

Análisis de bentonitas de Ignacio Escudero, por expansión, rayos X y microscopía electrónica

Analysis of Ignacio Escudero's bentonites, by expansion, X-rays and electron microscopy

Roberto Martín Zamora Nevado¹, Enrique Guadalupe Gómez²

Recibido: 4/08/2021 – Aprobado: 10/03/2022 – Publicado: 30/06/2022

RESUMEN

La bentonita analizada proviene del paraje Cerro Mocho, distrito de Ignacio Escudero, provincia de Sullana, cuyas coordenadas UTM son 9468762 (N) y 508203 (E), zona 17; correspondientes al cuadrángulo 10b de la carta geológica nacional. Los suelos expansivos constituyen un problema recurrente desde el punto de vista geotécnico para las estructuras que se construyen sobre ellos; por su composición rica en montmorillonita $\{Ca_{0.2}(Al,Mg)_2Si_4O_{10}(OH)_2 \cdot xH_2O\}$, que pertenece al grupo de las esmectitas; las bentonitas al entrar en contacto con el agua reaccionan incrementando su volumen, siendo representativas de las arcillas más expansivas; su uso como material experimental para la simulación de este tipo de suelos complejos es ideal; por ello es importante un análisis que involucre el conocimiento de sus propiedades físicas, químicas y su composición mineralógica que influye en este comportamiento expansivo. Los procedimientos realizados consistieron en someter a la bentonita a ensayos de expansión libre cuyo resultado determinó un 47.5% de hinchamiento; y con apoyo del INGEMMET se realizó el análisis de difracción de rayos x (DRX) que evidenció una composición mineralógica de montmorillonita en un 37.78%; y un análisis de microscopía electrónica de barrido (MEB) cuyos resultados mostraron agregados de microcristales de montmorillonita, con morfologías laminares arrugadas y hojosas, micro fábricas glomerulares y escamas apiladas, con tamaños que varían desde 2 a 10 μm en promedio. Por sectores la muestra presenta en menor proporción microcristales de cuarzo, halita, carbonatos, plagioclasas y minerales ferromagnesianos.

Palabras claves: Bentonita; difracción de rayos x; microscopía electrónica de barrido; montmorillonita; suelos expansivos.

ABSTRACT

The bentonite analyzed comes from Cerro Mocho, district of Ignacio Escudero, province of Sullana, whose UTM coordinates are 9468762 (N) and 508203.00 (E), zone 17; corresponding to quadrangle 10b of the national geological map. The expansive soils constitute a recurrent problem from the geotechnical point of view for the structures that are built on them; due to their composition rich in montmorillonite $\{Ca_{0.2}(Al,Mg)_2Si_4O_{10}(OH)_2 \cdot xH_2O\}$, which belongs to the smectite group; bentonites, when in contact with water, react increasing their volume, being representative of the most expansive clays; their use as experimental material for the simulation of this type of complex soils is ideal; it is therefore important an analysis that involves the knowledge of their physical and chemical properties and their mineralogical composition that influences this expansive behavior. The procedures carried out consisted of subjecting the bentonite to free expansion tests whose result determined a 47.5% swelling; and with the support of INGEMMET, an x-ray diffraction analysis (DRX) was carried out, which evidenced a mineralogical composition of montmorillonite in 37.78%; and a scanning electron microscopy (SEM) analysis whose results showed aggregates of montmorillonite microcrystals with lamellar, wrinkled and leafy morphologies, glomerular microfabrics and stacked flakes, with sizes ranging from 2 to 10 μm on average. By sectors the sample presents in smaller proportion microcrystals of quartz, halite, carbonates, plagioclase, and ferromagnesian minerals.

Keywords: Bentonite; x-ray diffraction; scanning electron microscopy; montmorillonite; expansive soils.

1 Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Ingeniería Geológica, Minera, Metalúrgica y Geográfica, Unidad de Posgrado. Lima, Perú.
Egresado de la Maestría en Geología con Mención en Geotecnia.

E-mail: roberto.zamora1@unmsm.edu.pe - ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9741-0708>

2 Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Ingeniería Geológica, Minera, Metalúrgica y Geográfica. Lima, Perú.
Egresado de la Maestría en Gestión Integrada en Seguridad, Salud ocupacional y medio Ambiente.

E-mail: eguadalupeg@unmsm.edu.pe - ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9583-8807>

color beige claro a blanquecinas son importantes como materia prima y conforman varios niveles. Se explotan bancos mayormente horizontales de 0.5 a 3.5 m; por el método a tajo abierto y parcialmente en galerías cortas a nivel subterráneo por cámaras y pilares, en la medida que la estabilidad del terreno lo permita.

Leyenda: **Pe-chi**= Formación Chira; **Nm-mi**=Formación Miramar; **Qh-al**=Depósito aluvial; **Qp-al**=Depósito aluvial; **RCL-rs**= Colina y lomada en roca sedimentaria; **P-at**=Vertiente o piedemonte aluvio-torrencial; **T-al**=Terraza aluvial; **Pl-i**=Llanura o planicie inundable; **Mo-i**=Monte isla.

Los minerales de arcilla constituyen aproximadamente el 40% de los minerales que componen las rocas sedimentarias, adicionalmente poseen un valor económico pues se usan como impermeabilizantes en el piso y taludes de represas, arenas de moldeo, como lodos de perforación para cementar fisuras y grietas de rocas, sellar depósitos de residuos tanto tóxicos y peligrosos, así como radiactivos de baja y media actividad.

II. MÉTODOS

Se diseñó el estudio en varias fases (Figura 2).

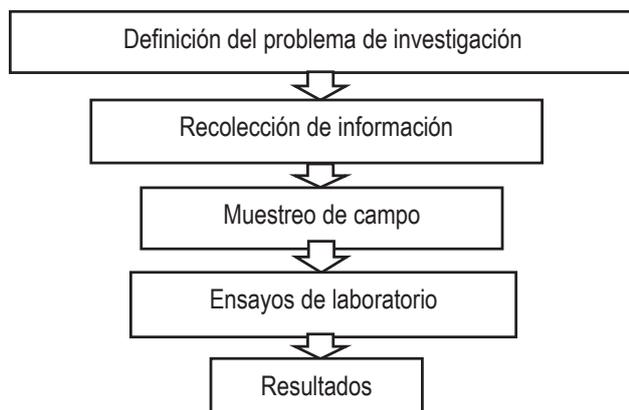


Figura 2. Fases del diseño de estudio.

Las muestras de bentonita se obtuvieron de la zona de Cerro Mocho, distrito de Ignacio Escudero (Sullana-Piura); éstas poseen un contenido representativo de montmorillonita, fueron extraídas de zonas vírgenes y de minas en actividad. Las muestras se recolectaron a profundidades promedio de 150 cm de la superficie para minimizar el efecto de la intemperie y la contaminación. La bentonita se sometió a un proceso de molienda y se tamizó con malla 200; posteriormente los finos se sometieron a un proceso de secado en horno a una temperatura de 110°C. La bentonita en polvo se almacenó para su uso en un desecador.

2.1 Ensayo de Expansión Libre

Se realizó en función al procedimiento normado por el estándar (ASTM D4546 -1996), la muestra se compactó a humedad óptima de 27.86% y se ensambló en el anillo del

edómetro, junto con las piedras porosas y papel de filtro; se aplicó una presión de asiento de 0.8 kPa (20 lbf/ft²); después de 5 minutos de la aplicación de la presión de asiento se ajustó el dispositivo de deformación del extensómetro para la lectura inicial en cero. Luego de registrar la lectura de la deformación inicial en la presión de asiento, se inunó la muestra y se registraron las deformaciones después de varios tiempos transcurridos. Para obtener el porcentaje de variación volumétrica de la gráfica se dividieron las deformaciones (mm) entre la altura inicial de la muestra (mm), multiplicadas por 100.

2.2 Análisis de Difracción de Rayos X (DRX)

La composición mineralógica de la bentonita en polvo se determinó usando difracción de rayos X (DRX) con un difractómetro marca SHIMADZU modelo XRD-7000, con un voltaje de 40 Kv y una corriente de 30 Ma, con un ánodo de Cu, rango de barrido 3°-70°. El procedimiento consistió en colocar las muestras pulverizadas a malla -400 en su respectivo portamuestras, luego introducir las en el equipo e irradiarlas según las condiciones de medidas mencionadas, por un período aproximado de 35 min. Para la identificación se utilizó la base de datos PDF4+ versión 2020 y se aplicó el método RIR (Reference Intensity Ratio); en la cuantificación se utilizó el software Sleve+ de la ICDD (International Center of Diffraction Data). El análisis de muestras por difracción de rayos X utiliza polvo de silicio de código 640e, patrón de referencia certificado por National Institute of Standards & Technology (NIST), el cual nos permite verificar la posición y forma de los picos de difracción, adicionalmente verificar si los goniómetros están calibrados y si los parámetros en el arreglo experimental son óptimos.

2.3 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Las muestras de bentonita fueron recubiertas con una capa de carbón (grafito), en modo de trabajo de alto vacío (HV: High Vacuum), utilizando un detector de electrones secundarios (SE: Secondary Electron) que permite la visualización a detalle de la superficie en el modo HV. Importante para determinar el área superficial y sus características microestructurales, proporcionándonos imágenes ampliadas del tamaño de grano, poro y su distribución en sólidos utilizados como catalizadores, adsorbentes industriales, pigmentos cerámicos y materiales de construcción; adicionalmente la forma, composición, cristalografía y otras propiedades físicas empleadas en la investigación de estabilización de suelos.

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Microelementos

Las bentonitas evaluadas presentaron en su composición microelementos como Boro, Hierro, Manganese, Cobre y Zinc, extraídos por métodos DTPA; se determinó la presencia significativa de hierro en 16.6 mg/kg y un pH de 8.12 como se observa en la Tabla 1.

3.2 Ensayo de Expansión Libre

Se realizó el presente ensayo para determinar la capacidad de hinchamiento de la bentonita en función al tiempo en 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 8.0, 15.0 y 30.0 minutos y 1,

2, 4, 8, 24, 48 y 72 horas; de la gráfica observada (Figura 3) se verifica que una vez inundada la muestra con agua se produce un incremento significativo de volumen de la misma durante las primeras 8 horas alcanzando un incremento de hasta 42.65%, a partir de ahí se produce un punto de inflexión con tendencia a la estabilización del hinchamiento de la muestra, a las 48 horas se registra un 46.95% y a las 72 horas un porcentaje de hinchamiento máximo de las bentonitas estudiadas en 47.5%, siendo este último el tiempo límite de exposición normado por el estándar (ASTM D4546-1996), por lo cual los incrementos posteriores ya casi imperceptibles no se consideran; y su clasificación de acuerdo a la Tabla 2, basada en las experiencias de Holtz & Gibbs (1956) y de Seed et al. (1962) donde se le confiere como resultado un potencial de hinchamiento muy alto.

3.3 Análisis de Difracción de Rayos X

Se analizó un difractograma de rayos X (DRX) de bentonita en polvo para caracterizar minerales y elementos presentes; encontrándose presencia de: 1. Carbonato de Calcio, 2 y 3. Óxido de Silice, 4. Silicato de Calcio, Magnesio y Aluminio, 5. Silicato de Aluminio y Potasio hidratado (Figura 4). Así mismo su composición mineralógica se resume en la Tabla 3, donde se observa un porcentaje de 37.78 % de Montmorillonita.

3.4 Análisis de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Se realizaron varias micrografías para identificar los minerales presentes en la muestra de bentonita, determinando forma, microfábrica y tamaño de los

Tabla 1. Microelementos y pH encontrados en la Bentonita usada

Parámetro	Resultado	Unidades
Boro	<0.50	mg/kg
Hierro (DTPA)	16.6	mg/kg
Manganeso (DTPA)	8.6	mg/kg
Cobre (DTPA)	2.34	mg/kg
Zinc (DTPA)	1.87	mg/kg
pH (Extracto 1/1)	8.12	Unidades de pH

Fuente: (AGQLabs, 2021)

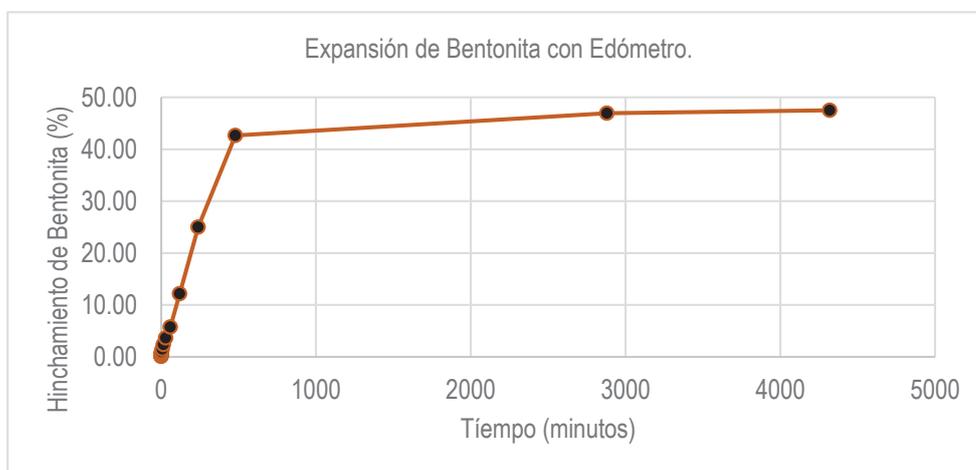


Figura 3. Gráfico de Hinchamiento vs tiempo de la Bentonita usada.

Fuente: Elaboración propia

Tabla 2. Clasificación de suelos expansivos basados en el ensayo edométrico

Potencial de hinchamiento.	% de expansión con edómetro. (Holtz & Gibbs, 1956)	% de expansión con edómetro (Seed et al., 1962)
Bajo	<10	0 - 1.5
Medio	10 - 20	1.5 - 5
Alto	20 - 30	5 - 25
Muy Alto	>30	>25

Fuente: Asuri & Keshavamurthy (2016)

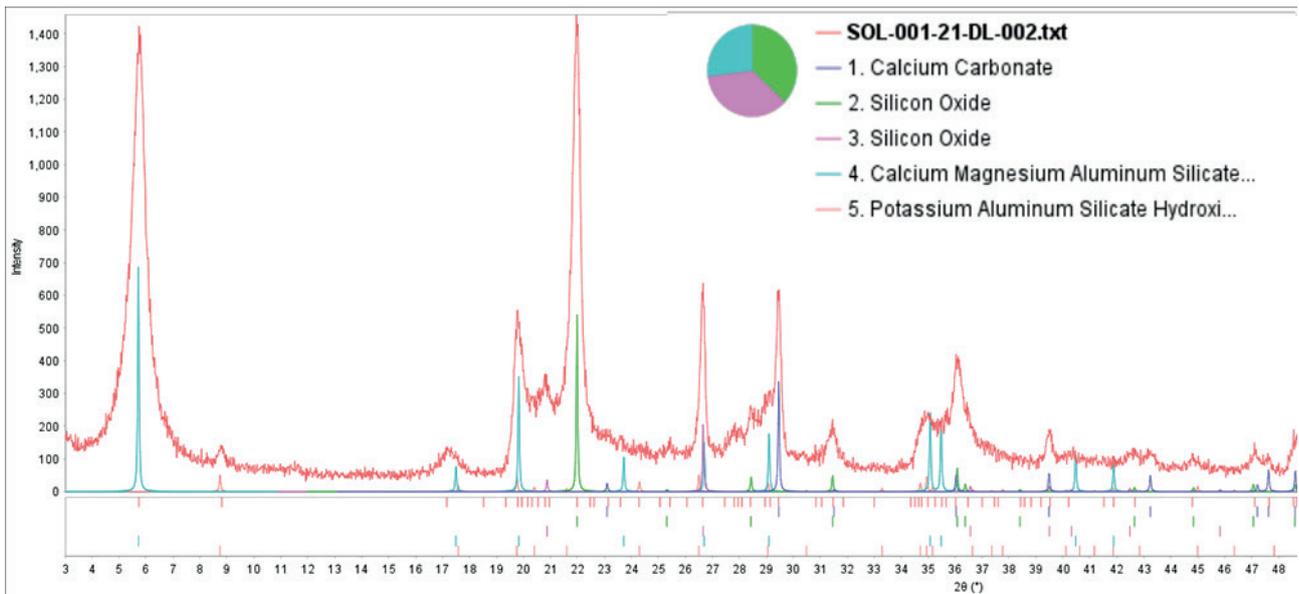


Figura 4. Difractografía de Rayos X de sedimentos de bentonita del distrito de Ignacio Escudero, zona de Cerro Mocho.
Fuente: (INGEMMET, 2021)

Tabla 3. Composición mineralógica de la bentonita de Ignacio Escudero

N°	Mineral	Fórmula	%
01	Montmorillonita	$\text{Ca}_{0.2}(\text{Al}, \text{Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$	37.78
02	Cristobalita	SiO_2	29.74
03	Calcita	$\text{Ca}(\text{CO}_3)$	18.49
04	Cuarzo	SiO_2	11.25
05	Moscovita	$\text{KAl}_2\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{OH})_2$	2.74
Error estadístico de conteo		5.13%	

Fuente: (INGEMMET, 2021)

agregados cristalinos; las formas de la montmorillonita en todos los casos son laminares y hojosas de diversos tamaños, entre 2 a 10 μm como se observa en la (Figura 5).

Como discusión podemos agregar algunos aspectos sobre la composición mineralógica de las bentonitas estudiadas a través del difractograma de rayos X (DRX) que mostró la presencia de cinco fases cristalinas: montmorillonita, cristobalita, calcita, cuarzo y moscovita; indicando una cristalinidad alta para la montmorillonita. Los minerales no arcillosos como la cristobalita, calcita, cuarzo y moscovita se encuentran en la bentonita en diversos contenidos como impurezas. La difracción DRX a $2\theta = 5.4^\circ$ es la más característica de esta montmorillonita. Este pico es el resultado de la difracción de rayos X con la longitud de onda $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ reflejada por las superficies sucesivas de las capas. En consecuencia, el valor del espaciado entre capas (d) situadas en la posición intercalar se calcula a partir de la ecuación de Bragg de la siguiente forma:

$$d = \frac{n\lambda}{2\sin\theta} = \frac{1(1.5406\text{\AA})}{2\sin\left(\frac{5.4}{2}\right)^\circ} = 16.35\text{\AA}$$

La cristobalita en su pico máximo a $2\theta = 22.18^\circ$ obtiene un espaciado entre capas de 4\AA , la calcita a $2\theta = 29.58^\circ$, 3.02 \AA y el cuarzo a $2\theta = 26.8^\circ$, 3.32\AA . El ensayo de expansión libre al que fueron sometidas estas muestras de bentonita evidenciaron un hinchamiento de 47.5% en función al tiempo de saturación con agua. Las bentonitas estudiadas tienen un pH de 8.12 lo que indica que sus ambientes de extracción son ultra alcalinos. Esta alcalinidad se atribuye a la presencia de metales alcalinos y alcalino térreos cuyos silicatos se hidrolizan fuertemente elevando el pH por encima de 7.

Los agregados de montmorillonita observados en la microscopía electrónica de barrido (MEB) presentan morfología generalmente laminares arrugadas y hojosas, formando algunos micro fábricas glomerulares y escamas apiladas; González de Vallejo (2004), afirma que las micro fábricas laminares de las arcillas en cuanto a sus propiedades geotécnicas presentan porosidad baja, resistencia dependiente de la orientación, no colapso ni susceptibilidad, planos de rotura según orientaciones preferentes y presencia de discontinuidades profundas. Los tamaños de los microcristales encontrados en la muestra de bentonita varían desde 2 a 10 μm ; sus pequeños tamaños

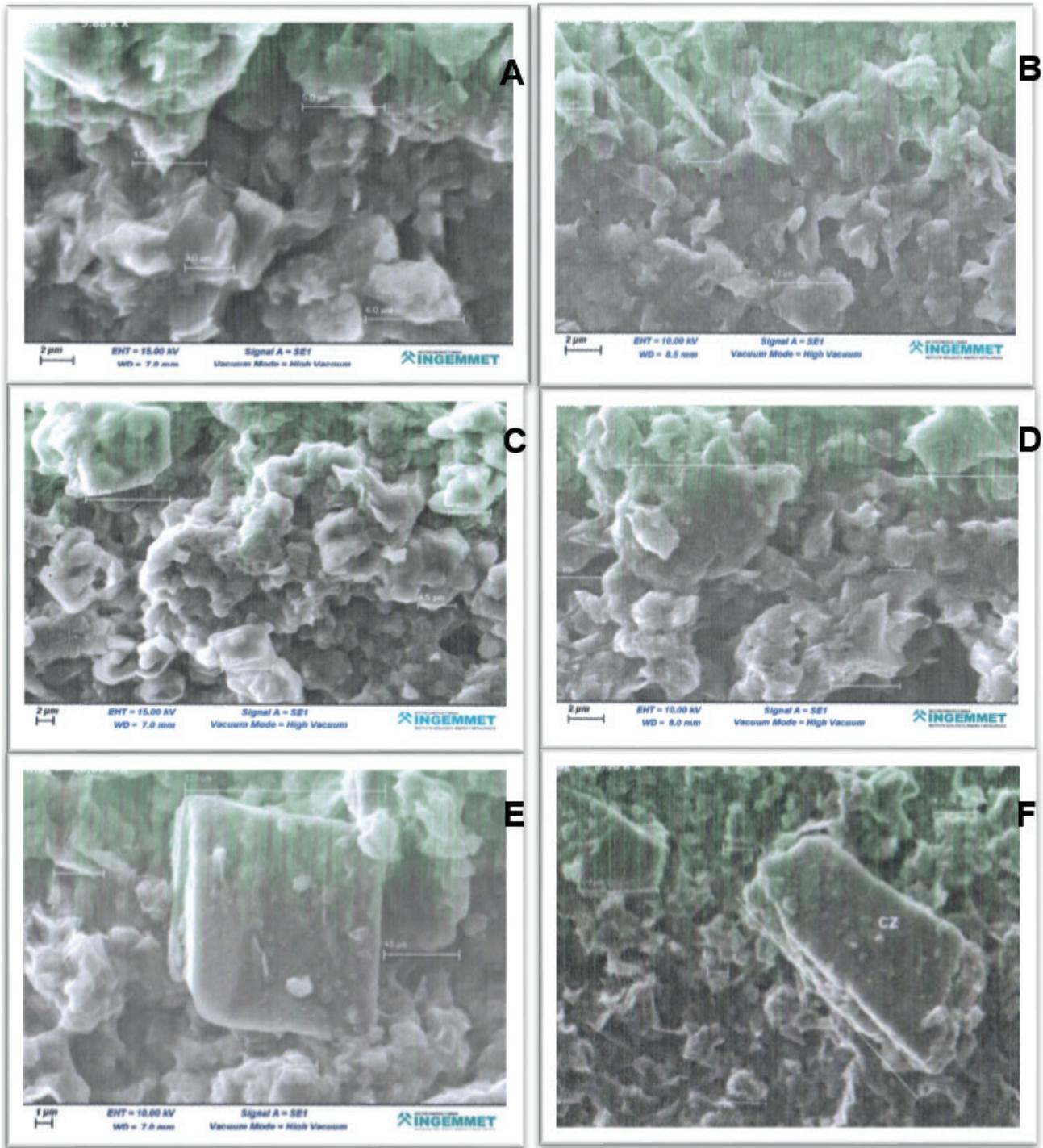


Figura 5. A) Se observan agregados microgranulares de montmorillonita con formas laminares arrugadas y hojosas, con tamaños de hasta 6 μm . B) Se observan agregados microgranulares de cristales de montmorillonita con formas laminares y hojosas, se presentan intercrecidas y con tamaños de hasta 4.5 μm . C) Se observan agregados microgranulares de cristales de sales (halita) de formas cúbicas los cuales presentan tamaños de hasta 10 μm . Se muestran en su mayoría englobados por cristales de montmorillonita. D) Se observa agregados de microcristales de montmorillonita con formas laminares y hojosas, con tamaños de hasta 10 μm , los de menor tamaño en forma de escamas apiladas. E) Se muestra microcristales de plagioclasa (andesina) de morfología tabular, con tamaño de 12 μm , recubierto con microescamas de montmorillonita glomerular hojosa. F) Se muestra agregados de microcristales de montmorillonita con formas laminares y hojosas, con tamaños de hasta 3 μm . Además, se observa un microcristal de cuarzo con 31 μm de longitud, recubierto por agregados de montmorillonita.

Fuente: (INGEMMET, 2021)

dan lugar a una elevada superficie específica, donde se producen las interacciones electrostáticas en función del pH, de los cationes de cambio y de la salinidad del medio, y que determina junto con la capacidad de intercambio catiónico la cantidad de agua adsorbida por los minerales. La presencia por sectores en la muestra de bentonita, de microcristales de cuarzo, plagioclasas y minerales ferromagnesianos son indicadores claros de que estos yacimientos se formaron a partir de cenizas volcánicas terciarias-cuaternarias o vidrio.

Haciendo comparaciones tenemos un trabajo de Vega Farfán et al. (1993), quienes caracterizaron las bentonitas de Los Amotapes en Piura y hacen referencia que en el yacimiento Mi Vecino los espesores de las bentonitas son de 2m; Pituso Uno tiene 2.35m y Chapica 2.50m; en cambio en Cerro Mocho los espesores son entre 1.60 a 2.50m; respecto a los resultados de difracción de rayos X reportan minerales de montmorillonita, feldspatos calco sódicos, cristobalita pero sin porcentajes; en Cerro Mocho se reporta montmorillonita 37.78 %, cristobalita 29.74% y calcita 18.49% como minerales mayoritarios; por los resultados podemos decir que ambos yacimientos tienen ciertas similitudes.

IV. CONCLUSIONES

1. Las bentonitas estudiadas tienen un potencial de hinchamiento Muy Alto (47.5%) de acuerdo con la clasificación de suelos expansivos basados en el ensayo edométrico (Asuri & Keshavamurthy, 2016).
2. Se presentan en depósitos estratificados con espesores de capas de entre 2.5 m y 1.6 m, con rumbos N10°W y buzamiento 10° NE, atravesados por numerosas fracturas rellenas con yeso. Estos yacimientos pertenecen a la formación Chira del Eoceno Superior.
3. La coloración de las bentonitas evaluadas (tonalidades de blanco, crema y beige) se debe a la presencia de microelementos dentro de su composición, en calidad y estado de oxidación como hierro (16.6 mg/k), y manganeso (8.6 mg/k). Los procesos de meteorización también impactan sobre la coloración de las mismas, que pueden resultar en cambios de su composición mineral.
4. El alto pH de las bentonitas en estudio (8.12) evidencia un ambiente de extracción ultra alcalino.
5. Estas bentonitas presentan una composición mineralógica representativa de montmorillonita (37.8%) lo que corrobora su naturaleza expansiva, y su uso como material experimental para la simulación de suelos de comportamiento complejo como suelos expansivos.
6. Los agregados minerales de montmorillonita presentan morfologías laminares arrugadas y

hojosas, algunos con micro fábricas glomerulares y escamas apiladas; con tamaños variables desde 2 a 10 μm en promedio, lo que evidencia su gran superficie específica.

7. Por la presencia en composición de microcristales de cuarzo, plagioclasas y minerales ferromagnesianos, se puede concluir que estos yacimientos de bentonita se formaron a partir de cenizas volcánicas terciarias-cuaternarias o vidrio.

V. AGRADECIMIENTOS

A la Unidad de Posgrado de la Facultad de Ingeniería Geológica, Minera, Metalúrgica y Geográfica de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Al Instituto Geológico, Minero, Metalúrgico del Perú (INGEMMET) por su apoyo en los análisis de Difracción de Rayos X (DRX) y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB). Al Instituto de Investigación de FIGMMG por permitir la publicación del presente artículo.

VI. REFERENCIAS

- AGQLabs. (2021). *Informe de Ensayo S-20/054717*. Lima: AGQLabs.
- ASTM D4546. (1994). Método de prueba estándar para hinchamiento unidimensional o potencial de asentamiento de suelos cohesivos. USA: ASTM.
- Asuri, S., & Keshavamurthy, • Prakash. (2016). Expansive Soil Characterisation: an Appraisal. *INAE Letters 2016 1:1*, 1(1), 29–33. <https://doi.org/10.1007/S41403-016-0001-9>
- Díaz Valdiviezo, A., & Ramírez Carrión, J. (2009). *Compendio de rocas y minerales industriales en el Perú - [Boletín B 19]*. Repositorio Institucional . <https://repositorio.ingemmet.gob.pe/handle/20.500.12544/224>
- Dunin-Borkowski, E. (1996). *Minerales industriales del Perú : oportunidades de negocios*. Instituto Geológico Minero y Metalúrgico. <https://agris.fao.org/agris-search/search.do?recordID=PE1996101402>
- González de Vallejo, L. I. (2004). *Ingeniería Geológica* (PEARSON EDUCACIÓN S.A., Ed.). https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/5540850/mod_resource/content/1/Livro%202.pdf
- Holtz, W. G., & Gibbs, H. J. (1956). Engineering Properties of Expansive Clays. *Transactions of the American Society of Civil Engineers*, 121(1), 641–663. <https://doi.org/10.1061/TACEAT.0007325>
- INGEMMET. (2021). *Informe Técnico N° 007-2021-INGEMMET/DL-LP*. Lima: INGEMMET.
- INGEMMET. (2021). *Reporte de Resultados N° 005-2021-INGEMMET/DL-LRX (CODIGO INTERNO:2021-0020)*. Lima: INGEMMET.
- Palacios Moncayo, O. (1994). *Geología de los cuadrángulos de Paita, Piura, Talara, Sullana, Lobitos, Quebrada Seca, Zorritos, Tumbes y Zarumilla 11-a, 11-b, 10-a, 10-*

b, 9-a, 9-b, 8-b, 8-c, 7-c – [Boletín A 54]. INGEMMET. Repositorio Institucional . <https://repositorio.ingemmet.gob.pe/handle/20.500.12544/175>

Seed, H. B., Woodward Jr., R. J., & Lundgren, R. (1962). Prediction of Swelling Potential for Compacted Clays. *Journal of the Soil Mechanics and Foundations Division*, 88(3), 53–87. <https://doi.org/10.1061/JSFEAQ.0000431>

Vega Farfán, J. L. , Verdeja Gonzalez, L. , Sancho Martinez, J. , & Garcia Iglesias, J. (1993). Caracterización y propiedades de las bentonitas de Amotape (Región Grau-Perú). *Boletín de La Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 32(6), 377–383. <https://digibuo.uniovi.es/dspace/handle/10651/31460>

Contribución de autoría:

Conceptualización, Análisis formal, Metodología, Administración del proyecto, Recursos, Visualización, Redacción - borrador original: (Roberto Zamora Nevado). Curación de datos, Investigación, Supervisión, Redacción - revisión y edición: (Roberto Zamora Nevado y Enrique Guadalupe Gómez)