

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO  
INSTITUTO DE GEOLOGIA

---

BOLETIN NUMERO 92

**SISTEMA CAOLINITA-CAOLINITA  
DESORDENADA-METAHALOISITA-ENDELITA  
ATAPULGITA-MICROCOSPIA Y  
DIFRACCION ELECTRONICA**

POR

*LIBERTO DE PABLO*



**INSTITUTO DE GEOFISICA  
BIBLIOTECA**



MEXICO, D. F.

1971

CONTENIDO

<b>PARTE I. SISTEMA CAOLINITA-CAOLINITA DESORDENADA-METAHALOISITA-ENDELITA</b> .....	<b>1</b>
Resumen .....	1
Introducción .....	2
Datos experimentales .....	3
Discusión .....	26
Bibliografía .....	39
<b>PARTE II. ATAPULGITA-MICROSCOPIA Y DIFRACCION ELECTRONICA</b> .....	<b>41</b>
Resumen .....	41
Introducción .....	41
Datos experimentales .....	42
Discusión y conclusiones .....	53
Bibliografía .....	53

SISTEMA CAOLINITA-CAOLINITA DESORDENADA-METAHALOISITA-  
ENDELITA  
RELACIONES MORFOLOGICAS Y ESTRUCTURALES

LIBERTO DE PABLO\*

RESUMEN

Las relaciones morfológicas y estructurales entre caolinita, caolinita desordenada, methaloisita y endelita son estudiadas por difracción de rayos X, microscopía, y difracción electrónica. Cristales de caolinita, de una arcilla refractaria del Edo. de México, de morfología hexagonal o irregular, simetría Laue  $C_{6y}$  estructura libre de defectos visibles por difracción electrónica, se doblan o enrollan, a ángulos variables de sus ejes  $a$  y  $b$ , a cristales de eje longitudinal curvo, bordes longitudinales rectos u ondulados, bordes transversales curvos elípticos y con zonas transversales de absorción electrónica diferente. En el proceso se mantiene la simetría  $C_6$ ,  $b$  puede quedar a cualquier ángulo del eje de enrollamiento y la latice es pseudo hexagonal normal sin desplazamientos de las capas tetra y octaédrica ni tensiones visibles.

Tratados con acetato, 001 se mueve de 7.35A a 13.75 que, al secar a  $100^\circ$ , se desplaza a 7.35, estable. Los cristales, originalmente enrollados, se desenrollan a placas irregulares, estables, que ya no vuelven a enrollarse por secado, agua o glicol y cuya difracción es pseudo hexagonal normal  $C_6$ . Ello presume un mecanismo de reacción e implica que el enrollamiento no es permanente ni consecuencia de translaciones de las capas o de tensiones en la estructura sino, posiblemente causando por repulsiones iónicas o por diferencia de dimensiones entre las capas.

---

\* Investigador Titular del Instituto de Geología, Universidad Nacional Autónoma de México.

Metahaloisita, de San Luis Potosí, se presenta como bien formados cristales tubulares concéntricos frecuentemente desplazados a lo largo de un eje longitudinal recto, de cristalización original y no de enrollamiento. Su lattice es de simetría Laue monoclinica  $C_{2v}$ , reflexiones 060 muy intensas y corrimiento de las reflexiones perpendiculares a  $b$ , siguiendo una superlattice o esfuerzos elásticos paralelos a  $b$ . Este, se presenta a ángulos variables del eje longitudinal pero predominan valores de  $\pm 33^\circ$ . Con acetato, la reflexion 001 de la endelita se desplaza de 10A a 13.70, estable al ambiente. Secada a  $100^\circ$  y tratada con glicol, se mantiene en 10A. Los cristales, originalmente tubulares rectos, no varían con el tratamiento, permanecen como tales y cuando mas se deforman ligeramente.

Se calculan las intensidades para difracción electrónica de los grupos  $C_{2h}$  —  $2/m$  y  $C_s$  —  $m$ , concluyendo que este es el que está más de acuerdo con los datos experimentales.

No hay una transición continua de caolinita a endelita. El sistema caolinita-caolinita desordenada es de pseudosimetría  $C_6$  y morfología que va de placas hexagonales a cristales curvos enrollados, probablemente por repulsión iónica. En el sistema endelita-metahaloisita, esta es monoclinica  $C_s$  —  $m$ , de morfología tubular original.

## INTRODUCCION

En el grupo de los minerales caoliníticos, es interesante el análisis de las relaciones estructurales y morfológicas entre caolinita, caolinita desordenada, metahalóisita y haloisita. La literatura es abundante desde que Brindley y Robinson (1945, 1946) determinaron la estructura de la caolinita y, Bates, Hildebrand y Swinford (1950) reportaron la morfología de la metahaloisita. Varios comentarios han sido hechos (Brindley y Robinson, 1946; Brindley y Robinson, 1947; Brindley y Nakahira, 1958; Bates, 1959; Newnham, 1961) demostrando la irregularidad de los anillos hexagonales o las diferencias entre las capas tetra y octahédrica y, varias teorías se han presentado explicando la morfología de la haloisita (Brindley y MacEwan, 1946; Brindley y Robinson, 1948; Bates y Conner, 1957; Brindley, Santos y Souza, 1963, Radoslovich, 1963). Sin embargo, la realidad se que las relaciones entre caolinita y endelita no han sido todavía satisfactoriamente explicadas.

Se ha dicho que la morfología tubular de metahaloisita se origina por enrollamiento de cristales planos de caolinita, como consecuencia de diversos desordenes en la lattice. Rodoslovich (1963) comenta que la curvatura de la

endelita no puede explicarse en función de las capas tetra y octahédrica o de la relación Si/Al y que la cristalización tubular se origina por esfuerzos desiguales no balanceados posiblemente causados por repulsiones  $Al^{VI} - Al^{VI}$  y contracciones en la capa oxhídrica. Hope y Dittrick (1964) reportan que cuando las capas caoliniticas de la haloisita se separan por agua, se quitan tensiones y desarrollan tubos y cristales curvos; esto se demuestra al hervir caolinita durante 305 hr. en nitrobenceno (aceptor de protones) y formar un material que se enrolla como haloisita.

Honjo, Kitamura y Mihama (1954), analizando un caolín tubular, concluyeron que el enrollamiento es posible sobre los ejes  $a$ ,  $b$  o  $(31)$ . Según Tchoubar (1965), la morfología de la caolinita obtenida por alteración de albita es muy sensible a la composición de las soluciones originales, favoreciendo el exceso de sílice la formación de caolinita desordenada. Oberlin y Mering (1966) notan que los desordenes de la hectorita pueden deberse a rotación del eje perpendicular o a resbalamiento de las capas. Zvyagin (1967), recientemente, por el método de textura en difracción electrónica, concluyo que metahaloisita es monoclinica con repetición de dos capas que, siendo energeticamente equivalentes, forman frecuentemente estructuras imperfectas. Considera que metahaloisita no es una variedad de caolinita sino un material propio.

## DATOS EXPERIMENTALES

### *Técnicas experimentales*

Dada la naturaleza de los minerales caolinita, caolinita desordenada, metahaloisita y haloisita, las variaciones en su morfología y el pequeño tamaño de los cristales, se consideró estudiarlos basicamente por microscopía y difracción electrónica. Las altas resoluciones y aumentos posibles con esta técnica permiten analizar la morfología de cristales solos, al mismo tiempo que observar directamente la latice reciproca por difracción electrónica, obteniendo algunas conclusiones respecto a su cristalización y estructura.

En el presente estudio se usaron una arcilla refractaria ("fireclay") sedimentaria del Edo. de México, y una haloisita primaria del Estado de San Luis Potosí. Ambas desde el momento de su muestreo, se mantuvieron en recipientes herméticos, conservando su propia humedad y no recibieron mas tratamiento que el de dispersión ultrasónica en agua destilada en tiempos variables de 1 a 30 min. Del decantado, un par de gotas se depositaron sobre rejillas de cobre cubiertas de colodion y se evaporaron muy lentamente al calor de una lámpara. La observación se hizo con un microscopio electrónico Philips EM100, a voltajes

de 60000 y 80000 volts, previamente calibrado para difracción con níquel, aluminio y biotita.

Los registros de difracción electrónica fueron interpretados según las recomendaciones de Vainshtein (1964), de Hirsch, Howie, Nicholson, Pashley y Whelan (1965) y de Zvyagin (1967) y, los índices de Miller, asignados de las ecuaciones (1), (2), (3) y (4). R se midió

$$(1) R = \frac{\lambda L}{d}$$

$$(2) h_1 k_1 l_1 = h_2 k_2 l_2 + h_3 k_3 l_3$$

$$(3) hu + kv + lw = 0$$

$$(4) uvw = \begin{vmatrix} |k_1 l_1| & |h_2 l_2| & |h_1 k_1| \\ |k_2 l_2| & |h_1 l_1| & |h_2 k_2| \end{vmatrix}$$

hkl índices de Miller, para reflexiones  $h_1 k_1 l_1$ ,  $h_2 k_2 l_2$ ,  $h_3 k_3 l_3$

uvw índices del plano recíproco

$\lambda$  longitud de onda de los electrones

L distancia entre el espécimen y la placa fotográfica (punto 000)

$l/\lambda$  radio de la esfera de reflexión

d distancia interplanar

R distancia entre la reflexión y el haz directo (000)

experimentalmente y,  $\lambda L$ , la constante de difracción electrónica se determina de calibraciones previas o, conociendo las distancias interplanares, se calculan para cada reflexión, debiendo ser constante.

En difracción electrónica, las intensidades de las reflexiones son susceptibles de tratamiento matemático, similar al empleado en difracción de rayos X, pero hay que ser mucho más cauto en su interpretación. El problema reside en que puede operarse bajo la teoría cinemática, la onda difractada es de menor amplitud que la incidente, o bajo la dinámica, cuando es mayor. El que se esté en una u otra depende del espesor del cristal, difracción interna, etc., y variaciones pequeñas como orientación y ángulo con respecto al haz afectan sensiblemente la intensidad. En el caso actual, la interpretación fue más cualitativa que cuantitativa y siempre se analizaron suficientes registros como para tener una interpretación estadística. El análisis matemático se hizo con las

ecuaciones (5), (6), (7), (8), (9) y (10), sin considerar las variaciones por vibración térmica.

$$(5) \lambda = \frac{12.26}{E^{1/2} (1 + 0.9788 \times 10^{-6} E)^{1/2}}$$

$$(6) f_0 = 2.38 \times 10^{-10} \left( \frac{\lambda}{\sin \theta} \right)^2 (Z - f_x)$$

$$(7) |F_{hkl}| = \left[ (\Sigma f_0 A)^2 + (\Sigma f_0 B)^2 \right]^{1/2}$$

$$(8) A = \Sigma \cos 2\pi(hx + ky + lz)$$

$$(9) B = \Sigma \sin 2\pi(hx + ky + lz)$$

$$(10) I \propto |F_{hkl}|^2$$

- $\lambda$  longitud de onda de los electrones  
 $E$  voltaje de operación  
 $f_x$  factor de difusión atómica para rayos x  
 $f_0$  factor de difusión atómica para electrones  
 $Z$  número atómico  
 $F$  factor de estructura  
 $I$  intensidad de la reflexión

### *Difracción de rayos X*

Los registros de difracción de rayos X para la arcilla refractaria del Edo. de México y la endelita de San Luis Potosí, obtenidos con radiación filtrada CoK, se presentan en la Fig. 1. En la primera, se identifican caolinita desordenada, endelita o hidromica (?) y cuarzo y, en la segunda, endelita, metahaloisita y escaso cuarzo. Tratadas con acetato de potasio (Wada, 1961; Moller y Keller, 1963), Fig. 2, la reflexión de primer orden de la arcilla refractaria se corre de 7.35Å a 13.34 que, al secar a 100°, se desplaza nuevamente a 7.35; esta, con agua, define mejor la reflexión y, vuelta a secar y tratada con etilen glicol, reduce la intensidad de 7.35Å y aumenta la de 10Å.

La endelita, con el acetato, mueve la reflexión 001 de 10A a 13.75 y, al secar, a 7.30 y a 10. Al agregarle el glicol, la reflexión queda difusa desde 7.10 hasta 7.90A, reduce su intensidad y aumenta la de 10A que también queda difusa.

Con base en lo anterior, la primera se clasificaría como caolinita desordenada y endelita o, inclusive, como endelita y, la segunda, de San Luis Potosí, como endelita con algo de caolinita desordenada o, preferiblemente, como endelita. Las pequeñas diferencias que hay entre los registros de ambas muestras pueden sencillamente atribuirse a deficiente uso de la técnica, a mal secado o absorción del glicol. O, en otras palabras, el tratamiento con acetato potásico y etilen glicol y la difracción de rayos X dan resultados prácticamente iguales para ambas muestras.

### *Microscopía y difracción electrónica*

Es normalmente aceptado que caolinita cristaliza como placas hexagonales más o menos regulares que, como consecuencia de desórdenes diversos, pueden adquirir una cristalización tubular. Sin embargo los datos siguientes sugieren algunas modificaciones a esta teoría.

La microscopía y difracción de la arcilla refractaria muestran que cristales de caolinita no necesariamente son hexagonales sino que pueden adquirir formas que difícilmente recuerdan tal simetría. Así, en la Fig. 3, se indican dos cristales planos, irregulares, de 1 micron aproximadamente, cuya difracción corresponde a una lattice pseudo-hexagonal libre de reflexiones e intensidades anormales. Según se sugiere en la Fig. 3b, no es condición que haya una relación directa entre la morfología y los ejes cristalográficos pues, en este caso, se mide un ángulo de  $33^\circ$  entre  $b$  y el eje largo del cristal hexagonal irregular, que indica que la forma no es necesariamente paralela a los ejes cristalográficos y que cualquier posible enrollamiento o doblado del cristal no tienen que seguir a éstos. En la Fig. 4, se tiene un fragmento hexagonal con tendencia a doblarse a lo largo de  $a$  mientras que su difracción mantiene la simetría típica (la difusión de las reflexiones es por deficiente enfocado del microscopio).

Otros cristales no son planos sino que se han doblado sobre sus ejes horizontales  $a$ ,  $b$ , o  $ab$  intermedios, manteniendo su simetría original. Tal es el caso de la Fig. 5, de cristales doblados paralelamente a  $a$  o a  $10^\circ$  de  $b$  y, de la Fig. 6, paralelos a  $b$ , siendo las difracciones de simetría típica normal.

Basándose en las distancias interplanares publicadas para caolinita (Brind-



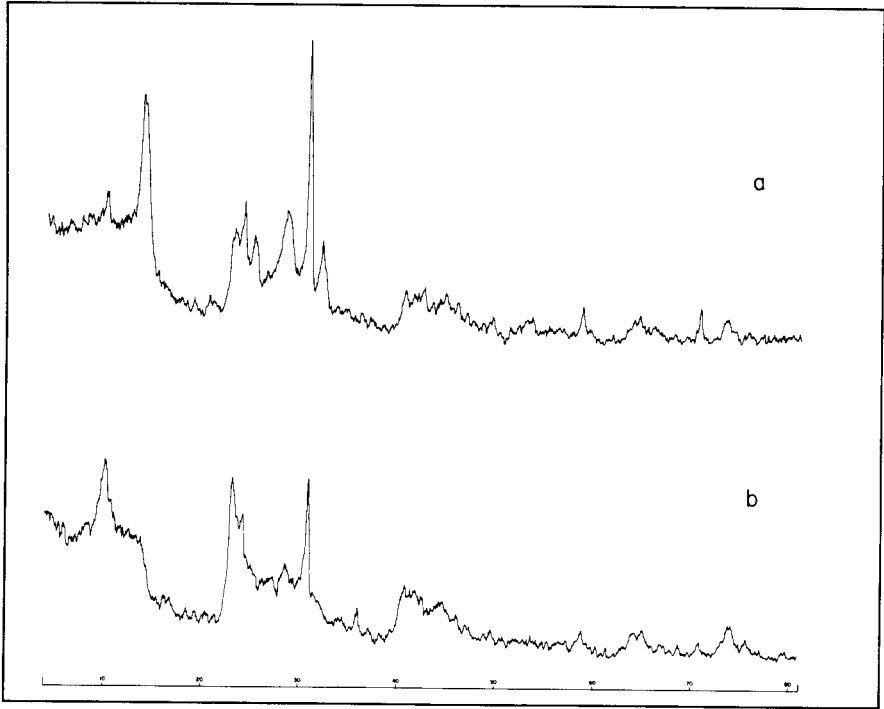


Fig. 1. Registros de difracción de rayos x. Radiación CoK (a) Arcilla refractaria del Edo. de México. (b) Éndelita del Edo. de San Luis Potosí.

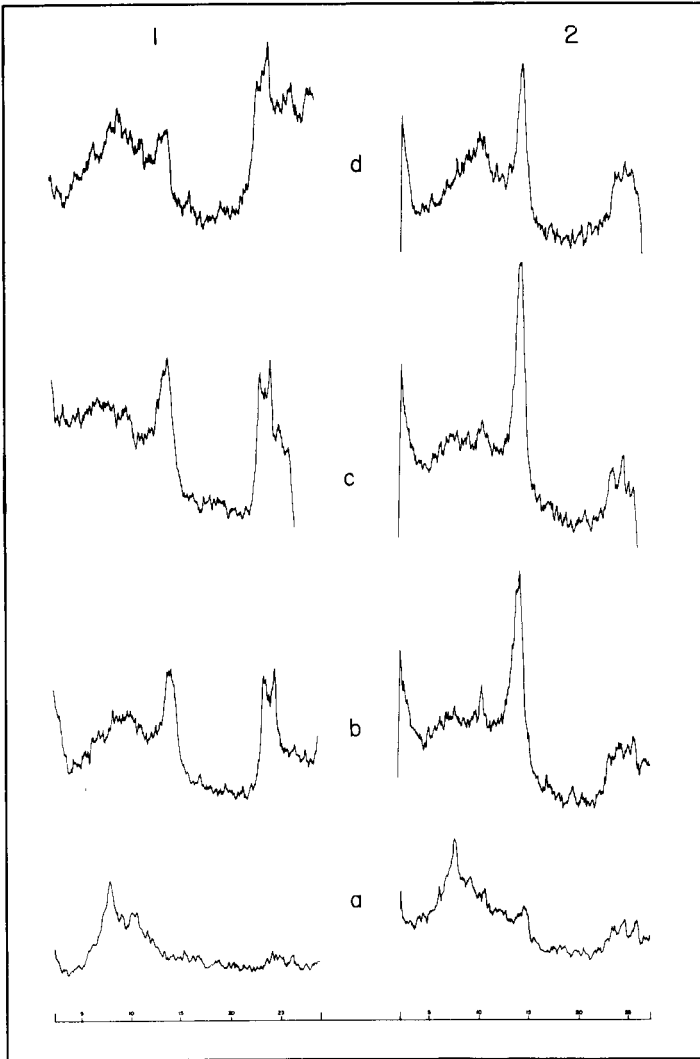


Fig. 2. Registros de difracción de rayos x. Radiación  $\text{CoK}$ .

(1) Endelita de San Luis Potosí.

(2) Arcilla refractaria del Edo. de México.

(a) Tratadas con acetato potásico

(b) Secadas a  $100^{\circ}\text{C}$

(c) Humedecidas y secadas al ambiente

(d) Secadas a  $60^{\circ}$  y tratadas con etilen glicol

ley y Robinson, 1946) y en las distancias  $R$  experimentales, entre las reflexiones y el haz directo, se calcularon los índices de Miller de la Fig. 7, y los valores de difracción electrónica de la Tabla I. Siendo 002 el plano de observación y  $c$  paralelo al haz electrónico, se miden  $a^+$ ,  $b^+$  y distancias correspondientes, comprobándose que cristales caoliniticos son susceptibles de doblarse paralelamente o a ángulos variables de sus ejes horizontales, no dependiendo ello de desplazamiento de las capas o de tensiones internas apreciables, identificables por reflexiones anómalas y ausentes o por sus intensidades.

En las láminas siguientes, la morfología, periferia y ausencia de un eje longitudinal recto demuestran claramente que cristales caoliniticos, además de doblarse, se enrollan para adquirir formas tubulares irregulares. Así, en la Fig. 8, el cristal se envolvió sobre un eje a  $7.8^\circ$  de  $a$ , quedando  $c$  paralelo al haz y  $b$  en el plano de observación, manteniéndose la simetría pseudohexagonal.

Al enrollarse el cristal, el eje  $c$  puede quedar a cualquier ángulo del haz electrónico, observándose entonces una simetría distorsionada frecuentemente acompañada de efectos de doble difracción y por planos no paralelos. Se ilustra en la Fig. 9, con dos tipos de morfología relativamente abundantes: una (9a), de bordes ondulados y, otra (9b), rectos, ambas orientadas a  $1^\circ$  de  $b$ , con zonas de absorción diferente y manteniendo la simetría típica. La Fig. 10, corresponde a un cristal enrollado a  $6.8^\circ$  de  $b$ , con ausencia de reflexiones por no estar el cristal a  $90^\circ$  del haz y, posiblemente, por desórdenes de translación en el plano (hk0).

Durante el enrollamiento o posterior a él pueden adquirirse torsiones o esfuerzos anómalos, visibles por difracción como una peculiar franja de reflexiones de mayor intensidad (Fig. 11). Finalmente, la Fig. 12a corresponde a un cristal enrollado, bastante plano y notable por las bandas transversales de absorción diferente. En la Fig. 12b el eje  $c$  quedó orientado a manera de obtenerse la difracción de un plano de observación 021 cuyo origen por enrollamiento es obvio.

Para los cristales anteriores, orientados sobre 002, los índices de Miller son los mismos de la Fig. 7 y los valores de la constante de difracción se indican en la Tabla II. Para 12b, orientado sobre 021, se tienen índices y valores de la Fig. 13 y la tabla III respectivamente. Se concluye que cristales caoliniticos se enrollan a ángulos variables de sus ejes horizontales, manteniendo la simetría pseudohexagonal y no siendo común el desplazamiento de las capas tetra y octahédrica o el desarrollo de tensiones anómalas en la estructura. Por alguna razón no explicada, se muestra variación transversal de la absorción.

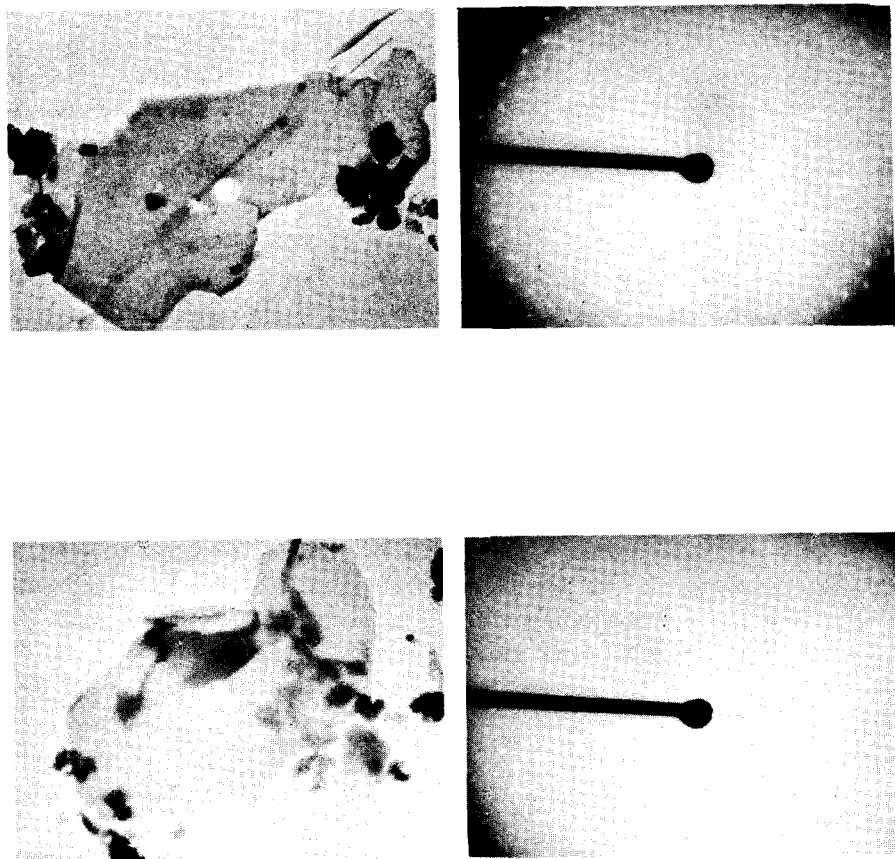


Fig. 3. Microscopía y difracción electrónica de cristales planos de caolinita. (a) 81000X, (b) 101000X. La pequeña marca en el ángulo superior derecho indica 1 micrón.

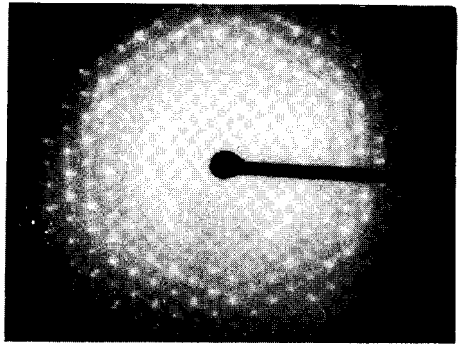
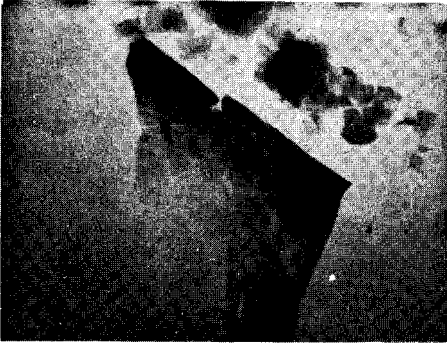


Fig. 4. Microscopía y difracción electrónica de un fragmento de cristal de caolinita, con tendencia a enrollarse sobre su eje  $a$ . 128000X.

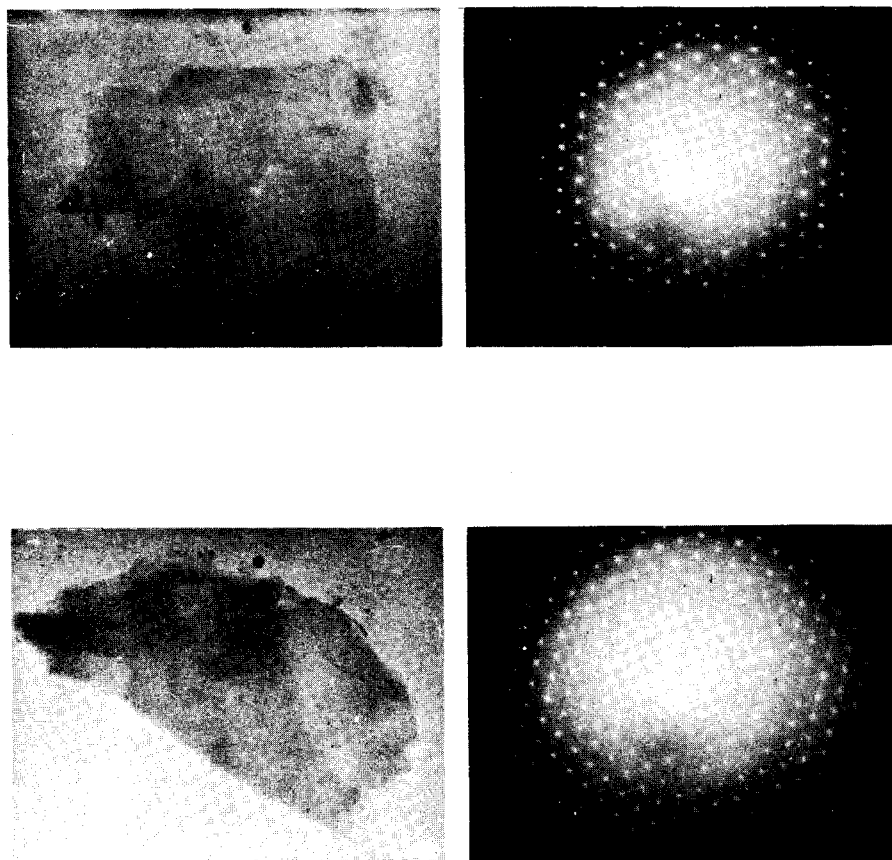


Fig. 5. Microscopía y difracción electrónica de cristales caoliníticos enrollados sobre su eje a. (a) 120000X. (b) 108000X.

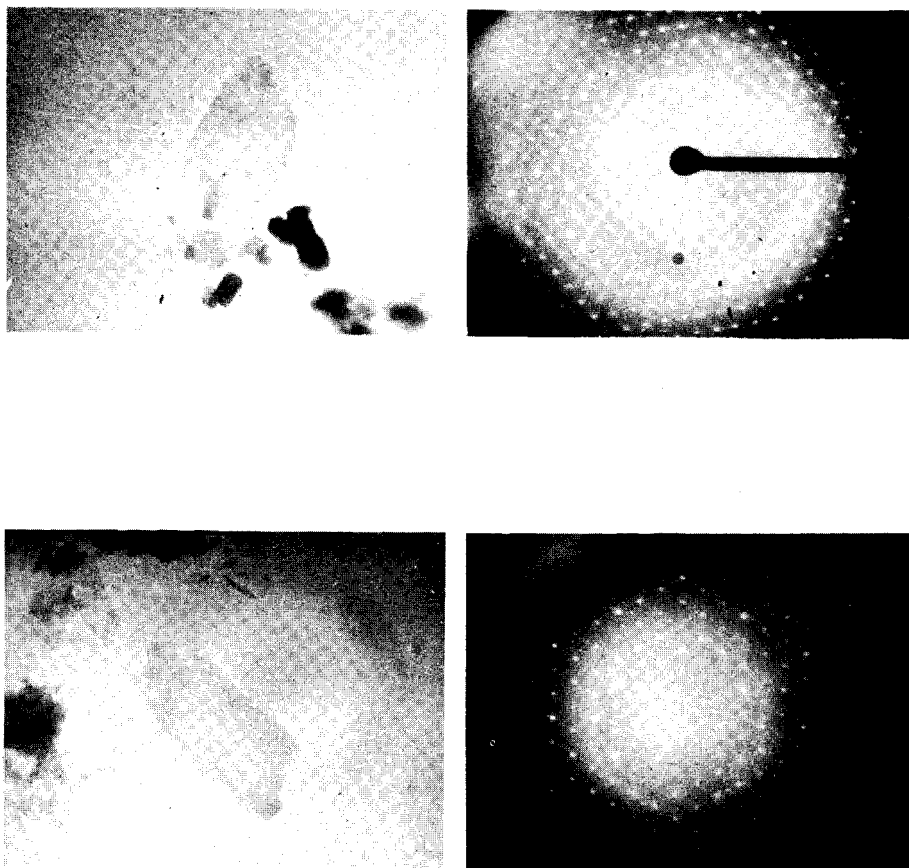


Fig. 6. Microscopía y difracción electrónica de cristales caolíníticos enrollándose sobre su eje b. (a) 128000X, (b) 128000X.

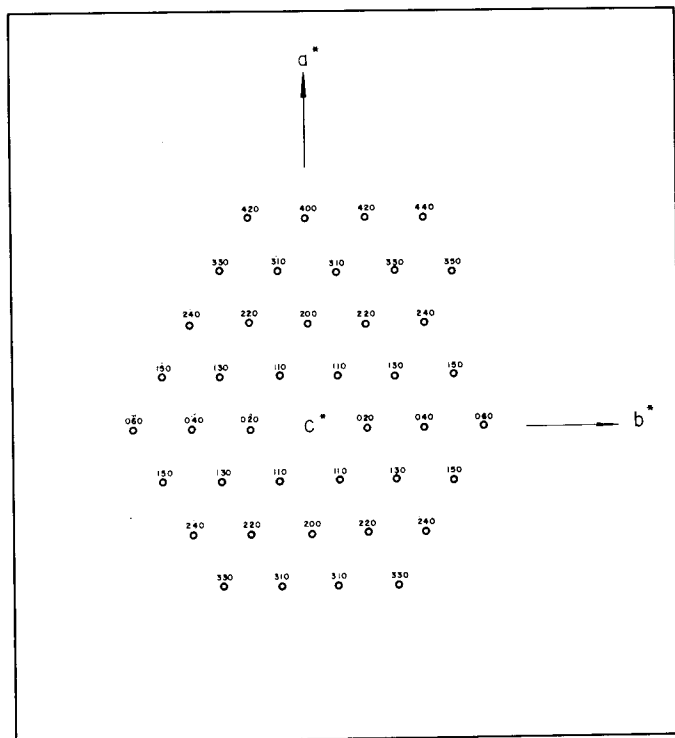


Fig. 7. Índices de Miller para difracción electrónica de cristales caoliniticos orientados sobre 002.



Tabla I. Valores de difracción electrónica de cristales caolíniticos orientados sobre 002

hkl	d(*)	I <sub>obs.</sub>	Cristal											
			3a		3b		5a		5b		6a		6b	
			R(*)	L	λ	Λ(**)	R	λL	R	λL	R	λL	R	λL
200	2.48	MI	1.33	3.30	1.36	3.38	1.25	3.10	1.23	3.05	1.26	3.13	1.30	3.22
400	1.24	MI	2.60	3.22	2.77	3.44	2.49	3.08	2.46	3.05	2.50	3.10	2.59	3.21
020	4.46	M			0.77	3.43	0.70	3.12	0.71	3.16	0.72	3.21	0.76	3.39
040	2.23	M	1.50	3.35	1.55	3.46	1.40	3.12	1.45	3.24	1.45	3.24	1.50	3.35
060	1.48	I	2.22	3.30	2.32	3.43					2.17	3.21	2.27	3.36
110	4.32	M			0.80	3.46	0.75	3.24	0.71	3.07			0.72	3.11
130	2.54	M	1.33	3.38	1.30	3.30	1.25	3.18	1.25	3.18	1.25	3.18	1.30	3.30
150	1.67	M	2.00	3.35	2.00	3.34					1.93	3.22	2.00	3.34
310	1.63	M	1.97	3.20	2.10	3.42	1.90	3.10	1.88	3.07	1.91	3.11	2.00	3.26
330	1.44	I	2.28	3.28	2.35	3.39	2.15	3.09	2.13	3.07	2.16	3.11		
220	2.16	M	1.55	3.35			1.42	3.07	1.41	3.05	1.45	3.13	1.50	3.24
420	1.19	M	2.70	3.22	2.78	3.31	2.59	3.08	2.57	3.06	2.60	3.09	2.00	3.30
240	1.65	M	2.00	3.31							1.91	3.15		
440	1.08	MI	3.00	3.24	3.10	3.35					2.91	3.14		
uvw			002	002	002	002	002	002	002	002	002	002	002	002
eje cristal			↖ a											
eje cristal			↘ b											

\* Brindley y Robinson (1946).

\*\* Distancia entre reflexión y haz directo, medida en centímetros.

\*\*\* Corriente aplicada: 80000 volts.

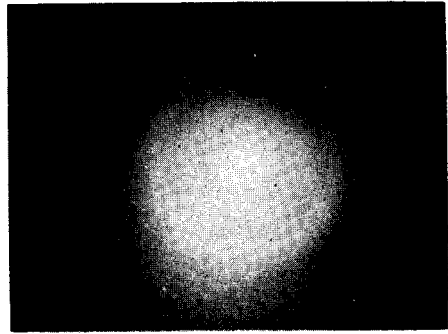
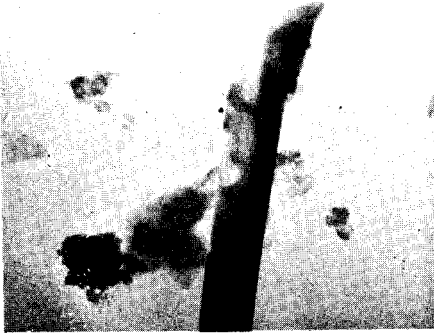


Fig. 8. Microscopía y difracción electrónica de un cristal caolínico enrollado a  $7.8^\circ$  del eje a. 99500X.

Los siguientes estudios se hicieron sobre la endelita de San Luis Potosí. Su morfología es completamente diferente de la arcilla caolinítica anterior. La cristalización no es consecuencia de un enrollamiento: son tubos concéntricos, rectos, de eje longitudinal recto, con frecuencia desplazados paralelamente al eje longitudinal pero siempre manteniendo la concentricidad. Los cristales son pequeños,  $0.06 \times 0.5$  micron, y su difracción se caracteriza por la alta intensidad de la reflexión 060, corrimientos de las reflexiones perpendicularmente al eje  $b$  y simetría diferente a la del mineral caolinítico anterior.

La Fig. 14 es de metahaloisita formada por tres cristales tubulares concéntricos de diferentes diámetros, desplazados paralelamente al eje longitudinal, siendo  $b$  transversal y  $a$  a un ángulo de  $1^\circ$  en el eje. La difracción está orientada sobre 002 y mantiene simetría pseudo-hexagonal con corrimiento de las reflexiones perpendiculares a  $b$ , en el plano  $ba$ .

Al igual que en el mineral anterior, el eje del cristal no es necesariamente paralelo a los ejes cristalográficos. Así, en la Fig. 15, cristales concéntricos están a ángulos de  $32$  y  $33.1^\circ$  respectivamente de  $b$ . Su simetría pseudo-hexagonal parece perderse al no quedar  $c$  paralelo al haz. En este caso, los índices de Miller son también los de la Fig. 7, con los valores de difracción de la Tabla IV.

El eje  $c$  puede orientarse a ángulos diversos. En la Fig. 16, los cristales se han orientado sobre 202, con el eje longitudinal a ángulos de  $33.8$  y  $31.5^\circ$  de  $b$ , no mostrando ya la simetría pseudo-hexagonal. Igualmente, el cristal de la Fig. 17 da una difracción que definitivamente sugiere un grupo espacial diferente al de los cristales caoliníticos anteriores. Para ellos, índices de Miller y valores de difracción se indican respectivamente en la Fig. 18 y en la Tabla V.

Los mismos cristales que se trataron con acetato de potasio y vieron por rayos X, se examinan ahora por microscopía. En la Fig. 19 se presentan dos cristales de arcilla refractaria que, en el tratamiento, se desenrollan a placas irregulares más o menos paralelas a  $a$  (Fig. 19a) o a  $b$  (19b), manteniendo una distribución de simetría  $C_6$  pseudo-hexagonal normal, libre de reflexiones anómalas. Tratamientos posteriores con agua o con glicol no vuelven a enrollar. los cristales, que permanecen como se indica en las figuras. Los valores para la constante de difracción electrónica se indican en la Tabla VI y se nota que son menores que los anteriormente reportados para caolinitas planas y enrolladas. Ello sugiere que las distancias interplanares deberán ser mayores, o lo que es lo mismo, que las dimensiones de la celda aumentan con el tratamiento con acetato potásico.

Para metahaloisita, el tratamiento con acetato no desarrolló los cristales sino que éstos retuvieron su forma original tubular (Fig. 20). No se les logró

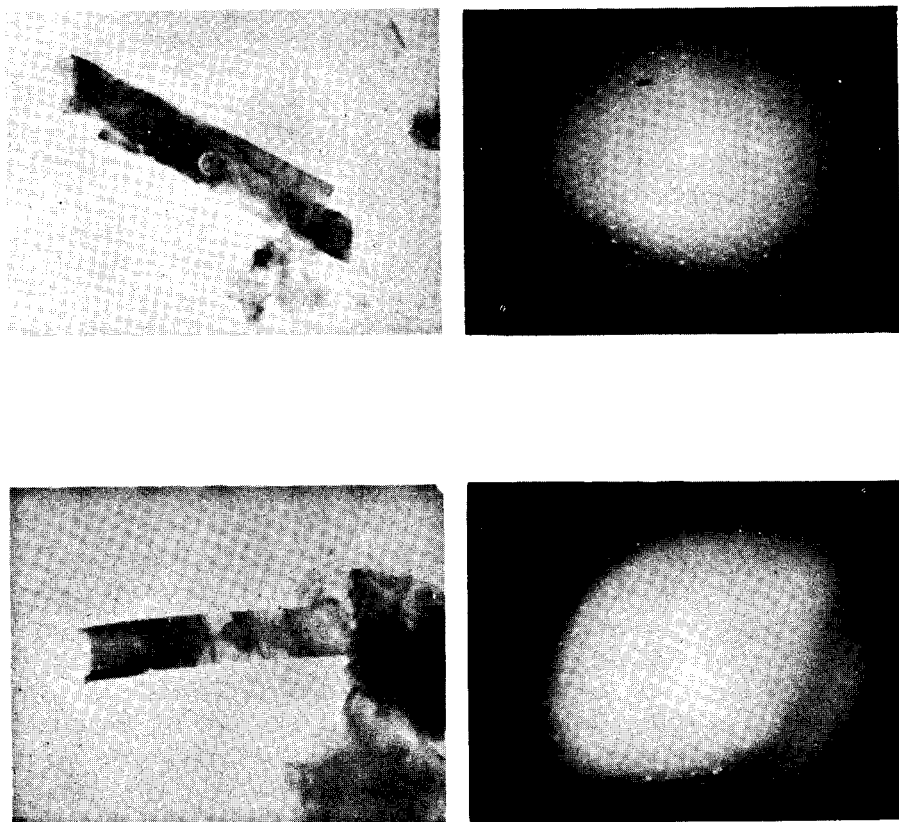


Fig. 9. Microscopía y difracción electrónica de cristales caoliníticos enrollados a 1° de b.  
(a) 108000X, (b) 108000X.

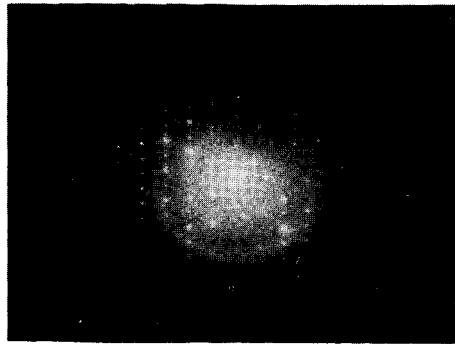
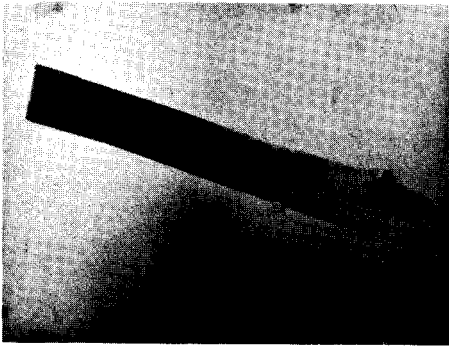


Fig. 10. Microscopía y difracción electrónica de cristal calinitico enrollado a  $6.7^\circ$  de  $b$ , con desórdenes por translación en la lattice. 89000X.

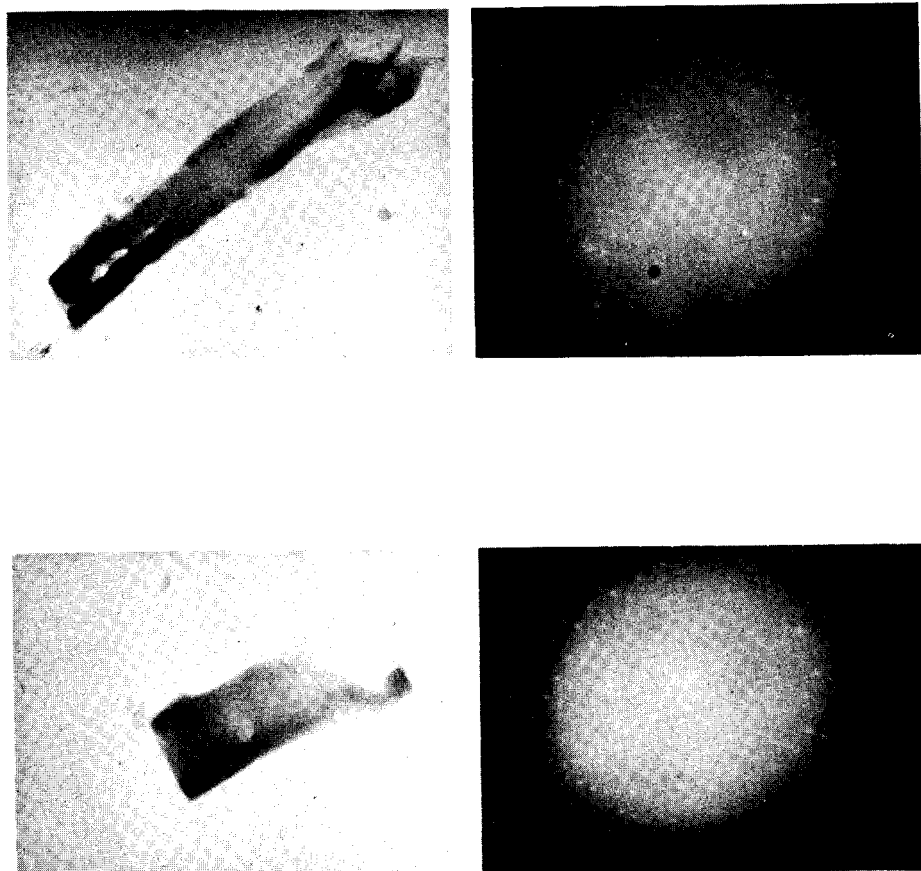


Fig. 11. Microscopía y difracción electrónica de cristales caoliníticos enrollados a  $2^\circ$  de  $b$ , mostrando tensiones en la lattice. (a) 109000X, (b) 109000X.

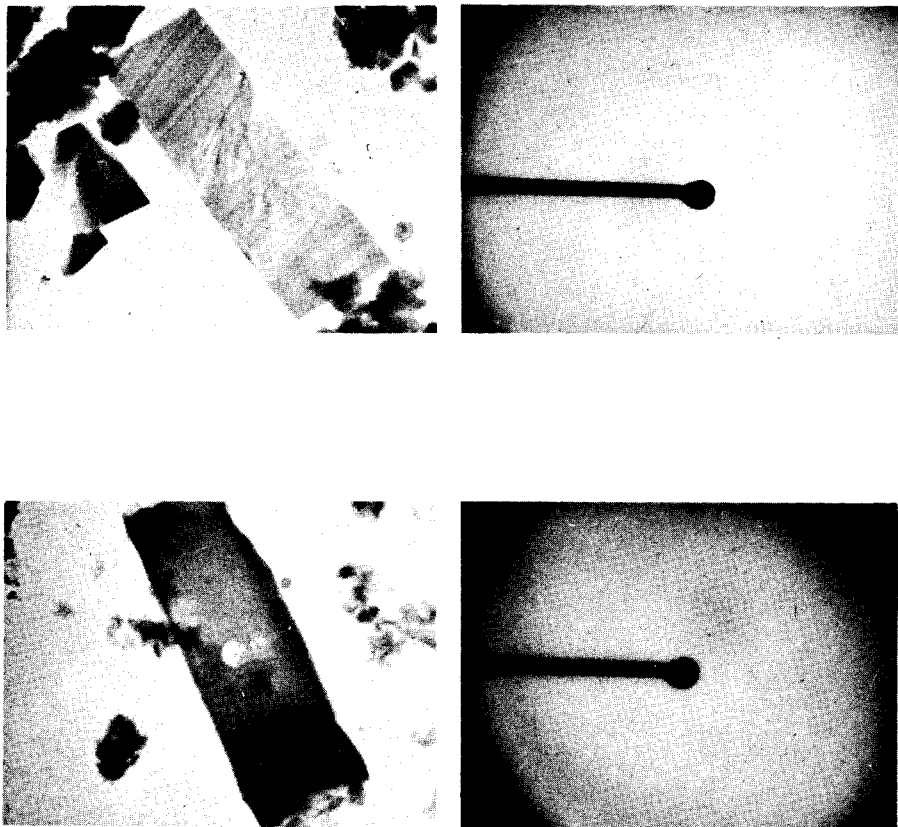


Fig. 12. Microscopía y difracción electrónica de cristales caoliniticos. (a) Enrollados paralelamente a  $b$  y mostrando zonas transversales de diferente absorción. 128000X. (b) Enrollado a  $23.1$  de  $(0, k, 21)$ . 146000X.

Tabla II. Valores de difracción electrónica de cristales caolínicos enrollados, orientados sobre 002

hkl	d	Cristal							
		8		9a		9b		10	
		R	$\lambda L$	R	$\lambda L$	R	$\lambda L$	R	$\lambda L$
200	2.48	1.40	3.47	1.45	3.59	1.50	3.72	1.52	3.76
400	1.24	2.80	3.47	2.92	3.62	3.00	3.72	3.04	3.77
020	4.46	0.81	3.62	0.83	3.70	0.83	3.70	0.86	3.83
040	2.23	1.62	3.62	1.66	3.70	1.66	3.70	1.72	3.84
060	1.48	2.43	3.60	2.49	3.68	2.49	3.68	2.58	3.82
110	4.32	0.82	3.54	0.84	3.63	0.85	3.67	0.88	3.80
130	2.54	1.40	3.56	1.45	3.68	1.45	3.68		
uvw		002		002		002		002	
eje cristal $\nearrow a^x$		7.8							
eje cristal $\nearrow b^x$				1.0		1.0		6.8	



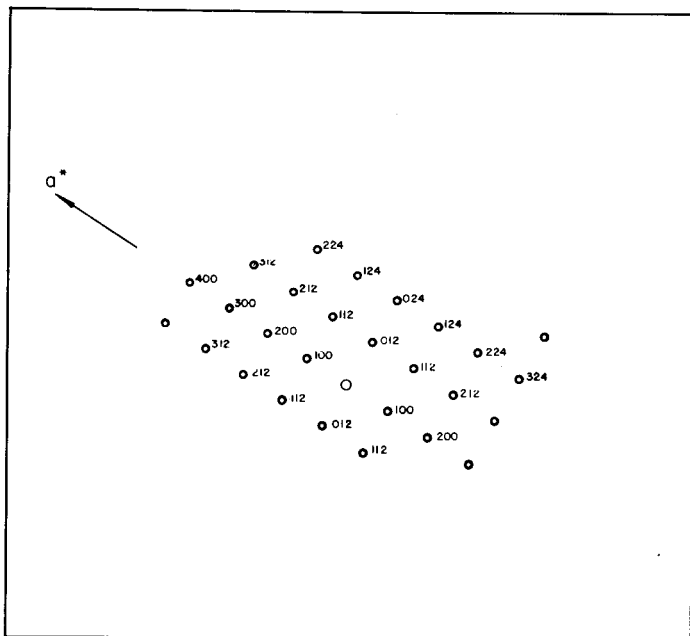


Fig. 13. Índices de Miller para cristales caolíníficos orientados sobre el plano  $(0\bar{2}1)$ .

Tabla III. Valores de difracción electrónica de cristales caolínicos enrollados, orientados sobre 021

hkl	d	Cristal	
		12b	
		R	$\lambda L$
$\bar{1}00$	4.98	0.68	3.38
$\bar{2}00$	2.48	1.36	3.37
$\bar{1}1\bar{2}$	3.00	1.16	3.48
$\bar{2}2\bar{4}$	1.49	2.32	3.44
$0\bar{1}\bar{2}$	3.28	1.04	3.42
$\bar{1}2\bar{4}$	1.65	2.12	3.49
$\bar{1}1\bar{2}$	2.48	1.40	3.46
$0\bar{2}\bar{4}$	1.64	2.08	3.40
$2\bar{1}\bar{2}$	2.17	1.52	3.30
uvw		$\bar{0}21$	

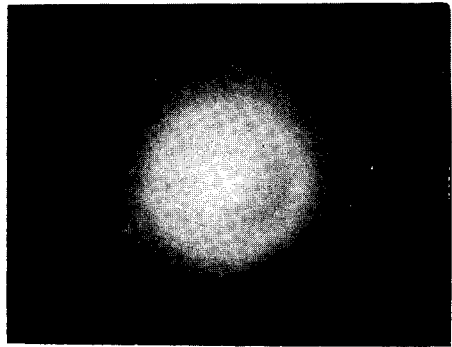
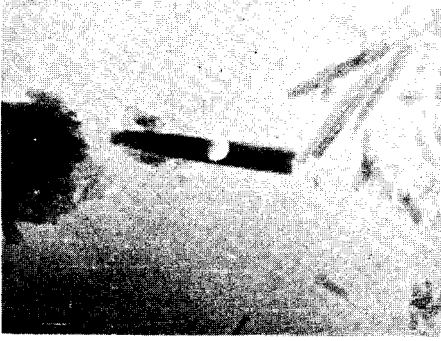


Fig. 14. Microscopía y difracción de metahaloisita 295000X.

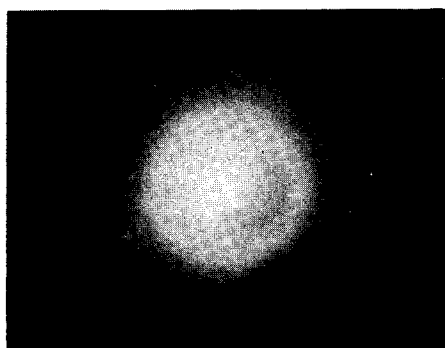
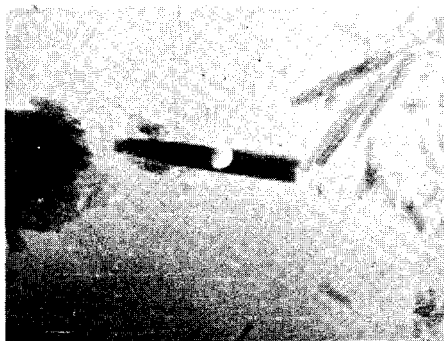


Fig. 14. Microscopía y difracción de metahaloisita 295000X.

obtener la difracción, pero su morfología definitivamente sugiere un mecanismo de reacción diferente al de la arcilla anterior.

## DISCUSION

Se concluye que cristales caoliníticos, más o menos hexagonales o decididamente irregulares, son susceptibles de doblarse o enrollarse a ángulos variables de sus ejes horizontales, siendo su morfología y la ausencia de un eje longitudinal recto indicios claros del proceso de enrollamiento. Este no es causado por deslizamientos de las capas tetra y octahédrica, identificables por la ausencia de reflexiones, la aparición de nuevas anómalas o la distribución de intensidades, ni tampoco por fuertes tensiones internas de la estructura. Más bien puede deberse a sustituciones Si/Al, repulsión o a simple diferencia de tamaño entre las capas tetra y octahédrica. Por desgracia, el método de difracción electrónica no es tan sensible como para permitir una interpretación de las intensidades que indique estas diferencias.

Por difracción electrónica, se concluye que los cristales caoliníticos son de simetría pseudohexagonal  $C_6$ , que incluye a los grupos Laue  $C_{6h}$  (hexagonal),  $C_{3i}$  (trigonal) y  $T_h$  (cúbico). No es posible especificar más las condiciones de simetría porque los registros tenidos fueron en su mayoría perpendiculares a  $c$  pero, por difracción de rayos X, está demostrada la naturaleza triclinica y pseudohexagonal de la caolinita.

La metahaloisita es de clara cristalización tubular concéntrica, original y no de enrollamiento, absorción electrónica uniforme y con la reflexión 060 muy intensa y corrimiento de las reflexiones perpendicularmente a  $b$  que puede interpretarse como originado por una superlatice o por esfuerzos elásticos paralelos a  $b$  y en el plano  $ba$ . El hecho de que en ninguno de los cristales analizados  $b$  haya sido paralelo al eje del cristal prueba que el corrimiento de las reflexiones es estructural y no debido a la concentricidad de los cristales. Es probable la existencia de una superlatice y, puesto que todas las reflexiones están bien definidas, cabe pensar que los defectos hasta ahora considerados, por difracción de rayos X, como debidos a deficiente cristalinidad de la metahaloisita, sean en realidad causados por una superlatice en su estructura. En cualquier caso, son evidentes las diferencias entre las estructuras de caolinita y metahaloisita, ocurriendo en ésta fenómenos comparables a los reportados para antigorita (Zvyagin, 1967) y crisotilo (Bragg y Claringbull, 1965).

La latice recíproca de metahaloisita mantiene una distribución pseudohe- xagonal, cuando la orientación es 002, que se pierde al examinar otras caras.

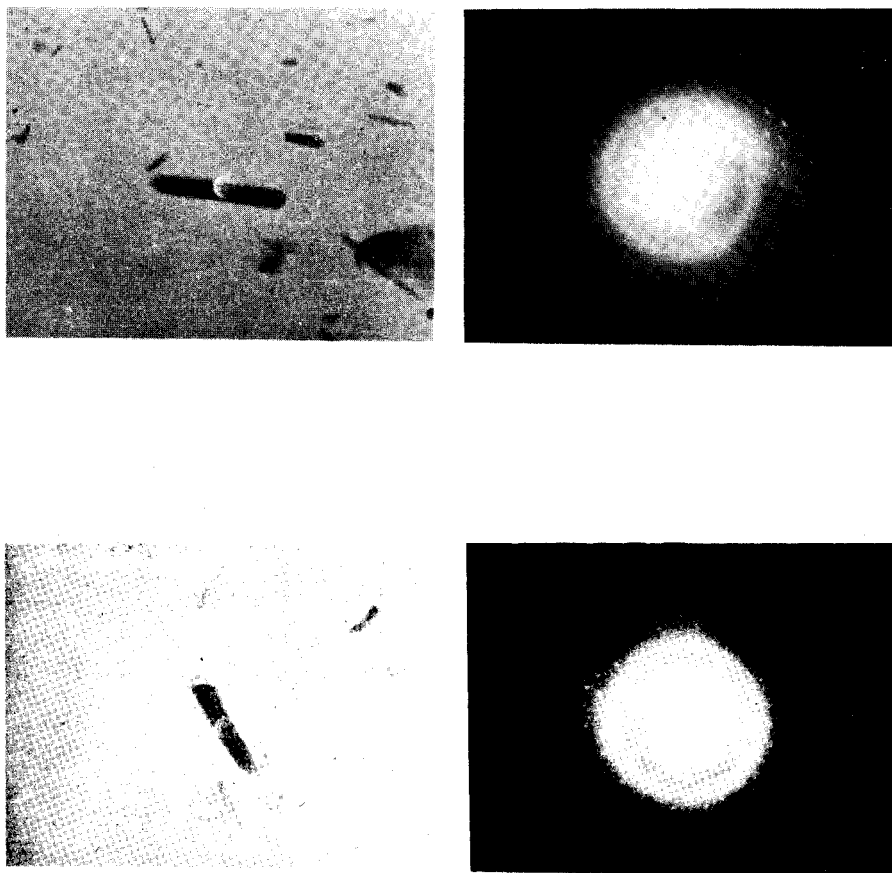


Fig. 15. Microscopía y difracción electrónica de metahalosita (a) 234000X, (b) 234000X.

Tabla IV. Valores de difracción electrónica de metahaloisita

hkl	d	Cristal					
		14		15a		15b	
		R	$\lambda L$	R	$\lambda L$	R	$\lambda L$
020	4.50					0.64	2.96
040	2.29			1.26	2.88	1.30	2.98
060	1.53	1.80	2.68	1.96	2.99	1.98	3.02
200	2.48			1.15	2.85	1.21	3.00
400	1.24	2.04	2.52	2.26	2.80		
110	4.35					0.74	3.21
130	2.60			1.13	2.94	1.19	3.09
150	1.72					1.73	2.98
240	1.68					1.82	3.05
260	1.29					2.32	2.99
310	1.63					1.81	2.95
330	1.15	1.80	2.47			2.06	2.98
350	1.22					2.46	3.00
uvw $\angle$			002		002		002
b+ $\angle$ eje cristal			91		32		33.1
b+ $\angle$ a+			91.8		90		90