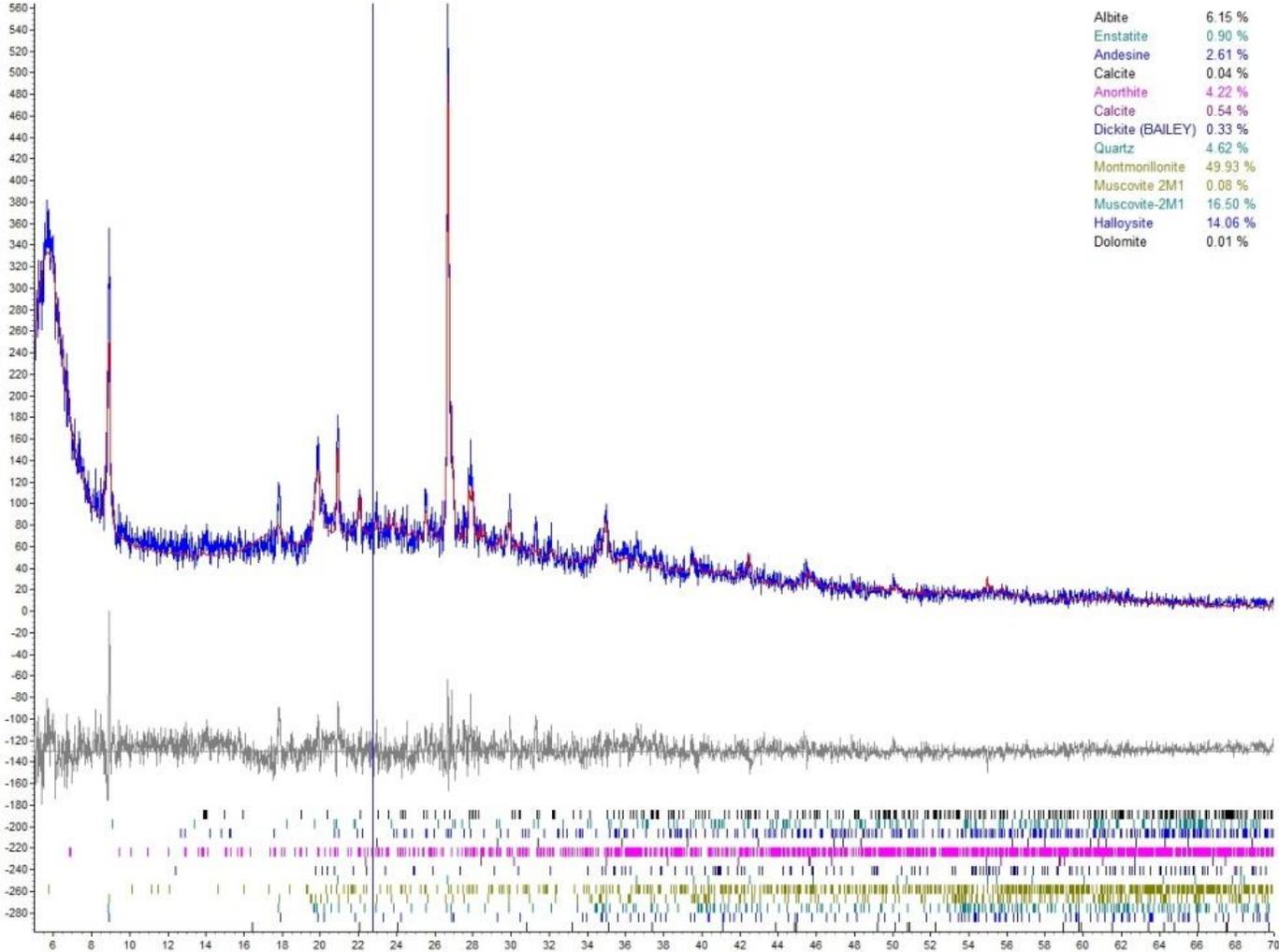
**Anexo 13 Difractograma de la muestra P8M1**



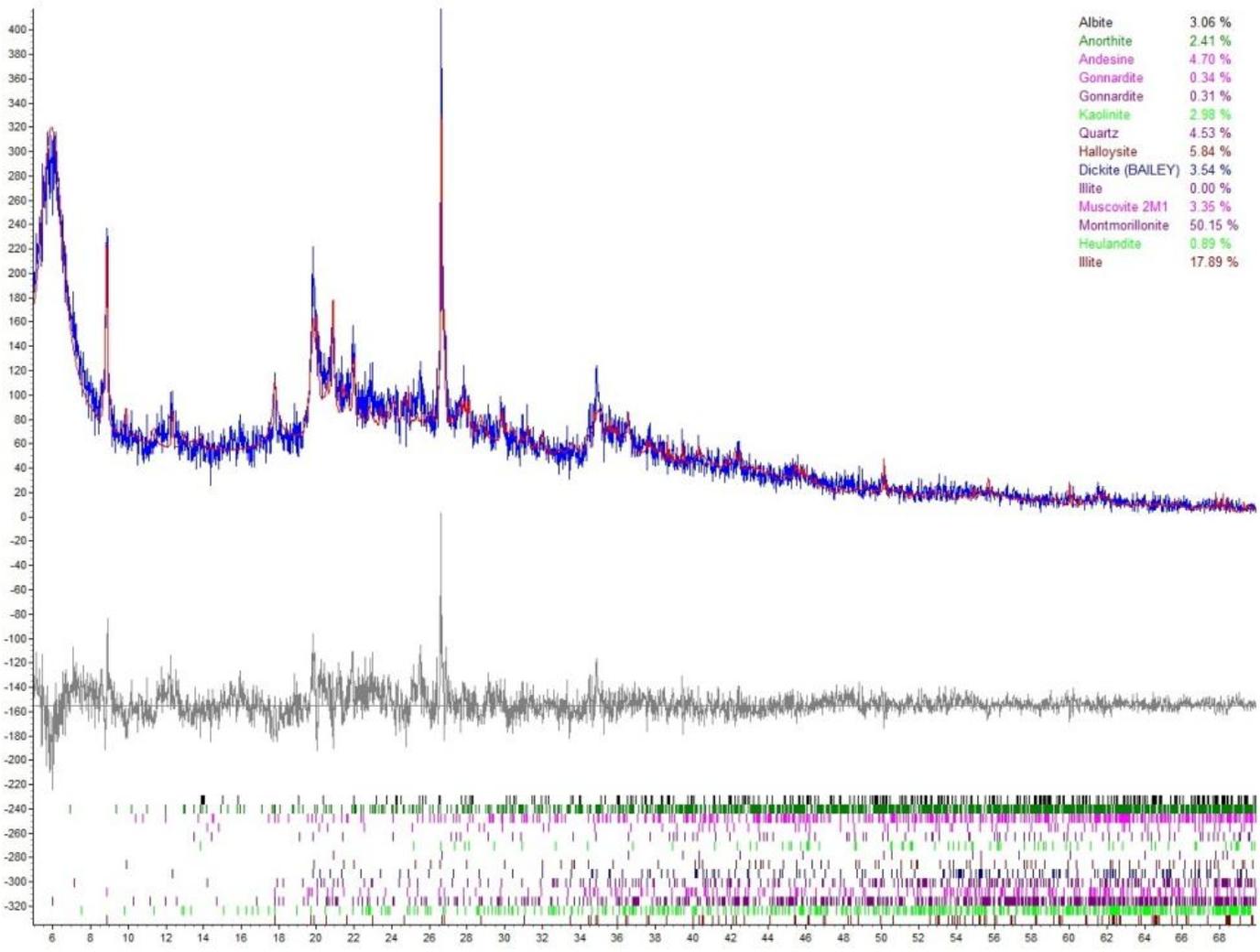
**Anexo 14Difractograma de la muestra P9M1**



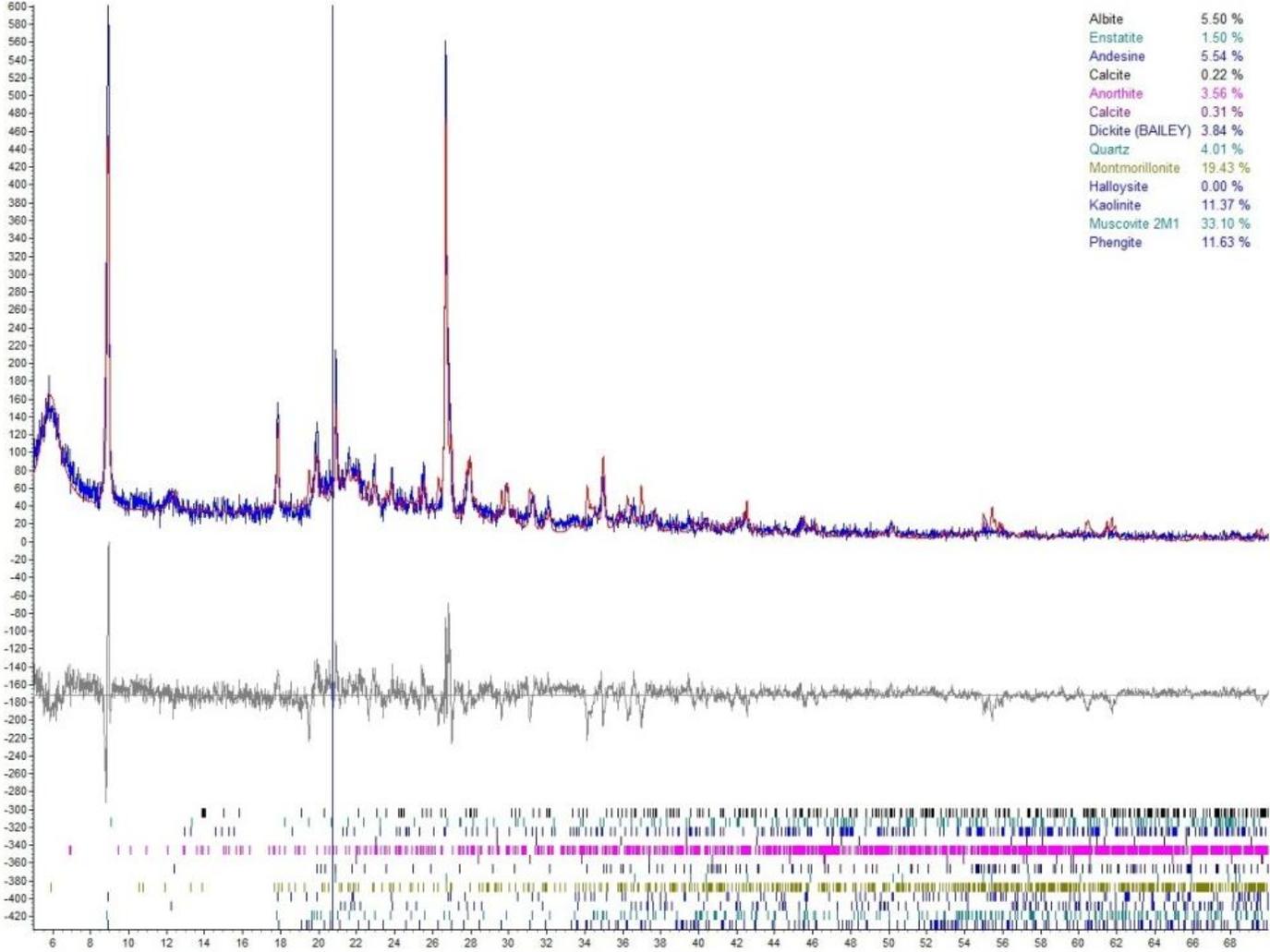
**Anexo 15 Difractograma de la muestra P9M2**



**Anexo 16 Difractograma de la muestra P10M1**



**Anexo 17Difractograma de la Muestra P10M2**



## **BIBLIOGRAFÍA**

1. **DANA, J. Y. OTROS.**, Manual of mineralogy., 19a. Ed., New York-USA., Editorial John Wiley., 1977., Pp. 390-442.
2. **BESOANIN, E.**, Mineralogía de arcillas de suelos., S.ed., San José-Costa Rica., Editorial IICA., 1895., Pp. 8.  
[http://books.google.com.ec/books?id=pfL7oUpzI1QC&printsec=frontcover&hl=es&source=gbs\\_atb#v=onepage&q&f=false](http://books.google.com.ec/books?id=pfL7oUpzI1QC&printsec=frontcover&hl=es&source=gbs_atb#v=onepage&q&f=false)
3. **ROMAI, Y.**, Manual de fluidos de perforación., S. ed., México., S.edt., 2008., Pp. 60-62.  
<http://es.scribd.com/doc/36225584/Manual-de-Fluidos-de-Perforacion>
4. **SILVA, S. Y OTROS.**, Obrascolectivas., Infrared spectroscopy-Materials science, Engineering and technology: Applications of infrared spectroscopy to analysis of chitosan/clay nanocomposites., S.ed., Brazil., INTECH., 2012., Pp. 43-48  
<http://www.intechopen.com/books/infrared-spectroscopy-materials-science-engineering-and-technology/application-of-infrared-spectroscopy-to-analysis-of-chitosan-clay-nanocomposites>
5. **LIU, X. Y OTROS.**, Revistatecnológica., Chemical composition and surface charge properties of montmorillonite., Central South University Changsha., S.ed., China., S.edt., 2008., Pp. 193-197.
6. **AGUILAR, E. Y RIGAIL A.**, Revista tecnológica., Propiedades anticorrosivas de un recubrimiento nanocompuesto de epóxica/amina/nanoarcillas.,

S.ed., Guayaquil-Ecuador., S. edt., Vol. 19., Núm. 1., 2006., Pp. 125-132.

7. **GUGGENHEIM, S. Y MARTIN, R.T.**, Revistacientífica., Definition of clay and clay mineral: Joint report of the AIPEA Nomenclature and CMS nomenclature committees., S.ed., Clays and Clay Minerals., Publication online., Vol. 43., Núm 2., Pp.255-256.
8. **MARTIN, R.T. Y OTROS.**, Revistacientífica., Report of the clay mineral society nomenclature committee; Revised classification of clay materials., Clays and Clay Minerals., Publication online., S.ed., Vol. 39., Núm 3., Pp. 333.
9. **MUÑOZ, R. Y OTROS.**, Revista académica., Caracterización físicoquímica de las arcillas del municipio de Guapi-Costa Pacífica Caucana., Colombia., S. edt., Vol. XXXI., Núm. 121., 2007., Pp. 538-544.
10. **PERUGACHI, R. Y OTROS.**, Revista tecnológica ESPOL., Las nanoarcillas y sus potenciales aplicaciones en el Ecuador., Guayaquil- Ecuador., Vol. 19., Núm1., 2006., Pp. 121-122.
11. **PINZON, J.**, Revista Colombiana de Química., Superficie específica de una bentonita mediante azul de metileno., Colombia., Vol. 26., Núm. 1., 1997., Pp. 1-6.
12. **UHLIG, S. Y MULLER, J.**, Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio., Aplicaciones modernas del análisis de rayos X en la industria cerámica y del vidrio., S.ed., España., S.ed., Vol. 34., Núm 1., 1995., 29-30.

13. **JUMBO, Y.**, Mapa de zonificación geotécnica de la hoya de Loja., Geología y Minas., Loja-Ecuador., **TESIS.**, 2012., Pp. 10-21.
14. **PEREZ, C.**, Análisis por microfluorescencia de rayos-X con radiación sincrotrón utilizando óptica capilar: Principios, desarrollos y aplicaciones., Facultad de Matemática, Astronomía y Física., Universidad Nacional de Córdoba., Córdoba-Argentina., **TESIS.**, 2004., Pp. 20-27.
15. **PINILLA, J.**, Implementación de los métodos RIR y RietVeld para análisis cuantitativo de fases cristalinas con y sin presencia de material amorfo por difracción de rayos X de muestras policristalinas., Facultad de Ciencias., Escuela de Química., Universidad Industrial de Santander., Bucaramanga-Colombia., **TESIS.**, 2005., Pp. 7-76.
16. **ROZALÉN, M.**, Mecanismo y velocidad de disolución de montmorillonita en soluciones de electrolitos inertes. Influencia del pH y la temperatura., Departamento de Ciencias de la Tierra y Química Ambiental., Universidad de Granada., Granada-España., **TESIS.**, 2004., Pp. 32-48.
17. **VALENTINUZZI, M.**, Análisis por fluorescencia de rayos X: Implementación de guías de haces en reflexión total., Facultad de Matemática, Astronomía y Física., Universidad Nacional de Córdoba., Córdoba-Argentina., **TESIS.**, 2008., 15-42.
18. **GARCIA, E., Y SUÁREZ M.**, Las arcillas propiedades y usos., Universidad Complutense., Madrid-España., 2004., Pp. 3-23.
19. **NARSILIO, G., Y SANTAMARINA, J.**, Clasificación de los suelos: fundamento físico, prácticas actuales y recomendaciones., Georgia Institute of Technology., Atlanta- USA., 2000.

**20. ARCILLAS CARACTERÍSTICAS T COMPOSICIÓN**

<http://www.todacultura.com/ceramica/pocelana.htm>

2013-09-01

**21. CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATÓNICO**

<http://www.exactas.unlpam.edu.ar/academica/catedras/edafologia/practicos/cap%20de%20int%20cat.htm>

2013-06-28

**22. CLAYS PROPERTIES AND CLASSIFICATION**

<http://www.infoplease.com/encyclopedia/science/clay-properties-classification.html>

2013-05-02

**23. COMPOSICIÓN QUÍMICA Y MINERALÓGICA DE LA ROCA MADRE**

<http://www.edafo.com.ar/Descargas/Cartillas/Genesis%201%20%20Composicion%20quimica%20y%20mineralogica%20de%20la%20roca%20madre%20X.pdf>

2013-07-22

**24. ESPECTROMETRÍA DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X**

<http://www.uned.es/cristamine/mineral/metodos/xrfs.htm>

2013-07-22

**25. GEOLOGÍA Y MORFOLOGÍA DEL TERRENO**

[http://caminos.udc.es/info/asignaturas/obras\\_publicas/106/pdfs/GMT%2008%20Notas%20II.pdf](http://caminos.udc.es/info/asignaturas/obras_publicas/106/pdfs/GMT%2008%20Notas%20II.pdf)

2013-09-01

**26. LAS ARCILLAS PROPIEDADES Y USOS**

<http://www.uclm.es/users/higueras/yymm/Arcillas.htm>

2013-06-25

**27. MONTMORILLONITE**

<http://www.britannica.com/EBchecked/topic/391037/montmorillonite>

2013-06-29

**28. MONTMORILLONITE MINERAL INFORMATION DATA**

<http://www.mindat.org/min-2821.html>

2013-06-30

**29. SERVICIO DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X Y ANÁLISIS POR  
FLUORESCENCIA**

<http://sai.unizar.es/difraccion/>

2013-08-03

**30. SUPERFICIE ESPECÍFICA DE LAS ARCILLAS**

<http://ingcivilyarobe06.blogspot.com/2012/05/superficie-especifica-de-las-arcillas.html>

2013-04-15