

36
2ej-

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO.

FACULTAD DE CIENCIAS.

ESTUDIO DE LAS CARACTERISTICAS MICROESTRUCTURALES
DE ROCAS SEDIMENTARIAS MEXICANAS.

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TITULO
F I S I C O
P R E S E N T A :
VENTURA RODRIGUEZ LUGO

MEXICO, D.F.

1992

FALLA LA ORIGEN



Universidad Nacional
Autónoma de México

UNAM



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCION	1
CAPITULO I: "MICROSCOPIA OPTICA"	3
I.1 Principios de microscopía mineralógica	3
I.1.1 Microscopio Fótometro	3
I.1.2 Microscopía de luz transmitida	4
I.2 Preparación de las muestras	6
I.3 Resultados	8
I.3.1 Muestra procedente de Tlaxcala	8
I.3.2 Muestra procedente de Guerrero	16
I.3.3 Muestra procedente de Guanajuato I	21
I.3.4 Muestra procedente de Guanajuato II	23
I.4 Análisis de los resultados	28
I.4.1 Muestra procedente de Tlaxcala	28
I.4.2 Muestra procedente de Guerrero	29
I.4.3 Muestra procedente de Guanajuato I	29
I.4.4 Muestra procedente de Guanajuato II	29
CAPITULO II: "MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO"	31
II.1 Fundamentos de microscopía electrónica	31
II.1.1 Principios de microscopía electrónica de barrido	32
II.2 Preparación de las muestras	35
II.3 Resultados y discusión	36
II 3.1 Muestra procedente de Tlaxcala	36

II.3.2 Muestra procedente de Guerrero	40
II.3.3 Muestra procedente de Guanajuato I	45
II.3.4 Muestra procedente de Guanajuato II	49
CAPITULO III: "CARACTERIZACION POR RAYOS-X"	53
III.1 Fundamentos	53
III.2 Preparación de muestras	56
III.3 Resultados	59
III.3.1 Muestra procedente de Tlaxcala	59
III.3.2 Muestra procedente de Guerrero	61
III.3.3 Muestra procedente de Guanajuato I	65
III.3.4 Muestra procedente de Guanajuato II	71
III.4 Análisis de los resultados	77
III.4.1 Muestra procedente de Tlaxcala	77
III.4.2 Muestra procedente de Guerrero	80
III.4.3 Muestra procedente de Guanajuato I	84
III.4.4 Muestra procedente de Guanajuato II	90
CAPITULO IV: "CARACTERIZACION POR EL METODO PIXE"	97
IV.1 Fundamentos del método PIXE	97
IV.2 Análisis cuantitativo de las muestras	100
IV.3 Desarrollo experimental	101
IV.3.1 Equipo utilizado	101
IV.3.2 Preparación de las muestras	102
IV.4 Resultados experimentales	103
IV.5 Análisis de los resultados	111

CAPITULO V: "CONCLUSIONES"	114
V.1 Muestra procedente de Tlaxcala	115
V.2 Muestra procedente de Guerrero	116
V.3 Muestra procedente de Guanajuato I	117
V.4 Muestra procedente de Guanajuato II	118
GLOSARIO	122
REFERENCIAS	125

INTRODUCCION

La mayor parte de la corteza terrestre está constituida por rocas sedimentarias en forma de estratos alineados en diferentes formas, representando un 75%, dentro de las cuales las arcillas constituyen de un 25 a un 35%⁽¹⁾. El valor económico de las arcillas es muy alto debido a la gran variedad de usos que se les da. Por ejemplo, los lodos para perforación de pozos, donde actúan como lubricante, sellante; vehículo para extracción de desechos; aglutinantes en arenas de fundición; en obras de ingeniería civil; medio filtrante y decolorante; catalizadores; etc. Es por esta razón que el presente trabajo está enfocado a estudiar, analizar y caracterizar la composición cristaloquímica de las arcillas.

La complejidad que presenta el estudio de las arcillas, debido a que las estructuras que las constituyen químicamente son muy semejantes, requiere métodos analíticos diferentes para su caracterización. En el presente trabajo los métodos utilizados fueron: microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido, rayos-X y PIXE (Particle Induced X-Ray Emission).

Cabe señalar que el uso de la técnica PIXE en este tipo de materiales ha sido poco explorado en la literatura especializada y ciertamente, no existen antecedentes al respecto en nuestro país. Entonces uno de los puntos relevantes del presente trabajo es el uso de técnicas poco convencionales en el área y su correlación con algunos métodos bien establecidos, como la microscopía óptica y la difracción de rayos-X. Es también digno de resaltar que este trabajo es el resultado de la interacción profesional entre Físicos, Químicos y Geoquímicos, lo cual ha resultado una experiencia enriquecedora para el autor de estas líneas, sus asesores y, esperamos, también para el lector.

El presente trabajo tiene como objetivo principal la caracterización de las cuatro muestras de rocas procedentes de los estados de Tlaxcala, Guerrero, Guanajuato I (San Miguel Allende) y Guanajuato II (Queréndaro).

En el capítulo I se caracterizan las muestras a través de los estudios ópticos en luz transmitida, luz reflejada y fluorescente, aprovechando las propiedades ópticas, características de estos materiales.

En el capítulo II a partir de microscopía electrónica de barrido se estudia el tamaño de los minerales y su morfología.

En el capítulo III se realiza un análisis de los grupos mineralógicos y de las fases cristalinas presentes en las diferentes muestras a partir de difracción de rayos-X.

En el capítulo IV se determinan los elementos presentes en la muestra, realizándose un análisis semicuantitativo, a partir del método PIXE.

Finalmente, en el capítulo V, se conjunta la información obtenida en cada uno de los capítulos anteriores, tomando los rasgos más importantes y, de esta manera, determinar el tipo de roca que es cada una de las muestras.

Además, se anexa un glosario en donde se definen los términos técnicos más utilizados en la clasificación de los minerales por microscopía óptica.

CAPITULO I

MICROSCOPIA OPTICA

I.1.- Principios de microscopía mineralógica.

En la caracterización de materiales rocosos procedentes de la superficie terrestre es de gran ayuda para la identificación y clasificación de los minerales la utilización de las diferentes técnicas de microscopía óptica, ya que nos proporcionan información de su hábito cristalográfico-cristaloquímico y otras propiedades ópticas de las cuales mencionaremos únicamente las que se emplearon en este trabajo⁽²⁾.

I.1.1 Microscopio Fotómetro

En las observaciones microscópicas efectuadas en luz reflejada los minerales félsicos (minerales primer orden, traslúcidos en luz transmitida con una composición química de Si, Al, K y minerales secundarios del tipo de las arcillas producidas por la alteración de las plagiclases sobre todo de la anortita y de la albita) presentan colores de gris claro a gris oscuro con tonalidades blanquecinas como se muestra en la Foto 1.5 (cuarzo y feldespatos).

Los compuestos de óxidos de hierro y otro tipo de metales se presentarán en colores rojizos , de café claro a café oscuro (máficos), en tanto que las arcillas tendrán tonalidades plecroicas.

Las observaciones microscópicas en luz fluorescente de los minerales félsicos y máficos no presentan reacción a este tipo de luz como se muestra en la Foto 1.8, mientras que las arcillas debido a que en su composición química contienen hidrógeno son capaces de emitir energía luminosa bajo la influencia de luz fluorescente (ver Foto 1.6 y 1.8) en la que las arcillas presentan colores amarillos bordeando a los minerales félsicos que se observan en color azul verdoso. En las Fotos 1.13 y 1.15 se notará la presencia de minerales arcillosos en forma de cúmulos en tonalidades amarillas en una matriz verde azulosa.

En la caracterización de las muestras estudiadas ópticamente se empleó un microscopio marca Zeiss MPM-200 que cuenta con dos lámparas: una de halógeno que permite hacer observaciones en luz reflejada y otra de mercurio de alta presión. Este tipo de fuentes luminosas emiten un espectro de líneas muy típicos, destinado especialmente a la excitación en fluorescencia en las regiones ultravioleta-violeta y verde, pero también presenta suficiente emisión en la región azul, que permite realizar observaciones específicamente en las arcillas que son reconocidas con facilidad por este método.

I.1.2 Microscopía de luz transmitida.

En las observaciones y caracterización de los diferentes grupos de minerales contenidos en las cuatro muestras procedentes de Tlaxcala, Guerrero, Guanajuato I y Guanajuato II; los estudios nos permitieron obtener la suficiente información sobre sus propiedades ópticas, que podemos resumir de la siguiente manera:

a).- La forma característica presentada en la mayor parte de las muestras estudiadas fueron: anhedral (Foto 1.1); subhedral (Foto 1.2) y euhedral (Foto 1.10).

b).- El color y plecroismo que presentan las muestras, no es más que el reflejo de la capacidad de absorción que tienen los minerales con respecto a las diferentes longitudes de onda; por

ejemplo, si un mineral es observado en luz verde significa que todas las longitudes de onda que tiene la luz blanca son absorbidas y solamente dejan pasar la longitud de onda correspondiente a 546 nm característica del color verde (orblenda).

La mayoría de los minerales que tienen la propiedad de dejar pasar la luz íntegramente son denominados transparentes, en el caso de las muestras estudiadas los materiales que presentan estas características son los félsicos como el cuarzo (ver Foto 1.1) y los feldespatos (ver Foto 1.2 y 1.3).

Por otro lado algunos minerales al ser observados con nikoles paralelos (que consiste en interponer un lente con cristal de cuarzo entre el objetivo y los oculares) al cambiar su dirección cristalográfica estos minerales cambian de tono en su coloración, los minerales con estas características se denominan plecroicos (ver Foto 1.10). Estos al cambiar en dos o tres colores son denominados dicroicos o tricroicos como se puede observar en la fotografía mencionada anteriormente, en la que notamos la presencia de un zircón.

Las observaciones efectuadas en luz transmitida nos permiten caracterizar los rasgos morfológico-estructurales de los minerales félsicos, lo cual consiste en determinar las características ópticas de los cristales, tales como hábito, relieve, maclado, tamaño, color; parámetros que son indispensables para llegar a tener un buen control petrogénético y cristalográfico del mineral⁽³⁾.

La importancia en observar los minerales en luz transmitida, radica en que este método nos proporciona la separación directa de los dos grandes grupos de minerales que existen en la corteza terrestre (félsicos y máficos).

Conviene mencionar que los minerales félsicos observados en luz transmitida se observan de incoloros a traslúcidos, bajo luz

polarizada presentan tonalidades de gris claro a gris oscuro, en tanto que los minerales máficos se caracterizan por colores de verde paja a amarillo y bajo condiciones de polarización, azul, verde, rojo e índigo.

Se utilizó el microscopio marca Leitz Orthoplan-Pol de microscopía de polarización para la identificación y clasificación de los minerales félsicos y máficos contenidos en la roca.

El microscopio consiste de:

Una lámpara de halógeno que suministra la luz necesaria para la identificación de los minerales;

Un tubo binocular para observar la muestra;

Una platina para montar la muestra y

Objetivos con diferentes aumentos.

I.2.- Preparación de las muestras.

La preparación de las muestras para el estudio en el microscopio óptico depende del microscopio usado y tipo de muestra que se desea analizar⁽⁴⁾.

Las muestras de Tlaxcala, Guerrero y Guanajuato II presentaron características para ser preparadas en forma de láminas delgadas de la siguiente manera:

1.- Se escoge la parte mas consolidada o resistente para evitar que el agua por sí sola la destruya;

2.- Se colocan las muestras sobre un disco para pulir y hacer base de soporte a las muestras, hasta que las muestras presentaran uniformidad en su espesor (entre 5 y 6 mm);

3.- En una parrilla previamente calentada alrededor de 100 °C se coloca termoplástico hasta que se funde;

4.- Se coloca en un portaobjetos el termoplástico ya fundido que a la vez será el soporte de la muestra;

5.-Se deja enfriar la muestra sobre la resina alrededor de media hora;

6.- La muestra se lleva a una devastadora (llamada muela) para ser rebajada, hasta alcanzar un espesor de 0.5 mm, utilizándose abrasivos de 150 a 400 mallas;

7.- La muestra estará lista para su observación.

La muestra procedente Guanajuato I se prepara en resina (poliéster) ya que se nos proporcionó en forma de polvo a diferencia de las anteriores, que se obtuvieron en forma de rocas, por lo cual se utilizó la siguiente técnica:

1.-Se mezcla la resina con un catalizador;

2.-Se vierte la resina con el catalizador a moldes ya preparados, los cuales son depositados en un horno;

3.-La muestra es colocada en la pastilla mezclada con resina de 30 a 40 °C;

4.- La muestra es pulida en lijas de 200 a 600 μm .

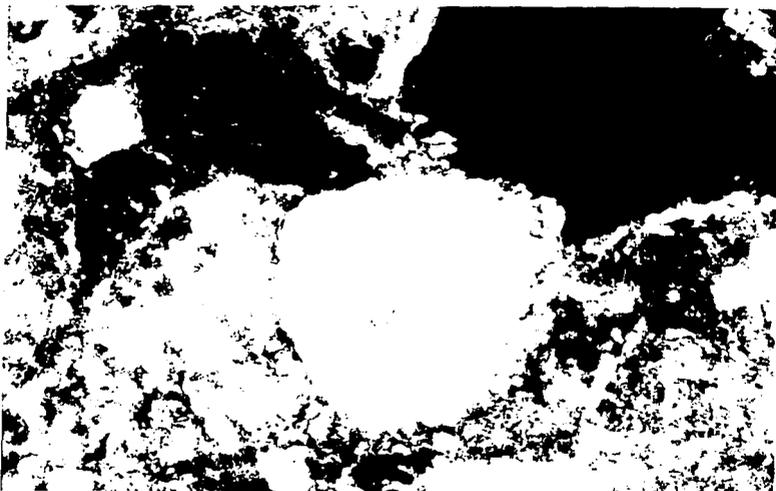
I.3.- Resultados.

En la observación de los rasgos presentados en la superficie de la muestra, y de las propiedades ópticas presentadas estarán relacionadas totalmente con la técnica de preparación como

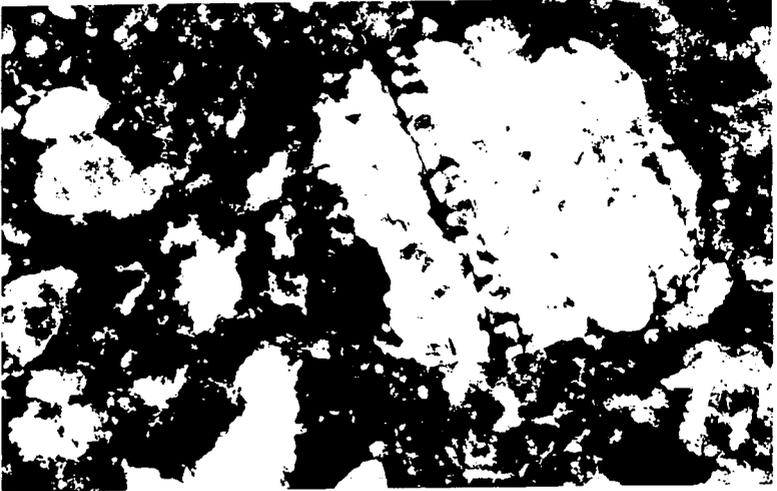
describiremos en el análisis de las fotografías obtenidas para cada muestra.

En cada una de las imágenes que se muestran a continuación presentaremos las características más notables de cada muestra.

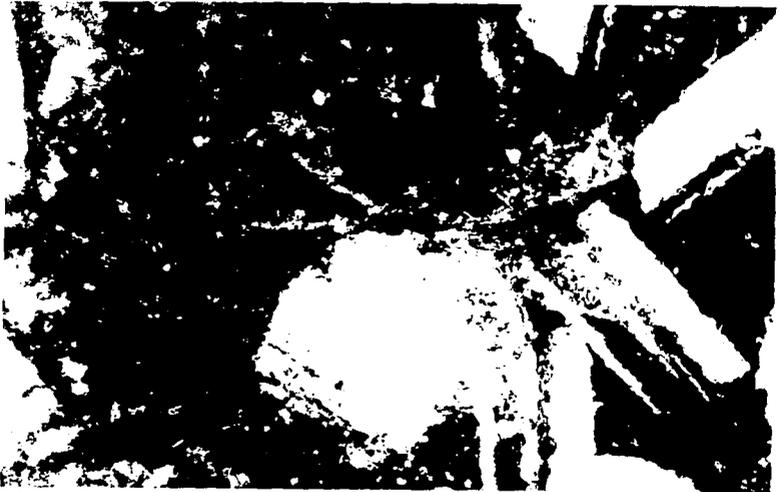
I.3.1 Muestra procedente de Tlaxcala



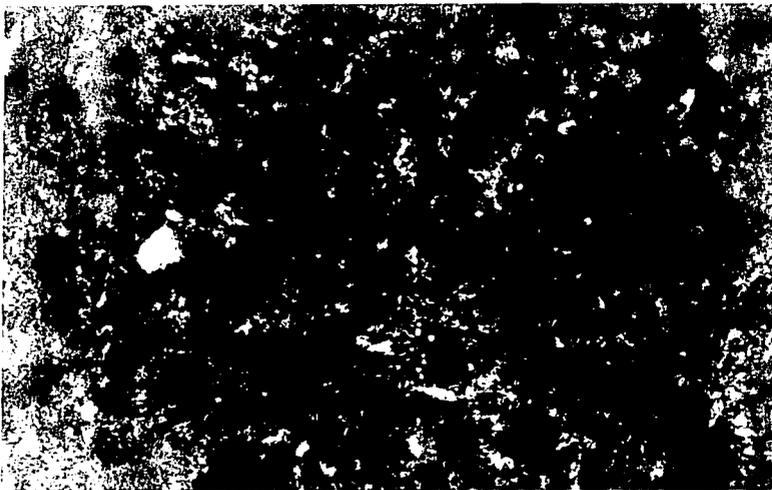
Fotografía 1.1: Se observan minerales félsicos en forma anhedral y colores blanco-gris claro, en tanto que las arcillas presentan características en grumos y colores dicróicos (amarillo-café); luz transmitida a 25X.



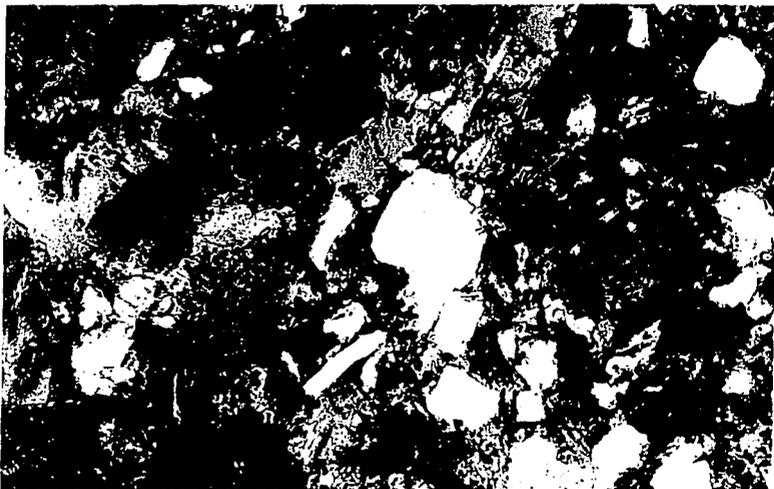
Fotografía 1.2: Se observan minerales félsicos subhedrales, con maclados polisintéticos blanco-azules; en tanto que las arcillas tienen un marcado dicroísmo; luz transmitida a 25X.



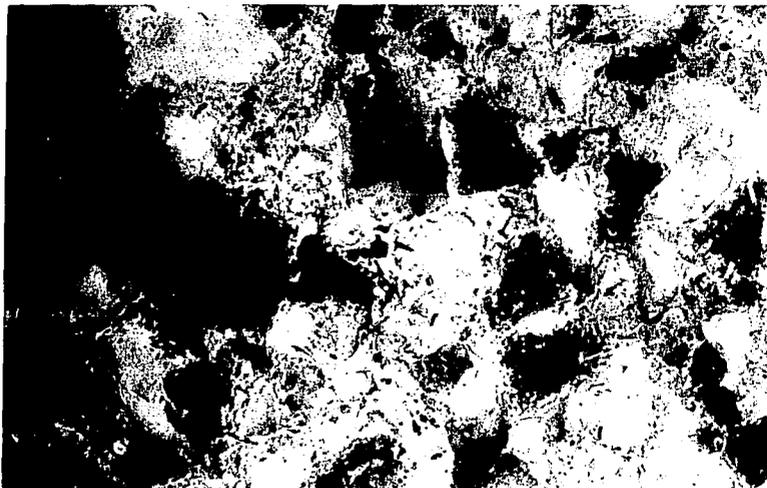
Fotografía 1.3: Se observa un mosaico de minerales félsicos presentando maclado tipo Carsbal; mientras que las arcillas se presentan de manera diseminada sobre los minerales félsicos. Luz transmitida a 25X.



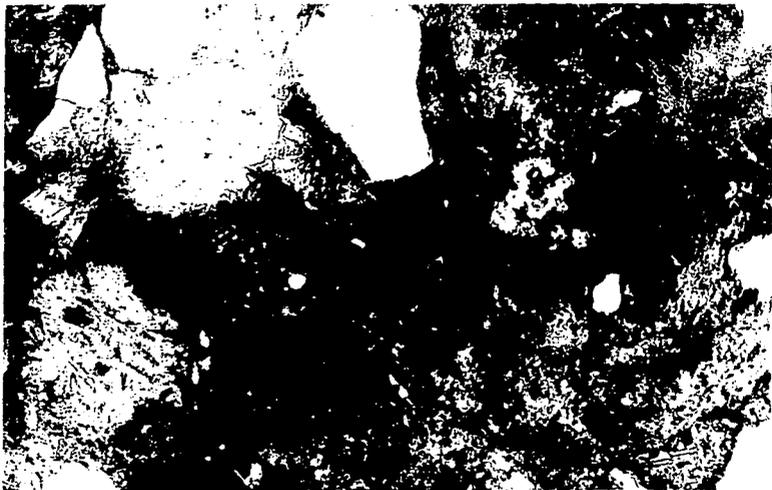
Fotografía 1.4: Se observa que los minerales félsicos se encuentran cubiertos por las arcillas en forma masiva; 25X.



Fotografía 1.5: Mosaicos de minerales félsicos observados en luz reflejada a 40X caracterizados por no presentar una alteración abundante.



Fotografía 1.6: Se aprecia en luz fluorescente la incipiente alteración de las arcillas en color amarillo sobre el mosaico félsico a 40X.

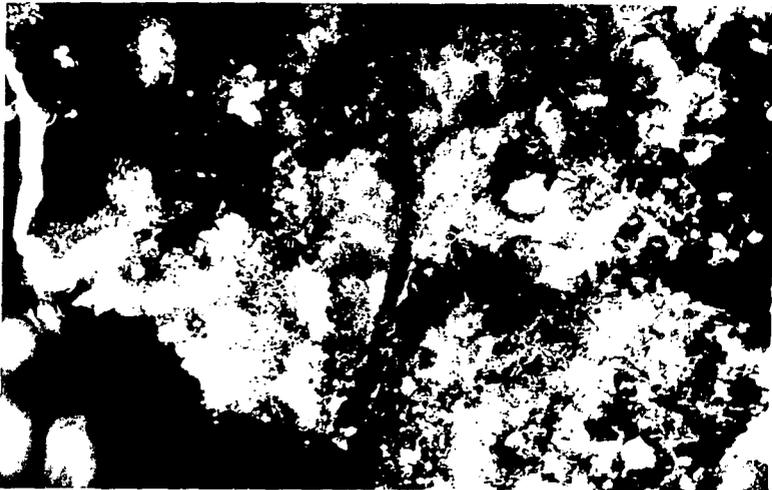


Fotografía 1.7: Minerales félsicos observados en luz reflejada a 40X.

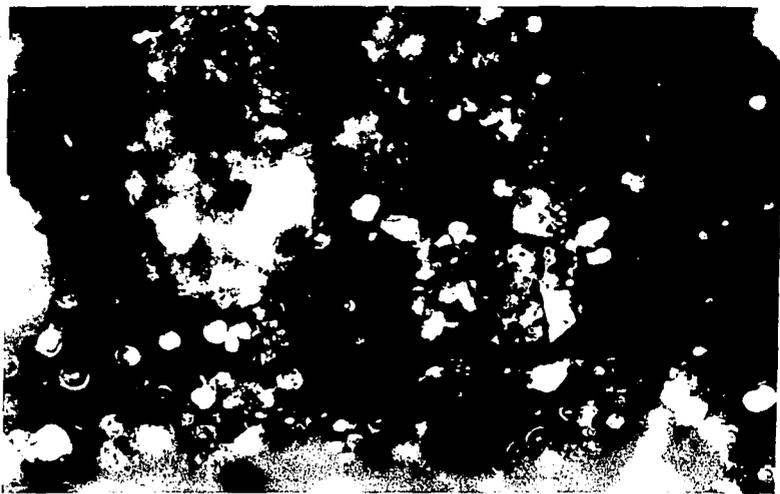


Fotografía 1.8: Se observa en luz fluorescente la alteración de los minerales inestables por arcilla a 40X.

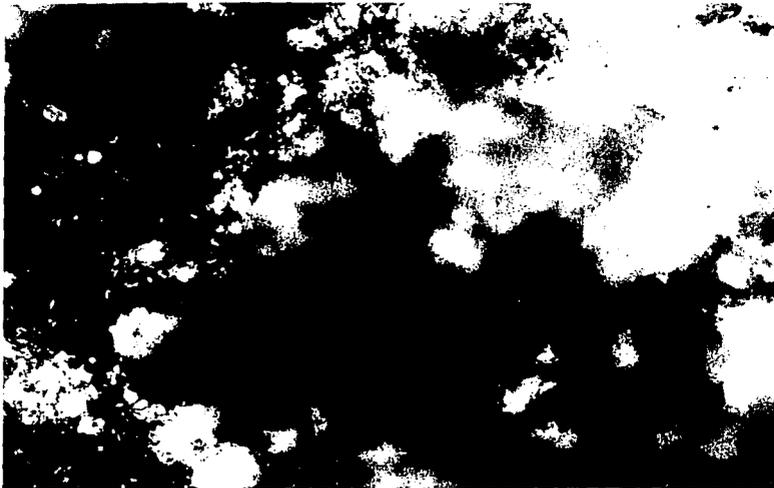
I.3.2 Muestra procedente de Guerrero.



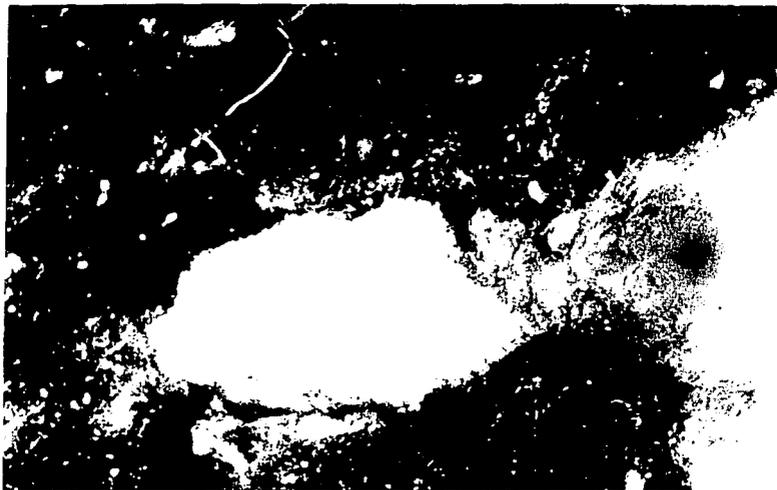
Fotografía 1.9: Se observan los minerales félsicos (color gris) cubiertos por una alteración de óxido de fierro (color rojo); 25X.



Fotografía 1.10: Se observan en mesostasis de félsico zircón (altamente plecroico; colores azul, verde e indigo); 25X.



Fotografía 1.11: Se observa arcilla en abundancia en forma compacta y color claro con un pleocroismo débil; luz transmitida a 25X.

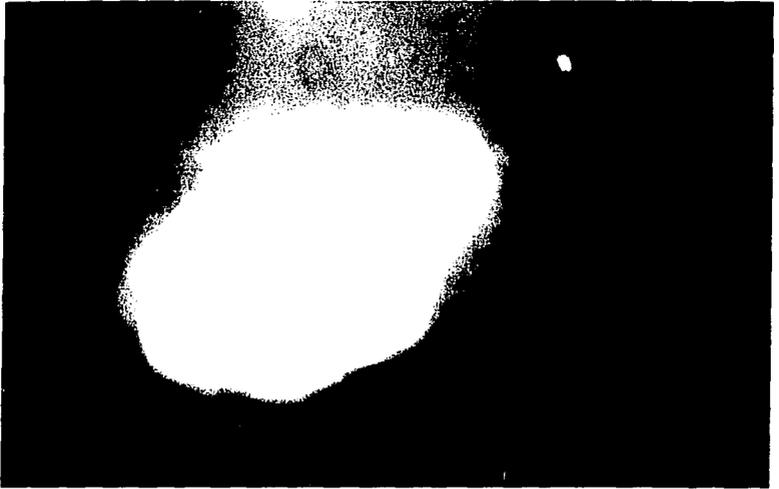


Fotografía 1.12: Arcillas observadas en luz reflejada a 40X.

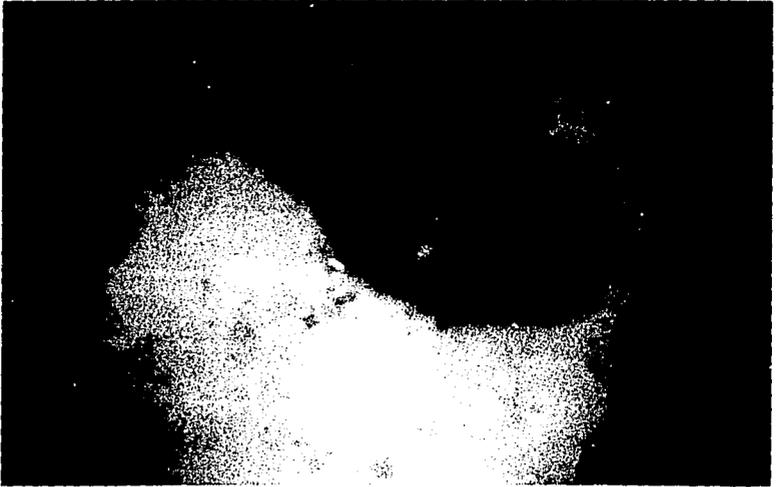


Fotografía 1.13: Arcilla observada en luz fluorescente a 40X.

I.3.3 Muestra procedente de Guanajuato I

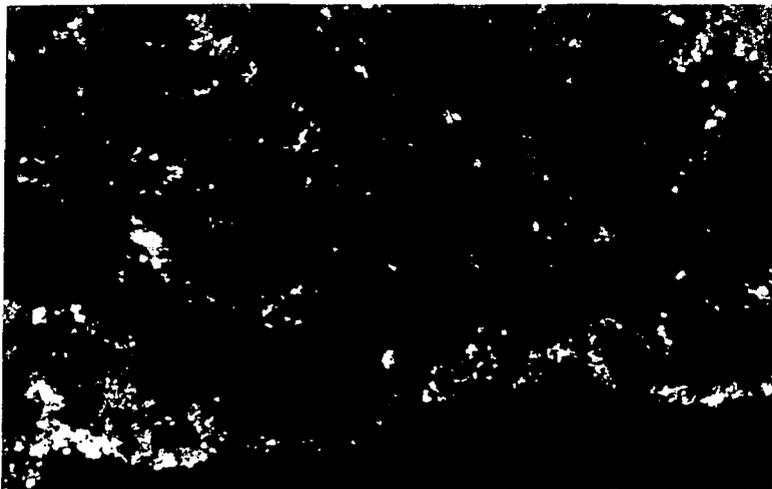


Fotografía 1.14. Muestra montada en resina en luz reflejada; se observa la arcilla en color blanco brillante y agrupada presentando una granulometría media a fina, (40X).

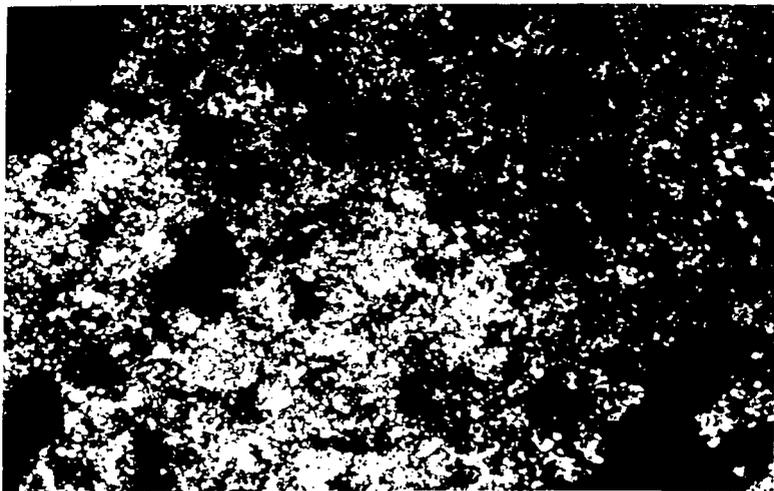


Fotografía 1.15: Muestra montada en resina y fotografiada en luz reflejada fluorescente; se observa la arcilla en color anaranjado (reacciona con el hidrógeno contenido en las arcillas, por esta causa cambia de color); 40X.

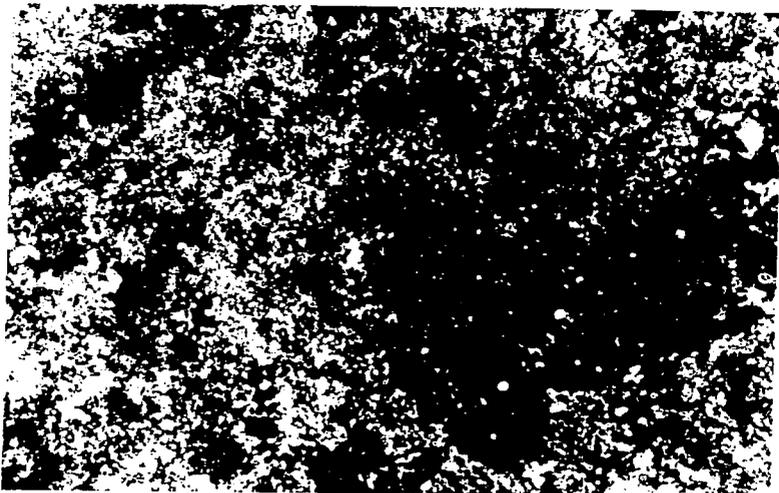
I.3.4 Muestra procedente de Guanajuato II



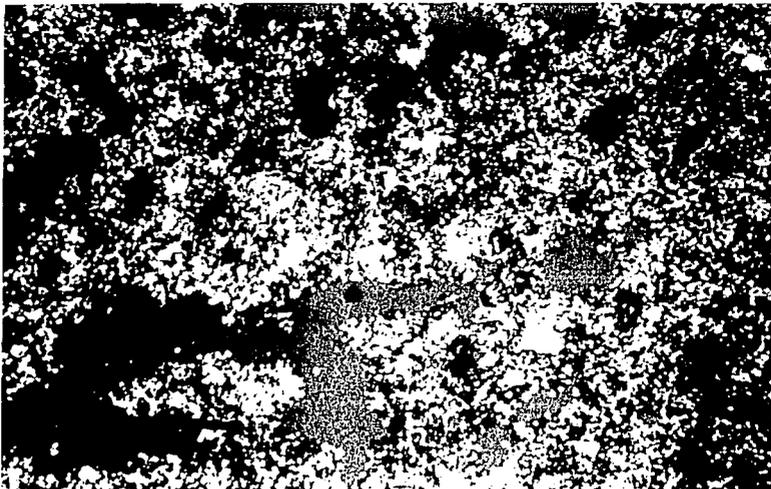
Fotografía 1.16: Se observan los minerales félsicos y cálcicos cubiertos por nódulos de hierro; luz transmitida a 25X.



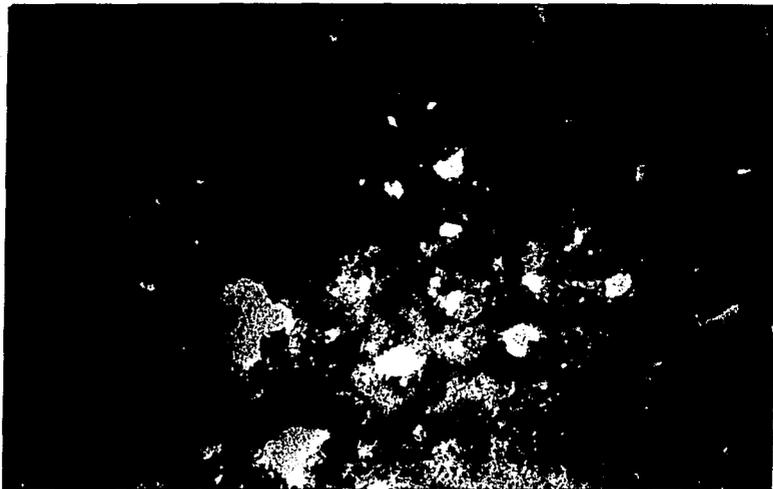
Fotografía 1.17: Se observa arcilla diseminada y minerales cálcicos, presentando fuerte policristalismo; luz transmitida a 25X.



Fotografía 1.18: Se observan dos zonas de contacto, una en la que se manifiesta la arcilla diseminada altamente plecroica y la segunda invadida por óxido de fierro; luz transmitida a 25X.



Fotografía 1.19: Minerales arcillosos y materiales microcristalinos; luz reflejada a 40X.



Fotografía 1.20: Minerales arcillosos y materiales microcristalinos de Ca y Mg. Luz reflejada fluorescente a 40X.

I.4.- Análisis de los resultados.

I.4.1 Muestra Procedente de Tlaxcala.

Luz Transmitida

Se observa la abundancia de los minerales félsicos notándose la textura mesocristalina de hábito subhedral-anhedral y maclado, el cual en las plagioclasas (Na-K) es del tipo polisintético (Foto 1.2); mientras que en los cálcico-potásicos (Ca-K) el maclado es de tipo Carzbal (Foto 1.3). En la Foto 1.1 observamos como el cuarzo es alterado, presentando una zona en el centro que debilita cambiando el color de índigo a amarillo; en la Foto 1.4 se nota un cambio total ya que los nódulos de óxidos de fierro cubren a los minerales félsicos.

Luz Reflejada

En el análisis de las muestras por luz reflejada se emplearon los métodos de luz reflejada con luz producida por una lámpara de halógeno y luz fluorescente reflejada emitida por una lámpara de mercurio, comparándose ambos resultados.

En las Fotografías 1.5 y 1.7 en luz reflejada se presentan mosaicos de minerales félsicos, tales como cuarzo caracterizados por colores de gris oscuro a gris claro; feldespatos remarcándose sus propiedades ópticas, observándose el maclado que es característico de este grupo de minerales en color blanco a café claro, notándose la existencia de óxidos de fierro en colores café oscuro.

En las Fotografías 1.6 y 1.7 (luz fluorescente) el mosaico mesocristalino de minerales félsicos (azul claro) presentándose en los contornos la transformación o destrucción de los minerales por arcillas que se manifiestan en color amarillo: Foto 1.8; y anaranjado: Foto 1.9.

I.4.2 Muestra procedente de Guerrero:

En las Fotos 1.9, 1.10, 1.11 en luz transmitida se observan además de los minerales félsicos, minerales secundarios o accesorios como en la Foto 1.9 donde notamos ilmenita, en la Foto 1.10 un zircón, y en la Foto 1.11 óxido de fierro.

En la Foto 1.12 se presenta un gránulo de materia mineral en forma compacta, en la cual por medio de luz reflejada se observan minerales arcillosos altamente birrefringentes (presentando colores de interferencia blanco-amarillo).

En la Fotografía 1.13 se observa con claridad la estructura de materia compacta de la misma región de la foto anterior pero en luz fluorescente, presentando un color amarillo verdoso.

I.4.3 Muestra procedente Guanajuato I:

En la Foto 1.14 se presenta un cúmulo de materia arcillosa en color blanco brillante, mientras que en luz fluorescente reflejada la misma zona de la muestra (Foto 1.15) se observa en color café claro; es conveniente señalar que debido que a la muestra sólo fué preparada en resina no se apreciaron bastantes rasgos importantes por lo que la información obtenida en comparación con el resto de las muestra fué menor.

I.4.4 Muestra procedente de Guanajuato II:

En las Fotos 1.16 y 1.17 en luz transmitida se caracterizan los minerales del tipo cuarzo asociados a lodos microcristalinos de dolomitas y minerales arcillosos así como nódulos de Fe.

En la Foto 1.18 se muestra de manera diseminada los minerales arcillosos, conjuntamente con materiales microcristalinos que contienen Ca y Mg, que sirven como cementantes de los minerales contenidos en la roca.

En la Foto 1.19 se aprecian las arcillas y los materiales microcristalinos de Ca y Mg altamente birrefringentes, en tanto que en la Foto 1.20 observamos estos mismos materiales en luz fluorescente.

CAPITULO II

MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO

II.1.- Fundamentos de Microscopía Electrónica.

La microscopía electrónica consiste en la interacción de un haz de electrones con la muestra, que al chocar con ésta producen, entre otros, los siguientes procesos:

- 1) Electrones retrodispersados.
- 2) Electrones secundarios.
- 3) Electrones absorbidos.
- 4) Rayos-X característicos y electrones Auger.
- 5) Electrones transmitidos y difractados.

Todos ellos proporcionarán distinta información sobre la muestra estudiada, que se analiza si se tienen los detectores adecuados para cada caso, originando las diversas técnicas de la microscopía electrónica⁽⁵⁾.

Conviene indicar que la manera de generar el haz de electrones en los diferentes diseños de microscopios, es prácticamente la misma, por emisión termoiónica o de campo, pero deberán satisfacer las siguientes condiciones:

1) Tener imagen libre de aberraciones cromáticas. Esto se cumple si el haz de electrones es lo más monocromático posible.

2) Incrementar el poder de resolución del microscopio por lo que deberá tener una óptica adecuada.

3) El haz debe ser lo suficientemente intenso, para obtener buena iluminación.

4) La sección transversal tiene que ser pequeña.

Los detalles técnicos de lo anterior están fuera del alcance de esta tesis y el lector puede consultar la literatura especializada^(5,6).

II.1.1 Principios de microscopía electrónica de barrido.

La microscopía electrónica de barrido (SEM) se utiliza en el estudio de la superficie de los sólidos a grandes ampliaciones. Comparada con la microscopía óptica, presenta mejor resolución espacial y gran profundidad de campo. Se podrán, con mayor detalle estudiar la morfología, el tamaño de partícula y otras características de la muestra, por lo que el microscopio electrónico de barrido presenta las características siguientes⁽⁷⁾ (ver Fig.2.1):

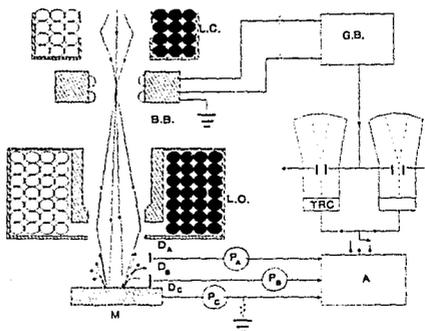


Fig.2.1 Microscopio Electrónico de Barrido. (LC) lente condensadora, (LO) lente objetiva, (BB) bobina de barrido, (GB) generador de barrido, (DA) detector de electrones retrodispersados, (DB) detector de secundarios, (DC) el detector de absorbidos, (P) los preamplificadores, (A) el amplificador de video, (T.R.C) el tubo de rayos catódicos, (M) la muestra, (S) el selector de modo de operación.

1) El cañón de electrones deberá producir un haz lo suficientemente angosto (el haz tiene que ser enfocado en un área muy pequeña hasta de 100 \AA), producido por la diferencia de potencial, alrededor de 50 kV;

2) El sistema de lentes que enfoque el haz de electrones debe ser lo más finamente posible para que la sección transversal sea suficientemente pequeña, con un diámetro de 10 a $50 \mu\text{m}$, y de 10 a 100 nm, para emisión termoiónica y de campo, respectivamente, conduciendo una corriente de 10^{-9} a 10^{-8} A sobre la superficie de la muestra;

3) El sistema desvía el haz sobre la red de la muestra,

4) El portamuestras permite un movimiento de inclinación y rotación en la muestra;

5) Existe un sistema de recolección y amplificación de los electrones emitidos;

6) El tubo de rayos catódicos que muestre la imagen de tal forma que se establezca una correspondencia uno a uno, de los electrones detectados con la intensidad del punto en la pantalla del tubo;

7) El circuito electrónico suministra y controla el cañón de electrones, voltaje de aceleración, lentes y el generador de barrido;

8) Un sistema de alto vacío que proporcione una presión abajo de 10^{-5} torr y, además, que permita una rápida evacuación después de cambiar la muestra.

La formación de imágenes en el microscopio de barrido puede generarse por diferentes modos de operación, de los cuales mencionaremos los más comunes:

Electrones retrodispersados (BE), consiste en los electrones del haz incidente que son desviados hacia atrás por la dispersión elástica de los átomos en la red, por lo que la energía es cercana a la del haz incidente. La intensidad de los (BE) dependerá del número atómico de los elementos que constituyen la muestra, obteniéndose una topografía superficial de la misma.

Electrones secundarios (SE), son aquellos que se originan en la muestra debido a que el haz incidente excita a los electrones de la misma, siendo estos emitidos, obteniéndose energías mucho más bajas que las del haz incidente, menores de 50 eV. La imagen formada será muy similar a la que se formó por electrones retrodispersados. La emisión de SE dependerá de la topografía de la muestra.

La resolución del SEM es bastante favorable sin embargo presentará ciertos aspectos que la limitan, como son:

- a) La aberración de las lentes.
- b) El tamaño del punto incidente sobre la muestra.
- c) La razón señal-ruido.
- d) Campos extraños y vibraciones mecánicas.

En el presente trabajo se utilizó un microscopio JSM-5300 del IFUNAM, en el cual se emplearon voltajes de aceleración de 10, 15, 20, y 25 KV.

II.2.- Preparación de las muestras.

La metodología de preparación de las muestras para su caracterización en el SEM es importante, ya que de esto depende la obtención de buenos resultados.

El procedimiento que se siguió en la preparación de las muestras fué el siguiente:

1) Se tomaron pequeños trozos de la muestra sin que fueran triturados.

2) Se secó la muestra, teniendo en cuenta que al deshidratar el material no se modificara su estructura, por lo que se utilizó el método de punto crítico, que consiste en el proceso siguiente: sustituir el agua que se encuentra presente en la muestra por CO_2 líquido, el cual posteriormente se llevará al punto crítico, reemplazandolo por CO_2 gaseoso, evitando que el material se colapse.

3) la muestra se colocó sobre barras cilíndricas de latón, adhiriéndose a una película delgada de pintura de plata.

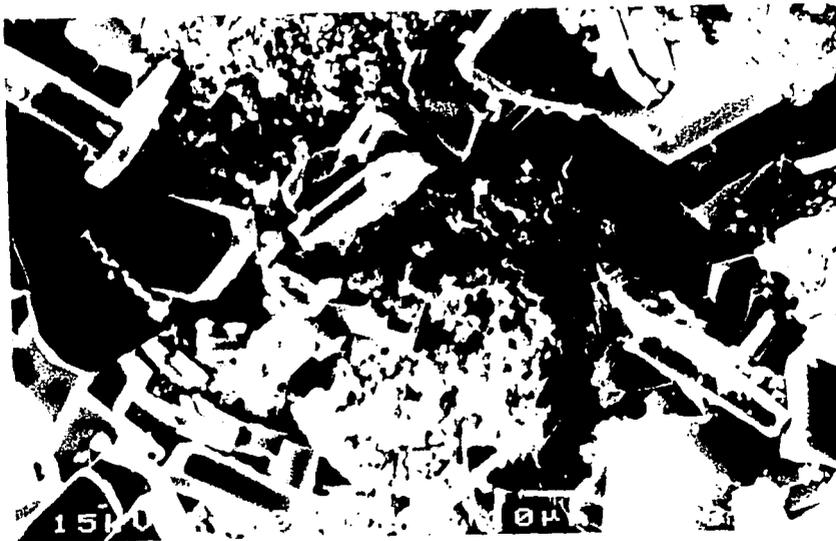
4) La muestra se recubrió con una película delgada de oro por el método de sputtering.

5) Las muestras se conservaron en un desecador para evitar que absorbieran humedad del medio ambiente, hasta su observación en el SEM.

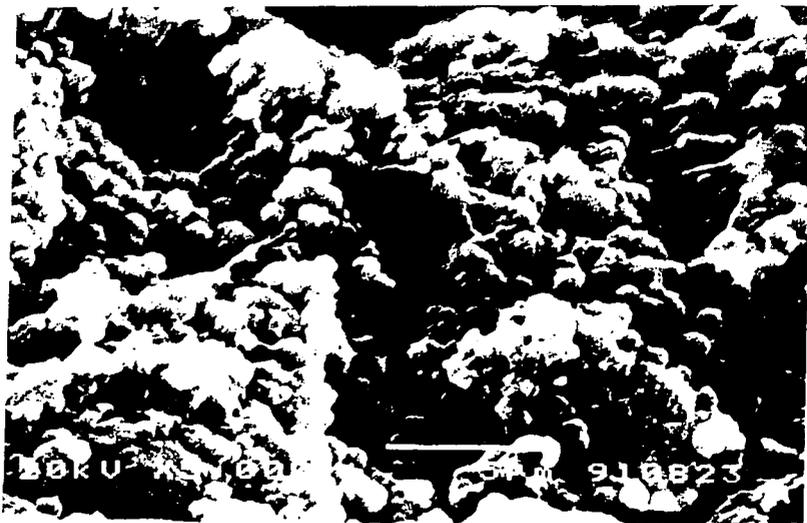
II.3.- Resultados y discusión.

La caracterización de las muestras observadas, a través de SEM consistió en la descripción de la morfología y tamaño de las estructuras que se encuentran presentes en las fotografías tomadas a la superficie de las muestra.

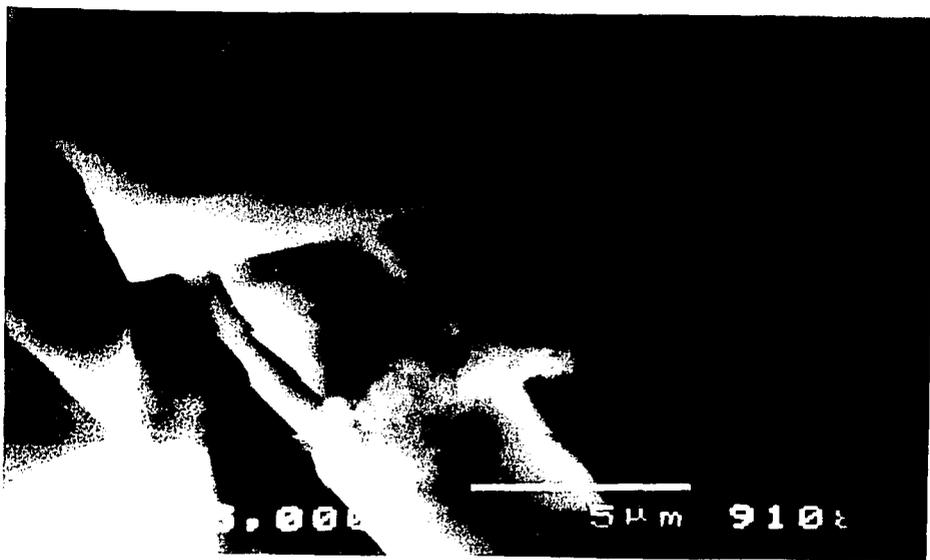
II.3.1 Muestra procedente de Tlaxcala



Fotografía 2.1. Aspecto general de la superficie. Notése la presencia de dos fases, una formada por estructuras esféricas y otra por paralelepípedos.



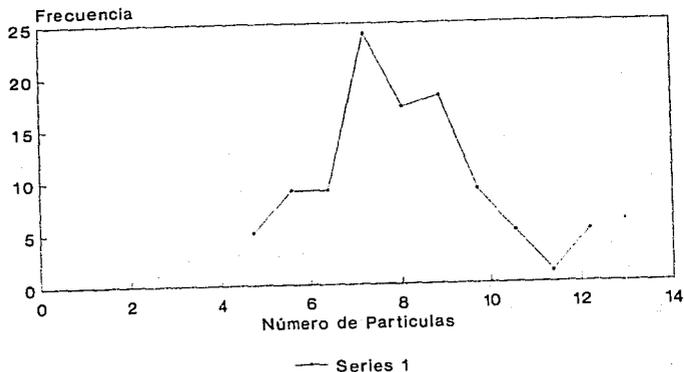
Fotografía 2.2 Detalle a mayor amplificación (5000X), de las formaciones esféricas.



Fotografía 2.3. Formas de paralelepípedos a 5000X.

En la Foto 2.1 se muestran las características generales presentadas por la superficie de la muestra, constituida esencialmente por dos tipos de formaciones: estructuras en forma de paralelepípedos con dimensiones de alrededor de $25\mu\text{m} \times 16\mu\text{m} \times 4\mu\text{m}$, siendo la mayor parte de las partículas menor a estas dimensiones y sólo unas cuantas mayores. Se observa que se encuentran incrustadas en el otro tipo de estructuras que tienen forma esférica; para estas últimas se hicieron mediciones de la Foto 2.2, realizándose el histograma presentado en la Fig 2.2, donde encontramos que la dispersión de tamaño del diámetro es de $1.1 \pm 0.006 \mu\text{m}$, distribuidas en forma monomodal.

Histograma de frecuencia tamaño de partícula



Ventura Rodríguez Lugo

Fig.2.2 Histograma del tamaño de las partículas mostradas en la fotografía 2.2.

En las Fotos 2.2 y 2.3 se muestra heterogeneidad de morfología, en la que se aprecian los paralelepípedos y las formas esféricas a una misma amplificación. Podemos notar la gran diferencia de tamaños entre estas dos estructuras. Debe señalarse la dificultad de realizar microscopía electrónica cuantitativa en estas muestras.

II.3.2 Muestra procedente de Guerrero

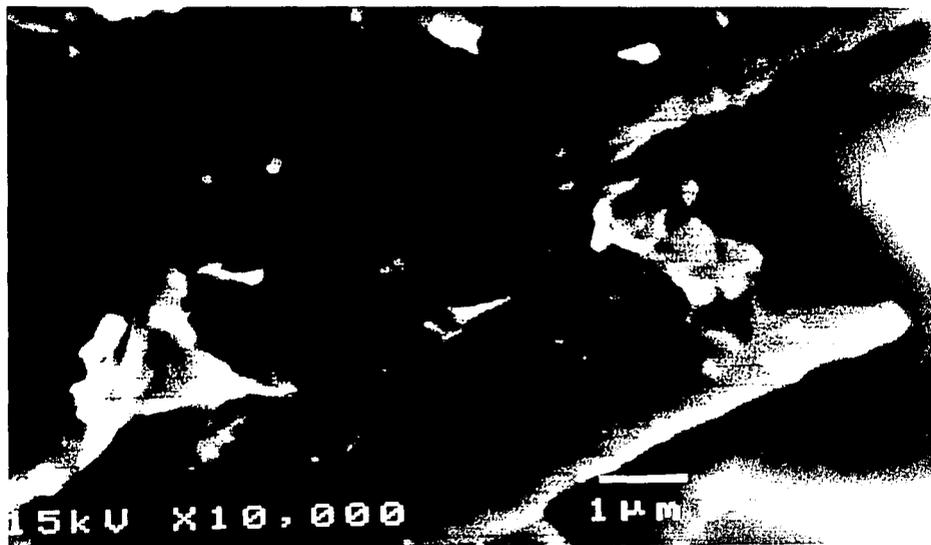
El análisis de la muestra correspondiente a Guerrero notamos dos fases distintas como se observa en las siguientes fotografías.



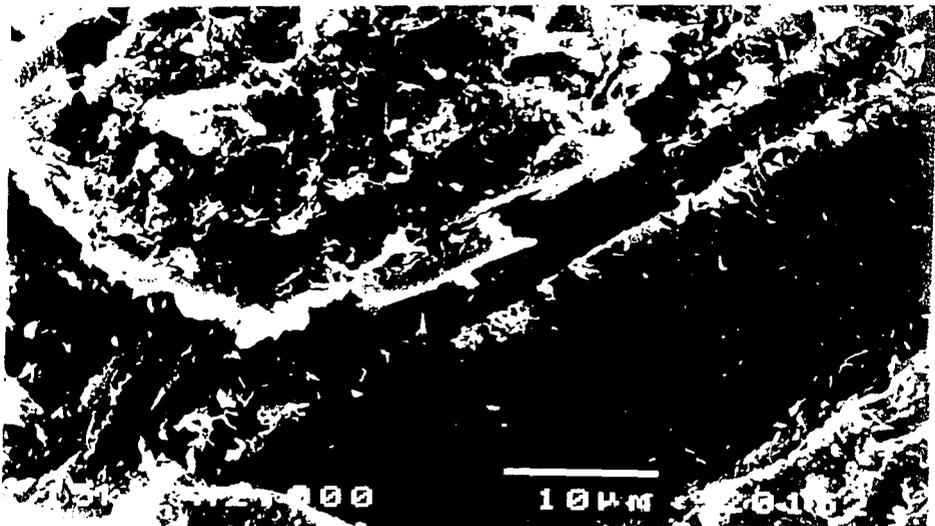
Fotografía 2.4. Fase que presenta estructuras de forma no definida a 5000X, con mucha rugosidad y porosidad.



Fotografía 2.5 Estructura en forma de capas a 5,000X. Presenta linealidad entre capas en el extremo izquierdo. La perpendicularidad de la estructura cristalina corresponde con la porción cristalina derecha (región clara).



Fotografía 2.6. Estructura en forma de capas a 10,000X



Fotografía 2.7. Estructuras en forma de hojas incrustadas de la fase aparentemente amorfa.

En la Fotografía 2.4 se aprecia la fase aparentemente amorfa presente en la muestra, en la cual notamos la existencia de porosidad.

En la Fotografía 2.5 se muestran estructuras en forma de capas, en las que observamos una cierta separación entre ellas, y para mayor detalle se amplificó a 10,000X, como se muestra en la Fotografía 2.6, en la cual se encontró una separación aproximada entre las hojas de 3.5 μm .

En la Fotografía 2.7 se ve claramente como las hojas se encuentran incrustadas en la fase aparentemente amorfa que presenta estructuras en forma de hojuelas.

Del análisis anterior se encuentra que la muestra procedente de Guerrero presenta dos fases distintas.

II.3.3 Muestra procedente de Guanajuato I

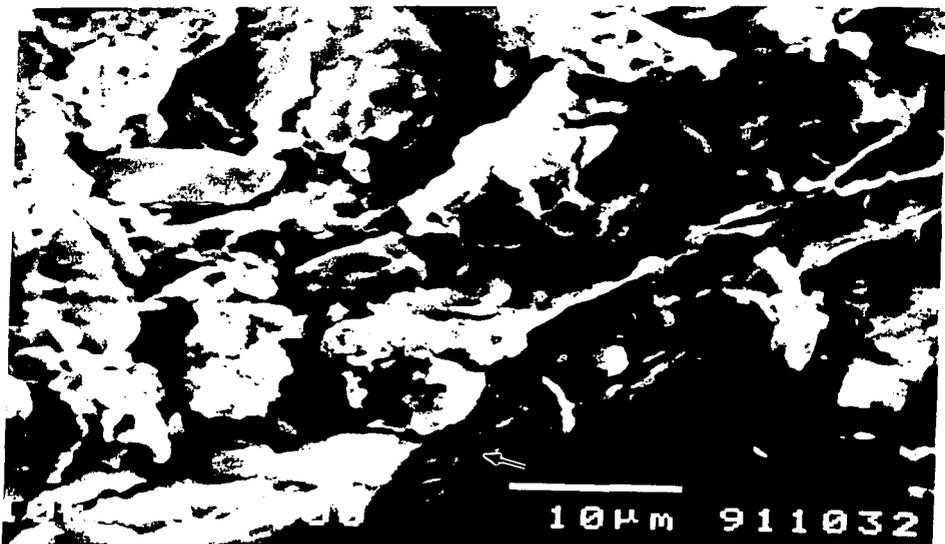
En esta muestra se observaron tres regiones distintas presentadas en las fotografías siguientes:



Fotografía 2.8. En esta muestra se presentan dos tipos de estructuras; se observan formaciones rugosas mientras que en la parte inferior o sombreada notamos estructuras lenticulares a 3,500X.



Fotografía 2.9 Otro aspecto de la estructuras porosas a 2,000X se observan diferentes tamaños de poros.



Fotografía 2.10. Formación en capas (señalada con la flecha) presentes en la muestra observada.

Las fotografías anteriores presentan estructuras en las cuales existe gran dificultad para realizar un análisis cuantitativo, concretándonos únicamente a describir los rasgos más característicos de la morfología.

En las Fotografías 2.8, 2.9 y 2.10 observamos, en la primera, una superficie rugosa de forma fusiforme a 3500X, la segunda notamos que es muy diferente a la anterior, presentando formas y tamaños muy variados, siendo estas muy porosas y presentando espacios entre cada una de ellas. Estas separaciones fluctúa desde 14 μm hasta 72 μm . En la última imagen se distinguen dos zonas. En la parte inferior encontramos estructuras en forma de capas, constituidas por hojas sobrepuestas, incrustadas en la región descrita en la imagen anterior.

A partir del análisis cualitativo de la muestra podemos señalar que es un compuesto heterogeneo con una porosidad muy grande, como se observa en varias de las fotografías anteriores. Las observaciones por SEM revelan la presencia de estructuras en capas.

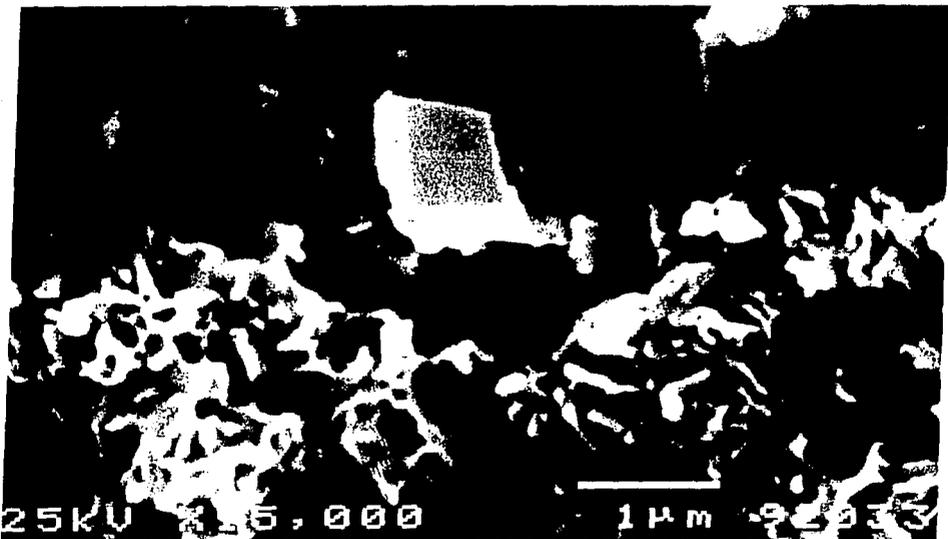
II.3.4 Muestra procedente de Guanajuato II



Fotografía 2.11 En esta fotografía se aprecian en el centro la linealidad de los cristales bien definidos, emergiendo de una mesostasis granular que se observa a ambos lados de los cristales. 20,000X.



Fotografía 2.12. Se presentan formas cristalinas subhedrales en abundancia con respecto a las formas anhedrales en algunos cristales, sobre todo en el centro de la fotografía. Los minerales anhedrales de menor tamaño están incrustados sobre las caras de los cristales bien definidos. 20,000X.



Fotografía 2.13. Se observan en el centro los cristales en forma rómbica en menor proporción con respecto a las estructuras en forma de hojuelas. 15,000X.

En la Fotografía 2.11 se aprecia la heterogeneidad de la composición cristalina marcando un zona y otra de una masa cristalina definida aquí en forma de hojuelas. En cuanto a la Fotografía 2.12 se nota la homogeneidad de los cristales, subhedrales con algunas intercalaciones de estructuras cristalinas esféricas. Sin embargo, en la Foto 2.13 (el mismo proceso de la Fotografía 2.12), se distinguen los minerales en forma de hojuelas que bordean a los cristales bien definidos al centro de la misma.

CAPITULO III

CARACTERIZACION POR RAYOS-X

III.1.- Fundamentos

La comprensión de la microestructura de materiales provenientes de la superficie terrestre, tales como las rocas sedimentarias, en las que la pureza de éstas no es total, es decir, que son materiales que en la naturaleza se encuentran en forma de mezclas, es de suma importancia el conocimiento preciso de su microestructura, ya que de esto dependerán sus propiedades físicas, como se da en el caso de los minerales arcillosos que en este trabajo presentan uno de los objetivos principales. Las arcillas^(8,9) son materiales cuya composición química es muy similar entre sí. Sin embargo, la posición de los iones en la microestructura, como se mencionó anteriormente modificará sus propiedades físicas. Por esta razón y la necesidad de diferenciar las distintas estructuras se introduce el método de Rayos X, aprovechando las propiedades de difracción de los materiales cristalinos.

Los Rayos-X son ondas electromagnéticas, cuya longitud de onda es aproximadamente de entre 0.05 y 100 Å; al incidir la radiación electromagnética con la materia, ocurre, en menor o en mayor grado el fenómeno de dispersión, que es el mecanismo básico en la reflexión, refracción y difracción.

Cuando los Rayos-X inciden sobre la materia, la radiación dispersada consiste en dos tipos: Rayos X difractados y radiación característica del elemento dispersor (fluorescencia). De este último existen dos clases, los denominados K y los L.⁽¹⁰⁾

La interpretación de la información obtenida por difracción de Rayos-X se realiza usando la Ley de Bragg,⁽¹¹⁾ donde se considera un haz de Rayos X que incide sobre un cristal, pensando en éste como una familia de planos hkl de la red puntual cuya distancia está dada por d_{hkl} , que cumple con dicha Ley de Bragg:

$$2d_{hkl} \text{sen } \theta_{hkl} = n\lambda \quad (3.1)$$

Lo que nos permite conocer el ángulo de difracción θ_{hkl} , y donde λ es la longitud de onda de los Rayos X y n el llamado orden de difracción.

Una manera equivalente de expresar esta ley es la siguiente:

$$\lambda = 2 \frac{d_{hkl} \text{sen}(\theta_{hkl})}{n} \quad (3.2)$$

Sea

$$\frac{d_{hkl}}{n} = d_{HKL} \quad (3.3)$$

Como d_{hkl} es la distancia interplanar de la familia de planos hkl , d_{HKL} consistirá en las distancias interplanares de los planos no racionales; a los índices HKL se les denominan índices de plano o de reflexión.

Expresando la ecuación (3.1) de la siguiente manera :

$$\frac{n\lambda}{2d_{hkl}} = \text{sen } \theta_{hkl} \quad (3.5)$$

Como $\text{sen}(\theta) \leq 1$, $n\lambda \leq 2d_{hkl}$, cuando $n = 1$, entonces:

$$\lambda \leq 2d_{hkl} \quad (3.6)$$

Para generar los Rayos X existen varios procesos de los que mencionaremos solamente los siguientes: el frenado repentino de los electrones que viajan a muy altas velocidades y las transiciones de los electrones cercanos al núcleo atómico debido a los cambios en el estado energético de los átomos, produciendo dos procesos que se conocen como espectro continuo y espectro característico. (Para mayor información ver citas 8, 9).

Las partes principales que debe reunir un tubo convencional de filamento generador de rayos-X son las siguientes:

- a).- Un generador de electrones procedentes de un cátodo;
- b).-un metal que es bombardeado por los electrones que funcionan como blanco y ánodo;
- c) -un acelerador de alto voltaje y
- d).-un sistema de enfriamiento para evitar el sobre calentamiento del blanco.

III.2.- Preparación de las muestras

En el estudio de las cuatro muestras, se aplicaron distintas técnicas de preparación para el análisis de cada una, dependiendo de los materiales que fueron localizados en cada espécimen, siguiendo los pasos que a continuación mencionaremos:

Primera etapa

En esta etapa las cuatro muestras se analizaron de la manera siguiente:

- a).- Se pulverizaron hasta obtener un polvo bastante fino.
- b).- Se colocaron en la cavidad del portamuestras de tal forma que la superficie de la muestra quedara completamente plana con respecto al resto de la superficie del portamuestras.
- c).- Se colocaron en el difractorómetro para su análisis.

Segunda etapa

En las muestras estudiadas en la primera etapa se presentaron picos característicos de carbonatos por lo que se trataron químicamente con HCl para eliminarlos, de tal forma que los materiales residuales contenidos en estas muestras se analizaran con mayor detalle. Las muestras que presentaron estas características son las procedentes de Guanajuato I y Guanajuato II, preparándose de la siguiente manera:

- a).- Se molieron las muestras de la misma manera que en la primera etapa.
- b).- Se calentó agua hasta antes de hervir.
- c).- 3g de la muestra en polvo se colocaron en un vaso

precipitado y se le agregó agua caliente de 20 a 30 ml.

d).- Con una pipeta se agregó el HCl a la mezcla del inciso c) hasta que dejara de burbujear.

e).- Se filtró y se lavó el residuo sólido varias veces con agua destilada.

f).- Nuevamente se pulverizó y se colocó en el portamuestras, quedando lista para ser analizada en el difractómetro.

Tercera etapa

Las muestras procedentes de Guerrero, Guanajuato I y la Guanajuato II, presentaron picos característicos de arcillas⁽¹²⁾ por lo que para un análisis más detallado se procedió de la siguiente manera:

a).- Se pulverizaron hasta obtener un polvo muy fino.

b).- Se colocaron en el portamuestras hasta que se encontraron completamente planas con el resto de la superficie.

c).- Se le agregó aproximadamente una gota de etilén glicol sobre la muestra ya colocada, para facilitar la identificación de las arcillas.

d).- Se procedió a analizar en el difractómetro.

En el presente trabajo se empleó el difractómetro SIEMENS D- 5000 del IFUNAM; la técnica utilizada en la caracterización fue la de polvos, bajo las siguientes condiciones:

Un voltaje de 30Kv una corriente de 20mA; apertura de las rendijas colimadoras del haz: 2mm, 2mm, 0.6mm, 0.6mm; tiempo de conteo 3s, se analizó la muestra de 2 a 70 grados.

En el siguiente digrama de flujo se esquematizan los procedimientos que se siguió a cabo en la caracterización por rayos-X.

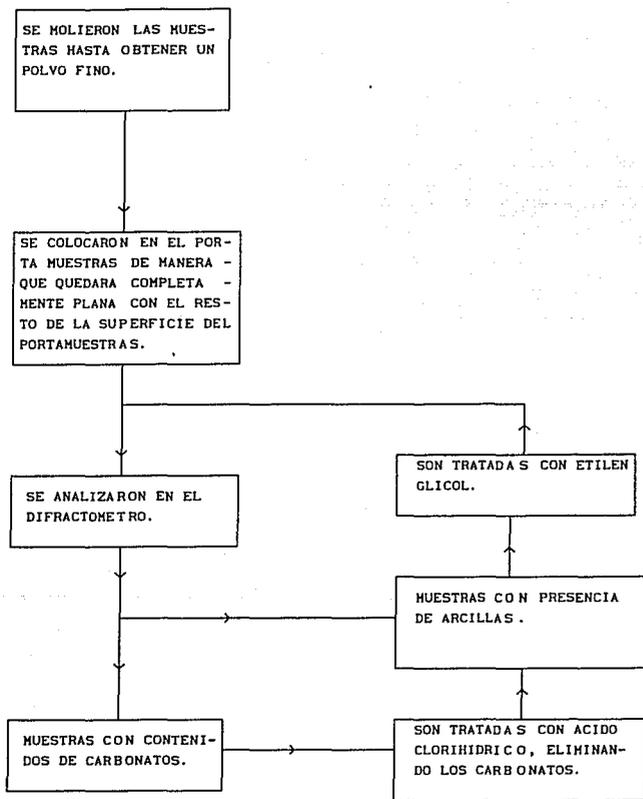


Figura 3.1. Diagrama de flujo de la preparación de las muestras para la caracterización en rayos-X.

III.3 Resultados

Los resultados obtenidos en la caracterización por medio de rayos-X en el presente trabajo, consistió en el espectro de la muestra, del que se obtuvo la distancia interplanar, el ángulo 2θ y la intensidad de los picos. Esta información nos fue proporcionada por la computadora del equipo, como se muestra a continuación.

III.3.1 Muestra procedente de Tlaxcala.

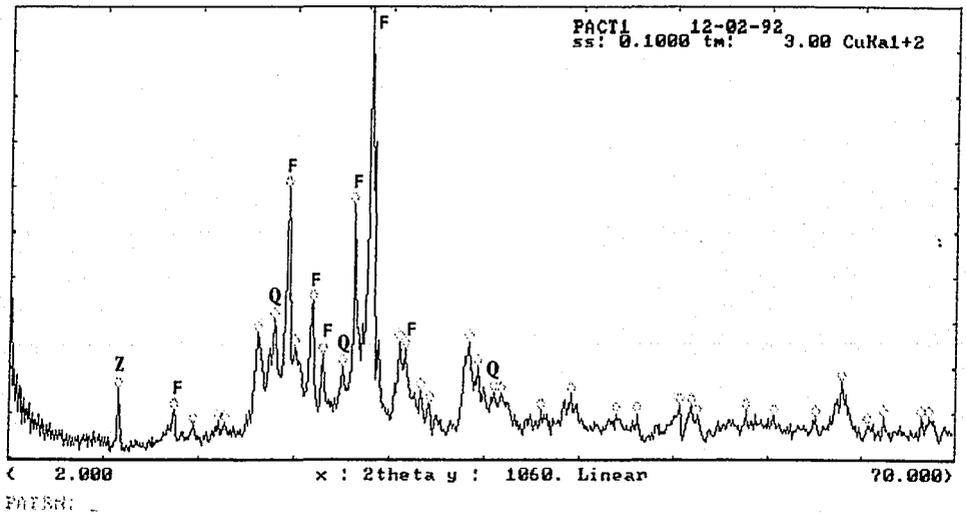


Figura 3.2. Difractograma de Rayos-X de la muestra de Tlaxcala.
(Z) zeolita, (F) feldspatos, (Q) cuarzo.

Tabla 3.1. Datos correspondientes al difractograma presentado en la Figura 3.2

Seq	2theta	d	rel. I	Seq	2theta	d	rel. I
1	9.793	9.0265	15.66	14	27.775	3.2100	100.00
2	13.743	6.4398	10.75	8	21.856	4.0642	60.00
3	15.130	5.8521	7.55	13	26.553	3.3549	56.42
4	16.945	5.2292	8.58	10	23.670	3.7565	34.72
5	17.372	5.1017	8.11	7	20.895	4.2488	30.94
6	19.721	4.4991	28.11	6	19.721	4.4991	28.11
7	20.895	4.2488	30.94	19	34.879	2.5707	26.13
8	21.856	4.0642	60.00	15	29.862	2.9902	26.13
9	22.389	3.9685	24.91	9	22.389	3.9685	24.91
10	23.670	3.7565	34.72	16	30.289	2.9491	24.53
11	24.418	3.6432	23.21	11	24.418	3.6432	23.21
12	25.805	3.4504	20.28	20	35.520	2.5258	20.38
13	26.553	3.3549	56.42	12	25.805	3.4504	20.28
14	27.775	3.2100	100.00	33	61.887	1.4984	17.17
15	29.862	2.9902	26.13	1	9.793	9.0265	15.66
16	30.289	2.9491	24.53	17	31.356	2.8511	15.19
17	31.356	2.8511	15.19	21	36.694	2.4477	14.62
18	31.997	2.7954	12.36	24	42.245	2.1380	14.43
19	34.879	2.5707	26.13	22	37.228	2.4138	14.25
20	35.520	2.5258	20.38	18	31.997	2.7954	12.36
21	36.694	2.4477	14.62	28	50.998	1.7897	12.08
22	37.228	2.4138	14.25	27	50.144	1.8181	12.08
23	40.110	2.2467	10.94	23	40.110	2.2467	10.94
24	42.245	2.1380	14.43	30	54.948	1.6700	10.85
25	45.554	1.9901	10.09	2	13.743	6.4398	10.75
26	47.049	1.9303	9.81	25	45.554	1.9901	10.09
27	50.144	1.8181	12.08	26	47.049	1.9303	9.81
28	50.998	1.7897	12.08	31	56.976	1.6153	9.43
29	51.425	1.7758	9.43	29	51.425	1.7758	9.43
30	54.948	1.6700	10.85	37	68.185	1.3745	9.34
31	56.976	1.6153	9.43	32	59.945	1.5422	9.34
32	59.945	1.5422	9.34	36	67.651	1.3840	9.15
33	61.887	1.4984	17.17	35	64.983	1.4343	9.06
34	63.808	1.4578	7.74	4	16.945	5.2292	8.58
35	64.983	1.4343	9.06	5	17.372	5.1017	8.11
36	67.651	1.3840	9.15	34	63.808	1.4578	7.74
37	68.185	1.3745	9.34	3	15.130	5.8521	7.55

III.3.2 Muestra procedente de Guerrero.

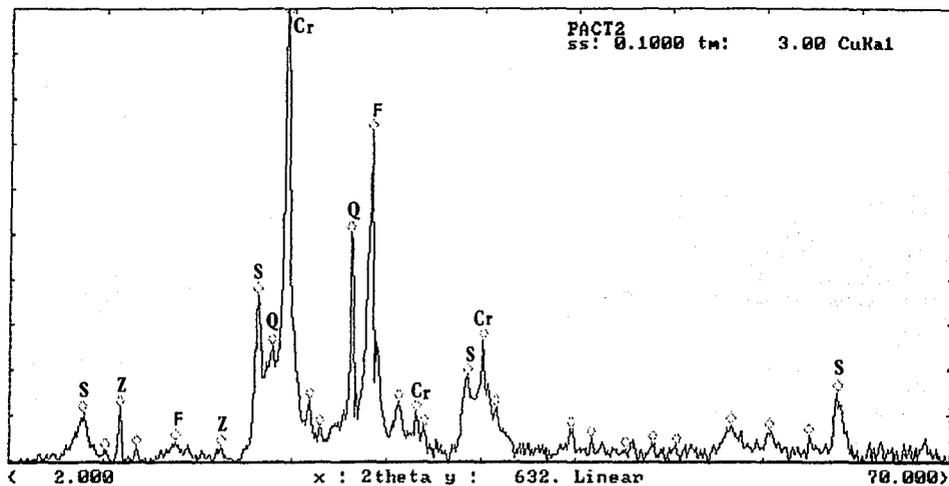


Figura 3.3. Difractograma de rayos-X de la muestra de Guerrero (Cr) cristobalita, (Q) cuarzo, (Z) zeolita, (S) smectita, (F) feldespatos.

Tabla 3.2. Datos correspondientes al difractograma de la
Figura 3.3.

Seq	2theta	d	rel. I	Seq	2theta	d	rel. I
1	7.231	12.2180	10.68	9	21.954	4.0461	100.00
2	8.832	10.0061	2.47	13	28.064	3.1776	72.71
3	9.900	8.9294	12.05	12	26.553	3.3549	50.30
4	11.180	7.9093	3.22	7	19.827	4.4751	36.70
5	14.063	6.2938	4.32	18	36.111	2.4858	26.79
6	17.265	5.1330	3.22	8	20.905	4.2468	25.72
7	19.827	4.4751	36.70	17	34.986	2.5631	18.70
8	20.905	4.2468	25.72	28	61.887	1.4984	15.01
9	21.954	4.0461	100.00	10	23.670	3.7565	13.74
10	23.670	3.7565	13.74	14	30.075	2.9695	13.25
11	24.418	3.6432	7.76	3	9.900	8.9294	12.05
12	26.553	3.3549	50.30	19	37.121	2.4205	11.96
13	28.064	3.1776	72.71	15	31.463	2.8416	10.94
14	30.075	2.9695	13.25	1	7.231	12.2180	10.68
15	31.463	2.8416	10.94	25	54.180	1.6918	8.00
16	31.997	2.7954	7.57	11	24.418	3.6432	7.76
17	34.986	2.5631	18.70	16	31.997	2.7954	7.57
18	36.111	2.4858	26.79	20	42.600	2.1210	7.32
19	37.121	2.4205	11.96	26	57.000	1.6147	6.72 ?
20	42.600	2.1210	7.32	27	59.859	1.5442	5.79
21	44.068	2.0537	5.10	21	44.068	2.0537	5.10
22	46.515	1.9512	2.86	5	14.063	6.2938	4.32
23	48.501	1.8758	4.17	23	48.501	1.8758	4.17
24	50.251	1.8145	3.77	24	50.251	1.8145	3.77
25	54.180	1.6918	8.00	4	11.180	7.9093	3.22
26	57.000	1.6147	6.72 ?	6	17.265	5.1330	3.22
27	59.859	1.5442	5.79	22	46.515	1.9512	2.86
28	61.887	1.4984	15.01	2	8.832	10.0061	2.47

Tabla 3.3 Datos correspondientes al difractograma de la
Figura 3.4.

Sample: PACT2M1 11/03/92 P.F.LUGO1 4-Jul-1992 01:43:40
Data file: A:PACT2M1.RAW

Seq	2theta	d	rel. I	Seq	2theta	d	rel. I
1	5.096	17.3313	10.12	15	21.962	4.0446	100.00
2	5.309	16.6348	10.85	19	27.834	3.2034	73.86
3	6.911	12.7835	5.13	18	26.659	3.3417	47.04
4	7.978	11.0752	1.70	13	19.827	4.4751	33.58
5	9.046	9.7704	1.53	14	20.895	4.2488	31.83
6	9.900	8.9294	6.01	25	36.053	2.4897	24.65
7	10.433	8.4738	2.42	16	23.670	3.7565	22.21
8	11.181	7.9090	2.81	37	61.887	1.4984	20.27
9	13.102	6.7531	3.05	24	35.093	2.5556	19.48
10	13.743	6.4398	3.96	26	36.694	2.4477	17.88
11	15.771	5.6158	9.33	17	24.418	3.6432	16.88
12	17.265	5.1330	5.26	27	37.334	2.4071	13.46
13	19.827	4.4751	33.58	21	30.075	2.9695	13.32
14	20.895	4.2488	31.83	22	31.570	2.8323	10.93
15	21.962	4.0446	100.00	23	31.997	2.7954	10.92
16	23.670	3.7565	22.21	2	5.309	16.6348	10.85
17	24.418	3.6432	16.88	30	42.672	2.1176	10.48
18	26.659	3.3417	47.04	1	5.096	17.3313	10.12
19	27.834	3.2034	73.86	20	29.115	3.0653	9.85
20	29.115	3.0653	9.85	11	15.771	5.6158	9.33
21	30.075	2.9695	13.32	33	50.251	1.8145	8.86
22	31.570	2.8323	10.93	34	54.094	1.6943	7.20
23	31.997	2.7954	10.92	28	39.469	2.2817	7.15
24	35.093	2.5556	19.48	29	40.323	2.2353	6.70
25	36.053	2.4897	24.65	38	64.983	1.4343	6.44
26	36.694	2.4477	17.88	31	47.155	1.9262	6.19
27	37.334	2.4071	13.46	6	9.900	8.9294	6.01
28	39.469	2.2817	7.15	12	17.265	5.1330	5.26
29	40.323	2.2353	6.70	35	57.617	1.5988	5.26
30	42.672	2.1176	10.48	3	6.911	12.7835	5.13
31	47.155	1.9262	6.19	32	48.650	1.8704	5.00
32	48.650	1.8704	5.00	36	60.286	1.5343	4.47
33	50.251	1.8145	8.86	10	13.743	6.4398	3.96
34	54.094	1.6943	7.20	9	13.102	6.7531	3.05
35	57.617	1.5988	5.26	8	11.181	7.9090	2.81
36	60.286	1.5343	4.47	7	10.433	8.4738	2.42
37	61.887	1.4984	20.27	4	7.978	11.0752	1.70
38	64.983	1.4343	6.44	5	9.046	9.7704	1.53

III.3.3 Muestra procedente de Guanajuato I

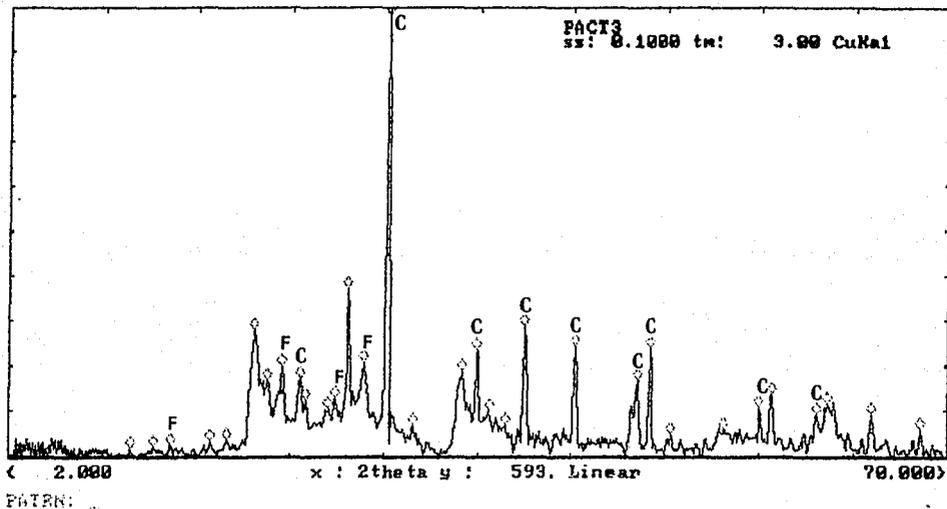


Figura 3.5. Difractograma de rayos-X de la muestra procedente de Guanajuato I. (F) feldespatos, (C) calcita.

Tabla 3.4. Datos correspondientes al difractograma de la Figura 3.5

Sample: PACT3
Data file: A:PACT3.RAW

4-Jul-1992 21:56:06

Seq	2theta	d	rel. I	Seq	2theta	d	rel. I
1	10.754	8.2221	1.48	15	29.435	3.0326	100.00
2	12.355	7.1598	2.00	13	26.553	3.3549	37.35
3	13.636	6.4900	2.59	21	39.363	2.2876	28.61
4	16.625	5.3292	3.34	6	19.827	4.4751	27.83
5	17.799	4.9802	3.57	22	43.206	2.0926	24.55
6	19.827	4.4751	27.83	24	48.543	1.8743	23.83
7	20.788	4.2704	16.91	18	35.947	2.4968	23.62
8	21.856	4.0642	19.89	14	27.727	3.2155	20.78
9	23.137	3.8420	17.09	8	21.856	4.0642	19.89
10	23.564	3.7733	12.41	17	34.879	2.5707	18.74
11	25.165	3.5367	10.28	9	23.137	3.8420	17.09
12	25.699	3.4645	12.75	7	20.788	4.2704	16.91
13	26.553	3.3549	37.35	23	47.582	1.9099	16.75
14	27.727	3.2155	20.78	28	57.510	1.6015	13.72
15	29.435	3.0326	100.00	12	25.699	3.4645	12.75
16	31.356	2.8511	6.69	10	23.564	3.7733	12.41
17	34.879	2.5707	18.74	30	61.567	1.5054	11.56
18	35.947	2.4968	23.62	27	56.549	1.6265	10.76
19	36.907	2.4340	10.14	11	25.165	3.5367	10.28
20	38.082	2.3616	6.96	19	36.907	2.4340	10.14
21	39.363	2.2876	28.61	29	60.819	1.5221	9.38
22	43.206	2.0926	24.55	31	64.662	1.4406	9.06
23	47.582	1.9099	16.75	20	38.082	2.3616	6.96
24	48.543	1.8743	23.83	16	31.356	2.8511	6.69
25	50.144	1.8181	4.64	32	68.185	1.3745	5.94
26	53.987	1.6974	5.87	26	53.987	1.6974	5.87
27	56.549	1.6265	10.76	25	50.144	1.8181	4.64
28	57.510	1.6015	13.72	5	17.799	4.9802	3.57
29	60.819	1.5221	9.38	4	16.625	5.3292	3.34
30	61.567	1.5054	11.56	3	13.636	6.4900	2.59
31	64.662	1.4406	9.06	2	12.355	7.1598	2.00
32	68.185	1.3745	5.94	1	10.754	8.2221	1.48

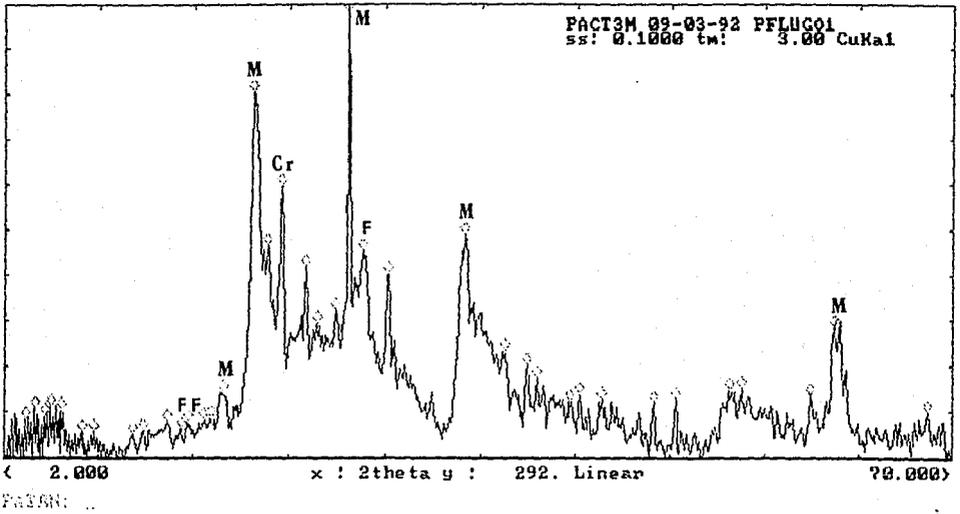


Figura 3.6. Difractograma de rayos-X correspondiente a la muestrara de Guanajuato I tratada con ácido clorhidrico. (M) mica, (F) feldespatos, (Cr) cristobalita.

Tabla 3.5. Datos correspondiente al difractograma de la Figura 3.6.

Sample: PACT3M 09-03-92 PFLUG01
Data file: A:PACT3M.RAW

4-Jul-1992 22:28:56

Seq	2theta	d	rel. I	Seq	2theta	d	rel. I
1	3.495	25.2685	8.30	22	26.553	3.3549	100.00
2	4.135	21.3558	10.88	16	19.721	4.4991	80.66
3	4.882	18.0887	9.13	18	21.856	4.0642	60.15
4	5.309	16.6348	11.25	25	34.879	2.5707	49.33
5	6.057	14.5840	10.32	17	20.788	4.2704	46.77
6	7.551	11.7005	5.57	23	27.620	3.2276	45.75
7	8.405	10.5135	5.58	19	23.564	3.7733	42.01
8	11.181	7.9090	5.01	24	29.435	3.0326	40.30
9	11.928	7.4152	6.15	21	25.699	3.4645	32.48
10	13.636	6.4900	7.87	20	24.418	3.6432	29.79
11	14.703	6.0211	6.24	37	61.567	1.5054	28.71
12	15.237	5.8113	7.95	38	61.887	1.4984	28.18
13	16.305	5.4332	8.47	26	37.761	2.3809	23.57
14	16.838	5.2621	8.93	27	39.363	2.2876	20.37
15	17.692	5.0100	14.31	28	40.110	2.2467	17.76
16	19.721	4.4991	80.66	35	54.948	1.6700	15.38
17	20.788	4.2704	46.77	34	54.094	1.6943	14.71
18	21.856	4.0642	60.15	15	17.692	5.0100	14.31
19	23.564	3.7733	42.01	30	43.206	2.0926	14.03
20	24.418	3.6432	29.79	36	59.859	1.5442	13.44
21	25.699	3.4645	32.48	31	44.807	2.0215	12.97
22	26.553	3.3549	100.00	33	50.144	1.8181	12.79
23	27.620	3.2276	45.75	29	42.458	2.1277	12.36
24	29.435	3.0326	40.30	32	48.543	1.8743	11.80
25	34.879	2.5707	49.33	4	5.309	16.6348	11.25
26	37.761	2.3809	23.57	2	4.135	21.3558	10.88
27	39.363	2.2876	20.37	5	6.057	14.5840	10.32
28	40.110	2.2467	17.76	39	68.292	1.3726	9.96
29	42.458	2.1277	12.36	3	4.882	18.0887	9.13
30	43.206	2.0926	14.03	14	16.838	5.2621	8.93
31	44.807	2.0215	12.97	13	16.305	5.4332	8.47
32	48.543	1.8743	11.80	1	3.495	25.2685	8.30
33	50.144	1.8181	12.79	12	15.237	5.8113	7.95
34	54.094	1.6943	14.71	10	13.636	6.4900	7.87
35	54.948	1.6700	15.38	11	14.703	6.0211	6.24
36	59.859	1.5442	13.44	9	11.928	7.4152	6.15
37	61.567	1.5054	28.71	7	8.405	10.5135	5.58
38	61.887	1.4984	28.18	6	7.551	11.7005	5.57
39	68.292	1.3726	9.96	8	11.181	7.9090	5.01

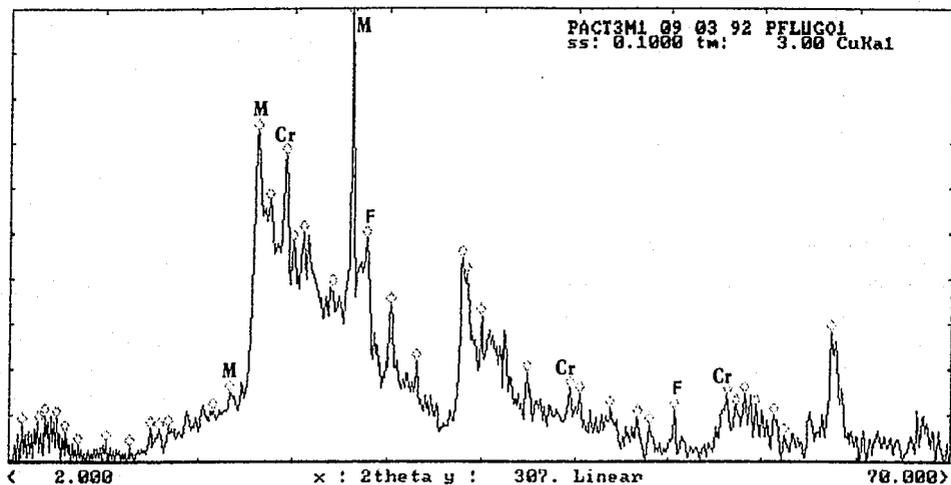


Figura 3.7. Difractograma correspondiente a la muestra de Guanajuato I tratada con ácido clorhídrico y etilén glicol. (M) mica, (F) feldspatos, Cr) cristobalita.

Tabla 3.6. Datos correspondientes al Difractograma de la
Figura 3.7

Seq	2theta	d	rel. I	Seq	2theta	d	rel. I
1	2.854	30.9377	7.99	20	26.553	3.3549	100.00
2	4.028	21.9215	8.45	14	19.827	4.4751	72.65
3	4.455	19.8214	9.96	16	21.856	4.0642	67.56
4	5.309	16.6348	9.54	15	20.681	4.2922	57.61
5	5.950	14.8454	6.29	18	23.137	3.8420	50.53
6	6.911	12.7835	3.54	21	27.727	3.2155	49.25
7	8.939	9.8869	4.50	17	22.389	3.9685	48.21
8	10.647	8.3043	3.13	24	34.559	2.5938	44.70
9	12.141	7.2853	7.05	25	34.879	2.5707	41.21
10	12.782	6.9216	6.92	19	25.272	3.5220	38.24
11	13.422	6.5927	7.49	22	29.435	3.0326	34.43
12	16.625	5.3292	11.17	26	35.947	2.4968	32.09
13	17.799	4.9802	15.30	40	61.460	1.5078	28.43
14	19.827	4.4751	72.65	23	31.250	2.8605	22.12
15	20.681	4.2922	57.61	27	39.363	2.2876	19.45
16	21.856	4.0642	67.56	28	42.458	2.1277	15.99
17	22.389	3.9685	48.21	13	17.799	4.9802	15.30
18	23.137	3.8420	50.53	29	43.206	2.0926	14.75
19	25.272	3.5220	38.24	36	55.268	1.6611	14.69
20	26.553	3.3549	100.00	34	53.987	1.6974	14.43
21	27.727	3.2155	49.25	37	56.122	1.6378	12.15
22	29.435	3.0326	34.43	35	54.628	1.6790	12.11
23	31.250	2.8605	22.12	30	45.447	1.9945	11.45
24	34.559	2.5938	44.70	33	50.144	1.8181	11.18
25	34.879	2.5707	41.21	12	16.625	5.3292	11.17
26	35.947	2.4968	32.09	38	57.403	1.6043	9.97
27	39.363	2.2876	19.45	3	4.455	19.8214	9.96
28	42.458	2.1277	15.99	4	5.309	16.6348	9.54
29	43.206	2.0926	14.75	31	47.476	1.9139	9.52
30	45.447	1.9945	11.45	2	4.028	21.9215	8.45
31	47.476	1.9139	9.52	32	48.330	1.8821	8.10
32	48.330	1.8821	8.10	1	2.854	30.9377	7.99
33	50.144	1.8181	11.18	11	13.422	6.5927	7.49
34	53.987	1.6974	14.43	9	12.141	7.2853	7.05
35	54.628	1.6790	12.11	10	12.782	6.9216	6.92
36	55.268	1.6611	14.69	5	5.950	14.8454	6.29
37	56.122	1.6378	12.15	39	58.151	1.5854	5.52
38	57.403	1.6043	9.97	7	8.939	9.8869	4.50
39	58.151	1.5854	5.52	6	6.911	12.7835	3.54
40	61.460	1.5078	28.43	8	10.647	8.3043	3.13

III.3.4 Muestra Guanajuato II

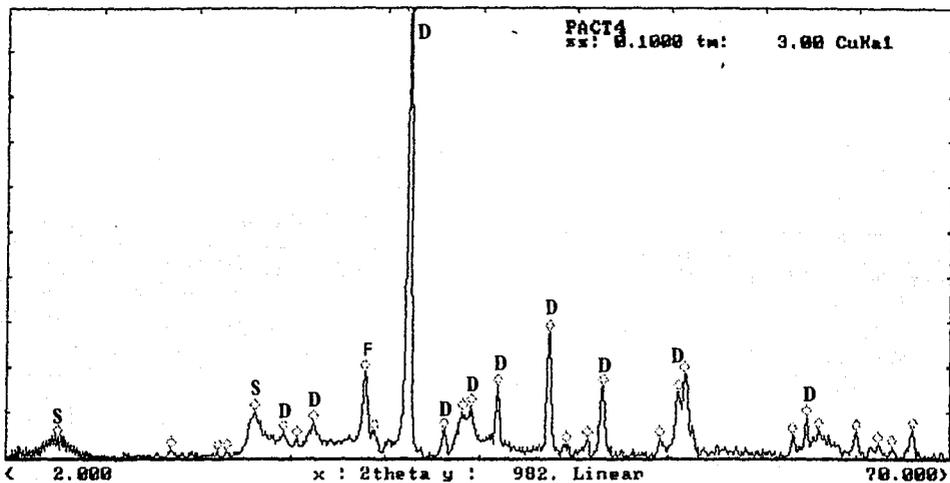


Figura 3.8. Difractograma de rayos-X de la Muestra Guanajuato II. (D) dolomita, (S) smectita, (F) feldespatos.

Tabla 3.7. Datos correspondientes al difractograma de la Figura 3.8.

Seq	2theta	d	rel. I	Seq	2theta	d	rel. I
1	5.523	15.9922	4.74	11	30.823	2.8992	100.00
2	13.743	6.4398	1.83	16	41.071	2.1964	27.89
3	17.052	5.1967	1.47	9	27.727	3.2155	19.29
4	17.692	5.0100	1.70	22	50.892	1.7932	18.72
5	19.721	4.4991	10.42	19	44.914	2.0170	16.08
6	21.856	4.0642	6.14	15	37.334	2.4071	15.87
7	22.816	3.8952	4.45	21	50.465	1.8073	14.92
8	23.991	3.7071	7.87	14	35.413	2.5332	11.50
9	27.727	3.2155	19.29	5	19.721	4.4991	10.42
10	28.474	3.1327	6.12	13	34.772	2.5784	10.34
11	30.823	2.8992	100.00	24	59.752	1.5467	9.21
12	33.491	2.6740	6.56	8	23.991	3.7071	7.87
13	34.772	2.5784	10.34	12	33.491	2.6740	6.56
14	35.413	2.5332	11.50	29	67.438	1.3879	6.38
15	37.334	2.4071	15.87	25	60.606	1.5269	6.25
16	41.071	2.1964	27.89	6	21.856	4.0642	6.14
17	42.352	2.1328	3.16	26	63.381	1.4666	6.14
18	43.846	2.0636	4.44	10	28.474	3.1327	6.12
19	44.914	2.0170	16.08	23	58.791	1.5697	5.08
20	49.077	1.8551	4.25	1	5.523	15.9922	4.74
21	50.465	1.8073	14.92	7	22.816	3.8952	4.45
22	50.892	1.7932	18.72	18	43.846	2.0636	4.44
23	58.791	1.5697	5.08	20	49.077	1.8551	4.25
24	59.752	1.5467	9.21	17	42.352	2.1328	3.16
25	60.606	1.5269	6.25	27	64.983	1.4343	3.11
26	63.381	1.4666	6.14	28	65.943	1.4157	2.42
27	64.983	1.4343	3.11	2	13.743	6.4398	1.83
28	65.943	1.4157	2.42	4	17.692	5.0100	1.70
29	67.438	1.3879	6.38	3	17.052	5.1967	1.47

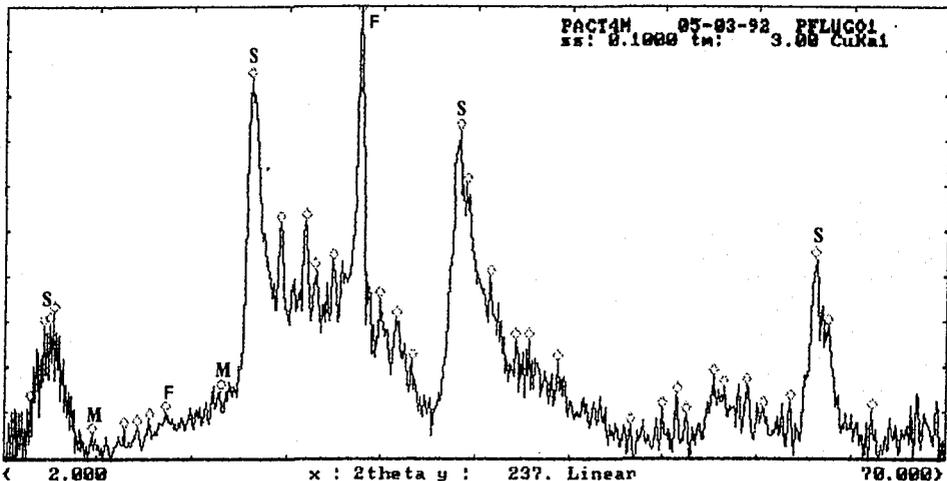


Figura 3.9. Difractograma rayos-X de la Muestra Guanajuato II tratada con ácido clorhídrico. (S) smectita, (F) feldespatos, (M) mica.

Tabla 3.8. Datos correspondientes al Difractograma de la Figura 3.9

Seq	2theta	d	rel. I	Seq	2theta	d	rel. I
1	3.815	23.1478	12.22	16	27.727	3.2155	100.00
2	4.776	18.4928	29.15	11	19.614	4.5233	83.87
3	5.203	16.9759	29.58	20	34.879	2.5707	72.40
4	5.523	15.9922	31.80	21	35.413	2.5332	60.40
5	8.405	10.5135	5.16	13	23.670	3.7565	52.47
6	10.647	8.3043	6.40	12	21.856	4.0642	51.99
7	11.608	7.6190	6.73	35	60.713	1.5245	43.92
8	12.568	7.0387	8.34	15	25.699	3.4645	43.79
9	13.743	6.4398	10.08	14	24.311	3.6590	41.42
10	17.586	5.0402	14.96	22	37.121	2.4205	40.06
11	19.614	4.5233	83.87	17	29.115	3.0653	35.13
12	21.856	4.0642	51.99	4	5.523	15.9922	31.80
13	23.670	3.7565	52.47	18	30.289	2.9491	30.92
14	24.311	3.6590	41.42	3	5.203	16.9759	29.58
15	25.699	3.4645	43.79	36	61.673	1.5030	29.17
16	27.727	3.2155	100.00	2	4.776	18.4928	29.15
17	29.115	3.0653	35.13	24	39.896	2.2583	26.18
18	30.289	2.9491	30.92	23	38.936	2.3117	25.85
19	31.463	2.8416	21.44	19	31.463	2.8416	21.44
20	34.879	2.5707	72.40	25	42.031	2.1484	21.16
21	35.413	2.5332	60.40	30	53.347	1.7163	17.90
22	37.121	2.4205	40.06	32	55.802	1.6464	15.96
23	38.936	2.3117	25.85	31	54.094	1.6943	15.65
24	39.896	2.2583	26.18	10	17.586	5.0402	14.96
25	42.031	2.1484	21.16	28	50.785	1.7967	13.82
26	47.369	1.9180	7.36	34	59.005	1.5645	12.53
27	49.717	1.8327	10.80	1	3.815	23.1478	12.22
28	50.785	1.7967	13.82	33	57.083	1.6125	10.95
29	51.425	1.7758	9.66	27	49.717	1.8327	10.80
30	53.347	1.7163	17.90	37	64.876	1.4364	10.51
31	54.094	1.6943	15.65	9	13.743	6.4398	10.08
32	55.802	1.6464	15.96	29	51.425	1.7758	9.66
33	57.083	1.6125	10.95	8	12.568	7.0387	8.34
34	59.005	1.5645	12.53	26	47.369	1.9180	7.36
35	60.713	1.5245	43.92	7	11.608	7.6190	6.73
36	61.673	1.5030	29.17	6	10.647	8.3043	6.40
37	64.876	1.4364	10.51	5	8.405	10.5135	5.16

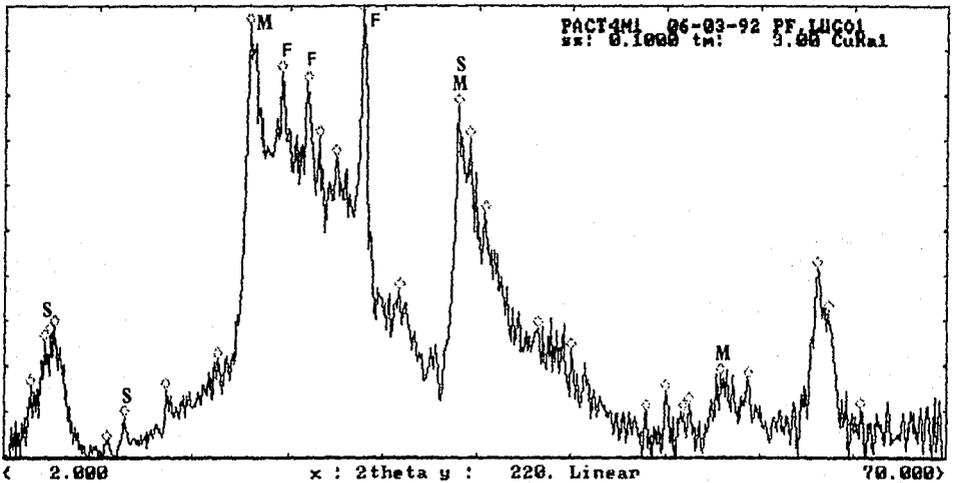


Figura 3.10 Difractograma de rayos-X de la Guanajuato II, tratada con ácido clorhídrico y etilén-glicol. (S) smectita, (F) feldspatos, (mica)

Tabla 3.9 Datos correspondientes al Difractograma de la Figura 3.10.

Seq	2theta	d	rel. I	Seq	2theta	d	rel. I
1	3.815	23.1478	15.78	14	27.727	3.2155	100.00
2	4.776	18.4928	25.55	9	19.614	4.5233	95.85
3	5.203	16.9759	27.09	10	21.856	4.0642	85.09
4	5.523	15.9922	28.96	11	23.670	3.7565	82.66
5	9.366	9.4371	3.32	16	34.559	2.5938	77.51
6	10.647	8.3043	8.84	12	24.524	3.6276	70.63
7	13.636	6.4900	14.65	17	35.413	2.5332	70.23
8	17.372	5.1017	21.51	13	25.805	3.4504	66.53
9	19.614	4.5233	95.85	18	36.587	2.4546	54.09
10	21.856	4.0642	85.09	27	60.713	1.5245	41.58
11	23.670	3.7565	82.66	15	30.396	2.9389	36.94
12	24.524	3.6276	70.63	28	61.567	1.5054	32.12
13	25.805	3.4504	66.53	4	5.523	15.9922	28.96
14	27.727	3.2155	100.00	19	40.430	2.2297	28.56
15	30.396	2.9389	36.94	3	5.203	16.9759	27.09
16	34.559	2.5938	77.51	2	4.776	18.4928	25.55
17	35.413	2.5332	70.23	20	42.885	2.1075	23.52
18	36.587	2.4546	54.09	8	17.372	5.1017	21.51
19	40.430	2.2297	28.56	25	53.667	1.7068	18.02
20	42.885	2.1075	23.52	26	55.695	1.6494	17.24
21	48.330	1.8821	10.15	1	3.815	23.1478	15.78
22	49.717	1.8327	14.22	7	13.636	6.4900	14.65
23	50.998	1.7897	9.82	22	49.717	1.8327	14.22
24	51.425	1.7758	11.65	24	51.425	1.7758	11.65
25	53.667	1.7068	18.02	29	63.915	1.4556	10.38
26	55.695	1.6494	17.24	21	48.330	1.8821	10.15
27	60.713	1.5245	41.58	23	50.998	1.7897	9.82
28	61.567	1.5054	32.12	6	10.647	8.3043	8.84
29	63.915	1.4556	10.38	5	9.366	9.4371	3.32

III.4 Análisis de los resultados

Para analizar los espectros, se observan las intensidades de los picos y las distancias interplanares a las que se presentan, para determinar el grupo al que pertenecen cada uno de los materiales que se encuentran en la muestra. Se usa un programa que busca y compara con las tarjetas JCPDS, para hallar los materiales que integran la muestra.

A continuación se presenta el análisis realizado para cada una de las muestras:

III.4.1 Muestra procedente de Tlaxcala.

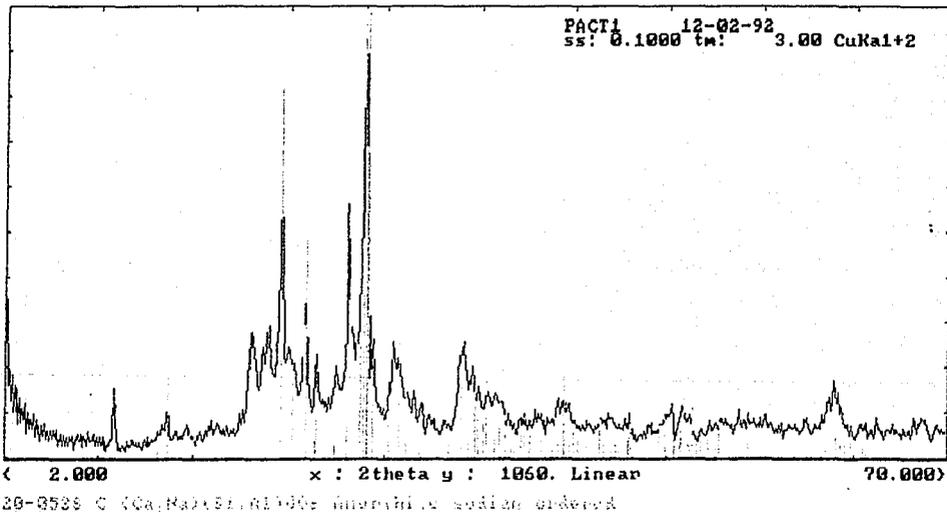
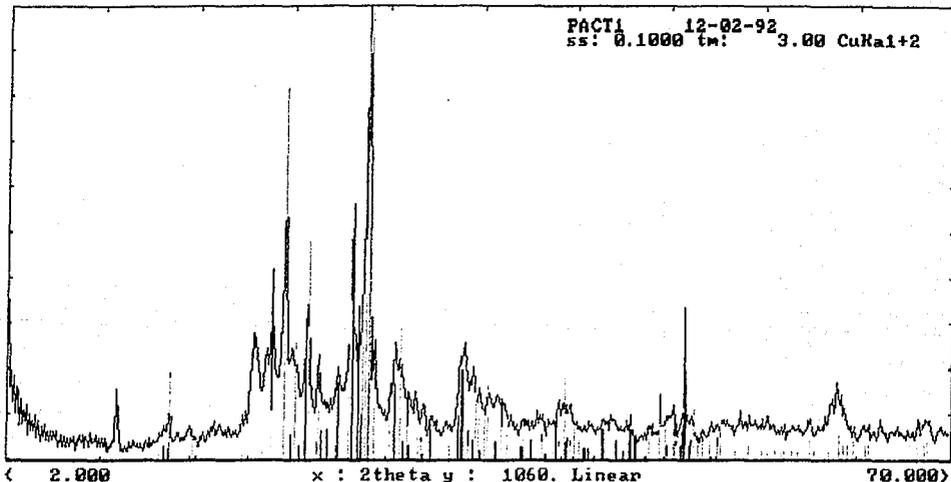


Figura 3.11. Análisis del difractograma de la muestra de Tlaxcala comparándose con materiales de los feldespatos presentes en las mismas.



26-0538 C (Ca,Na)(Si,Al)4O8 Anorthite sodian ordered

25-0618 * KAlSi3O8 Sanidine disordered

Figura 3.12. Se muestra la comparación de los materiales mostrados en la Figura 3.11, Agregando el cuarzo.

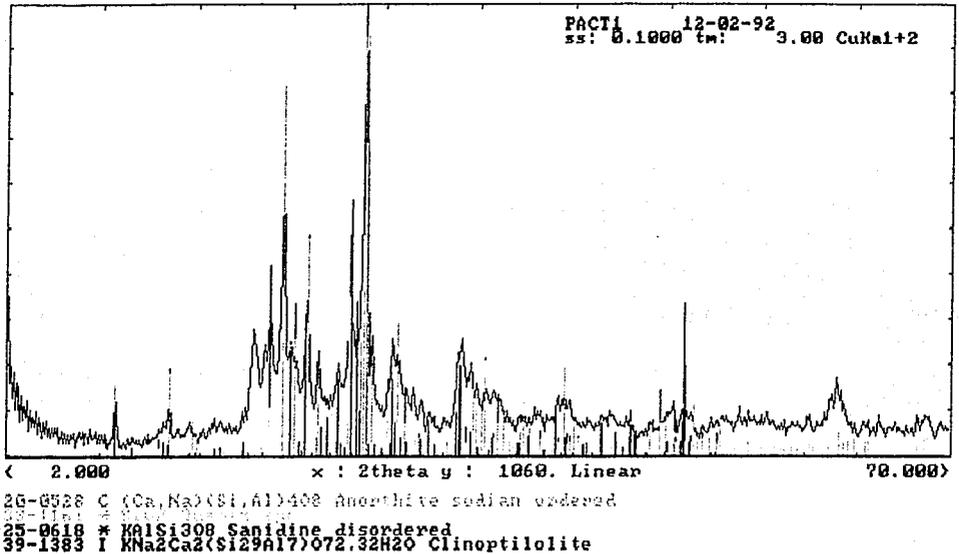


Figura 3.13. En este difractograma se muestra la existencia de clinoptilolita que ocupa los picos restantes.

III.4.2 Muestra procedente de Guerrero.

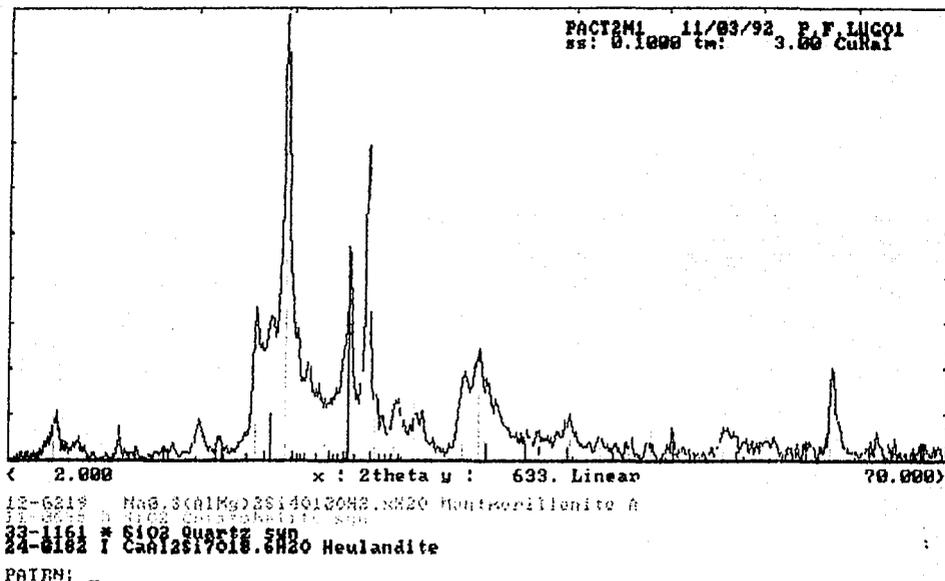


Figura 3.14. Difractograma de la muestra de Guerrero en el que se compara con las tarjetas JCPDS, en la que se observa presencia de montmorillonita, cristobalita y anortita sódica ordenada.

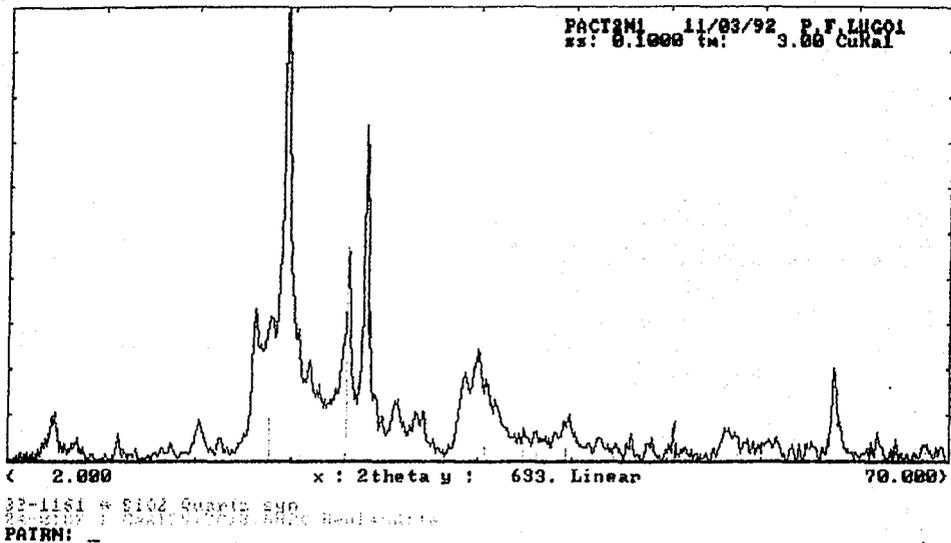
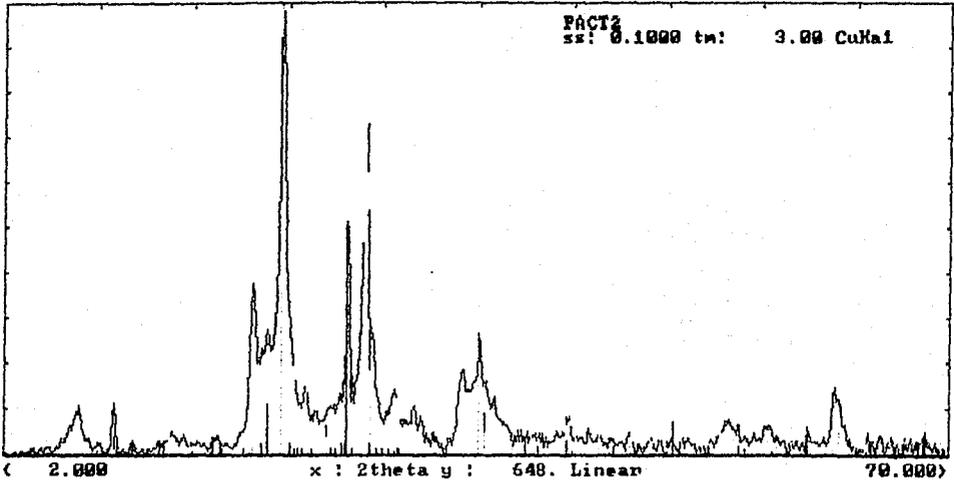


Figura 3.15. Difractograma de la muestra de Guerrero comparada con cuarzo y heulandita.

FACTS
sr: 0.1000 tm: 3.00 CuK α 1

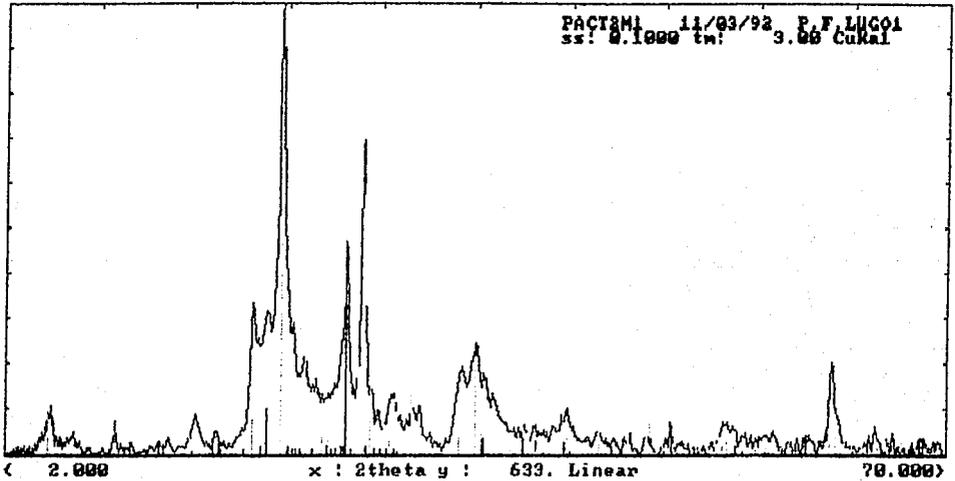


13-0219 Na₂O.3(SiH₄)2Si14O16OH1.2H₂O Montmorillonite A
11-0000 y 2000 CuK α 1
33-1161 # 5193 Quartz 2ND
24-0182 I CaAl₂Si₇O₁₈.2H₂O Neulandite

PATRN:

Figura 3.16. En este difractograma se sobreponen todos los materiales identificados, el análisis es realizado en el difractograma de la Fig. 3.3.

FACTS# 11/03/92 P.F. LUCOI
ss: 0.1000 tm: 3.00 CuK α



< 2.000 x : 2theta y : 633. Linear 70.000 >
12-0219 Na₂CO₃·10H₂O Montmorillonite \bar{c}
33-1161 Ca₂Si₂O₇·2H₂O Heulandite \bar{c}
33-1161 * SiO₂ Quartz \bar{c}
24-0182 Ca₂Si₂O₇·2H₂O Heulandite

PAIRN: _

Figura 3.17. En este Difractograma que corresponde a la muestra tratada con etilén-glicol se sobreponen todos los materiales identificados.

III.4.3 Muestra Guanajuato I.

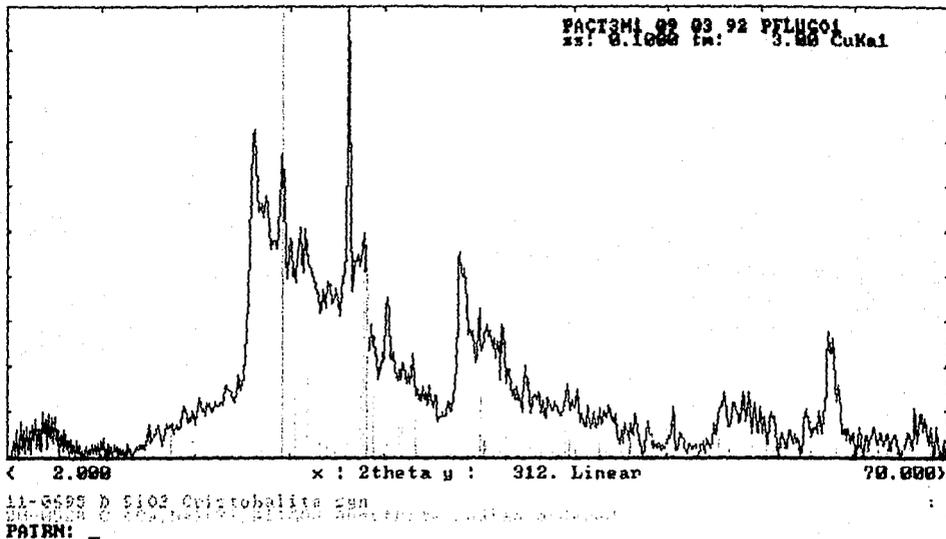


Figura 3.18. Difractograma del material tratado con ácido clorhídrico y etilén-glicol comparado con los picos característicos de la cristobalita y la albita cálcica desordenada.

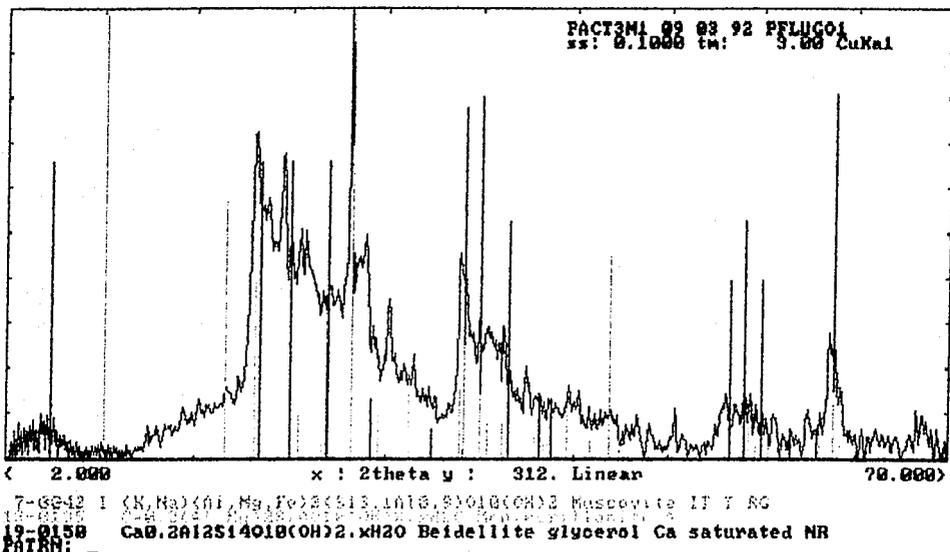


Figura 3.19. Muestra tratada con ácido clorhídrico y etilén-glicol comparada con los picoscacterísticos de la muscovita, montmorillonita y la beidellita.

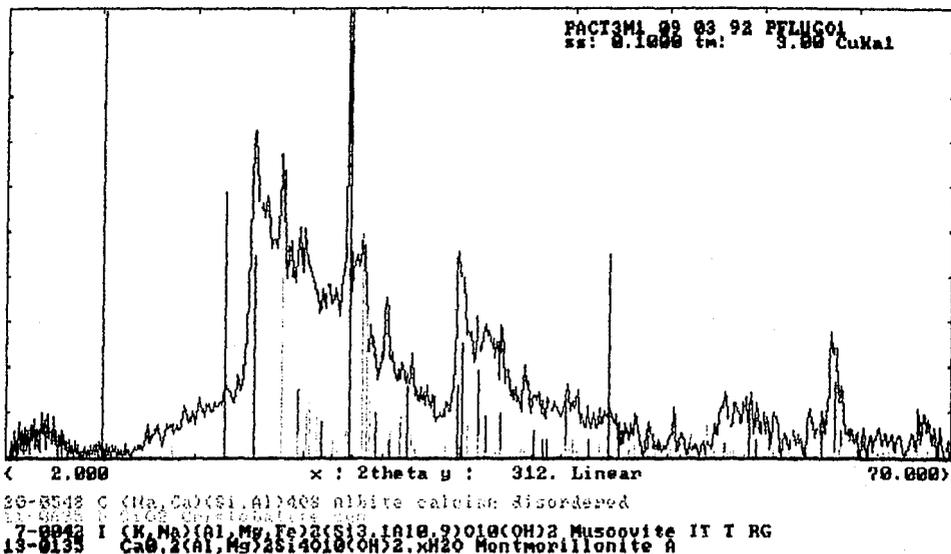
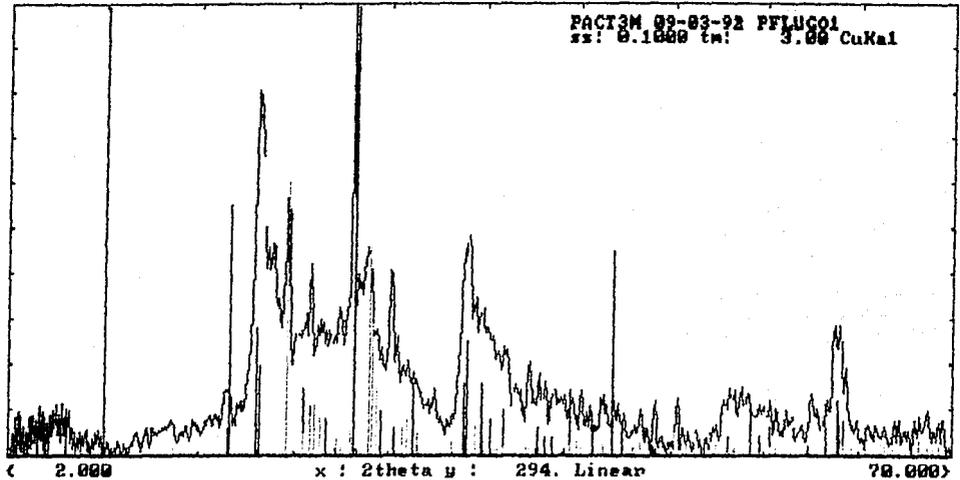


Figura 3.20. Muestra tratada con ácido clorhídrico y etilén-glicol donde se sobreponen los picos característicos de los materiales determinados en las Figuras 3.17 y 3.18.

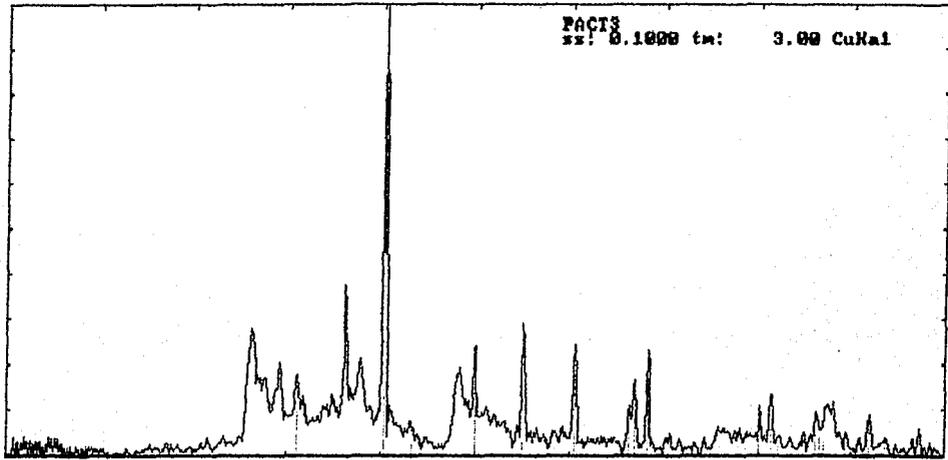
FACT3M 02-03-92 PFLUC01
SI: 0.1000 tm: 3.00 CuK α 1



< 2.000 x: 2theta y: 294. Linear 70.000 >
20-0548 C (Na,Ca)(Si,Al)468 Albite calcina: disordered
12-0645 P (Ca,Mg,Fe)2(Si3,Al3,Fe)2(OH)2
17-0942 I (K,Na)(Al,Mg,Fe)2(Si3,Al3,Fe)2(OH)2 Muscovite IT I RG
13-0135 Ca0.2(Al,Mg)2(Si,Al)4(OH)2.xH2O Montmorillonite A

Figura 3.21. Difractograma de la muestra tratado con ácido clorhídrico, en la que no se le ha agregado etilén-glicol, se puede apreciar el desfaseamiento de los picos utilizados como patrones en la determinación de los materiales que constituyen a la muestra al compararlo con el espectro tratado con etilén-glicol.

FACTS
xx: 0.1000 tm: 3.00 CuK α 1



< 2.000 x: 2theta y: 600. Linear 70.000 >

5-6586 = CaCO3 Calcite sun

Figura 3.22. Difractograma en el que la muestra no ha sido alterada en el se comparan los picos carecterísticos de la calcita.

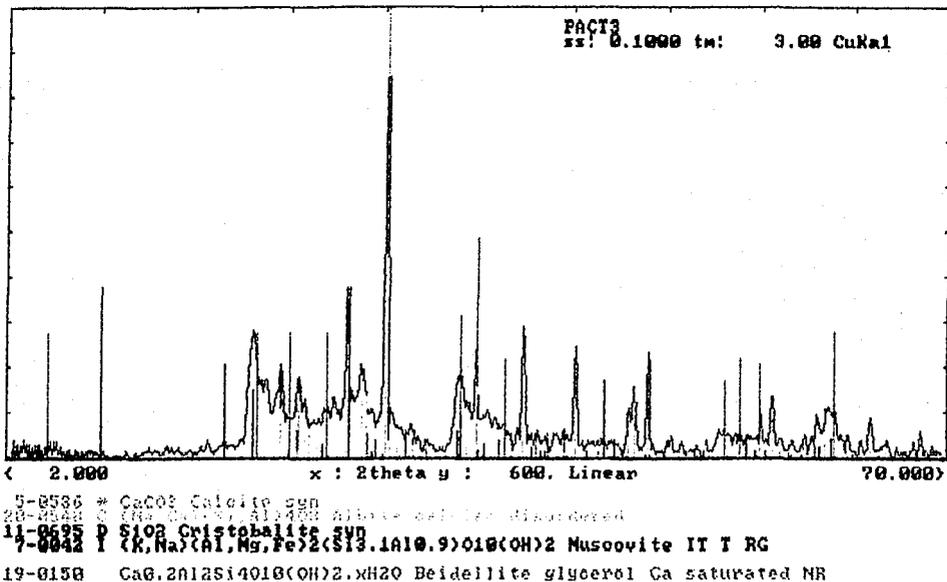


Figura 3.23. Difractograma de la muestra en el que ésta no ha sido tratada por ninguno, de los métodos mencionados anteriormente. En éste se sobreponen los materiales determinados en la Figura 3.19 más la calcita, obteniendose finalmente los materiales que constituyen a esta muestra.

III.4.4 Muestra procedente Guanajuato II.

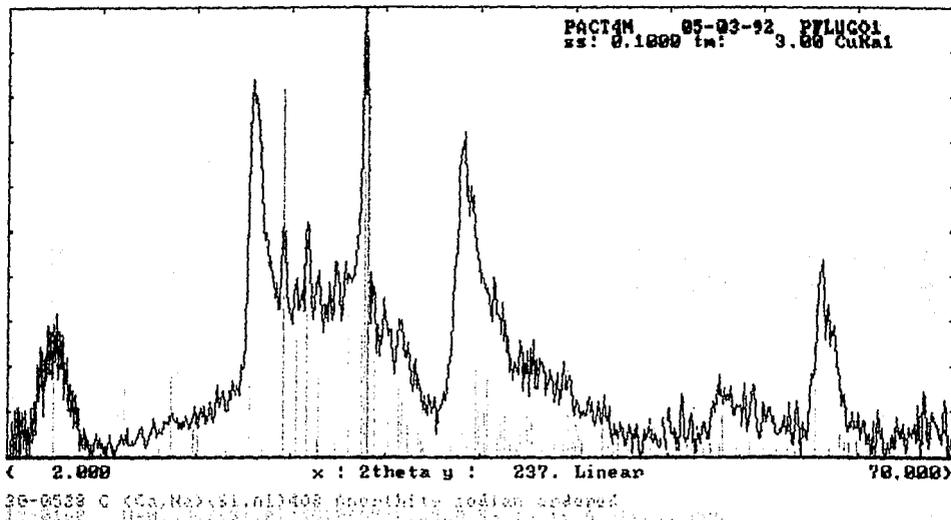


Figura 3.24. Difractograma de la muestra Guanajuato II tratada con ácido clorhídrico, comparándolo con los picos característicos de la anortita sódica ordenada y de la saponita.

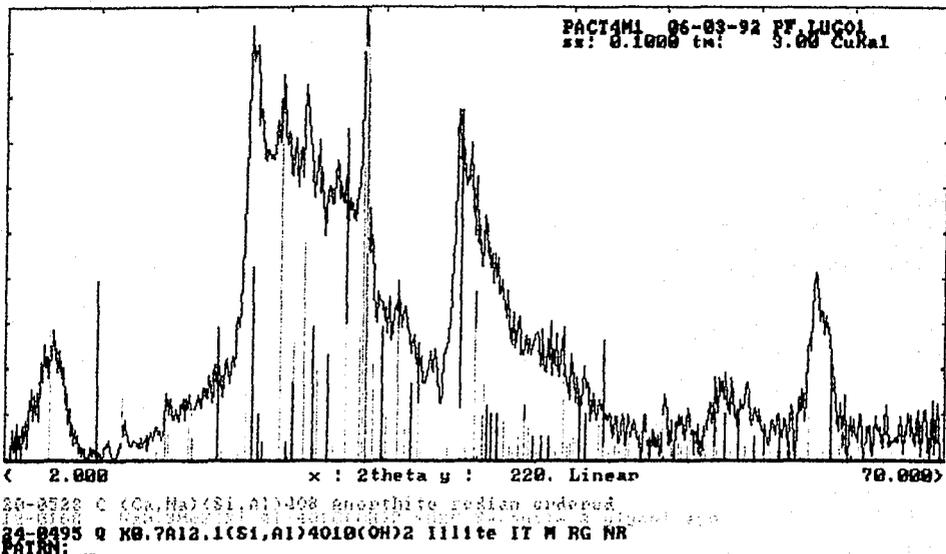
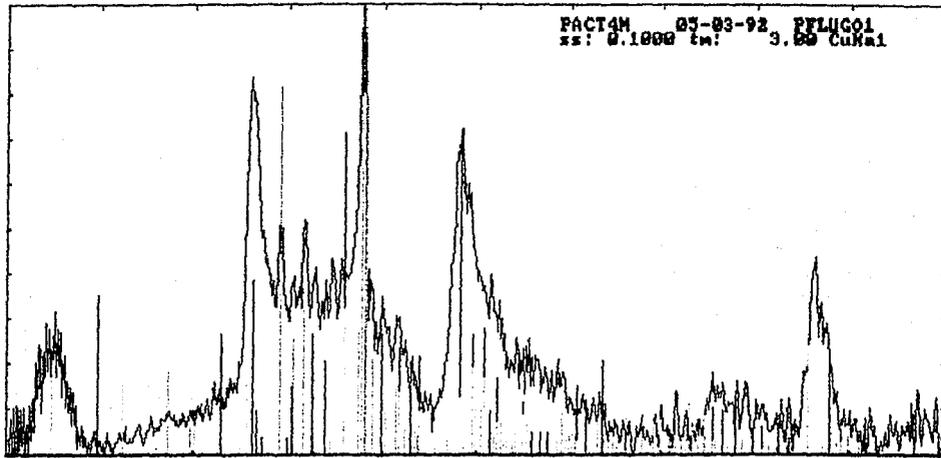


Figura 3.25. Difractograma de Guanajuato II, que es comparado además de los patrones mostrados en la Fig.3.22, con el de la illita.

FACTAN 07-03-92 FFLUC01
SI: 0.1000 2 θ : 3.00 CuK α 1



< 2.000 x: 2theta y: 237. Linear 70.000 >

20-0525 C (Ca,Ka)(Si,Al)9O8 amorphite sudan ordered

24-0495 Q K0.7Al2.1(Si,Al)4O10(OH)2 Illite IT M RG NR

PHASE: -

Figura 3.26. Difractograma donde la muestra fué tratada con ácido clorhídrico y etilén-glicol, comparado con los picos característicos de la Figura 3.24.

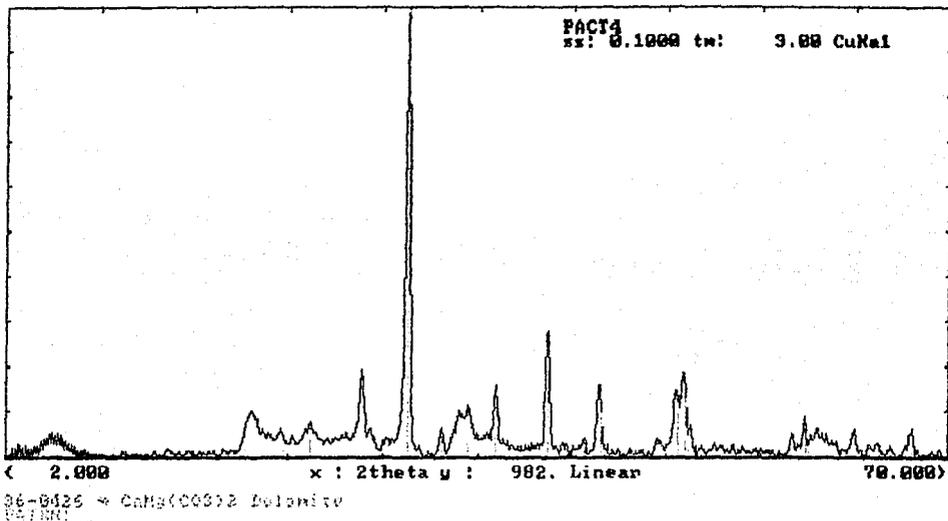


Figura 3.27. Difractograma de la muestra sin tratar, comparado con los picos característicos de la dolomita.

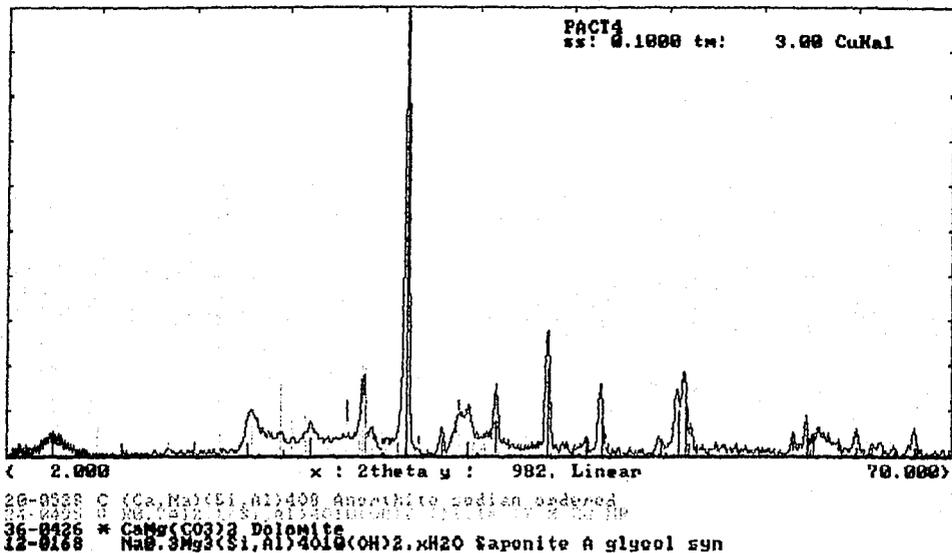


Figura 3.28 Difractograma de la muestra sin tratar en el que se incluyen los materiales observados en las Figuras 3.23 y 3.25.

Los resultados de todos los análisis mediante difracción de Rayos-X se resumen en las Tablas 3.10 y 3.11. En la primera tabla se postulan las muestras con su respectivo ataque químico (ácido clorhídrico y la utilización de etilén-glicol). Cabe hacer notar que el uso del HCl en la decarbonatación, en ocasiones es necesaria y útil en la identificación de los grupos minerales en el espectro, en tanto que al hacer uso del etilén-glicol en las muestras vamos a tener un contraste en la atenuación de los picos de las arcillas. En la segunda tabla se da la clasificación de las muestras con base en su contenido mineralógico obtenido por difracción de Rayos-X, dándose una clasificación de acuerdo con el grupo al cual pertenecen los minerales presentes en cada muestra. Se clasifican en smectitas, feldespatos, micas, zeolitas, silicatos, y carbonatos de Ca y Mg; en especial la smectitas están presentes en las muestras de Guerrero y Guanajuato I y II. Con respecto a las zeolitas se observan en los difractogramas correspondientes a Tlaxcala y Guerrero.

Tabla 3.10

Tratamiento aplicado (ácido clorhídrico y etilén-glicol)

Muestra	HCL	Etilén-Glicol
Tlaxcala	No	No
Guerrero	No	Sí
Guanajuato I	Sí	Sí
Guanajuato II	Sí	Sí

Tabla 3.11

Clasificación de las muestras en base a su contenido mineralógico.

GRUPO	MUESTRA TLAXCALA	MUESTRA GUERRERO	MUESTRA GUANAJUATO I	MUESTRA GUANAJUATO II
SMECTITAS		1.-MONTHO-RILONITA A	1.-MONTHO-RILONITA A 2.-BEIDELITA	1.-SAPONITA
FELDSPATOS	1.-ANORTITA SODICA ORDENADA 2.-SANIDINA DESORDENADA	1.-ANORTITA SODICA ORDENADA	1.-ALBITA CALCICA DESORDENADA	1.-ANORTITA SODICA
MICAS			1.-MUSCOVITA	1.-ILITA
ZEOLITAS	1.-CLINOPTILOLITA	1.-HEULANDITA		
SILICATOS	1.-CUARZO	1.-CRISTOBALITA 2.-CUARZO	1.-CRISTOBALITA	
CARBONATOS			1.-CALCITA	1.-DOLOMITA

CAPITULO IV

CARACTERIZACION POR EL METODO PIXE

IV.1 Fundamentos del método PIXE.

El método de emisión de Rayos-X inducidos por partículas (PIXE, Particle Induced X-Ray Emission) consiste fundamentalmente en la ionización de capas profundas de un átomo blanco, por una partícula pesada tal como un protón, una partícula α o una partícula más pesada, la cual sirve como proyectil, que excita el átomo blanco, produciendo pérdida de energía por medio de un fotón de Rayos-X⁽¹³⁾. Esto se muestra en forma esquemática en la figura (4.1).

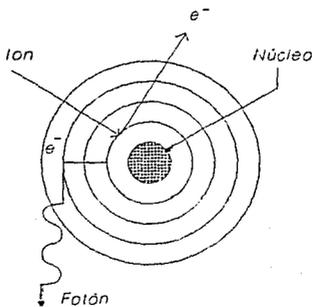


Fig.4.1 Principio Físico del método PIXE.

El método experimental consiste en hacer incidir sobre un blanco un haz de protones, partículas α o iones pesados en una cámara al vacío. La intensidad del haz se hace uniforme mediante una hoja difusora o dos pares de láminas deflectoras electrostáticas, lo cual provoca que el haz se extienda en dos

direcciones perpendiculares y es colimado. La muestra que se analice, se deposita sobre una película polimérica de un espesor bastante delgado⁽¹⁴⁾. El dispositivo experimental se muestra en la fig. 4.2.

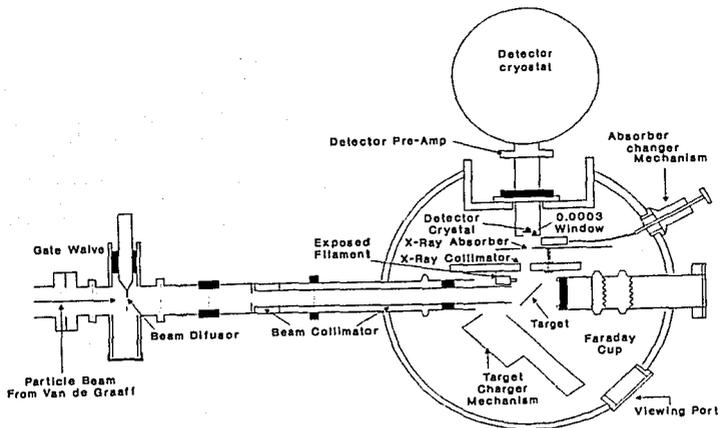


Fig.4.2 Dispositivo experimental del método PIXE.

Los electrones se encuentran distribuidos alrededor del núcleo del átomo constituyendo los niveles discretos de energía que se denotan por $n = 1, 2, 3, \dots$ (número cuántico principal) o como K, L, M... respectivamente. Además cada capa de electrones tiene 1 subniveles donde $l = 2n - 1$, (número cuántico orbital). para el caso en que los niveles de energía son denotados por letras, los subniveles se identifican con números enteros 1, 2, 3...; evidentemente la capa K no tiene subniveles de energía, la capa L tiene tres subniveles denotados como L_1, L_2, L_3 ; también existen los números cuánticos magnético m y de espín s .

De acuerdo a lo anteriormente expuesto, tendremos que el electrón expulsado puede corresponder a diferentes capas; el hueco

que éste deja puede ser ocupado por electrones de otras capas. Esto origina radiación característica de acuerdo a la diferencia de energía entre estos dos niveles (ver Fig. 4.1).

Por otra parte, tendremos que el electrón que ocupa la vacante puede provenir de un gran número de subcapas donde la única limitante serán las leyes de selección en transiciones atómicas. De esta manera tendremos un cierto número de líneas K, L, que se distinguirán de acuerdo con la intensidad relativa de cada una de estas líneas en su grupo, por lo que tendremos que la línea K más intensa será denotada como K_{α} y la posterior como K_{β} . A su vez estarán compuestas por un serie de transiciones que se denotan por un subíndice (1, 2, 3...), por lo que tendremos las líneas $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$; $L_{\beta 1}$, $L_{\beta 2}$... En la Figura 4.3 se muestran las líneas más importantes para el análisis PIXE. ⁽¹⁵⁾

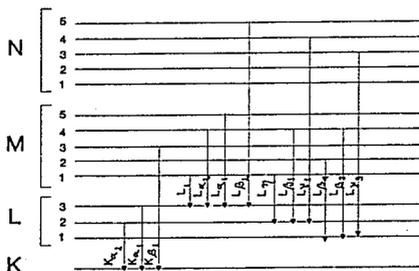


Fig.4.3 Niveles de energía y transiciones que originan los Rayos-X

Cuando la longitud de onda de los fotones expulsados es del orden de 10^{-8} a 10^{-12} m se les denominan rayos-X. normalmente se

originan en las transiciones relacionadas con las vacantes de las capas K y L; los Rayos-X emitidos son característicos de las transiciones de cada átomo, de esta manera podremos obtener información de los elementos químicos que constituyen el material que se va a caracterizar. ⁽¹⁶⁾

IV.2 Análisis cuantitativo de las muestras

Para el análisis cuantitativo de las muestras por la forma en que se prepararon podemos considerarlas como blancos delgados, en que la pérdida de energía del haz incidente en el blanco, así como la absorción propia de los Rayos-X emitidos son despreciables. Para calcular el número N_{xj} de los Rayos-X emitidos por elemento j que son detectados, se utiliza la siguiente expresión:

$$N_{xj} = I_0 n_j \Delta x \sigma_j(E_0) F(\mu_j) \epsilon_j \frac{d\Omega}{4\pi} \dots \dots \dots (4.1)$$

Donde :

- I_0 Corresponde a la intensidad del haz protones, expresada en el número de protones por segundo.
- n_j Es la densidad del elemento j en cm^{-3} .
- Δx Es el espesor del blanco en cm.
- $\sigma_j(E_0)$ Es la sección eficaz de la producción de rayos-X característicos para cada elemento j bombardeados con protones de energía E_0 , en cm^2 .
- $F(\mu_j)$ Es la atenuación de los rayos-X del elemento j a lo largo del camino del blanco al detector. $d\Omega$ Es el ángulo sólido sustentado por el detector.
- ϵ_j es la eficiencia completa del detector de rayos-x para el elemento j .

$\sigma_j(E_0)$ se encuentra en tablas, $F(\mu_j)$ y $\frac{d\Omega}{4\pi}$ son calculadas, ϵ_j es conocida por experimentos anteriores. N_{xj} e I_0 son mediciones tomadas.

De la expresión (4.1) se obtiene el número de átomos del

elemento j por cm^2 .⁽¹⁷⁾

IV.3 Desarrollo experimental

IV.3.1 Equipo utilizado

Los iones empleados en el bombardeo de las muestras se producen en una cápsula de vidrio en la que se agrega hidrógeno a presión con el fin de que los iones obtenidos sean protones, que posteriormente son ionizados a través de la señal de radiofrecuencia y son extraídos de la cápsula por medio de un campo magnético.

Es necesario que los iones producidos incidan sobre la muestra como un haz monoenergético, por lo que se utiliza el acelerador del tipo Van de Graaff de 0.7 MeV del IFUNAM. Esencialmente la función del acelerador consiste en cargar de manera positiva una terminal o campana conductora, la cual contiene a la fuente de iones; originando repulsión eléctrica de tal forma que los iones producidos son emitidos a través del tubo del acelerador.

El haz de iones es alineado por medio de colimadores, placas deflectoras y dipolos magnéticos antes de incidir en la muestra. Para lograr el menor frenamiento posible de los iones con otras partículas que se encuentren presentes en el tubo del acelerador, se trabaja con un vacío del orden de 10^{-6} torr cuando se espera obtener el mejor funcionamiento.

Finalmente, los rayos-X emitidos debido a los protones incidentes pasan a través de un detector de estado sólido de Silicio-Litio, que se encuentra separado del blanco por medio de una de hoja de un material que permita que los iones retrodispersados sean frenados. La información obtenida a través del detector es amplificadora y procesada por un analizador multicanal, el cual envía la señal a una computadora que estudia el espectro resultante. El arreglo experimental se muestra en la Fig. 4.2.

El siguiente esquema de la Fig. 4.4 muestra la geometría para

la producción de rayos-X por medio de inducción de partículas.

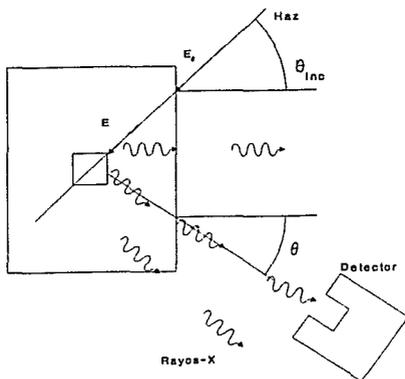


Fig.4 Esquematzación de la geometría de los protones incidentes y del fotón emitido.

IV.3.2 Preparación de las muestras

- 1.- Se hizo molienda de las muestras hasta obtener un polvo muy fino en las partículas (alrededor de $1\mu\text{m}$).
- 2.- Se preparó una mezcla de toluol y grasa Apiezon.
- 3.- Se introduce el mylar de $3.5\mu\text{m}$ en la mezcla anterior dejando que se impregne totalmente y se extrae, evaporándose el toluol, permaneciendo una capa delgada adhesiva de grasa.
- 4.- Sobre este mylar preparado se deposita la muestra en polvo.
- 5.- Posteriormente se introduce en el dispositivo experimental y se hace vacío hasta llegar a 10^{-6} torr.
- 6.- Cada muestra se irradió con un haz de protones de 750 KeV, con una corriente de 30 nA . Se obtiene una dosis total de

30 μ C.

7.-Se utiliza un detector Si(Li), con una resolución de 190 eV a 5.4 KeV, un amplificador ORTEC 572, y un ADC ORTEC acoplado a una computadora personal.

IV.4 Resultados experimentales

La información que se obtiene al caracterizar la muestra por el método PIXE es a partir del análisis de los espectros, los cuales representan las líneas de rayos-X características de cada elemento superpuestos en la radiación de fondo.

La información de elementos químicos de las cuatro muestras de arcillas se obtiene del análisis de los espectros que nos son proporcionadas por medio de la computadora.

Los espectros de las cuatro muestras se ven en las Fig.4.5, a la Fig.4.8, la muestra de Tlaxcala, la de Guerrero, la de Guanajuato I, y la de Guanajuato II, respectivamente.

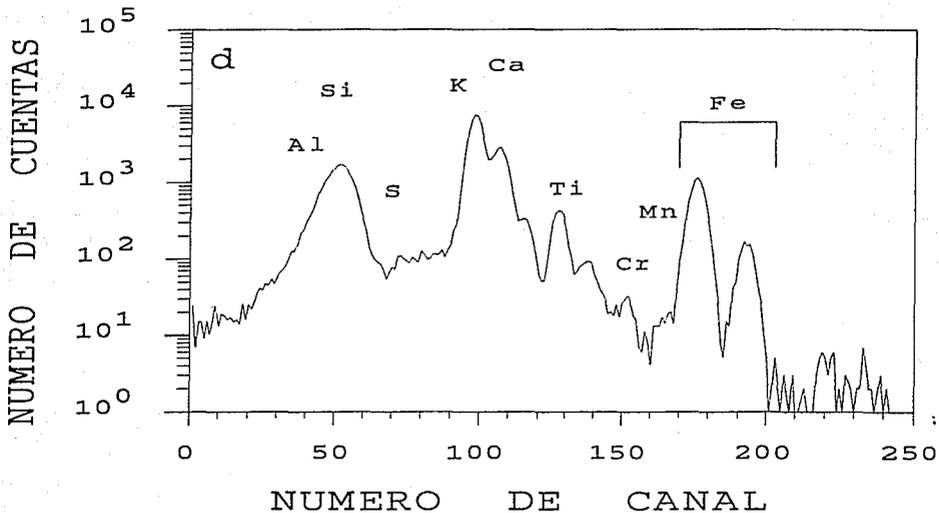


Fig.4.5 Espectro PIXE de la muestra de Tlaxcala.

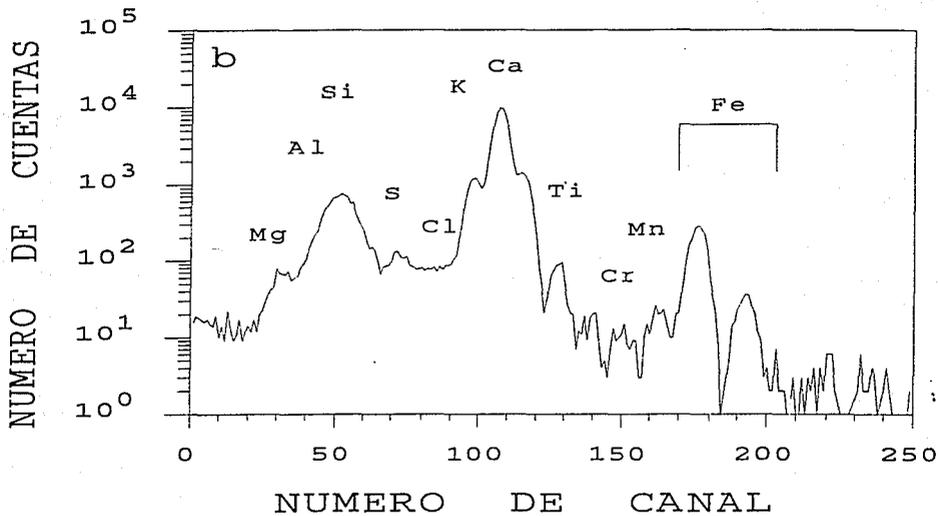


Fig.4.6 Espectro PIXE de la muestra de Guerrero.

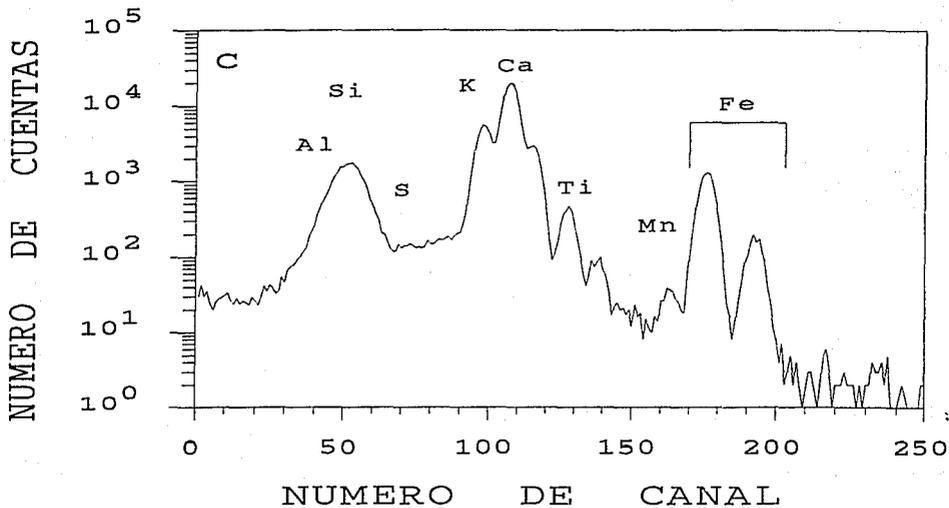


Fig.4.7 Espectro PIXE de la muestra de Guanajuato I.

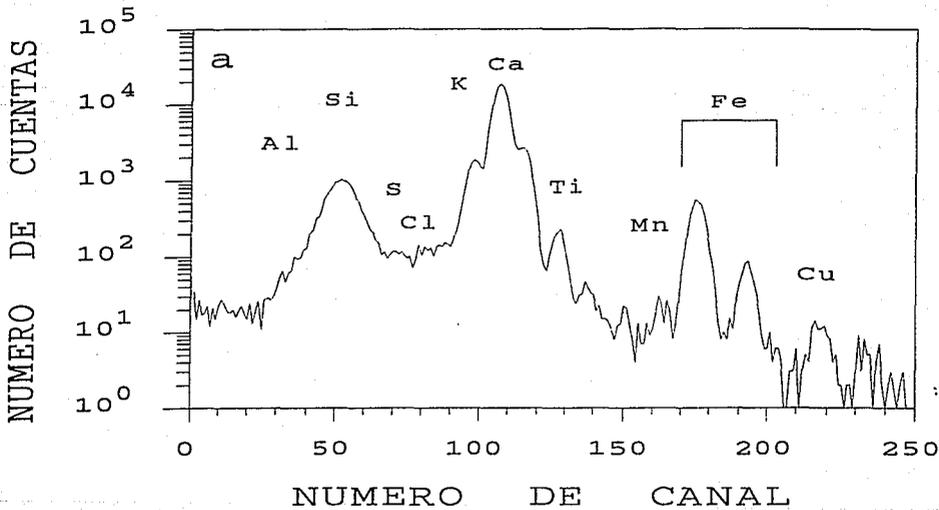


Fig.4.8 Espectro PIXE de la muestra Guanajuato II

En la siguiente tabla se muestran los resultados obtenidos a partir de los espectros.

TABLA 4.1
Análisis típico por medio de la computadora del espectro PIXE
de la muestra de Tlaxcala

PEAK DATA						
# Line	E (KeV) chan#	rel. int. fwhm (eV)	peak area backgr	st. dev	chi-sq tot. abs	
1 Na-K			911. ±	85.		
KA1	1.041	1.00000	911. ±	88.	2.3	
	41.16	224.7	423.		5.47E-06	
2 Mg-K			5576. ±	103.		
KA1	1.254	1.00000	5576. ±	105.	5.2	
	46.51	224.4	467.		6.97E-04	
3 Al-K			10570. ±	121.		
KA1	1.487	1.00000	10570. ±	123.	18.6	
	52.97	224.2	514.		1.05E-02	
4 Si-K			2112. ±	62.		
KA1	1.740	1.00000	2112. ±	66.	31.1	
	58.72	223.9	558.		5.18E-02	
5 S -K			231. ±	29.		
KA1	2.307	.92531	214. ±	37.	1.1	
	72.96	223.4	625.		2.15E-01	
KB1	2.464	.07469	17. ±	25.	1.4	
	76.91	223.2	637.		2.81E-01	
6 Cl-K			366. ±	32.		
KA1	2.622	.91144	334. ±	39.	1.8	
	80.88	223.0	645.		3.48E-01	
KB1	2.610	.08856	32. ±	26.	11.6	
	85.73	222.8	649.		4.18E-01	
7 K -K			42894. ±	224.		
KA1	3.313	.89196	43611. ±	211.	9.3	
	98.24	222.3	631.		6.06E-01	
KB1	3.590	.10804	5283. ±	35.	14.5	
	105.20	222.0	604.		6.35E-01	
8 Ca-K			13011. ±	140.		
KA1	3.691	.87839	11435. ±	125.	17.3	
	107.73	221.9	594.		6.58E-01	
KB1	4.013	.12111	1576. ±	29.	10.1	

Continuación de la tabla 4.1

9	Ti-K			2309. ±	70.	
	KA1	4.509	.87941	2030. ±	65.	19.9
		128.28	221.1	439.		7.93E-01
	KB1	4.932	.12059	278. ±	20.	4.2
		138.91	220.7	342.		8.37E-01
10	Cr-K			31. ±	17.	
	KA1	5.415	.87816	27. ±	21.	1.9
		151.04	220.2	202.		8.73E-01
	KB1	5.947	.12184	4. ±	10.	3.3
		164.41	219.6	100.		9.02E-01
11	Mn-K			8. ±	12.	
	KA1	5.895	.87915	7. ±	15.	3.3
		163.10	219.7	103.		9.00E-01
	KB1	6.491	.12085	0. ±	9.	7.2
		178.07	219.1	74.		9.24E-01
12	Fe-K			7742. ±	91.	
	KA1	6.399	.87941	6809. ±	80.	4.2
		175.76	219.1	80.		9.21E-01
	KB1	7.059	.12059	934. ±	13.	2.9
		192.34	218.5	49.		9.40E-01
13	Fe-L			740. ±	64.	
	L1N3	.941	.91282	676. ±	62.	6.3
		38.65	224.8	396.		1.14E-07
	L2M4	.869	.05344	39. ±	20.	9.9
		36.84	224.8	377.		2.29E-09
	L2M1	.762	.00000	3. ±	19.	11.3
		34.15	224.9	358.		4.02E-13
	L3M5	.852	.03474	26. ±	20.	9.9
		36.41	224.8	377.		7.56E-10
	L3M1	.743	.00000	1. ±	19.	12.5
		33.68	225.0	348.		8.33E-14
14	Ba-L			80. ±	68.	
	L1N3	4.927	.09425	8. ±	20.	4.2
		138.78	219.7	342.		8.36E-01
	L1M2	4.852	.06029	5. ±	19.	9.9
		136.90	220.8	362.		8.29E-01
	L1N3	5.804	.03901	3. ±	11.	4.7
		160.81	219.8	116.		8.95E-01
	L1O3	5.973	.06674	0. ±	10.	3.9
		165.06	219.6	98.		9.04E-01
	L1M5	5.209	.00252	0. ±	16.	3.3
		145.87	220.4	268.		8.59E-01
	L2M4	4.828	.24657	20. ±	25.	9.9
		136.50	220.8	362.		8.27E-01
	L2N4	5.531	.04536	4. ±	14.	3.5
		153.96	220.0	180.		8.81E-01
	L2M1	4.331	.00650	0. ±	22.	22.0
		123.81	221.3	483.		7.70E-01
	L2N1	5.371	.00170	0. ±	15.	2.6
		149.94	220.2	225.		8.71E-01

Continuación de la tabla 4.1

L3M5	4.466	.35838	29. ±	32.	18.5
	127.20	221.1	449.		7.88E-01
L3M4	4.451	.04048	3. ±	22.	15.6
	126.82	221.2	457.		7.86E-01
L3N5	5.157	.07988	6. ±	18.	2.8
	144.56	220.4	279.		8.55E-01
L3M1	3.954	.01391	1. ±	24.	7.9
	114.34	221.7	552.		7.11E-01
L3N1	4.954	.00371	0. ±	18.	2.8
	140.47	220.6	321.		8.42E-01
L301	5.208	.00074	5. ±	16.	3.3
	145.84	220.4	268.		8.59E-01
15 Pile_up			39. ±	22.	
	6.626	.49083	17. ±	13.	6.1
	181.46	218.9	69.		9.28E-01
	7.094	.22570	9. ±	9.	2.0
	190.96	218.5	53.		9.39E-01
	4.800	.20905	8. ±	20.	10.9
	135.59	220.8	372.		8.24E-01
	9.712	.13443	5. ±	4.	1.0
	258.99	215.7	6.		9.76E-01

IV.5 Análisis de los resultados

El método PIXE nos permite hacer un análisis de todos los elementos que se encuentren presentes en la muestra con un número atómico mayor que 12, analizándolos de una manera simultánea. Otra de las ventajas de este método es que en el caso del análisis de elementos individuales la sensibilidad es de ppm (partes por millón).

El análisis por el método PIXE presenta el inconveniente de que existen líneas de emisión de algunos átomos que presentan la misma energía que las líneas de otros átomos, por lo que los picos se superponen resultando complicado distinguir uno de otro. En el análisis de una muestra que contiene muchos elementos diferentes, la superposición aumenta, disminuyendo la información del espectro. Sin embargo se pueden distinguir sin dificultad de 10 a 15 elementos con buenos resultados.

En la Tabla 4.1 se muestra un análisis típico del espectro PIXE, de los elementos químicos que constituyen a la muestra de Tlaxcala, usando un programa de computadora, donde:

La primera columna se refiere a el elemento y a el nivel de energía al que corresponde.

La segunda columna nos indica y el número del canal del centro del pico.

La tercera columna nos indica la intensidad relativa de la línea de rayos-X y el ancho de cada pico.

La siguiente columna nos indica el área del pico y la radiación de fondo encontrada bajo el pico.

La quinta columna corresponde a la desviación estándar del ajuste.

La última columna es la χ^2 del ajuste del pico (bondad del ajuste) y la absorción de rayos-X en la muestra. La información que nos proporciona la Tabla 1, se interpreta de la siguiente manera:

Para los elementos como el Na, Mg, S, Cl, K, Ca, Ti, Fe, se observa que la desviación estandar asociada con las mediciones de

sus áreas bajo las curvas de los picos, que representan las energías características de estos elementos, es de un orden menor que dichas mediciones. Además la χ^2 nos indica que el ajuste es bueno, por lo que podemos afirmar con un buen grado de confiabilidad qué cantidad de los anteriores elementos forman parte de la muestra que se está analizando.

En el caso del Si y del Al, podemos observar que al igual que en el caso anterior la incertidumbre asociada con el pico es menor en un orden de magnitud, pero notamos que χ^2 es mayor para estos dos casos. La razón de que esto ocurra es que las energías de estos dos elementos son muy próximas y los picos de éstas se superponen, siendo uno de los problemas presentes en el método PIXE como se había mencionado anteriormente, por lo que la información de las áreas de estos picos no es muy confiable. Sin embargo, debido a la diferencia de orden magnitud del área con la desviación estandar de estos elementos se puede afirmar la presencia de éstos en la muestra. A pesar de esto, la información no es muy confiable.

Para el caso de los elementos como el Cr, Mn y Ba podemos notar que la desviación estandar asociada al área calculada es mayor que esta, lo que nos indica que dado el error que se tiene el elemento no se encuentra presente en la muestra. Tomemos como ejemplo el Cr donde el área del pico para la $K\alpha_1$ es de 27 y su desviación estandar es de 21, cuya χ^2 es de 1.9 lo que nos indica que es correcto el cálculo, aunque por la estadística resulta pobre, la incertidumbre relativa es demasiado grande.

En las figuras 4.5, 4.6, 4.7, y 4.8 se puede observar que el pico del hierro no se encuentra superpuesto con los demás elementos, por lo que es posible hacer un análisis semicuantitativo, tomando la razón de las áreas de cada elemento con respecto al hierro. Estos resultados se muestran en la Tabla 4.2.

TABLA 4.2
 RAZON DEL AREA DE LOS PICOS DE LOS ELEMENTOS
 CON RESPECTO AL FIERRO

LINEA Y ELEMENTO	M U E S T R A			
	TLAXCALA	GUERRERO	GUANAJUATO I	GUANAJUATO I I
Na-K	0.1337	0.0769	0.1058	0.0655
Mg-K	0.8189	1.2959	0.6201	0.7548
Al-K	1.5523	2.9559	1.3799	1.9515
Si-K	0.3101	1.0787	0.4810	0.8770
S -K	0.0314	0.3033	0.0401	0.0974
Cl-K	0.0490	0.1606	0.0550	0.1119
K -K	6.4049	4.3140	3.9806	3.1939
Ca-K	1.6793	34.8770	14.4617	32.4486
Ti-K	0.2481	0.1743	0.2712	0.2775
Mn-K	0.0010	0.0086	0.0180	0.0195
Fe-K	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000

CAPITULO V

CONCLUSIONES

En el presente trabajo se caracterizaron rocas del tipo toba y bentonita, a partir de cuatro métodos diferentes, proporcionándonos información de las características de las muestras analizadas. Al integrar los resultados, se ha obtenido más información del material rocoso estudiado. A continuación mencionamos los cuatro métodos utilizados así como los resultados obtenidos de cada uno de ellos.

Los estudios ópticos en luz transmitida, luz reflejada y luz reflejada fluorescente, proporcionan información de los estilos cristalográficos-cristaloquímicos, su hábito de estructura y textura sumada a otras propiedades ópticas para llegar a identificar los minerales que constituyen a las rocas en estudio; de las fracciones minerales se obtuvo el origen y clasificación de ellas.

En la microscopía electrónica de barrido se determinó la morfología y el tamaño de los minerales que contiene el material rocoso en estudio.

Por difracción de rayos-X se determinaron los grupos mineralógicos y las fases cristalinas de los diferentes componentes contenidos en la muestra, comparando las posiciones de las reflexiones de Bragg, así como sus intensidades con las tarjetas del banco de datos del JCPDS (Joint Committee of Powder Diffraction Data).

El método PIXE nos suministró información del contenido químico semicuantitativo de los elementos de cada una de las muestras.

Al conjuntar los resultados obtenidos por cada uno de los métodos se puede determinar el tipo de minerales al que

corresponde cada una de las muestras.

V.1 Muestra procedente de Tlaxcala

a).-Macroscópicamente

ESTRUCTURA	:	Compacta
TEXTURA	:	Afanítica
GRANULOMETRIA	:	Grano fino
COLOR	:	Verde paja
ORIGEN	:	Volcánico
ALTERACION	:	Hidrotermal

b).-Microscopía óptica

Se observaron la estructuras características del cuarzo, nodulos de fierro , maclados polisintéticos y carsbal en las plagioclasas y los feldespatos cálcico-potásicos respectivamente, así como presencia de arcillas debido a la alteración de los minerales félsicos.

c).-Microscopía electrónica de barrido

Se encontraron estructuras en forma de paralelepípedos de 25 X 16 X 4 μm incrustados en una matriz compuesta por formaciones esfericas de $(1.1)\mu\text{m} \pm 0.006$.

d).-Difracción de Rayos-X

Las fases cristalinas son las siguientes:

Anortita Sódica ordenada $(\text{Ca}, \text{Na})(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_8$

Sanidina desordenada KAlSi_3O_8

Clinoptilolita $\text{KNa}_2\text{Ca}_2(\text{Si}_{29}\text{Al}_7)\text{O}_{72} \cdot 32\text{H}_2\text{O}$

Cuarzo syn SiO_2

e).- PIXE

Por medio del método PIXE se realizó un análisis semicuantitativo encontrándose que la razón Ca-Fe y K-Fe en relación con los demás elementos es alta.

Entonces a partir de la información anterior podemos afirmar que la muestra corresponde a una toba cristalina⁽¹⁸⁾.

V.2 Muestra procedente de Guerrero

a).-Macroscópicamente

ESTRUCTURA	:	Compacta
TEXTURA	:	Afanítica
GRANULOMETRIA	:	Fina
COLOR	:	Gris claro
ORIGEN	:	Volcánico
ALTERACION	:	Hidrotermal

b).-Microscopía óptica

Se observaron en luz transmitida minerales félsicos cubiertos por óxidos de hierro, zircones y arcillas en forma compacta; en luz reflejada se presentaron en un color claro y en luz reflejada fluorescente en amarillo.

c).-Microscopía electrónica de barrido

Se encontraron estructuras en forma de hojuelas menores de $2\mu\text{m}$ y en forma de hojas cuya separación entre ellas es alrededor de $3.5\mu\text{m}$.

d).-Difracción de Rayos-X

las fases cristalinas son las siguientes :

Montmorillonita A $\text{NaO} \cdot 3(\text{AlMg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}\text{OH}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$.

Anortita Sódica Ordenada $(\text{Ca}, \text{Na})(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_8$.

Heulandita $\text{CaAl}_2\text{Si}_7\text{O}_{18} \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Cristobalita SiO_2

Cuarzo SiO_2 .

e).- PIXE

Por el método PIXE se encontró que la razón Ca-Fe y K-Fe son altas comparadas con el resto de los elementos contenidos por la muestra.

A partir de la información mencionada anteriormente se clasificó esta muestra como una Bentonita sódica .

V.3 Muestra procedente de Guanajuato I

a).-Macrocópicamente

ESTRUCTURA	:	Desdenable
TEXTURA	:	Afanítica
GRANULOMETRIA	:	muy fina
COLOR	:	Amarillo ocre
ORIGEN	:	Volcánico
ALTERACION	:	Hidrotermal

b).-Microscopía óptica

Debido a la consistencia de la muestra la forma de preparación fué distinta pudiendose observar sólo en luz reflejada y luz reflejada fluorescente, en las que notamos la presencia de minerales arcillosos.

c).-Microscopía electrónica de barrido

Para esta muestra se observó una superficie rugosa, formas en

las que el tamaño de partícula fluctuaba entre $14\mu\text{m}$ y $72\mu\text{m}$ con una porosidad bastante notable, estructuras lenticulares de aproximadamente $15.8\ \mu\text{m}$ de largo por $4\mu\text{m}$ de ancho y estructuras en forma de capas.

d).-Difracción de Rayos-X

Se determinaron las siguientes fases cristalinas:

Montmorillonita A $\text{CaO} \cdot 2(\text{Al}, \text{Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$

Beidelita $\text{CaO} \cdot 2\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$

Albita calcica desordenada $(\text{Na}, \text{Ca})(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_8$

Muscovita $(\text{K}, \text{Na})(\text{Al}, \text{Mg}, \text{Fe})_2(\text{Si}_{3.1}\text{Al}_{0.9})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$

Cristobalita SiO_2

Calcita CaCO_3

e).-PIXE

Por el método PIXE Ca-Fe, K-Fe son bastante altas respecto al resto de los elementos que constituyen a la muestra.

Por la información anterior se concluye que la muestra en su conjunto se clasificó como una Bentonita cálcica.

V.4 Muestra procedente de Guanajuato II

a).-Macroscópicamente

ESTRUCTURA	:	Compacta
TEXTURA	:	Afanítica
GRANULOMETRIA	:	Muy fina
COLOR	:	Crema
ORIGEN	:	Volcánica
ALTERACION	:	Hidrotermal

b).-Microscopía óptica

Se observaron en luz transmitida, en reflejada y reflejada fluorescente, minerales de cuarzo asociados con minerales arcillosos y óxidos de hierro y lodos microcristalinos que sirven como cementantes en la roca.

c).-Microscopía electrónica de barrido

Se encontraron estructuras cristalinas subhedrales intercaladas con cuerpos esféricos de aproximadamente de $0.2\mu\text{m}$ y estructuras en forma de hojuelas todas menores de $2\mu\text{m}$, siendo bastante notable la heterogeneidad de la muestra.

d).-Difracción de Rayos-X

Por difracción de rayos-X se determinaron las siguientes fases cristalinas.

Saponita $\text{Na}_0.3\text{Mg}_3(\text{Si},\text{Al})_4\text{10}(\text{OH})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$

Anortita sódica $(\text{Ca},\text{Na})(\text{Si},\text{Al})_4\text{O}_8$

Ilita $\text{K}_0.7\text{Alk}_{2.1}(\text{Si},\text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$

Dolomita $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$

e) PIXE

Por el método PIXE al igual que en las muestras anteriores se encontró que la razón Ca-Fe y K-Fe son altas comparada con el resto de los elementos que constituyen a la muestra.

Por lo que a partir de la información anterior se clasificó a la muestra como una Bentonita Cálcica.

De los métodos utilizados en el presente trabajo, podemos concluir:

1.- La microscopía óptica en el estudio de materiales de los suelos es necesaria, para determinar los grupos mineralógicos al cual pertenecen (félsicos o máficos) a partir de las propiedades ópticas que presentan, tales como el color característico y la textura en cada uno de los materiales, dependiendo de la técnica

empleada.

2.- En la microscopía electrónica de barrido se determinó la forma y el tamaño de partícula de las estructuras que constituyen la muestra en su conjunto. Notamos que, si se requiere con mayor detalle información específica de los rasgos de alguna de las estructuras, entonces lo que procederá es la separación del resto de los componentes de la muestra.

El método de rayos-X es relevante en el presente trabajo, debido a que éste proporciona de manera precisa la caracterización de grupos mineralógicos y de las fases cristalinas que constituyen a la muestra, cabe mencionar que esta parte es de gran ayuda para la identificación de los minerales arcillosos, cuyos picos característicos principales se localizan a bajo ángulo, en nuestro caso entre los 3° y 15° para 2θ , en promedio. El empleo del HCl en las muestras que contienen carbonatos permite analizar con mayor detalle el resto de los materiales contenidos en la muestra, y el del etilén-glicol en aquellas en las que se presentan minerales arcillosos del tipo montmorilonita, debido al desplazamiento que muestran los picos del difractograma.

A través de la caracterización de las muestras, utilizando el método PIXE, se tiene la ventaja de que se puede obtener un análisis simultáneo de los elementos químicos con número atómico mayor de 12. La preparación de las muestras por la técnica de blancos delgados presenta ventajas, por ejemplo el frenamiento de los iones con los núcleos es menor, obteniéndose resultados bastante satisfactorios, sin embargo un análisis cuantitativo no fue posible realizarlo en esta etapa debido, a que la eficiencia del detector utilizado no es conocida, ya que se requieren patrones de blancos delgados que por el momento no se encuentran a disposición en el IFUNAM.

De lo anterior se puede decir que el método PIXE sólo nos proporciona información adicional, que nos ayuda a clasificar las muestras con respecto a la razón de hierro en relación con el

resto de los elementos químicos contenidos en ellas, por medio de las áreas de los picos en el espectro permitiéndonos diferenciarlas . El análisis cuantitativo se realizará en un trabajo posterior.

Finalmente debemos mencionar que se realizaron algunos experimentos con microscopía electrónica de transmisión pero, debido a su carácter preliminar, la dificultad de su interpretación y los datos poco concluyentes obtenidos se ha optado por no incluirlos, aunque este método representa una alternativa interesante y complementaria a los resultados presentados a lo largo de este trabajo.

La caracterización de las muestras realizada en el presente trabajo permitirá que en un trabajo posterior sean modificadas con el fin de mejorar sus propiedades físicas, dependiendo de la utilización deseada. Las muestras pueden ser modificadas por medio de tratamientos térmicos, reacciones químicas, mezclas físicas, por intercambio iónico, etc.

las aplicaciones posibles de los materiales modificados pueden ser por ejemplo: soportes para materiales estructurales, cargas para materiales "composites" y materiales con propiedades diseñadas ad-doc.

GLOSARIO

1.- Maclado: El maclado consiste en ciertos complejos cristalinos formados en el crecimiento simultáneo y entrecruzado de dos o más cristales, de acuerdo a leyes fijas y determinadas (ver Foto 1.2 y 1.3)

2.- Euhedral : Se define a todo aquel mineral que presenta más del 95% de sus lados bien definidos.

3.- Subhedral: Son todos aquellos minerales que presentan más del 50% de sus aristas.

4.- Anhedral son aquellos minerales que han perdido más del 90% de sus lados (minerales sin forma).

5.-Plecroismo: propiedad física que presentan los minerales al cambiar de tonalidad o color a medida que se cambia su posición cristalográfica con respecto al eje c perpendicular al plano de luz polarizada.

6.- Dicroico: Son todos aquellos minerales que al girar su posición cristalográfica cambian en dos colores con respecto a su eje c.

7.- Tricroico: Son todos aquellos minerales que al girar su posición cristalográfica cambian en tres colores.

8.-Félsico o Leucocrático: Significa que la cantidad de componentes de color claro supera a la de colores oscuros, característica que se presenta en todos aquellos minerales incoloros o traslúcidos que dejan pasar la luz al observados en luz transmitida.

9.-Máfico o Melanocráticos: Son todos aquellos minerales donde el color oscuro predomina sobre los claros, es decir, son todos aquellos que absorben la luz dejando pasar dos o tres longitudes de onda.

10.- Afanítica: Son los granos que no pueden ser observados a simple vista.

11.- Arcilla.- "La arcilla es una tierra natural no consolidada o poco endurecida, que contiene un exceso de partículas de tamaño arcilla ($1/256$ mm de diámetro, o menos). En la práctica, sin embargo, se aplica a los minerales que contienen el 10% de dichos minerales".⁽³⁾

12.- Minerales arcillosos: Los minerales arcillosos son compuestos formados por aluminosilicatos hidratados, resultantes de la hidrolización de los feldespatos, están constituidos principalmente por dos bloques; la primera de estas estructuras es la tetraédrica, la que está formada por cuatro átomos de oxígeno que equidistan de un átomo de silicio y por una unidad octaédrica que está compuesta por seis hidróxilos rodeando un átomo que puede ser aluminio o magnesio, ambas estructuras pueden combinarse para formar láminas. Una parte del agua está adsorbida, ligada a la red cristalina; la otra parte, bajo forma de hidroxilos OH, entra en la constitución de esta misma red. El edificio cristalino se presenta en hojuelas, cuyas pequeñísimas dimensiones vuelven complicado el estudio microscópico.

13.-"Bentonitas.- Son las principales representantes de las arcillas en las que predominan los minerales arcillosos formados por la devitrificación y alteración química de un material ígneo vítreo, que generalmente es una toba o ceniza volcánica; con frecuencia contiene proporciones variables de granos cristalinos accesorios que originalmente eran fenocristales en el vidrio volcánico. Existen además otros minerales tales como feldespatos (ortoclasa y oligoclasa), biotita, cuarzo, piroxeno, zirconio,

etc. todos de origen volcánico. El mineral arcilloso característico tiene un hábito micáceo y clivaje fácil, alta birrefringencia y una textura propia de las cenizas volcánicas; suele ser un mineral de montmorillonita y con menor frecuencia de la beidelita."

REFERENCIAS

- 1.- Folk, L. Robert.
Petrología de las Rocas Sedimentarias.
(Traducida del inglés por Carmén Schlaeffer y
Rebeca de Schmitter).
México, D.F., 1969.
- 2.- Kerr, F. Paul.
Optical mineralogy.
Mc Graw-Hill Book Company.
New York. U.S.A., 1959.
- 3.- Heinrich, E. WM.
Microscopía Petrográfica
Ediciones Omega, S.A.
Barcelona España, 1972.
- 4.- El-Hinnawi, EE.
Methods In Chemical and Mineral Microscopy.
Elsevier Publishing Company.
New York, U.S.A., 1969.
- 5.- Bowen, D and Hall, C.
Microscopy of Materiales
The Macmillan Press LTD, 1975.
- 6.- Barrio, P. R.A.
Formación de Imagenes en el Microscopio Electrónico.
Cuadernos del I.I.M., UNAM, 1982.
- 7.- Reimer, L.
Scanning Electron Microscopy.
Alemania, 1985.

- 8.- Newmán, A.C.D.
Chemistry of Clays and Clays Minerals.
A Wiley-Interscience Publication.
New York, U.S.A., 1987.
- 9.- Moore, M. Dune and Reynolds, C. R.
X-Ray Difraccction and the Identification and Analysis
of Clay Minerals.
Oxford University Press, 1989.
- 10.- Beatriz Marcela Millán Malo, Tesis Profesional,
UNAM, 1991.
- 11.- Cullity, B.D.
Elements of X-Ray Difraccction.
Addison-Wesley Publishing Company, Inc.
U.S.A., 1967.
- 12.- Brindley, W.G. and Brown, G.
Cristal Structures of Clay Minerals and
Their X-Ray Identification.
Mineralogical Society, 1980.
- 13.- Javier Miranda Martín del Campo, Tesis Doctoral,
UNAM, 1984.
- 14.- S.A.E. Johansson and T.B Johansson,
Nucl. Inst. and Meth. 137 (1976), pag. 473.
- 15.- Luis Rodríguez Fernández, Tesis Profesional,
UNAM, 1984.

16.- Heitz, Ch.

Analisis By Particle-Induced X-Ray emission (PIXE).
Centre de Recherches Nucléaires,
Strasbourg (monografía).

17.- T.B. Johansson, R. Akselsson and S.A.E. Johansson.

X-Ray Analysis: Elemental Trace Analysis at the 10^{-12} g
Level.

Nucl. Inst. and Meth. 84 (1970), pag. 141.

18.- Grim, R. E.

Clay Mineralogy.

Mc Graw Hill Book Company.

New York, 1953.