

Consideraciones sedimentológicas con base en la mineralogía de las arcillas de la formación
floresta, macizo de floresta, cordillera oriental, Colombia

Autor:

Cristhiam Calixto Rodríguez Patiño

Proyecto de grado en modalidad de investigación para optar al Título de Geólogo

Director:

Carlos Alberto Ríos Reyes

PhD. en Ciencias aplicadas

Codirector:

Ricardo Amorocho Parra

MSc. en Geología

Codirector:

José Antonio Henao Martínez

PhD. en Química

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Físico-Químicas

Escuela de Geología

Bucaramanga

2017

Agradecimientos

Al Grupo de Investigación en Geología Básica Aplicada, GIGBA, de la Universidad Industrial de Santander por apoyar y facilitar el desarrollo de este proyecto.

Al Laboratorio de Microscopía de la Universidad Industrial de Santander – Parque Tecnológico de Guatiguará y su personal, por el servicio de Microscopía Electrónica de Barrido suministrado para la adquisición de datos.

Al Laboratorio de Rayos X de la Universidad Industrial de Santander – Parque Tecnológico de Guatiguará y su personal, por el servicio de Difracción de Rayos X suministrado para la adquisición de datos.

A la universidad Industrial de Santander, la Escuela de Geología y su personal docente que trabajan a diario en pro de la educación, la investigación y los espacios de Paz dentro y fuera de las aulas.

Agradecimiento especial al PhD. Carlos Alberto Ríos Reyes, director del proyecto, por su apoyo total y decidido en el planteamiento y ejecución de esta investigación; de igual forma a los codirectores MSc. Ricardo Amorocho Parra y PhD. Jose Antonio Henao Martínez, por compartir parte de su conocimiento asesorando este proyecto.

Dedicatoria

A Dios y su manera de obrar tan perfecta en mi vida y en la vida de los míos.

A mi Mamá y mi Papá. Su amor no tiene límites. Mis primeros Maestros. Ejemplo de fortaleza, perseverancia, lucha, entrega, verraquera. Ver su compromiso y entrega desinteresada para formar personas de bien a través de la noble misión de educar es inspiración para mi vida.

Mi HE, mi motor y más grande ejemplo de nobleza. La que nunca me ha dejado caer, la que siempre estará.

A mis dos ángeles de cuatro patas Bonny y Conny. A la negra que llegó a alegrar mi hogar, Lupe, la loca Lu-Lu.

A Carito, mi negrisha, y su justo momento de aparecer en mi vida. Un hermoso polo a tierra. Una manera distinta de amar, sentir y vivir. Cómplice de mil aventuras. Una de mis personas favoritas.

A la Bici, y las personas y paisajes que con ella he conocido; a Pedalear MTB Santander, mi equipo.

A la AAPG, a su capítulo UIS y al excelente equipo de trabajo en mi paso por el mismo. Grandes enseñanzas, enriquecedoras experiencias, hermosos momentos. En mi corazón siempre... Flo, JuanC, Luki, Gio, Pao, Fredy, Luisca, Silvis, Yessi, Alejis, Pau, Sergi, Daniel, Danilo, Nico.

A mi familia, ejemplo de constancia y cariño.

Al Flaco, a Tica, a Juli, a la flaca y a Danilo. Esa familia que uno escoge. Los mejores.

Cristhiam Calixto Rodríguez Patiño

Contenido

	Pág.
Introducción	14
1. Objetivos	19
1.1 Objetivo General.....	19
1.2 Objetivos Específicos.....	19
2. Marco Teórico.....	20
2.1. Mineralogía de Arcillolitas y Limolitas.....	20
2.2. Estructura Interna de los Filosilicatos.....	23
2.3 Clasificación de Filosilicatos Relacionados con Arcillas	26
2.4 Descripción de Ambientes con base en Mineralogía de Arcillas	32
2.5 Técnicas Analíticas Avanzadas para la Determinación de Mineralogía en arcillas	35
2.5.1 Microscopía Electrónica de Barrido.	35
2.5.2. Difracción de Rayos-X (DRX).	53
2.5.2.1 <i>Aplicación de la Técnica Instrumental de Difracción de Rayos X en Reconocimiento De</i> <i>Minerales.</i>	55
2.5.2.2. <i>Procedimiento para la Preparación de Muestras en Análisis de Arcillas por DRX.</i>	67
3. Marco Geológico	70
3.1. Localización del área de estudio.....	70
3.2. Geología local	72
3.2.1. Estratigrafía del Área de Estudio.	75

4. Metodología	83
5. Resultados y análisis	91
5.1. Resultados fases I y II.	91
5.2. Resultados fase III.....	103
5.3 Resultados fase IV	104
5.4 Consideraciones sedimentológicas con base en la mineralogía identificada.....	112
6. Discusión.....	115
7. Conclusiones	117
Referencias Bibliográficas	119

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1: Diferencias entre limos y arcillas	22
Tabla 2: Clasificación de filosilicatos relacionados con la arcilla	27
Tabla 3. Clasificación de Arcillas según propiedades cristalinas	28
Tabla 4. Relación de muestras recolectadas con ubicación estratigráfica y análisis aplicado....	100
Tabla 5: Relación de muestras respecto a la técnica analítica empleada.	103
Tabla 6. Relación de muestras analizadas y minerales identificados a partir de aplicación de SEM	105
Tabla 7. Relación de picos “001” para principales minerales arcillosos para análisis de secado a temperatura ambiente.....	108
Tabla 8. Relación de muestras analizadas y minerales identificados a partir de aplicación de DRX	109

Lista de Figuras

	Pág.
Figura 1. Uniones de capas tetraédricas y octaédricas.....	24
Figura 2. Disposición de láminas tetraédricas y octaédricas	26
Figura 3. Condiciones generales para la formación de arcillas	31
Figura 4: Esquema que muestra el sistema SEM / EDX.	37
Figura 5. Micrográficos de SEM y espectros EDS/EDX del grupo Clorita.	43
Figura 6. Micrográficos de SEM y espectros EDS/EDX del grupo Illita.....	45
Figura 7. Micrográficos de SEM y espectros EDS/EDX del grupo Illita.	47
Figura 8. Micrográficos de SEM y espectros EDS/EDX de la Halloysita.....	48
Figura 9. Micrográficos de SEM y espectros EDS/EDX del grupo Illita-Esmectita.....	50
Figura 10. Micrográficos de SEM y espectros EDS/EDX del grupo Esmectita.....	52
Figura 11. Mezcla de Illita (I), Caolinita (K) y Cuarzo (Q).....	59
Figura 12: Perfil de DRx para illita y glauconita.....	61
Figura 13. Caolinita y clorita rica en Fe. Tomado de Moore, D. Reynolds, R. 1997.....	62
Figura 14. Mg-vermiculita trioctaédrica secada al aire	65
Figura 15. Montmorillonita en los estados: secados al aire y etilenglicol.	66
Figura 16. Localización geográfica del área de estudio.....	71
Figura 17. Distribución de facies y ámbito tectónico a través del fanerozoico de Colombia, Paleozoico Superior.	73
Figura 18. Columna Estratigráfica Generalizada del Área	76

Figura 19. Columna estratigráfica generalizada de la secuencia pre-cretácica del Macizo de Floresta (Boyacá, Colombia)	77
Figura 20. Fotografías de la preparación de muestras para aplicación de SEM/EDX.....	86
Figura 21. Fases en la preparación de muestras para aplicación de SEM/EDS en reconocimiento e identificación de minerales arcillosos.	87
Figura 22. Fotografías del proceso de preparación de muestras para aplicación de DRX.	88
Figura 23. Fases en la preparación de muestras para aplicación de DRX en reconocimiento e identificación de minerales arcillosos.....	89
Figura 24. Metodología de trabajo plasmada en un diagrama de flujo.....	90
Figura 25. Fotografías “Sector Bajo”, Monticiello.	94
Figura 26. Fotografías “Sector Bajo”, Monticiello.	95
Figura 27: Fotografías “Sector Medio”, Vereda Tablón.....	97
Figura 28. Vista de afloramiento, Intercalaciones Limolitas Grises Claras y Limolitas Negras. Vereda Tablón, Sector Medio.	98
Figura 29. Fotografías “Sector Alto”, Vía Floresta – Santa Rosa de Viterbo	99
Figura 30. Columna Generalizada de la Formación Floresta.	102
<i>Figura 31.</i> Resultados de toma SEM/EDS para la muestra CR_2_2.	106
Figura 32. Resultados de toma DRX para la muestra CR_2_2.....	110

Lista de Apéndices

APÉNDICE A: Tabla de Relación de Muestras con Descripción y Clasificación en Campo

APÉNDICE B: Columna Generalizada de la Formación Floresta

APÉNDICE C: Resultados de Aplicación de Técnica SEM/EDS en reconocimiento de minerales Arcillosos. Muestras CR_2_2; CR_4_4; CR5_5; CR_7_9; CR_8_12; CR_10_14; CR_11_15; CR_15_19; CR_18_22; CR_18_23; CR_20_26; CR_20_27; CR_21_28; CR_21_29; CR_33_46; CR_31_44; CR_29_42.

APÉNDICE D: Resultados de Aplicación de Técnica DRX en reconocimiento de minerales Arcillosos. Muestras CR_2_2; CR_5_5; CR_7_10; CR_10_14; CR_18_22; CR_20_27; CR_21_29; CR_33_46; CR_29_42.

RESUMEN

Título: Consideraciones sedimentológicas con base en la mineralogía de las arcillas de la formación floresta, macizo de floresta, cordillera oriental, Colombia *

Autor: Cristhiam Calixto Rodríguez Patiño **

Palabras Claves: Mineralogía, arcillas, sem, drx, condiciones sedimentológicas, formación floresta, limolitas, arcillolitas

Descripción:

Mediante el levantamiento de una columna estratigráfica generalizada de la Formación Floresta, que hace parte del registro sedimentario del Macizo de Floresta, en la Cordillera Oriental de Colombia, realizada a partir de datos y muestras recolectadas de forma sistemática durante la campaña de campo llevada a cabo en el municipio de Floresta, Boyacá, se logra reconocer que esta formación está compuesta de base a tope por intercalaciones de Limolitas y Arcillolitas, que varían en la coloración y espesor de sus capas. Además, se logran reconocer tres sectores, bajo, medio y alto, que se pueden diferenciar gracias a la aparición de fauna fósil, vetilleo abundante y desaparición del vetilleo respectivamente.

A partir de la aplicación de dos técnicas analíticas avanzadas para la determinación de la mineralogía en las muestras de roca recolectadas para esta investigación, como la Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y la Difracción de Rayos-x (DRX), se logra reconocer a lo largo de toda la formación la aparición constante de minerales arcillosos como la Illita, Caolinita y de forma esporádica Clorita. Además, se reconocen minerales no arcillosos como Cuarzo y Óxidos de Hierro, y ocasionalmente pequeños cristales de Zircón. Con base en el análisis mineralógico desarrollado es posible realizar consideraciones sedimentológicas sobre la Formación Floresta que permiten relacionar su depositación con un ambiente marino somero de baja energía lo cual facilitó la disposición de material sedimentario de tipo limo y arcilla, de manera intercalada y con registro fósil que coincide con este ambiente, posiblemente relacionado a uno de los bordes del mar epicontinental registrado entre el Silúrico y el Devónico en esta región.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingeniería Físico – Químicas. Escuela Geología. Director. PhD. Carlos Alberto Ríos Reyes. Codirectores. MSc. Ricardo Amorocho Parra y PhD. Jose Antonio Henao Martinez.

ABSTRACT

Title: Sedimentological considerations based on the mineralogy of the floresta formation's clays, floresta's massif, eastern mountain range, Colombia*

Authors: Cristhiam Calixto Rodríguez Patiño **

Keywords: Mineralogy, clays, sem, drx, sedimentological conditions, floresta formation, limolites, arcillolites.

Description:

Trough the lifting of a generalized stratigraphic column of the Floresta Formation, which forms part of the sedimentary register of the Floresta's Massif, in the Eastern Mountain Range of Colombia, made from data and samples collected systematically during a field campaign, that was carry out in the municipality of Floresta, Boyacá, it was possible to recognize that this formation is composed from the bottom to the top by intercalations of Limolites and Arcillolites, that vary in the coloration and thickness of its layers. In addition, it is recognized three sectors, low, medium and high, that can be differentiated thanks to the appearance of fossil fauna, abundant veiling and the disappearance of the veiling respectively.

From the application of two advanced analytical techniques, for the determination of mineralogy in the rock samples collected for this research, such as Scanning Electron Microscopy (SEM) and X-Ray Diffraction (XRD), it was found throughout the formation a constant appearance of clay minerals such as Illita, Caolinite and, Chlorite.sporadically. In addition, non-clay minerals such as Quartz and Iron Oxides, and occasionally small crystals of Zircon were recognized. Based on the developed mineralogical analysis, it is possible to make sedimentological considerations about the Floresta Formation that allowed to relate its deposition with a shallow marine environment of low energy, which facilitated the deposit of sedimentary material of silt and clay type, in an intercalated and fossil record which coincides with this environment, that is possibly related to one of the edges of the sea epicontinental recorded between the Silurian and the Devonian in this region.

* Degree Work

** Faculty of Physic-Chemical Engineering, School of Geology. Director: PhD. Carlos Alberto Ríos Reyes. Codirectors: MSc. Ricardo Amorocho Parra. PhD. Jose Antonio Henao Martinez.

Introducción

Actualmente, el conocimiento geológico de una región es un aspecto de gran importancia en la promoción del desarrollo sostenible de los diferentes sectores económicos de la sociedad, pues a partir del estudio de la geología se puede dar un correcto uso y debida explotación de los recursos geológicos presentes. Además, permite aportar en la prevención de catástrofes naturales que conlleven a reducir el impacto de las actividades humanas en el medio ambiente.

Los grandes avances tecnológicos han permitido que la adquisición de información geológica sea cada vez más detallada y exacta, de tal forma que los datos sean más confiables y útiles para la actualización y mejora del conocimiento geo-científico de las regiones.

Valiéndose de dichos adelantos, en el presente trabajo de investigación da un aprovechamiento de la caracterización composicional y textural de diversos materiales que proporcionan las técnicas analíticas avanzadas, como lo son el uso de la Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y la difracción de Rayos X (DRX), con el fin de determinar la mineralogía de las intercalaciones de lodolitas y arcillolitas de la Formación Floresta, y de esta manera obtener nueva información que amplíe el conocimiento de las condiciones sedimentológicas que dieron lugar a esta formación, dando además un aporte en el entendimiento de la Geología Colombiana.

En primer lugar, fue necesario realizar una campaña de campo en el Municipio de Floresta, Boyacá, realizando un muestreo del material rocoso compoene a la Formación Floresta de base a techo y a partir de esta información elaborar una columna estratigráfica generalizada.

Finalmente, el material colectado fue seleccionado y preparado de tal forma que 17 de estas muestras fueron sometidas a la técnica SEM y otras 9 de ellas se estudiaron mediante la difracción de rayos X (DRX), lo que permitió efectuar el análisis y determinación del contenido mineralógico de las arcillas de la formación y las respectivas conclusiones en términos sedimentológicos que se muestran en el presente trabajo.

Planteamiento del problema

Buena parte del registro geológico en el territorio colombiano se encuentra sin definir o escasamente definido, lo cual se convierte en una gran limitante al tratar de indagar sobre el inventario geológico que posee el país; esto se traduce en un bajo conocimiento de la historia geológica que antecede a lo que compone hoy el entorno geográfico del país, y de los recursos geológicos con que se cuenta, bien sean explotables o no.

Un claro ejemplo, es la escasa información que se tiene acerca del registro del Devónico en Colombia, el cual, está reportado en los Macizos de Quetame, Floresta y Santander, además de la Serranía de Perijá. Siendo más puntuales, la Formación Floresta, que hace parte de las secuencias sedimentarias que componen el ya mencionado Macizo de Floresta, localizado en el Departamento de Boyacá, sobre la Cordillera Oriental, es una formación con información incompleta, que algunos autores han ubicado dentro del Devónico gracias al análisis del registro fósil que se encuentra en ella, con fauna característica de éste periodo geológico, pero que no tiene estudios detallados en cuanto a la composición mineralógica, tampoco las alteraciones y asociaciones minerales allí contenidas y tampoco acerca de las condiciones sedimentológicas que se dieron al momento de su depositación.

Entonces, surge la pregunta ¿De qué manera y con qué técnicas analíticas se puede determinar la mineralogía de las Arcillolitas y Lodolitas, que característicamente componen la

formación Floresta, y como a partir de ello se pueden determinar las condiciones sedimentológicas que le dieron lugar? Es a partir de este cuestionamiento que se desarrolla el presente trabajo y finalmente lo que se pretende resolver al final del mismo.

Justificación

El desarrollo e implementación en los últimos años de nuevas técnicas y herramientas enfocadas a obtener más y mejores datos en diferentes disciplinas científicas, han permitido fortalecer, ampliar y profundizar en diversas áreas del conocimiento. Un ejemplo de ello son los adelantos relacionados con la caracterización composicional y estructural de diversos materiales a través de técnicas analíticas avanzadas, como lo son el uso de la Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y la difracción de Rayos X (DRX), las cuales se han aplicado en estudios geológicos para la determinación de la mineralogía de rocas sedimentarias como las arcillas, complementando así las técnicas tradicionales de descripción de minerales en muestras de mano y microscopía en secciones delgadas.

El presente trabajo, busca aplicar las técnicas mencionadas anteriormente para determinar la mineralogía en arcillas de la Formación Floresta, Macizo de Floresta, Cordillera Oriental, Colombia, con el propósito de obtener nueva información para identificar las condiciones sedimentológicas que posiblemente tuvieron lugar en la formación de los depósitos y que sea además un aporte innovador que permita complementar el conocimiento existente; para ello se realizará una columna generalizada de la Formación, con lo cual será posible hacer control de sus variaciones composicionales soportadas en el análisis de los resultados arrojados por la aplicación de las mencionadas técnicas analíticas, y determinar las condiciones sedimentológicas que originaron la formación, convirtiéndose así en un aporte geocientífico que sirva para futuras consultas sobre el tema.

1. Objetivos

1.1 Objetivo General

Determinar las condiciones de depositación de las rocas de la Formación Floresta con base en la mineralogía de las arcillas, Macizo de Floresta, Cordillera Oriental, Colombia.

1.2 Objetivos Específicos

- Realizar revisión bibliográfica sobre las técnicas analíticas avanzadas usadas en la determinación de la mineralogía de arcillas y su aplicación en la identificación de condiciones de depositación.
- Efectuar campaña de campo en el Municipio de Floresta, Boyacá, para la recolección de muestras de roca representativas mediante un barrido de la Formación Floresta de base a tope.
- Elaborar una columna generalizada de la Formación Floresta a partir de la respectiva campaña de campo en este trabajo y de las columnas reportadas en la literatura consultada.
- Aplicar las técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Difracción de Rayos X (DRX) en las muestras recolectadas previamente en campo para caracterizar el contenido mineralógico de las muestras de arcillas adquiridas.
- Identificar consideraciones sedimentológicas a partir de los resultados de la mineralogía de las arcillas de la Formación Floresta.

2. Marco Teórico

El estudio de la mineralogía de arcillas puede abordarse desde la aplicación y análisis de distintas técnicas analíticas avanzadas, por ejemplo, la Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y la Difracción de Rayos-x, que al ser complementarias entre si, permiten un mayor y mejor detalle en la identificación de minerales, estructuras características, disposición espacial dentro de fracciones rocosas estudiadas, entre otras características que sirven de guía para la determinación de condiciones sedimentológicas en las secuencias sedimentarias que componen una formación geológica. A continuación, se explican los principales fundamentos en torno a la mineralogía de arcillas y la aplicación de dichas técnicas para identificar y describir minerales en fracciones de rocas arcillosas.

2.1. Mineralogía de Arcillolitas y Limolitas

La corteza terrestre está sometida constantemente a procesos de erosión bien sea por meteorización u otros agentes; dichos procesos forman partículas de diversos tamaños, que luego son transportados por aire, agua, hielo, etc. hasta zonas donde la energía de ese transporte se hace mínima o pendientes menos pronunciadas. En este punto, las partículas empiezan a acumularse y desde entonces comienza un proceso denominado consolidación o litificación de sedimentos, que da como resultado, la formación de rocas sedimentarias. Los tipos de rocas sedimentarias están ligados y determinados al origen, transporte, agente erosivo y forma de litificación de los sedimentos.

En este trabajo se abordan dos tipos de roca sedimentaria, las Arcillolitas y Limolitas, pero para entender la mineralogía que las caracteriza, primero debemos partir de la definición y distinción entre los términos Arcilla y Limo, que son las partículas que las componen. La primera diferencia básica, radica en los tamaños, los cuales para el caso de los limos oscilan entre los 0,002 y 0,006 mm mientras que para las arcillas son menores o iguales a 0,002 mm (Jiménez J.A. Justo J.L, 1975); aunque ambos están compuestos por minerales arcillosos, estos son más abundantes en la medida que el tamaño de las partículas sea más pequeño; al aumentar el tamaño de las partículas, como en el caso de los limos, se irá haciendo mayor la proporción de minerales no arcillosos. Como se muestra en la siguiente tabla (Ver tabla 1), existen otras distinciones o diferencias entre estos dos materiales rocosos.

Ahora bien, el término arcilla se usa habitualmente con diferentes, desde el punto de vista mineralógico, comprende a un grupo de minerales, filosilicatos en su mayor parte, cuyas propiedades físico-químicas dependen de su estructura y de su tamaño de grano, muy fino (inferior a 0.002 mm). Desde el punto de vista petrológico la Arcillolita es una roca sedimentaria, en la mayor parte de los casos de origen detrítico, con características bien definidas. Para un sedimentólogo, arcilla es un término granulométrico, que abarca los sedimentos con un tamaño de grano inferior a 0.002 mm. Mientras que para un ceramista una arcilla es un material natural que cuando se mezcla con agua en la cantidad adecuada se convierte en una pasta plástica. Desde el punto de vista económico las arcillas son un grupo de minerales industriales con diferentes características mineralógicas y genéticas y con distintas propiedades tecnológicas y aplicaciones (Tomado de García, E., & Suárez, M. 2001).

Por tanto, el término arcilla no sólo tiene connotaciones mineralógicas, sino también de tamaño de partícula, en este sentido se consideran arcillas todas las fracciones con un tamaño de grano inferior a 2 mm. Según esto todos los filosilicatos pueden considerarse verdaderas arcillas si se encuentran dentro de dicho rango de tamaños, incluso minerales no pertenecientes al grupo de los filosilicatos (cuarzo, feldespatos, etc.) pueden ser considerados partículas arcillosas cuando están incluidos en un sedimento arcilloso y sus tamaños no superan las 0.002 mm. Las arcillas son constituyentes esenciales de gran parte de los suelos y sedimentos debido a que son, en su mayor parte, productos finales de la meteorización de los silicatos que, formados a mayores presiones y temperaturas, en el medio exógeno se hidrolizan, (Tomado de García, E., & Suárez, M. 2001).

Tabla 1:

Diferencias entre limos y arcillas

LIMOS (Entre 0.002 y 0.006mm)	ARCILLAS (<0.002mm)
No suelen tener propiedades coloidales	Suelen tener propiedades coloidales
A partir de 0.002mm y a medida que aumenta el tamaño de las partículas, se va haciendo cada vez mayor la proporción de minerales no arcillosos.	Consisten en su mayor parte en minerales arcillosos
Partículas forma redondeada	Partículas forma laminar
Tacto áspero	Tacto suave
Mayor permeabilidad	Menor permeabilidad
Predominan características de masa	Predominan las características de superficie
Se secan con relativa rapidez y no se pegan en los dedos	Se secan lentamente y se pegan en los dedos
Los terrones secos tienen una cohesión apreciable, pero se pueden reducir a polvo con los dedos	Los terrones secos se pueden partir, pero no reducir a polvo con los dedos
Pueden ser colapsables	No son colapsables
No son expansivas	Pueden ser expansivas

Nota: Tomado de Geotecnia y Cimientos I, 2ª Edición. (Jiménez J.A. Justo J.L, 1975)

Por otro lado, la limolita debe su formación es partir de procesos de sedimentación de partículas tamaño limo, es decir que la limolita posee sus granos individuales más finos que las areniscas y más gruesos que las arcillas. Existen variedades de limolitas, de acuerdo a los minerales que intervienen en su conformación. En el caso de la limolita, se trata de rocas sedimentarios detríticas, es decir que las partículas que le dieron origen, mantuvieron su integridad física durante su transporte. Tienden a ser muy variadas, pero en términos generales, la mayoría de ellas contienen óxido de hierro, calcitas y feldespatos. Destacan, debido a su composición, los colores amarillos y pardos. Se pueden encontrar minerales como cuarzo, feldespatos, sericita, clorita, caolinita, circón, biotita, apatito, epidota y turmalina. (Tomado de D'Alessandro, Manuel, 2017. Sitio en internet, Rocas y Minerales).

2.2. Estructura Interna de los Filosilicatos

Las propiedades de las arcillas son consecuencia de sus características estructurales, por tanto, es imprescindible conocer la estructura de los filosilicatos y de esta manera comprender las propiedades de las arcillas. Al igual que el resto de filosilicatos, las arcillas presentan estructuras basadas en el apilamiento de planos de iones oxígeno e hidroxilos. Los grupos tetraédricos $(\text{SiO})_4^{4-}$ se unen compartiendo tres de sus cuatro oxígenos con otros vecinos formando capas, de extensión infinita y fórmula $(\text{Si}_2\text{O}_5)^{2-}$, que constituyen la unidad fundamental de los filosilicatos. En ellas los tetraedros se distribuyen formando hexágonos. El silicio tetraédrico puede estar, en parte, sustituido por Al^{3+} o Fe^{3+} . (Tomado de García, E., & Suárez, M. 2001).

Estas capas tetraédricas se unen a otras octaédricas de tipo gibbsita o brucita. En ellas algunos Al^{3+} o Mg^{2+} , pueden estar sustituidos por Fe^{2+} o Fe^{3+} y más raramente por Li, Cr, Mn, Ni, Cu o Zn. El plano de unión entre ambas capas está formado por los oxígenos de los tetraedros que se encontraban sin compartir con otros tetraedros (oxígenos apicales), y por grupos $(\text{OH})^-$ de la capa brucítica o gibbsítica, de forma que, en este plano, quede un $(\text{OH})^-$ en el centro de cada hexágono formado por 6 oxígenos apicales. El resto de los $(\text{OH})^-$ son reemplazados por los oxígenos de los tetraedros (Ver figura 1). (Tomado de García, E., & Suárez, M. 2001).

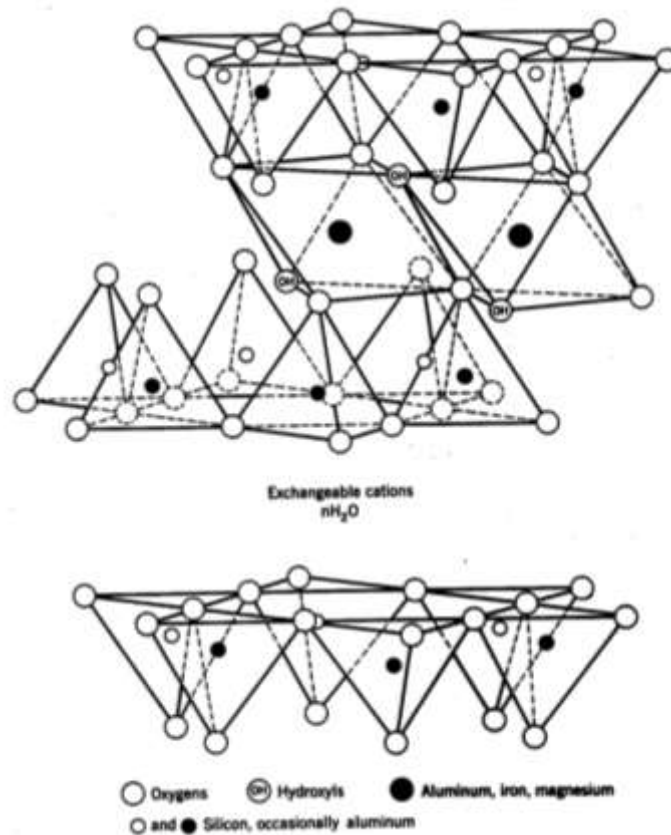


Figura 1. Uniones de capas tetraédricas y octaédricas. Tomado de Las Arcillas, propiedades y usos. García, E. Suarez, M. (2001).

En la superficie opuesta de la capa octaédrica puede ocurrir una unión similar donde los filosilicatos pueden estar formados por dos capas: tetraédrica más octaédrica y se denominan bilaminares, 1:1, o T:O; o bien por tres capas: una octaédrica y dos tetraédricas, denominándose trilaminares, 2:1 o T:O:T. A la unidad formada por la unión de una capa octaédrica más una o dos tetraédricas se la denomina lámina. Si todos los huecos octaédricos están ocupados, la lámina se denomina trioctaédrica (Mg^{2+} dominante en la capa octaédrica). Si solo están ocupadas dos tercios de las posiciones octaédricas y el tercio restante está vacante, se denomina dioctaédrica (el Al^{3+} es el catión octaédrico dominante).

En algunos filosilicatos (esmectitas, vermiculitas, micas...) las láminas no son eléctricamente neutras debido a las sustituciones de unos cationes por otros de distinta carga. El balance de carga se mantiene por la presencia, en el espacio interlaminar, o espacio existente entre dos láminas consecutivas, de cationes (como por ejemplo en el grupo de las micas), cationes hidratados (como en las vermiculitas y esmectitas) o grupos hidroxilo coordinados octaédricamente, similares a las capas octaédricas, como sucede en las cloritas. A éstas últimas también se las denomina T: O: T: O ó 2:1:1. La unidad formada por una lámina más la interlámina, es la unidad estructural. Los cationes interlaminares más frecuentes son alcalinos (Na y K) o alcalinotérreos (Mg y Ca). Las fuerzas que unen las diferentes unidades estructurales son más débiles que las existentes entre los iones de una misma lámina, por ese motivo los filosilicatos tienen una clara dirección de exfoliación, paralela a las láminas. (Ver Figura 2).

También pertenecen a este grupo de minerales la Sepiolita y la Paligorskita, a pesar de presentar diferencias estructurales con el resto de los filosilicatos. Estructuralmente están formadas por láminas discontinuas de tipo mica. A diferencia del resto de los filosilicatos, que son laminares, éstos tienen hábito fibroso, ya que la capa basal de oxígenos es continua, pero los oxígenos apicales sufren una inversión periódica cada 8 posiciones octaédricas (Sepiolita) o cada 5 posiciones (Paligorskita). Esta inversión da lugar a la interrupción de la capa octaédrica que es discontinua. (Tomado de García, E., & Suárez, M. 2001).

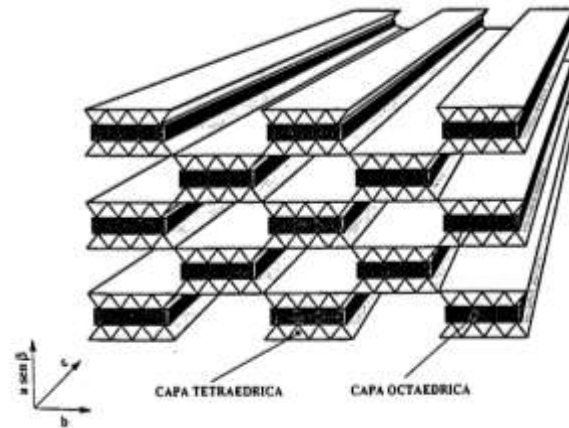


Figura 2. Disposición de láminas tetraédricas y octaédricas. Tomado de Las Arcillas, propiedades y usos. García, E. Suárez, M. (2001).

2.3 Clasificación de Filosilicatos Relacionados con Arcillas

Las capas de minerales silicatados se pueden clasificar eficazmente en dos tipos de capas, las de tipo 1:1 que refieren al conjunto formado por la unión de una lámina tetraédrica con una lámina

octaédrica. En dichas capas el más alto plano incompatible de aniones en la capa octaédrica consiste completamente en grupos OH. Mientras que las capas de tipo 2:1 enlazan dos láminas tetraédricas con una lámina octaédrica. Además, estas se dividen en ocho grupos según su carga, y éstos en subgrupos minerales, subdivisión que se realiza sobre la base de la composición química del tipo de hoja dioctaédrica o trioctaédrica, y la geometría de la superposición de capas individuales y capas intermedias. Dicho esquema de clasificación se aprecia en la siguiente tabla (Ver tabla 2). Los nombres utilizados para grupos y subgrupos son los aprobados por el Comité de Nomenclatura AIPEA o por la comisión sobre nuevos minerales y nombres de minerales, IMA. (Tomado de Brindley, G. Brown, G.1980).

Tabla 2.

Clasificación de filosilicatos relacionados con la arcilla.

Tipo de Capa	Grupo (x=Carga por unidad de fórmula)*	Subgrupo
1:1	Serpentinita-Caolinita ($x \sim 0$)	Serpentinita Caolinita
	Talco - Pirofilita ($x \sim 0$)	Talco Pirofilita
	Esmectita ($x \sim 0.2 - 0.6$)	Saponita Mortmorillonita
2:1	Vermiculita ($x \sim 0.6 - 0.9$)	Vermiculita trioctaédrica Vermiculita dioctaédrica
	Mica ($x \sim 1$)	Mica trioctaédrica Mica dioctaédrica
	Mica Frágil ($x \sim 0.2$)	Mica frágil trioctaédrica Mica frágil dioctaédrica
	Clorita (x variable)	Clorita trioctaédrica Clorita dioctaédrica Clorita di, trioctaédrica
2:1 Cintas invertidas	Sepiolita (x variable)	Sepiolita Paligorskita

*X se refiere a una unidad de fórmula $O_{10}(OH)_2$ para esmectita, vermiculita, mica y mica frágil

Nota: Tomado y modificado de Crystal structures of clay minerals and their X-Ray identification (Brindley, G. Brown, G. 1980)

Existe otra clasificación para las arcillas propuesta por Brade-Briks, con un poco menos de detalle, que se encarga de subdividir las en dos grandes tipos según sus propiedades cristalinas: las arcillas silicatadas y las arcillas de óxidos o hidróxidos. La primera contiene cuatro grupos principales y enuncia algunos ejemplos de minerales pertenecientes a cada grupo, mientras que la segunda se basa en subdividir en dos, hidróxidos de hierro (Fe) y Aluminio (Al) (Ver tabla 3).

Tabla 3.

Clasificación de Arcillas según propiedades cristalinas

Arcillas					
Silicatadas				Óxidos e hidróxidos	
Grupo Caolín	Grupo Montmorillonita	Grupo Micas Hidratadas	Grupo Esmectitas y Cloritas	Hierro (Fe)	Aluminio (Al)
Caolinita Dickita Anauxita Haloisita Metamaloisita	Montmorillonita Beidellita Montronita Hectorita Saponita Pirofilita	Illita Muscovita Seladomita Biotita Filita Glauconita Serospatita	Cloritas Vermiculita Sepiolita Atapusita		

Nota: Modificado de Brade-Briks, 1962

Con base en las propiedades cristalinas de las arcillas se han definido en forma más precisa cuatro grandes grupos de materiales silicatados: Caolinita, montmorillonita, micas hidratadas y el grupo las cloritas - vermiculita; mientras que entre las arcillas no silicatadas, se han clasificado a las de óxidos e hidróxidos de: hierro (goethita y limonita) y aluminio (gibbsite). Brade-Briks 1962.

Las arcillas silicatadas se forman con más frecuencia a partir de ciertos minerales como, feldespatos, micas, anfíboles y piroxenos y su transformación en arcillas considera dos procesos distintos. El primero, por alteración (intemperismo) y degradación físico-química de los minerales primarios, que para el caso de las arcillas se da por ataque químico, lo cual provoca una renovación de constituyentes solubles y sustitución de otros en su red cristalina. Por ejemplo, la alteración de la moscovita y su transformación a mica hidratada. La moscovita, mineral primario de tipo 2:1 es de estructura rígida. Al iniciarse el proceso de hidratación algunos átomos de K se pierden de la estructura cristalina y otras moléculas de H₂O entran en la red produciéndose un cristal menos rígido. También se incrementa relativamente el contenido de sílice en comparación con el aluminio lo que recibe el nombre de estrato silícico. El segundo por la descomposición de los minerales originarios y la posterior recristalización de algunos de sus productos de descomposición (Brade-Briks 1962).

La recristalización de las arcillas silícicas se da a partir de los productos de intemperización solubles y provenientes de otros minerales es aún más importante en la génesis de la arcilla que su propia alteración ejemplo de ello es la formación de caolinita a partir de soluciones que contienen alúmina y sílice soluble. El proceso de recristalización genera un cambio completo de la forma estructural de los minerales originarios y es el resultado de una intemperización mayor a la requerida en el proceso de alteración. Esta cristalización hace posible la formación de varias arcillas a partir de un sólo mineral dado u original; entonces el coloide silícico que se forma depende de las condiciones de intemperización y de los iones presentes en la solución meteorizada cuando ocurre la cristalización.

Las micas hidratadas, representadas por la illita, provienen de condiciones favorables de la alteración de las micas. Aparentemente sólo una leve alteración es necesaria para generar a la illita a partir de la mica. En otros casos la illita aparentemente se forma de minerales originales como los feldespatos potásicos por recristalización en presencia de abundante potasio. Aun la illita puede ser formada de la montmorillonita cuando ésta está en presencia de abundante potasio. Más común sin embargo, es la reacción inversa cuando la illita se intemperiza pasando a montmorillonita por pérdida de la mayor parte de su potasio (Ver figura 3). (Brade-Briks 1962.).

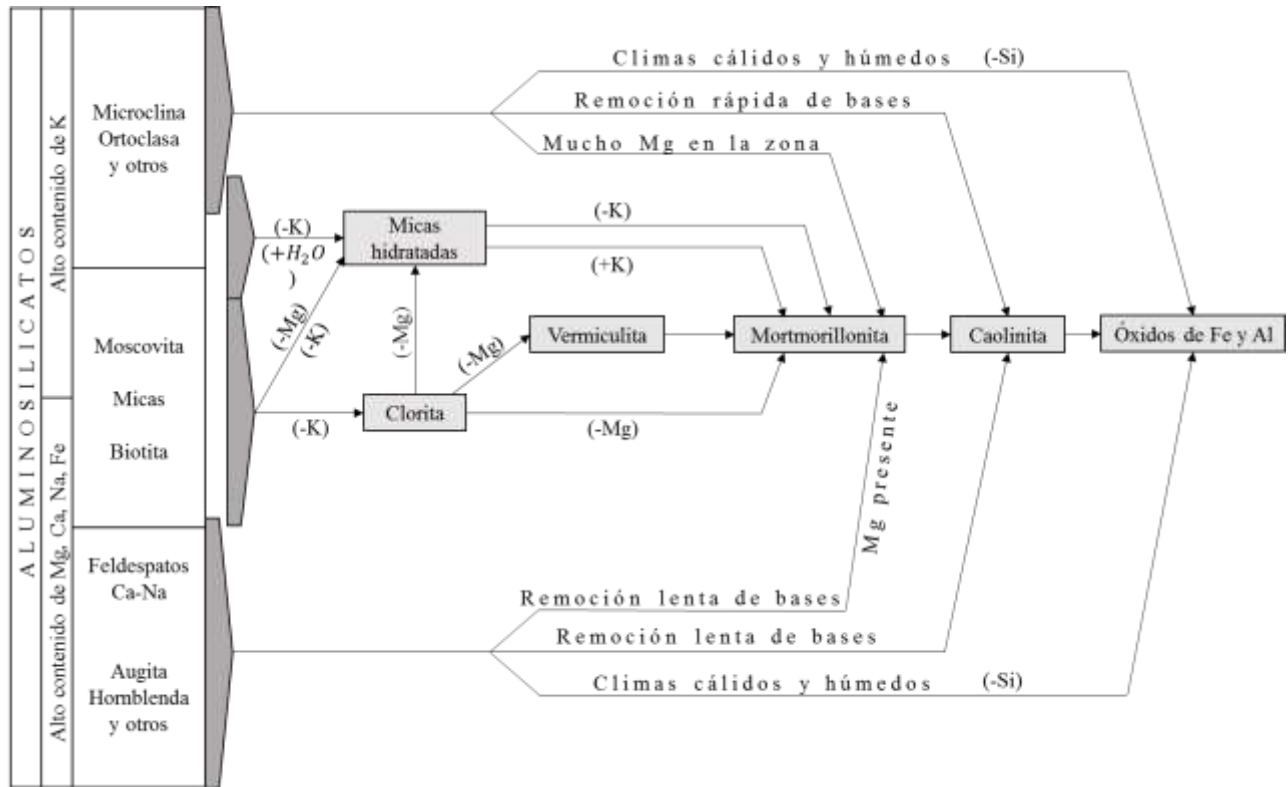


Figura 3. Condiciones generales para la formación de arcillas. Tomado y modificado de Brade-Birks, 1962

La clorita se forma por alteración de la biotita, una mica magnésica rica en Fe. En este cambio se pierde Mg, K y Fe. Una alteración posterior a la intemperización puede producir la illita o la vermiculita, que a su vez pueden ser alteradas pasando a montmorillonita; esta puede formarse por recristalización de varios minerales si las condiciones son las apropiadas como: condiciones de intemperización moderadas (comúnmente el paso de condiciones ácidas a alcalinas), una relativa abundancia de Mg y lixiviación moderada. Por alteración de otras arcillas silicatadas como la clorita, illita y vermiculita puede formarse también la montmorillonita (Brade-Briks, 1962).

La caolinita representa el estado más avanzado de intemperización que las otras arcillas solicitadas, ésta se forma por la descomposición de silicatos bajo condiciones de intemperización desde una moderada a fuerte acidez que produce la remoción de elementos alcalinos y alcalinotérreos. Los productos solubles de Al y Si pueden recristalizarse bajo determinadas condiciones y formar a la caolinita (Brade-Briks, 1962).

Por otro lado, para hablar de la importancia de las arcillas con óxidos hidratados de hierro (Fe) y aluminio (Al) hay que mencionar dos razones, la primera es que en regiones templadas se encuentran mezcladas con las arcillas silicatadas, y la segunda es que este tipo de coloides frecuentemente predomina en los trópicos. Por tanto, las arcillas clasificadas como óxidos hidratados de Fe y Al, se relacionan a las arcillas encontradas en los suelos, más que en las formaciones rocosas enmarcadas dentro de arcillolitas y limolitas. Muchos óxidos hidratados no son tan viscosos, plásticos y cohesivos como son los silicatos, por eso sus condiciones físicas son mejores (Brade-Briks, 1962).

2.4 Descripción de Ambientes con base en Mineralogía de Arcillas

Por medio de la caracterización mineralógica de rocas sedimentarias, y dentro del contexto del presente trabajo, en Arcillolitas y Limolitas, es posible realizar algunas consideraciones de tipo sedimentológico que den explicación a que ambiente primó durante su depositación, el nivel de energía de la misma, entre otros aspectos.

Algunas características relacionan ciertos minerales con ambientes de depositación, como por ejemplo la caolinita, se presenta relativamente menos abundante en sedimentos antiguos que en sedimentos más jóvenes (Grim, 1951). El registro de las zonas fronterizas clásticas más gruesas es mucho más propenso a ser destruido por la erosión que el del centro de la cuenca, entonces, estadísticamente, cuanto más viejo sea el periodo, debe ser más propenso a ser representado por depósitos lejanos a la costa. La caolinita presenta mayor abundancia en sedimentos continentales y cercanos a la costa, por tanto, hace escasa en sedimentos lejos de la costa (Gilluly, 1949).

La Caolinita se produce como resultado de una meteorización química intensa e indica la formación de suelos en el área fuente, bajo un clima húmedo subtropical a tropical con periodos de precipitación uniformes (Hallam, 1984).

Los sedimentos marinos, pobres en calcita, pero ricos en materia orgánica y sulfuros, son relativamente ricos en caolinita. La caolinita está formada por una reacción ácida en un medio anaerobio. Los shales negros marinos están compuestos predominantemente de capas mixtas de illita o montmorillonita y normalmente no contienen Caolinita o la contienen en un porcentaje menor al 10%. (Milot, 1953).

La montmorillonita, se encuentra en menor cantidad en sedimentos antiguos por lo que es entonces, cambiado por diagénesis a otros minerales arcillosos. Existe cierta duda en si el tiempo de diagénesis tiene algún efecto en la Montmorillonita. El material volcánico es la mayor fuente de Montmorillonita, mas no la única. (Grim en 1951).

La illita, para el caso de rocas Calizas, es el mineral arcilloso dominante que se les relaciona; generalmente se cree que existe alguna relación entre un ambiente calcáreo y la diagénesis de la illita. Cualquier mineral arcilloso, con la posible excepción de la caolinita, puede existir en abundancia en rocas carbonatadas.

La esmectita y los minerales interestratificados I/S se forman en una variedad de condiciones climáticas, pero la más importante está marcada por la alternancia entre una estación seca con una estación húmeda menos pronunciada, con temperaturas cálidas y escasa percolación (Singer, 1988).

Estos son solo algunos de los ejemplos que definen y relacionan la mineralogía en arcillas con ambientes de depositación; hay que tener mucho cuidado, puesto que los minerales relacionados con arcillas tienden a alterarse con mucha facilidad, lo que eleva en muchos casos las dudas acerca de si dichas alteraciones se produjeron al tiempo o después de la depositación de este material al consolidar la formación, por lo cual se recomienda consultar una buena cantidad de información que ayude a determinar, descartar y/o afianzar cualquier hipótesis que se tenga al respecto.

2.5 Técnicas Analíticas Avanzadas para la Determinación de Mineralogía en arcillas

Existen numerosas técnicas para la realización de estudios que establezcan composición y estructura de materiales, en el caso de la geología, para la determinación de mineralogía en rocas bien sea metamórficas, ígneas o sedimentarias; estos estudios van desde los tradicionales como lo son la descripción en muestra de mano con la ayuda de lupas de distintos aumentos, petrografía en secciones delgadas o muestra completa en determinados microscopios; pero también se encuentra en auge la implementación de técnicas analíticas avanzadas como lo son las aplicadas en el presente estudio, Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Difracción de Rayos X (DRX); la importancia de éstas dos técnicas radica en el nivel de detalle que se puede obtener de los estudios, además de la calidad en resultados.

Para efectos de la presente investigación las dos técnicas mencionadas al igual que la descripción inicial en muestra de mano, serán aplicadas en rocas sedimentarias, concretamente en las intercalaciones de Lodolitas y Arcillolitas, que forman parte de toda la secuencia estratigráfica de la Formación Floresta, y que hasta el momento solo han podido distinguirse por las diferencias en la aparición de fauna fósil y estructuras a lo largo de dicha secuencia, pero que según la literatura consultada, posee grandes vacíos respecto a la caracterización del material rocoso base en términos de su composición y estructura.

2.5.1 Microscopía Electrónica de Barrido. La técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), permite observar y caracterizar materiales tanto orgánicos como inorgánicos,

revelando información morfológica del material analizado y permite ver muchas de sus características internas. La microscopia electrónica de barrido o SEM se basa en el principio de la microscopia óptica en la que se sustituye el haz de luz por un haz de electrones. Con esto pueden lograrse una resolución de hasta 100 Å, lo cual resulta muy superior a cualquier instrumento óptico.

Su funcionamiento consiste en hacer incidir un barrido de haz de electrones sobre la muestra. La muestra (Excepto si es conductora), está generalmente recubierta con una capa muy fina de oro o carbón, lo que le otorga propiedades conductoras. La técnica de preparación de las muestras se denomina “sputtering” o pulverización catódica.

Cuando el haz alcanza la superficie de la muestra se generan principalmente: electrones retrodispersados y electrones secundarios, además de radiación electromagnética (rayos X) y otras partículas menos significativas. Los primeros, son electrones del haz incidente que han interactuado (colisionado) con los átomos de la muestra y han sido reflejados, mientras que los segundos son electrones de baja energía (decenas de eV) que resultan de la emisión por parte de los átomos constituyentes de la muestra (los más cercanos a la superficie) debido a la colisión con el haz incidente. La intensidad de ambas emisiones varía en función del ángulo que forma el haz incidente con la superficie del material, es decir depende de la topografía de la muestra.

Este proceso que se ha descrito, contiene elementos clave, como son el generador del barrido el cual está conectado tanto a las bobinas de recorrido que son las que generan el haz de

electrones que barren la muestra, así como con el tubo de rayos catódicos, el cual a su vez se encuentra relacionado al amplificador de señal, el cual magnifica lo percibido por el detector y de esta manera se puede visualizar la generalidad del proceso. El total de procesos que intervienen en el proceso de funcionamiento del Microscopio Electrónico de Barrido se muestran en el siguiente gráfico, (Ver Figura 4)

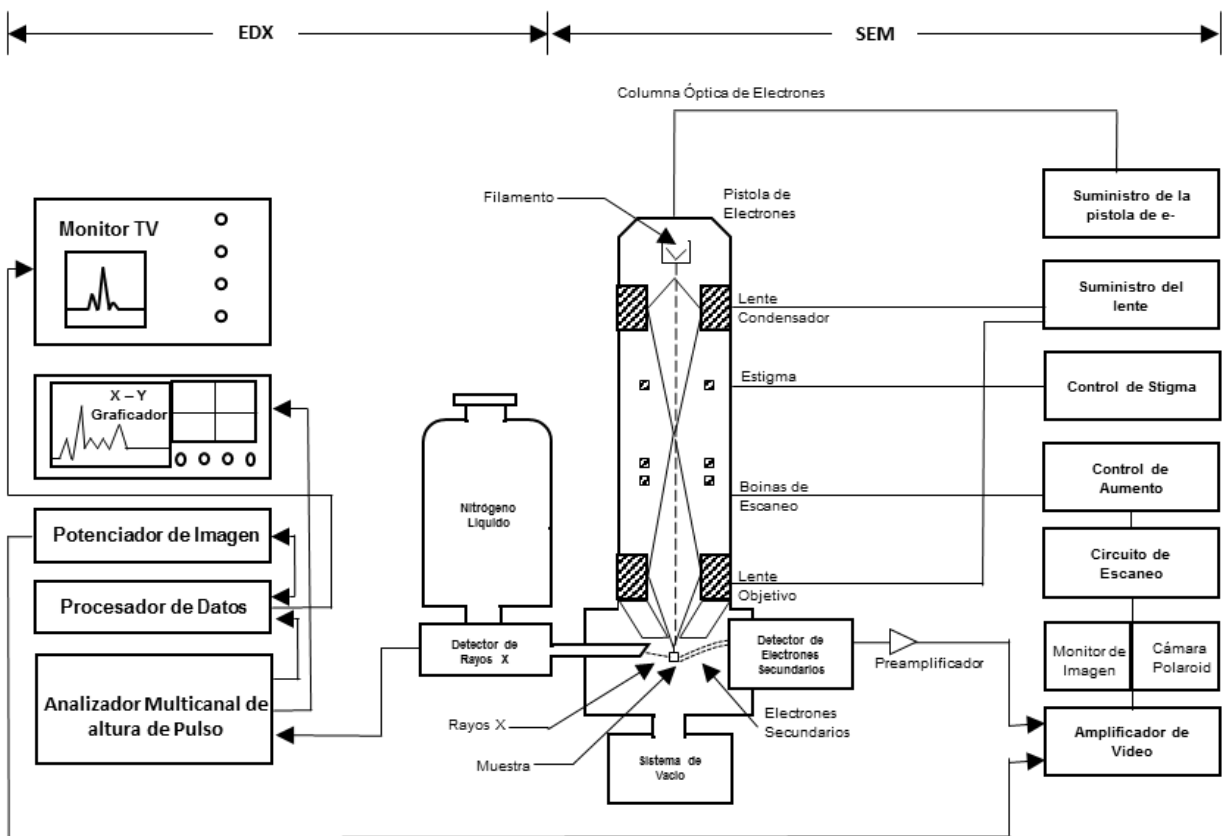


Figura 4. Esquema que muestra el sistema SEM / EDX. Modificado por Welton, de Beck, 1977, Traducido por el autor

El microscopio se encuentra internamente equipado con unos detectores que recogen la energía y la transforman en las siguientes imágenes y datos; el primero de estos es el detector de electrones secundarios (SEI – Secondary Electron Image) con el cual se obtienen imágenes de alta resolución. Otro de estos es el detector de electrones retrodispersados: (BEI – Backscattered Electron Image) que presenta menor resolución de imagen, pero mayor contraste para obtener la topografía de la superficie. Y, por último, está el detector de energía dispersiva: (EDS/EDX – Energy Dispersive Spectrometer) detecta los rayos X generados y permite realizar un análisis espectrográfico de la composición de la muestra.

2.5.1.1 Aplicación de la Técnica de Microscopía Electrónica de Barrido, en Reconocimiento de Minerales. El uso de la técnica de análisis instrumental SEM y su sistema EDS/EDX dentro de la geología, permite ir más allá de la información que se obtiene mediante otras técnicas analíticas pues por medio de ésta se puede echar un vistazo en los poros e identificar las fracciones más pequeñas y examinar la distribución que tienen en los poros estos minerales.

La preparación de la muestra para aplicar la técnica SEM es sencilla y además muestra resultados de mayor resolución con un rango más grande de amplificación (Welton, 1984). Otra de las ventajas de esta técnica es que requiere de un menor entrenamiento para realizar interpretaciones de los micrográficos y los espectros.

Hay que tener en cuenta que la técnica SEM no reemplaza otras técnicas analíticas, sino que por el contrario las complementa suministrando información diferente, la cual al ser usada en conjunto puede ayudar a una mejor caracterización de muestras de roca.

El método de identificación de minerales a través de SEM más usado y confiable es realizando una comparación entre las características morfológicas y la composición elemental que se determina por medio del sistema EDX.

El proceso para identificar cada pico del espectro EDX se realiza alineando la cima del pico con la escala de energía en KeV que se encuentra en el eje x de la gráfica; este número será comparado posteriormente con los valores que se encuentran en las tablas de energía de Rayos-X, en las que reposan los valores de energía de rayos x para cada elemento.

El siguiente paso en esta identificación, consiste en comparar la concentración relativa de los elementos con la morfología del cristal y la fórmula química del mineral que se sospecha y/o espera encontrar. La correlación de la altura de los picos de Si, Al, K y Ca, con la fórmula química es posible debido a que la altura de los picos es aproximadamente proporcional con su concentración. Sin embargo, se pueden presentar algunos problemas con la comparación de la altura de los picos y la concentración tanto para números atómicos bajos como altos.

Un problema que ocurre generalmente cuando se está tratando de identificar minerales delgados o pequeños, es que el haz de electrones es suficientemente fuerte para penetrar en la muestra y también en el material detrítico que subyacen al mineral. Esto provoca que los resultados muestren una detección débil de elementos del grano subyacente de manera adicional a los elementos del mineral delgado que se está estudiando. Por tanto, para identificar correctamente el mineral esta posibilidad debe ser tenida en cuenta.

Gracias a la información colectada del “SEM Petrology Atlas, Welton, J. Chevrón” y que se muestra a continuación, donde se destacan micrográficos de SEM y espectros EDS/EDX de los grupos de minerales arcillosos característicos en las rocas sedimentarias será posible analizar los resultados de la aplicación de la técnica SEM en las muestras colectadas para este trabajo.

Grupo Clorita; $(Mg, Al, Fe)_{12} [(Si, Al)_8 O_{20}] (OH)_{16}$. Se divide en varios subgrupos según las diferentes estructuras/texturas que pueden formar sus cristales; por ejemplo, se puede reconocer la Clorita Autogénica revistiendo poros que según el análisis EDX, produce los principales elementos Si, Al, Mg Y Fe y la cantidad de hierro es altamente variable; (en este ejemplo en particular la clorita es rica en hierro). (Ver Figura 5_A) En algunos casos se pueden observar áreas sin estas texturas que corresponden a las áreas de contacto con el grano anterior (es decir, el grano que eran antes de ser alterados) y se reconocen por estar desprovistas de clorito.

Se reconoce asimismo la Clorita Autigénica tipo roseta revistiendo poros que se caracteriza por tener cristales euédricos pseudo-hexagonales de aproximadamente 2 a 5 μm en diámetro y menos de 1 μm en su grosor. Según el análisis EDX indica una clorita rica en hierro que contiene los elementos principales Si, Al, Mg y Fe; en este caso el análisis EDX de los elementos principales y la altura relativa de sus picos es muy importante pues de lo contrario el mineral podría ser confundido con otros minerales tipo roseta (Ver Figura 5_B).

Están también los Cristales Autigénicos de Clorita llenando parcialmente un poro (Ver figura 5_C), con cristales individuales pseudo-hexagonales con bordes irregulares en los que el tamaño varía entre 10 y 4 μm en diámetro y menos de 1 μm de grosor. El análisis EDX produce un espectro típico de clorita rica en hierro. El análisis de SEM indica que la clorita contiene $\approx 32\%$ en peso de FeO. Este tipo de arcilla es sensible a tratamientos con HCl.

Se distinguen también en este grupo los “Cluters” o racimos de forma alargada a discos, en cristales autigénicos de clorita, llenando parcialmente una depresión con un grano detrítico alterado (Ver figura 5_D), donde los Cristales individuales de clorita son de aproximadamente 1 a 2 μm de diámetro con bordes redondeados. El espectro EDX contiene los elementos típicos de la clorita: Si, Al, Mg y Ca. Aquí, Na y Ca son contaminantes provenientes de los granos detríticos de K-Feldespatos y de los cristales de halita cercanos. La presencia de Cu se reporta a causa del montaje.

Además, se pueden reconocer plaquetas de clorita autigénica con bordes rasgados apilados cara a cara en una rara estructura tipo colmena (Ver figura 5_E), donde los cristales individuales son circulares con bordes lobados o festoneados. Los tamaños varían de 1 a 5 μm en diámetro. El análisis EDX produce un espectro típico de clorita, incluyendo abundante Fe. La clorita es formada en una depresión con un fragmento de roca granítico alterado.

Por último, se tiene la Biotita Cloritizada llenando poros (Ver Figura 5_F); en la imagen, la identificación de la clorita como el mineral que llena los poros es basado en el análisis SEM/EDX de la morfología y la composición química. El relleno del poro consiste en escamas individuales de clorita orientadas cara a cara y alineadas paralelas a los planos originales de la biotita. En el análisis EDX se revela un espectro de Clorita que contiene los elementos principales Si, Al, Mg y Fe.

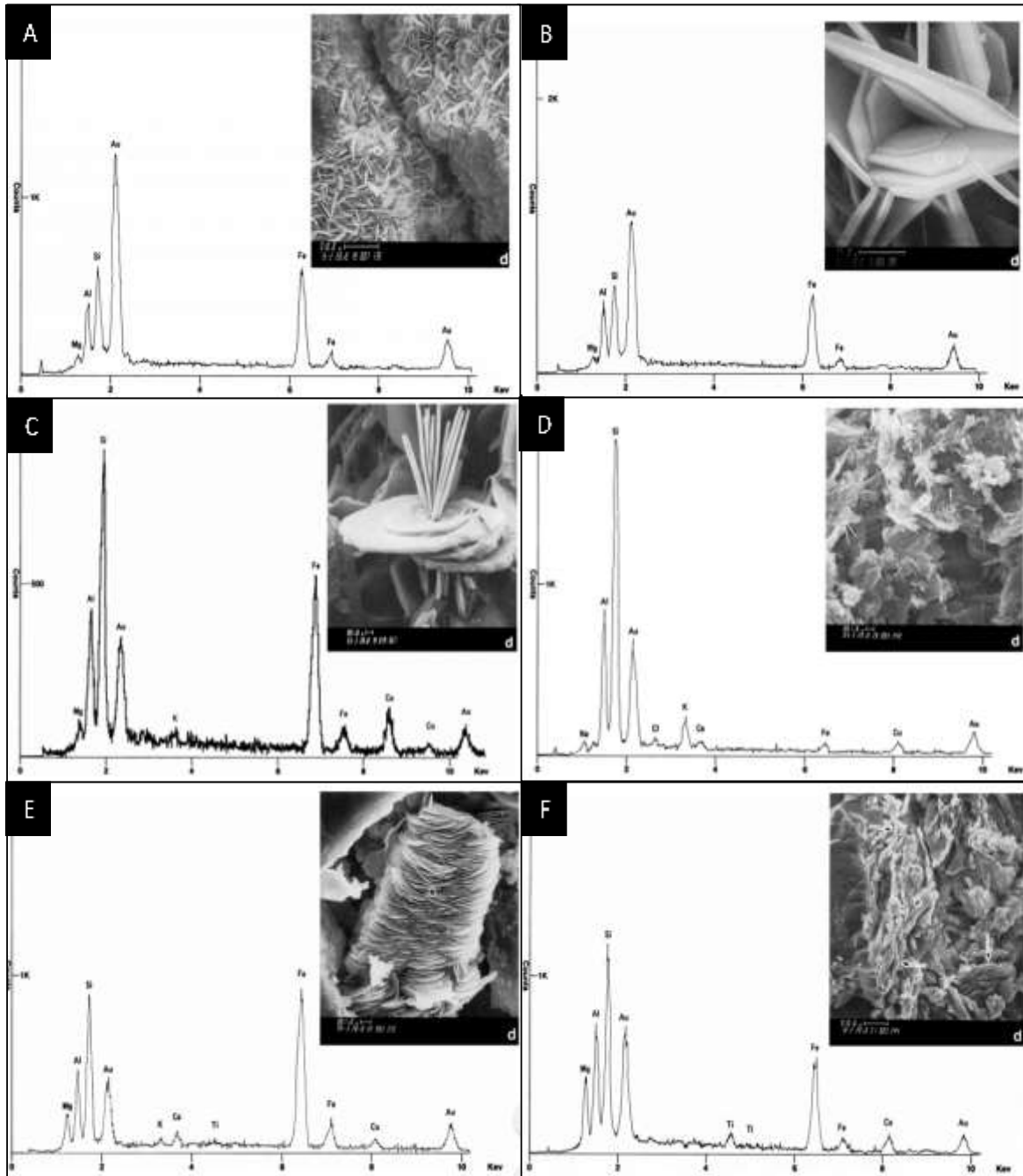


Figura 5. Micrográficos de SEM y espectros EDS/EDX del grupo Clorita. A: Clorita Autogénica revistiendo poros. B: Clorita Autogénica tipo roseta revistiendo poros. C: Cristales Autogénicos de Clorita llenando parcialmente un poro. D: “Cluters” o racimos de forma alargada a discos, en cristales autogénicos de clorita, llenando parcialmente una depresión con un grano detrítico

alterado. E: plaquetas de clorita autigénica con bordes rasgados apilados cara a cara en una rara estructura tipo colmena. F: Biotita Cloritizada llenando poros. Tomado de SEM Petrology Atlas, Welton, J.

Grupo Illita; $K_{1-1.5}Al_4[Si_{7-6.5}Al_{1-1.5}O_{20}](OH)_4$. Este mineral puede presentarse de tres maneras, la primera, cementando granos de cuarzo detrítico y calcita, se denomina illita autigénica (I) y piritita (P). El análisis EDX de la illita (Ver Figura 6_A) produce los principales elementos: Si, Al y K con una menor cantidad de Mg, Ca y Fe. Cabe anotar que en el espectro EDX de la illita, la altura relativa del pico de K es usualmente menos que la del Al, esto contrasta con el feldespato-K, donde los picos de K y Al son iguales en altura.

Otra forma está reportada es en granos de cuarzo detrítico (Q) que son revestidos con filamentos de illita autogénica, bordeando y puentando poros. Según el análisis EDX, produce los mayores elementos Si, Al y K con menor cantidad de Mg (ver Figura 6_B). En la imagen, el hierro (Fe) detectado, es probablemente debido a revestimientos de óxido de hierro amorfo.

En tercer lugar, se tiene la illita detrítica masiva (Ver figura 6_C), compuesta de plaquetas de arcilla irregulares en forma de escamas orientadas paralelamente entre sí. La morfología escamosa de esta illita detrítica no es única para la illita, por tanto, esto no ayuda a identificar esta arcilla, la identificación más exacta se basa en el análisis de difracción de rayos-x y soportada por el análisis EDX.

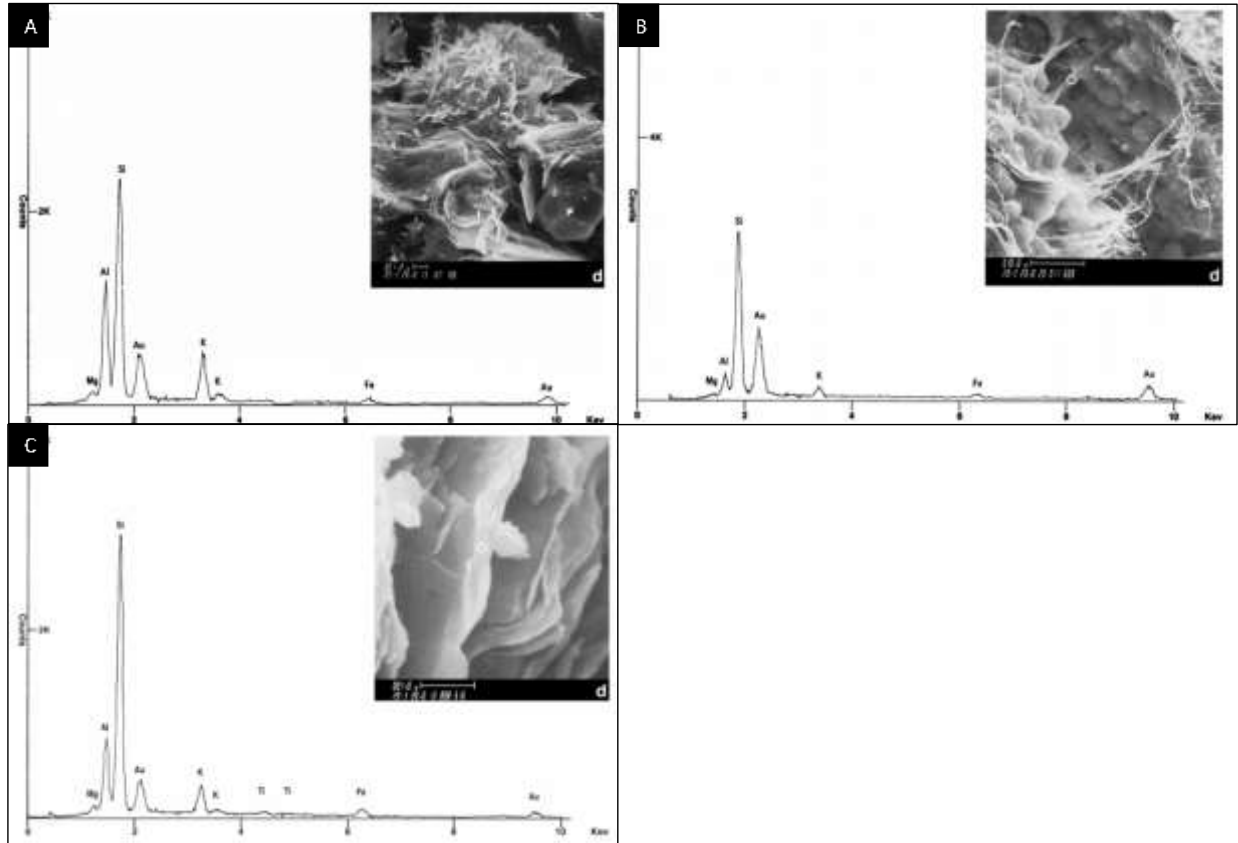


Figura 6. Micrográficos de SEM y espectros EDS/EDX del grupo Illita. A: illita autigénica cementando granos de cuarzo detrítico y calcita. B: granos de cuarzo detrítico que son revestidos con filamentos de illita autigénica, bordeando y puentando poros. C: illita detrítica masiva. Tomado de SEM Petrology Atlas, Welton, J.

Grupo Caolinita; $Al_4[Si_4O_{10}](OH)_8$. Este grupo destaca por tener cinco formas reportadas para este mineral. La primera, es la Caolinita autigénica bien cristalizada (Ver Figura_7A), que se encuentra llenando poros parcialmente. El análisis EDX refleja alturas de picos cercanamente iguales para Si y Al, lo cual confirma la presencia de caolinita. También se distingue la Caolinita llenando poros, tipo bloque (Ver Figura 7_B), en la cual, se puede apreciar la morfología de bloque, y el espectro EDX típico de caolinita es diagnóstico. Por otro lado, está

la Caolinita Vermiforme en un grano de cuarzo detrítico (Ver figura 7_C), su morfología vermiforme, combinada con un espectro EDX típico de caolinita es distintivo. Otro tipo refiere a la Caolinita de bordes rasgados, llenando poros (Ver Figura 7_D), cuyo análisis EDX produce un espectro de caolinita típico caracterizado por altura de picos de Si y Al cercanamente iguales y ningún otro catión. Y, por último, la Caolinita Vermicular Masiva (Ver Figura 7_E), en ella se aprecia el hábito de cristal vermiforme y un espectro EDX de caolinita son distintivo (excepto por la presencia de Ti).

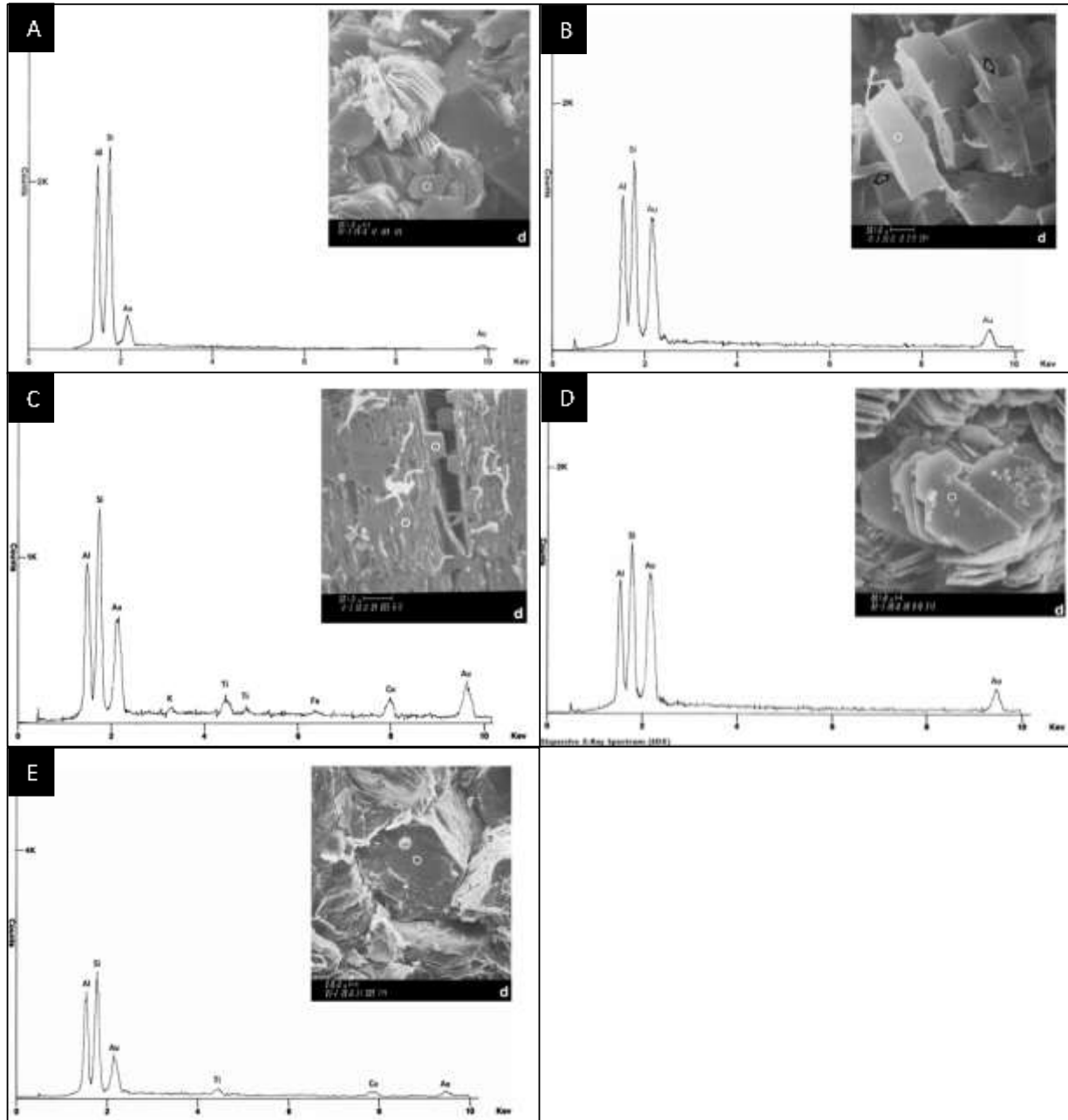


Figura 7. Micrográficos de SEM y espectros EDS/EDX del grupo Illita. A: Caolinita autogénica bien cristalizada. B: Caolinita llenando poros tipo bloque. C: Caolinita Vermiforme en grano de cuarzo detrítico. D: Caolinita de bordes rasgados llenando poros. E: Caolinita Vermicular Masiva. Tomado de SEM Petrology Atlas, Welton, J.

Grupo Halloysita; $Al_2O_3 \cdot SiO_2 \cdot 4H_2O$. Se identifican y reconocen como varillas o tubos de Halloysita revistiendo poros (Ver Figura 8). Poseen hábito tubular y un espectro EDX típico de tipo Caolinita, caracterizado por tener altura de los picos de Si y Al cercanamente iguales, son diagnósticos.

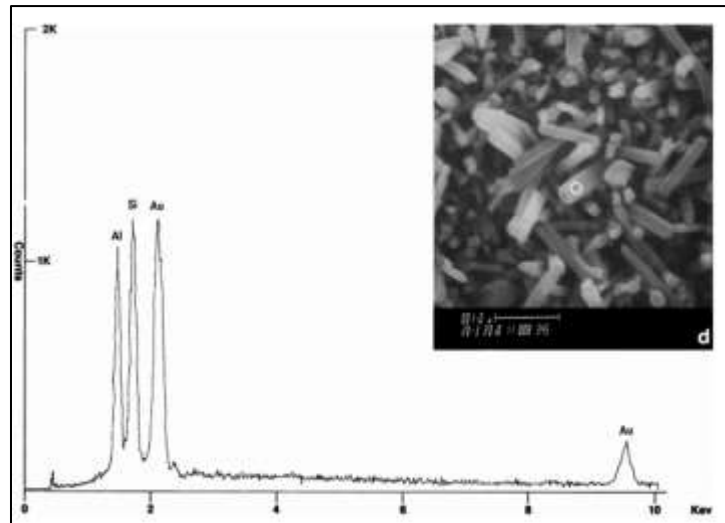


Figura 8. Micrográficos de SEM y espectros EDS/EDX de la Halloysita. Tomado de SEM Petrology Atlas, Welton, J.

Grupo Illita-Esmectita; Se distinguen dos tipos, las primeras se definen como cintas delgadas de arcilla illita-esmectita filamentosa, llenando parcialmente y puentando poros entre los granos de cuarzo detrítico (Ver Figura 9_A). Las arcillas de capas mezcladas son difíciles de identificar en SEM, Debido a que las arcillas de capas intercaladas están compuestas de más de un tipo de arcilla, la composición y la morfología son bastante variables. El análisis EDX muestra los principales elementos Si, Al, K, Ca, Mg y Fe. Pero S, Cl, Na y posiblemente algo de

Fe que se muestra aquí no son consistentes para la illita-esmectita, y son contaminantes de minerales adyacentes como la piritita y la halita. La identificación de esta arcilla es basada en el análisis de difracción de rayos X (DRX) y no con SEM/EDX.

En este grupo también se encuentra la illita-esmectita filamentosa mezclada con caolinita en bloque (K) (Ver Figura 9_B) adyacente a crecimientos excesivos de cuarzo autogénico (Q) bien desarrollado, llenando poros: La identificación de capas mezcladas de arcilla es basada en el análisis de difracción de rayos X (DRX) y substanciado por la morfología filamentosa y el espectro EDX que contiene Si, Al y K. La interpretación del espectro EDX de arcillas delgadas como la illita-esmectita es de dificultad debido a la penetración del haz de electrones a través de la arcilla en el sustrato subyacente, produciendo un espectro EDX compuesto. En este caso la altura de pico de Al relativa a Si es mucho más alto de lo esperado de un espectro aislado de illita-esmectita. La examinación con EDX en el sitio del análisis EDX muestra “books” o libros de caolinita, los cuales probablemente contribuyen al Al adicional del análisis EDX.

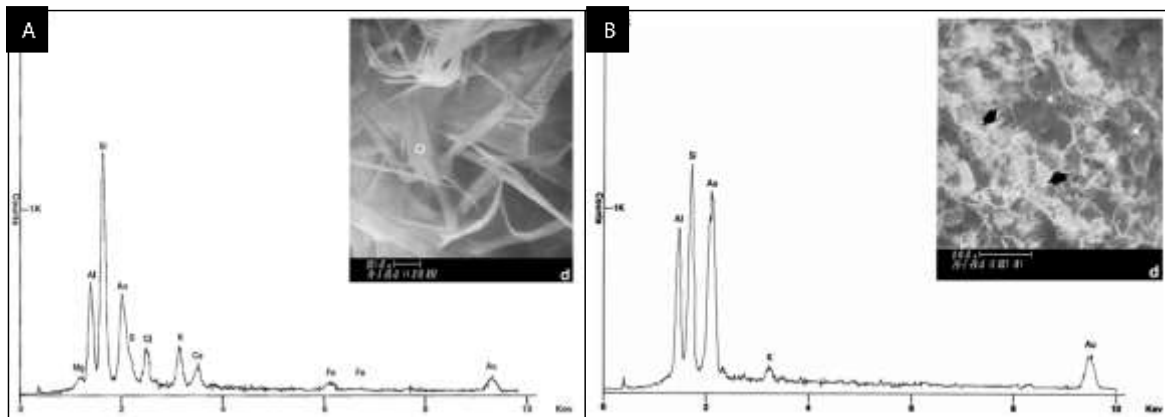


Figura 9. Micrográficos de SEM y espectros EDS/EDX del grupo Illita-Esmectita A: Cintas delgadas de arcilla Illita-Esmectita filamentosa, llenando parcialmente y puentando poros entre los granos de cuarzo detrítico. B: illita-esmectita filamentosa mezclada con caolinita en bloque. Tomado de SEM Petrology Atlas, Welton, J.

Grupo Esmectita; $(\frac{1}{2}Ca, Na)_{0.7}(Al, Mg, Fe)_4[(Si, Al)_8O_{20}] \cdot nH_2O$. En este grupo se distinguen seis tipos de esmectitas. La primera es la Esmectita (S) autogénica bien desarrollada y altamente crenulada (Ver Figura 10_A), revistiendo parcialmente un grano de cuarzo detrítico. La identificación precisa de la arcilla es basada en el análisis de difracción de rayos X (DRX) soportada por el hábito webby y el espectro EDX que muestra los principales elementos de la Esmectita (Si, Al, Ca, Mg, Fe y K).

Para el caso de la Esmectita Webby o altamente crenulada revistiendo y puentando poros (Ver Figura 10_B); La identificación de la arcilla es basada en el análisis de difracción de rayos X (DRX). La morfología webby y el espectro EDX son consistentes con la identificación de la esmectita. Esta muestra en particular contiene una gran cantidad de K, posiblemente de un feldespato suprayacente.

Otro tipo es la Esmectita ligeramente crenulada a escamosa, recubriendo un grano detrítico (Ver Figura 10_C) también denominada Esmectita 100% expandible; La escamosa o crenulada morfología y el espectro EDX produciendo los principales elementos Si, Al, Mg, Ca y Fe son consistentes con la identificación de la Esmectita, pero por si solo no son los

suficientemente definitivos para identificar positivamente esta capa de arcilla. La identificación precisa es basada en el análisis de difracción de rayos X.

Se tiene también, la Esmectita de bordes rasgados, ligeramente crenulada y rica en sodio (Ver Figura 10_D), llenando poros. La morfología de estas arcillas no es distintiva y puede ser confundida con otros minerales arcillosos sin difracción de rayos X adicional o datos químicos.

También se tiene la Bentonita (toba volcánica alterada) compuesta por esmectita con bordes irregulares (Ver figura 10_E), crenulados a escamosos; la morfología de estas arcillas no es diagnóstica. O el caso de la Bentonita compuesta de esmectita crenulada y rica en sodio (Ver Figura 10_F) cuya morfología crenulada soporta la identificación de la esmectita, y se necesita de información química adicional para identificar la arcilla.

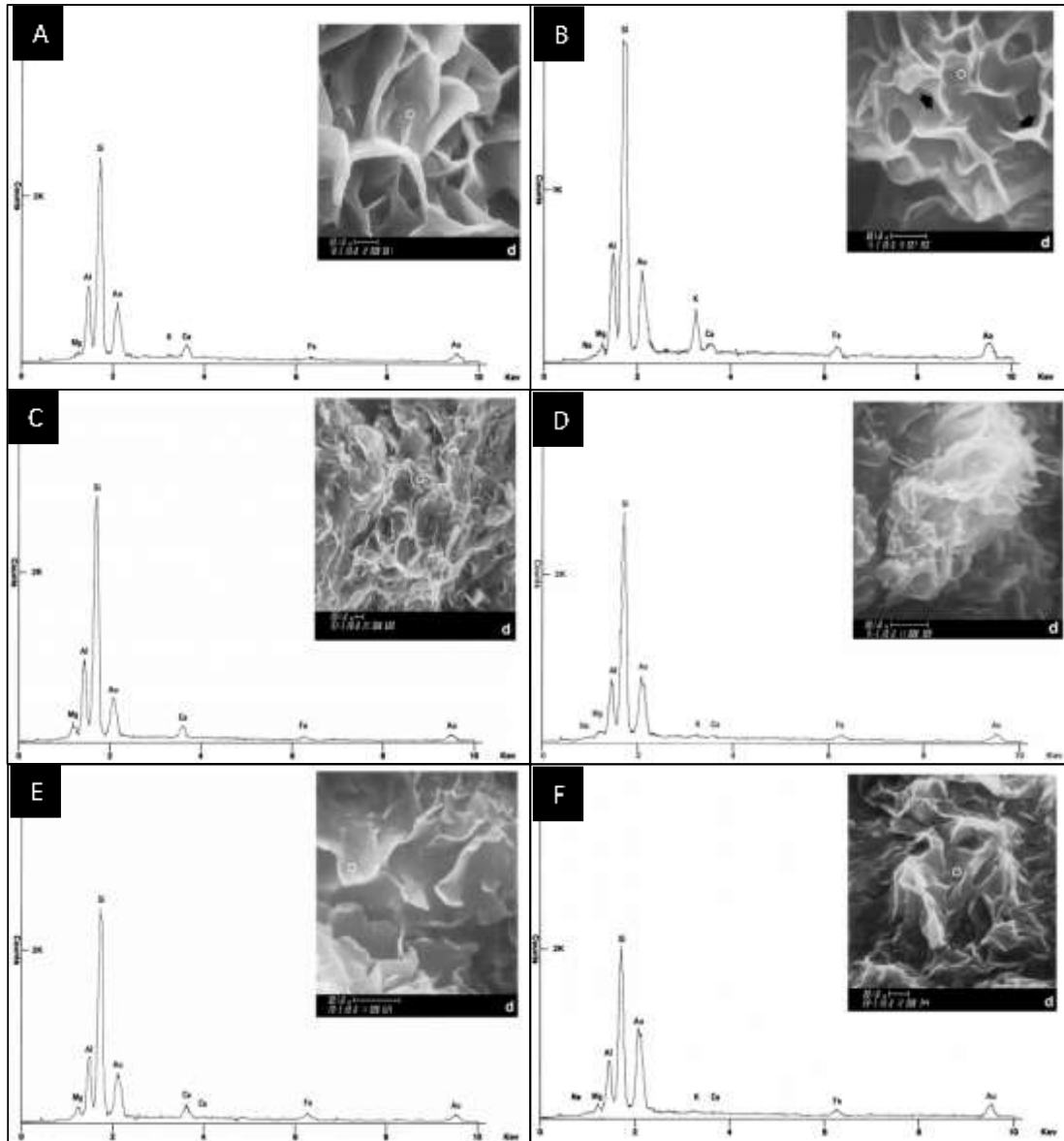


Figura 10. Micrográficos de SEM y espectros EDS/EDX del grupo Esmectita. A: Esmectita autógena bien desarrollada y altamente crenulada. B: Esmectita Webby. C: Esmectita ligeramente crenulada a escamosa. D: Esmectita de bordes rasgados, ligeramente crenulada. E: Bentonita (toba volcánica alterada) compuesta por esmectita con bordes irregulares. F: Bentonita compuesta de esmectita crenulada y rica en sodio. Tomado de SEM Petrology Atlas, Welton, J.

2.5.1.2 Procedimiento de Preparación de Muestras para Análisis de Arcillas aplicando Técnica de SEM. El proceso de preparación de muestras para análisis de SEM es bastante sencillo, se deben tener en cuenta dos aspectos importantes, el primero es que el tamaño de la muestra debe ser del orden cercano a 1cm^3 , donde que la cara que será barrida en la roca debe ser lo más plana o regular posible para poder ser leída por el microscopio electrónico de barrido; el segundo aspecto es definir previamente si la muestra de roca es o no conductora, esto con el fin de concretar si se debe realizar recubrimiento bien sea con Carbono u Oro, para que esta tome propiedades conductoras debido que es un requerimiento del equipo y de la técnica, y en ese caso se debe proceder a realizar dicho recubrimiento de las muestras en un equipo especial para este proceso

Una vez finalizado el procedimiento de recubrimiento, las muestras se deben asegurar y acomodar por medio de una cinta y papel aluminio en un porta muestras propio del equipo, que luego del recubrimiento, se deben ubicar y asegurar dentro de una bandeja interna del microscopio. Paso seguido se procede a realizar el vacío interno del equipo, y de esta manera ya se podrá aplicar la técnica SEM.

2.5.2. Difracción de Rayos-X (DRX). Wilhelm Conrad Röntgen, físico alemán de la Universidad de Würzburg, descubrió una radiación que tenía la propiedad de penetrar los cuerpos opacos, su descubrimiento se dio mientras experimentaba con un tubo de rayos catódicos, el cual produjo rayos tenues que causaban que una pantalla fluoreciera (Abraham, 2009). Dicho tubo Röntgen lo rodeó con un grueso cartón y volvió a encender los rayos, y

cuando se dio cuenta, una segunda pantalla dentro de la habitación estaba encendida; él siguió experimentando y se dio cuenta que los rayos traspasaban las paredes de la habitación, como en su momento no se sabía la naturaleza de estos rayos, él decidió llamarlos “Rayos X” (Abraham, 2009).

Los rayos X son radiación electromagnética de longitud de onda corta que se producen cuando se desaceleran los electrones de alta energía o por transiciones de electrones que están en los orbitales internos de los átomos (Skoog et al., 2008). Su energía dentro del espectro electromagnético está situada entre el lejano ultravioleta y los rayos gama, la energía de los rayos X convencionalmente es expresada en kiloelectronvoltio (keV) (Meléndez y Camacho, 2009). Los valores de las longitudes de onda de los rayos X están entre aproximadamente 10^{-5} Å a 100 Å (Skoog et al., 2008).

La técnica de Difracción de Rayos-X (DRX), funciona haciendo incidir un haz de rayos x sobre un material, lo cual provoca que los átomos que lo conforman, dispersen la onda incidente; entonces se produce un fenómeno de interferencia que será destructivo o constructivo para las diferentes direcciones de incidencia, a esto es a lo que se le conoce como fenómeno de difracción. La información aquí obtenida, se traduce en dos aspectos diferentes, primero revela la geometría de las direcciones de difracción, esto da información acerca del sistema cristalino; además la intensidad de los rayos difractados al estar íntimamente relacionados con la naturaleza de los átomos y su ubicación dentro de la red cristalina, revelan información tridimensional sobre la estructura interna del cristal.

La difracción de rayos X ha proporcionado un medio adecuado y práctico para la identificación cualitativa de compuestos cristalinos y sobre el ordenamiento y espaciado de los átomos en materiales cristalinos.

El método de difracción de rayos X en general y en particular de polvo cristalino es el único método analítico capaz de suministrar información cualitativa y cuantitativa sobre los compuestos cristalinos presentes en un sólido, basándose en el hecho de que cada sustancia cristalina presenta un diagrama de difracción único. Así, pueden compararse un diagrama de una muestra desconocida y el de una muestra patrón, y determinar su identidad y composición química. (María Victoria Curia, 2010).

2.5.2.1 Aplicación de la Técnica Instrumental de Difracción de Rayos X en Reconocimiento De Minerales. El proceso de adquisición y uso de los datos a partir de la técnica de difracción de Rayos-x aplicados a la identificación y análisis de minerales arcillosos debe ser cuidadoso por tres razones; la primera es que no todos los minerales de la fracción de tamaño arcilla son necesariamente minerales arcillosos, la segunda es que casi siempre hay más de una muestra o tipo de roca dentro de la fracción analizada, y la tercera refiere a que, aunque la difracción de Rayos-x es bastante poderosa, es una técnica que debe ser complementada con el uso y aplicación de otras técnicas analíticas, (Moore, D. Reynolds, R. 1997).

La aplicación de esta técnica, permite dos niveles de análisis, cualitativo y cuantitativo, y la aplicación del uno o el otro dependerá del tiempo disponible y la naturaleza y objetivos del proyecto; Para el caso del análisis cualitativo se manejan diferentes niveles y parámetros que

podrían evaluarse, pero si el análisis es de tipo cuantitativo solo se podrá buscar un único nivel que se reflejará en cifras porcentuales de los materiales que componen la fracción analizada, por lo cual se requiere de gran experiencia, práctica y habilidades en la toma y manejo de los datos.

El proceso de identificación cualitativa comienza buscando un mineral que pueda explicar el o los picos fuertes, después se confirma la elección encontrando la posición de los picos más débiles para el mismo mineral los cuales luego serán eliminados de la consideración. La identificación de minerales se hace con los picos más fuertes y sus respectivos picos débiles que los confirmen; esto se hará hasta terminar de identificar cada uno de los picos en el espectro arrojado luego de la aplicación de la difracción. Cabe mencionar que la identificación de los picos, se hace teniendo en cuenta la literatura existente, donde se muestren los patrones y valores de referencia en perfiles de difracción de rayos-x y su definición para cada mineral, sea arcilloso o no; esto quiere decir que cada mineral tiene un perfil característico con valores ya establecidos y que sirven de referencia en el proceso de identificación de los distintos minerales que componen la fracción rocosa (Moore, D. Reynolds, R. 1997).

Un ejemplo de lo anteriormente expuesto es el caso del Cuarzo (Qtz) que, aunque no es un mineral arcilloso, está frecuentemente presente en las fracciones de tamaño arcilla; este mineral, tiene su pico más fuerte en $26.65^\circ 2\theta$ para $\text{CuK}\alpha$; al identificar este pico dentro del perfil, entonces se puede observar un segundo pico intenso en la posición $20.85^\circ 2\theta$ el cual es característico de este mineral. Los picos del cuarzo dentro de estos perfiles son invariantes, debido a que la estructura de éste tolera sustituciones atómicas no significativas, entonces el

patrón del Cuarzo es un estándar construido que sirve de referencia para estimar la frecuencia y precisión de la posición de los picos para así determinar las otras fases presentes.

Por tanto, es necesario tener una buena base de datos de trazos de difracción de Rayos-x de los minerales que se esperarían encontrar en la fracción a examinar. Comparar trazos de perfiles de minerales desconocidos con aquellos que ya son conocidos o identificados, es un procedimiento rápido, efectivo y preciso.

En su libro “*X-Ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals*”, Moore, D y Reynolds, R, realizan grandes aportes en cuanto a la identificación de patrones para la determinación de minerales a partir de los espectros de difracción, dichos aportes se muestran a continuación. Según los autores, los patrones de difracción de minerales arcillosos contienen una gran cantidad de caracteres, que son manifestados por la posición de los picos, la intensidad, la forma y la amplitud. La posición de los picos, es determinada por la ley de Bragg, la cual se escribe así: $n\lambda = 2d\sin(\theta)$. Ahora bien, si el análisis es en una dimensión “*l*” debe ser sustituida por “*n*”, y la ecuación quedaría: $l\lambda = 2d\sin(\theta)$.

Entonces, ahora se tendrían dos constantes, $d=d(001)$ y λ . Y si θ es pequeño el ángulo puede ser sustituido por su seno y se tendría un resultado del trabajo de $\theta = l(\text{constante})$; esta ecuación significa que a ángulos de difracción pequeños varios miembros de la serie $00l$ son equidistantes. La mayoría de los picos importantes de arcilla son a valores de 2θ de 40 o menos,

por lo tanto, θ es 20° o menos y el valor es suficientemente pequeño para encajar con el argumento anterior en una buena aproximación.

En la práctica una regla es innecesaria, simplemente sosteniendo los dedos a una separación fija correcta es suficiente para identificar las diferentes reflexiones que pertenecen al mismo mineral arcilloso. La intensidad del pico es controlada por la composición química, la posición de los átomos en la celda unitaria y algunas características de la muestra. La amplitud del pico para las reflexiones $00l$ es inversamente proporcional a la dimensión medida (en Å) normal a los planos de difracción en un dominio ópticamente coherente, es decir, mientras más delgados los cristales (igual dominio), más amplios son sus picos.

Por amplitud, nosotros queremos decir, lo ancho de la máxima difracción o el pico a la mitad de su altura por encima del segundo plano. Minerales bien cristalizados como el cuarzo para el cual los dominios son miles de Å, producen líneas agudas en las cuales la amplitud depende solamente de las distorsiones ópticas inherentes al aparato de difracción. Pero a medida que el tamaño del dominio se vuelve pequeño, ocurre una notable ampliación de la línea y es fácilmente evidente en los patrones de difracción de minerales arcillosos para los cuales el dominio óptico es unos tantos cientos de Å de menor grosor.

La importancia de la línea de amplitud para un análisis cualitativo es que ésta nos cuenta en un vistazo cuales reflexiones son debidos a minerales arcillosos y cuáles pueden ser signadas a otros minerales como el cuarzo, calcita, zeolita, etc. Adicionalmente, todos los miembros de la

serie $00l$ de una especie dada, tienen la misma amplitud (a bajos 2θ), entonces si el patrón contiene líneas amplias (>0.2 o hasta 0.3°), algunos de los cuales han sido más amplias que otras, la muestra contiene más de un tipo de mineral arcilloso.

Por ejemplo, la presencia de cristales gruesos de Illita (I), se representan en el gráfico con picos agudos, delgados cristales de caolinita (K) representados con picos amplios, y la presencia de cuarzo se muestra como picos muy muy agudos (ver figura 11).

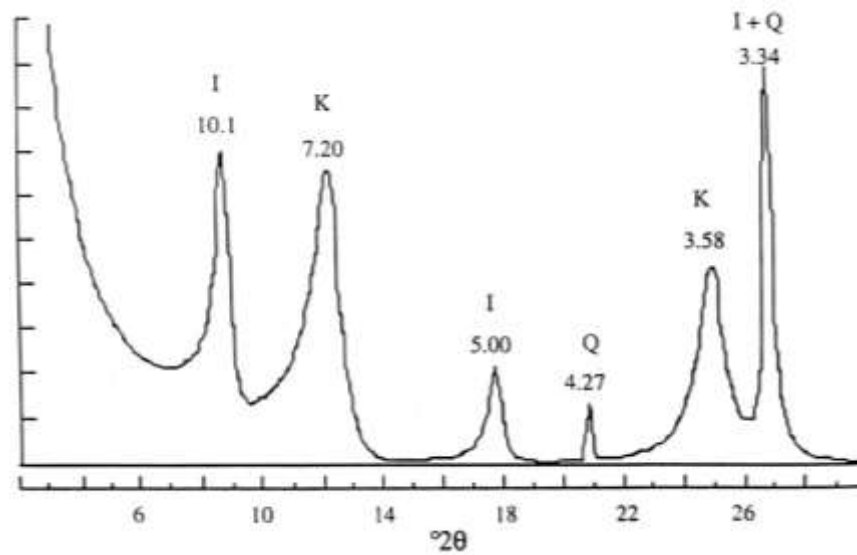


Figura 11. Mezcla de Illita (I), Caolinita (K) y Cuarzo (Q). Tomado de Moore, D. Reynolds, R. 1997.

De esta gráfica se puede concluir, que la muestra posee dos minerales de arcilla y uno no arcilloso. La regla de los puntos equidistantes del gráfico $00l$ muestra que los picos anchos pertenecen a una serie y los picos agudos a otra.

La identificación de minerales arcillosos en un perfil de difracción puede ser lograda por una consideración cuidadosa de la posición de los picos y de las intensidades a partir de la comparación con valores y perfiles publicados en distinta literatura. Su identificación es un procedimiento simple, mucho más simple que el análisis cualitativo de polvo de roca (Bulk), que puede contener muchos minerales, cada uno de los cuales tener un patrón complicado que produce muchas interferencias en los picos de otros minerales.

Para algunas muestras, ciertos picos permanecerán después de que otros hayan sido asignados a minerales identificados, luego un segundo nivel de investigación es necesario para identificar minerales poco familiares o exóticos.

Muchas identificaciones pueden estar comprometidas por interferencias en los picos que excluyen o al menos complican el enfoque simple descrito anteriormente, y por tanto el material debe ser sujeto a uno o más tratamientos químicos y reexaminado por difracción de rayos x, por ejemplo, agregar etilenglicol a la muestra, o someterla a calcinación. A continuación, se examinarán patrones de difracción de varios minerales arcillosos, se indicarán las interferencias comunes y se sugerirán formas de tratarlas.

En la siguiente grafica (Ver figura 12) se muestran dos perfiles de difracción característicos para la Illita y la Glauconita respectivamente, son perfiles similares en forma, pero difieren en sus valores de intensidad, los cuales son mayores para la Illita, además el perfil de la glauconita no presenta la reflexión 002 que si tiene la Illita en el valor aproximado de 2θ entre 17 y 18° .

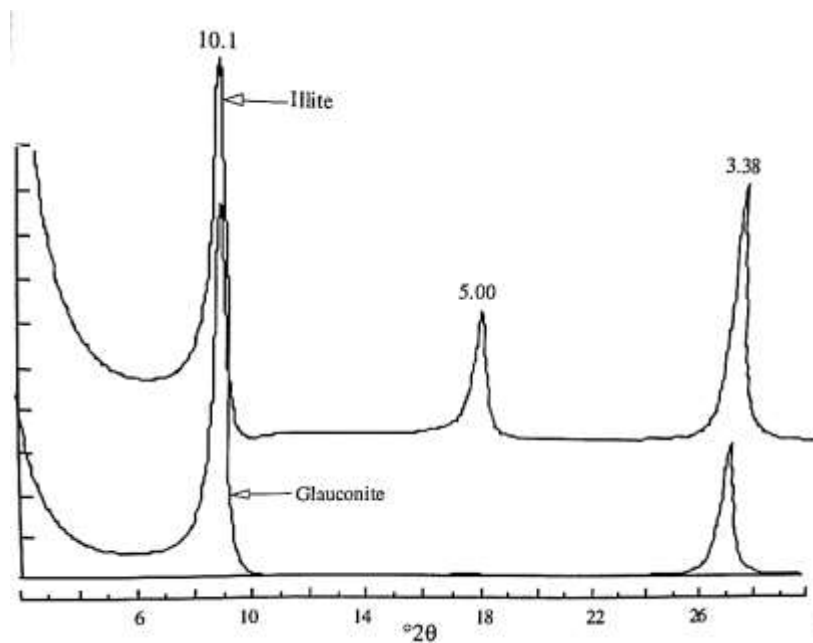


Figura 12. Perfil de DRx para illita y glauconita. Tomado de Moore, D. Reynolds, R. 1997.

La clorita y la caolinita tienen diferentes estructuras y ocurrencias geológicas, la clorita tiene series basálticas con picos de difracción superpuestos o cercanamente superpuestos en las series $00l$ de la caolinita. Las cloritas con alta cantidad de hierro tienen débiles reflexiones de orden impar, tan débiles, que el pico 001 es fácilmente escondido o no se nota, entonces la distinción entre clorita y caolinita es más difícil cuando las cloritas ricas en hierro están presentes.

La mayoría de caolinitas tienen el pico 002 a $24,9^\circ 2\theta$ y las cloritas comunes tienen su reflexión 004 aproximadamente a $25,1^\circ 2\theta$. Las líneas pueden ser agudas si los cristales son gruesos, y si lo son, se puede ver con resolución o con resolución parcial de las dos.

En algunas muestras, la evidencia que existen estas dos fases (Clorita y Caolinita) es sugerida por un pico de mayor amplitud en $25^\circ 2\theta$ que el que se presenta en $12,5^\circ 2\theta$. Si se

encuentran grandes concentraciones de las dos fases, el mejor método de identificación es buscar la caolinita 003 y la clorita 003. (Ver figura 13).

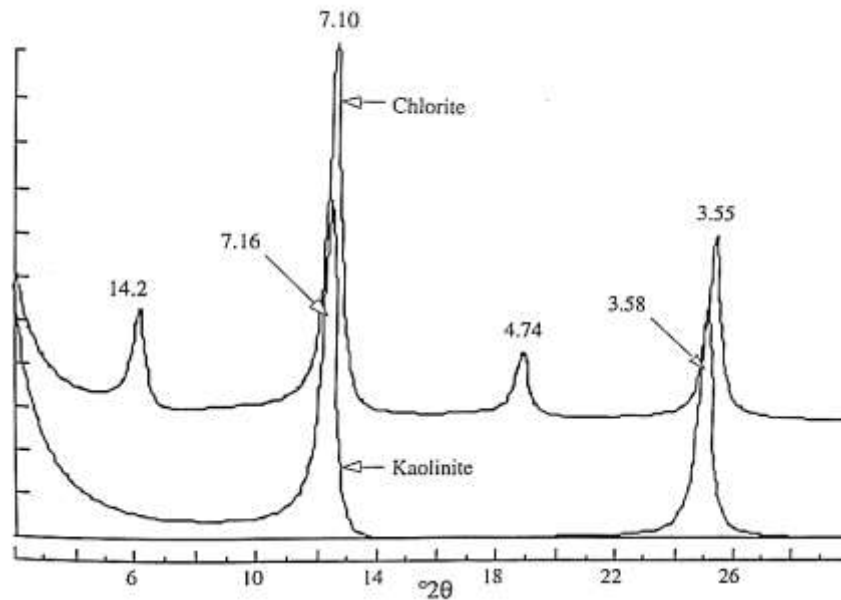


Figura 13. Caolinita y clorita rica en Fe. Tomado de Moore, D. Reynolds, R. 1997.

Una dificultad surge cuando sólo las reflexiones débiles están presentes en $12,5$ y $25^\circ 2\theta$. Tal muestra podría contener solamente caolinita, solamente clorita, o una mezcla de los dos. En esta situación, la muestra puede ser tratada químicamente o calentada y luego reexaminada. El calentamiento del clorito a 550°C durante 1 h provoca la deshidroxilación de la lámina de hidróxido con cambios consecutivos en el patrón de difracción. La intensidad de la reflexión 001 usualmente incrementa y cambia hasta ser cerca de 6.3 o $6.4^\circ 2\theta$ y la reflexiones 002, 003 y 004 son mucho más débiles, pero no eliminadas. A esta temperatura la caolinita se convierte en morfa para los rayos x y su patrón de difracción desaparece. Con esta prueba se puede sugerir

que la clorita está presente y la caolinita ausente, o que la caolinita está presente y la clorita ausente, pero no da resultados completos si en la muestra está presentes la caolinita y a clorita, por tanto, se requiere hacer un procedimiento adicional. Una alícuota de la muestra debe ser hervida por dos horas en 1N HCl, este paso disuelve la mayoría de cloritas y cualquier pico residual a 12.5 y $25^{\circ}2\theta$ indica la presencia de caolinita. Existe un método definitivo para determinar mezclas de caolinita y clorita y únicamente la dificultad de su aplicación lo hace no rutinario. La caolinita puede ser expandida por ciertos reactivos que forman fuertes enlaces de hidrogeno (MacEwan y Wilson, 1980).

La caolinita expandida produce un cambio y un patrón de difracción reconocible que no es interferido por la clorita entonces la presencia de cualquiera de las dos fases puede ser determinada con certeza. El estudio de las muestras antes y después de este tipo de tratamientos, permite estimar la contribución en la difracción de la clorita, halloysita, caolinita y en cualquier mezcla de minerales arcillosos intercalados que produzcan posibles interferencias en $12^{\circ} 2\theta$.

Las intensidades relativas de las series de clorita 00l pueden ser usadas para determinar el contenido total de minerales pesados del mineral así mismo como la distribución de los minerales pesados.

Al analizar el patrón de difracción de una muestra de vermiculita-Mg, esta luce muy parecida ya sea que se analice seca o después de usar glicol, asumiendo que ésta es la forma saturada Mg que es común para la mayoría de vermiculitas. La vermiculita saturada con Na

muestra un gran pico en la región de $7^\circ 2\theta$, entonces si existe la duda se satura la muestra con Mg y se reanaliza. La definición aceptada de vermiculita es operacional y requiere que la vermiculita con Mg retenga un $d(001)$ un 14.5 \AA después de la solvatación glicerol, no etilenglicol, mientras la esmectita produce un pico de primer orden cerca de 17.7 \AA ($5^\circ 2\theta$) después de este tratamiento.

Se encontrarán muestras en las que se producen espacios intermedios entre 14.5 y 17.7 \AA con glicerol y que colapsan a 10 \AA después de la saturación con K en la condición de aire seco (Walker, 1958). Entonces, estos deben ser minerales de arcilla expandibles en los cuales las cargas de las capas son intermedias entre vermiculita y esmectita, o son estructuras de capas mixtas, actualmente estos minerales son poco entendidos. La reflexión 001 de la vermiculita es intensa, permitiendo la detección de muy pequeñas cantidades.

Los problemas aparecen cuando pequeñas cantidades de vermiculita son mezcladas con clorita. Las reflexiones 001 de la clorita y la vermiculita interfieren, pero esta dificultad es fácil de resolver al saturar la mezcla con K o calentarla a 300°C por una hora y hacer un nuevo patrón de difracción. Este tratamiento colapsa la vermiculita a 10 \AA , remueve las interferencias en 001 y cambia el patrón de difracción de la vermiculita a uno similar a la glauconita y biotita (la reflexión 002 es muy débil), (Ver figura 14).

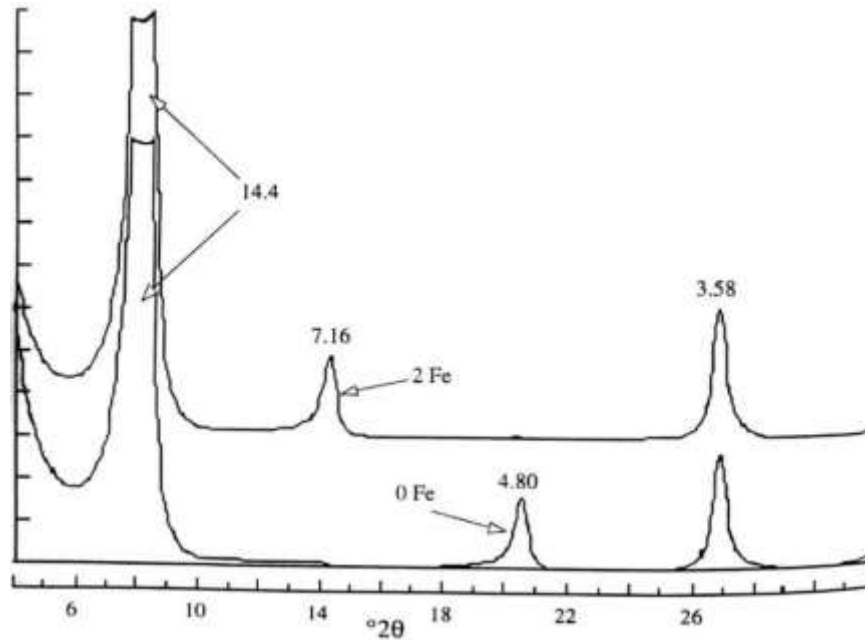


Figura 14. Mg-vermiculita trioctaédrica secada al aire. Tomado de Moore, D. Reynolds, R. 1997.

La esmectita es fácil de reconocer por medio de la comparación de patrones de difracción de preparaciones de aire seco y de etilenglicol. Las preparaciones tratadas con glicol dan una muy fuerte reflexión en 001 cercana a $5.2^\circ 2\theta$ (16.9 \AA) el cual en condiciones de aire seco cambia a ser cerca de 6° (15 \AA) si la arcilla es saturada con un ion divalente y equilibrada con aire a temperatura ambiente y humedad moderada.

La identificación de la confirmación, si es necesaria, es realizada por la saturación con K, y se secada a 300°C . Este tratamiento colapsa la esmectita a 10 \AA produciendo un patrón similar al de la illita. La mayor dificultad al identificar la esmectita es determinar si el mineral esta intercalado con illita. (Ver figura 15)

Pequeñas cantidades de interstratificación de illita muestra un cambio en el pico 003 a ángulos de difracción más altos. Infortunadamente todas las esmectitas solvatadas en glicol no producen una $d(001)$ de 16.9 Å, y un delgado espaciamiento en el gráfico del glicol también desplaza la reflexión 003 (Srodon, 1980). Para establecer la presencia de diferentes grosores de glicol se deben medir cuidadosamente las posiciones $00l$ y probarlas para un $d(001)$ consistente por medio de la ley de Bragg.

Si el patrón de difracción es racional, el desplazamiento del pico no puede ser debido a la interstratificación. Las reflexiones 002 y las de mayor orden son relativamente débiles y puede que no sean detectables en el patrón de difracción a menos que la muestra contenga significativas cantidades de esmectita. Si las reflexiones de mayor orden no son detectables, alguna información útil puede ser obtenida de la forma de la reflexión 001 de la muestra solventada con etilenglicol, la cual será ancha con un alto desnivelado ángulo bajo si las intercalaciones de illita están presentes.

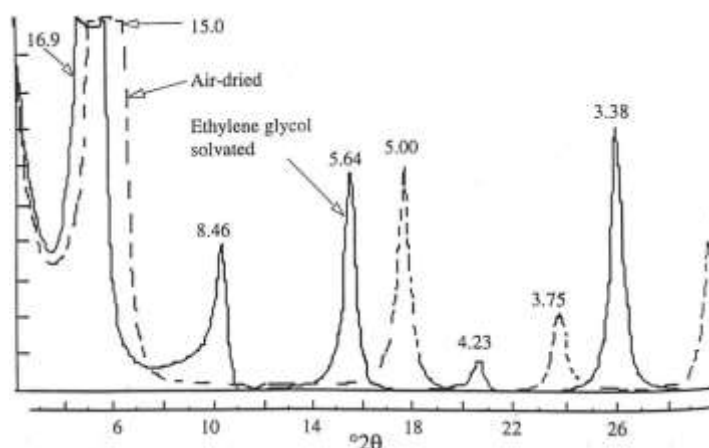


Figura 15. Montmorillonita en los estados: secados al aire y etilenglicol. Tomado de Moore, D. Reynolds, R. 1997.

2.5.2.2. *Procedimiento para la Preparación de Muestras en Análisis de Arcillas por DRX.* El procedimiento de preparación de muestras para la aplicación de la técnica de Difracción de Rayos-X consta de tres fases (A, B y C) como se que se describen a continuación.

Para el desarrollo de la Fase A, es necesario contar con muestra disgregada previamente (100g aprox), un vaso de preparación con capacidad de más de 500ml, una barra agitadora, una mufla magnética doble función (agitador y calentar), una probeta de 1000ml, manguera, vaso porta muestra de 200ml, portaobjetos. Para comenzar el proceso de preparación de muestras, se debe separar un 80% de muestra aproximadamente para esta Fase A (El restante se almacenará para la fase B); ahora bien, dentro del vaso de preparación se vierten 500mL de agua y se añade la muestra disgregada, paso seguido se coloca dentro también la barra agitadora y se ubica el vaso sobre la superficie de la mufla magnética (a 0°C) y se procede a accionar la perilla que controla la velocidad de agitación (La mufla genera un campo magnético que induce el movimiento de la barra dentro del vaso), la idea es controlar la velocidad de agitación, de manera que el movimiento sea constante y se logre dispersar toda la muestra dentro del agua, hasta que quede la mayor cantidad de partículas de arcilla en suspensión (Tiempo aproximado de 30 a 40 minutos), durante este proceso de agitación será necesario agregar pirofosfato de sodio para que se acaben de separar algunos de los granos que se encuentren más adheridos entre sí. Después del tiempo sugerido previamente mencionado, la velocidad de agitación debe bajarse hasta hacerla cero, y de esta manera dejar reposar durante 5 minutos la mezcla, esto hará que las partículas más grandes y pesadas se precipiten al fondo del vaso, dejando en suspensión solo las partículas más finas, arcillas. Luego de esto y con el mayor cuidado de no agitar el contenido del vaso de preparación, se deberá pasar dicho contenido de agua + arcillas a la probeta y agregar

agua hasta completar un volumen de 1000mL para luego proceder a sellar la probeta con plástico para evitar que su contenido sea contaminado y dejar en completo reposo durante 12 horas. Transcurrido ese tiempo, se procede a succionar con una manguera un volumen de 100mL hacia un recipiente con tapa, del cual, paso seguido y con ayuda de una pipeta, se adiciona sobre cada portaobjeto hasta cubrir su superficie en totalidad al tiempo que se somete a una temperatura entre los 40 y 50°C proporcionada por la mufla. Lo siguiente sería colocar los portaobjetos con muestra, en unos porta-muestras especiales para introducir dentro del equipo de lectura del DRX.

Para la Fase B, se deben preparar las muestras para una prueba DRX denominada “Bulk”, realizada sobre las muestras en fracción polvo, por tanto, se debe tomar la muestra que se separó desde la Fase A, y con ayuda de un mortero de ágata, se procede a macerar hasta obtener tamaños de partícula muy finos, homogenizando toda la porción de muestra con que se cuenta. Luego de tenerla homogenizada, será necesario tomar aproximadamente un gramo de muestra, y volver a macerar en el mortero, de forma que se disminuya aún más el tamaño de las partículas. El siguiente paso, será realizar el proceso de tamizado con ayuda de una malla tamaño 400, previamente sometida a limpieza por ultrasonido; a través de dicha malla se deberá pasar la porción de muestra seleccionada en el paso anterior. El material obtenido luego de esto, será colocado sobre un porta-muestras especial del equipó de lectura DRX, cuidando que la superficie sea completamente plana para que el equipo pueda realizar sin contratiempos el procedimiento.

Existe una Fase C, que se realiza según los resultados arrojados por las pruebas de las Fases A y B; aquí se pondrán las muestras bajo una atmosfera de etilenglicol para que estas se

impregnen o se someterán las muestras a calcinar a temperaturas entre los 300 y 500°C. La idea es identificar los minerales que comparten iguales picos en condiciones normales pero que difieren al aplicar alguna de las dos opciones ya mencionadas; estas se realizan con muestras en portaobjetos tal cual como se prepararon al final de la Fase A. Luego de esto, vuelven a colocarse los portaobjetos en los porta muestras para lectura del equipo de DRX. En el caso de las muestras a calcinar, éstas laminas portaobjetos se disponen sobre baldosas para llevar al horno, y luego de ello, si se someten a la lectura dentro del equipo de DRX.

3. Marco Geológico

El presente trabajo de investigación se centra en el estudio de la mineralogía de las arcillolitas y lodolitas presentes en parte del registro del devónico colombiano, específicamente en la Formación Floresta, la cual hace parte del Macizo de Floresta en el departamento de Boyacá. A continuación, se presenta una síntesis sobre la geología local.

3.1. Localización del área de estudio

El presente estudio se realizó en el municipio de Floresta, Departamento de Boyacá, al centro-orientado del territorio colombiano; región en la que afloran rocas de la Formación Floresta, objeto de este proyecto, perteneciente al Macizo de Floresta, localizado en la Cordillera Oriental de Los Andes en su paso por Colombia. (Ver Figura 16).

El Municipio de Floresta, limita al Norte con los municipios de Santa Rosa de Viterbo, Cerinza y Beteitiva, al orientado con Busbanzá y Corrales; y hacia el sur con Nobsa.

La recolección de muestras de esta investigación se realizó en afloramientos localizados en la localidad de Floresta, específicamente en las veredas Tablón, Tenería y Chuscales, además

en el Sector Monticello y sobre la vía que comunica a Tobasía con el municipio de Santa Rosa de Viterbo.

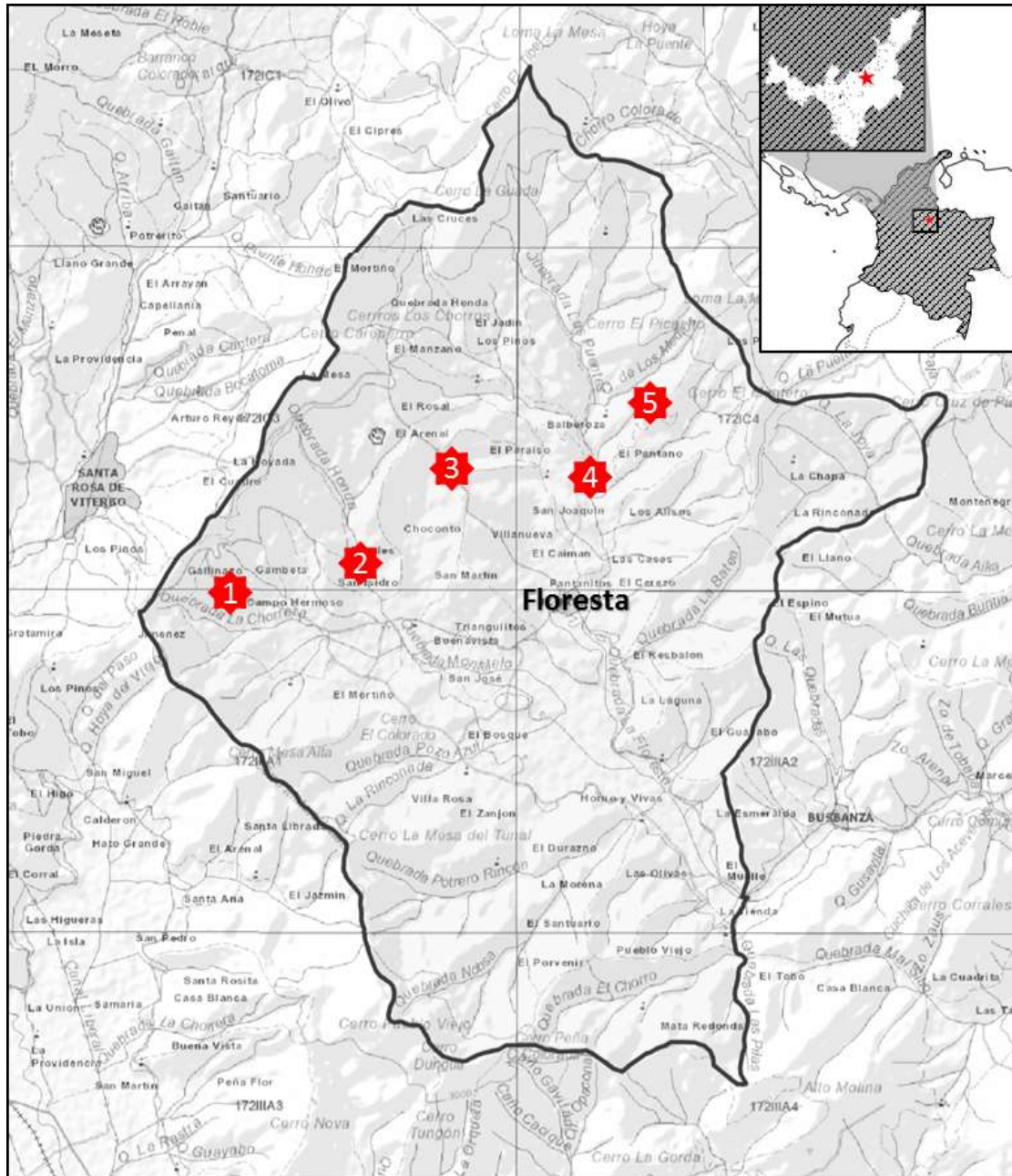


Figura 16. Localización geográfica del área de estudio. Se identifican con números los sectores de recolección de muestras 1: Vía Floresta – Santa Rosa de Viterbo. 2: Sector Monticello. 3:

Vereda Tablón 4: Vereda Chuscales. 5: Vereda Tenería Baja. Tomado y modificado de Instituto Geográfico Agustín Codazzi.

3.2. Geología local

El registro del Devónico en la región noroeste de América del Sur se encuentra formando parte de algunos macizos precámbricos, específicamente hacia el sector norte de la cordillera Oriental de Colombia, donde destacan los Macizos de Quetame, Floresta y Santander, aunque también se reporta en la Serranía de Perijá; En Venezuela también hay reporte de éste en la Cordillera de Mérida.

Durante el Silúrico Inferior al Devónico Superior, en el margen noroccidental de Gondwana se presenta un régimen extensivo que obedece posiblemente a un cambio en la dirección de la subducción bajo este sector, inducida por una rotación en sentido horario del continente para este tiempo, al tiempo que en la hoy denominada Cordillera Oriental, se facilita la formación de grábenes al generar de nuevo una inversión tectónica negativa, lo que a su vez produce que las fallas extensivas de la primera y segunda generación presenten de nuevo una conducta extensiva. En este escenario se produce una sedimentación relacionada a un mar epicontinental estrecho que se ubicaba en la zona de contacto entre el Bloque Andino y el Cratón Amazónico (Chicangana, G & Kammer, A. 2013).

El mapa a continuación ilustra la distribución de facies a través del fanerozoico de Colombia, específicamente para el Paleozoico Superior; acá la Formación Floresta se identifica dentro de un ambiente marino de aguas poco profundas con dominio de rocas clásticas (Ver Figura 17).

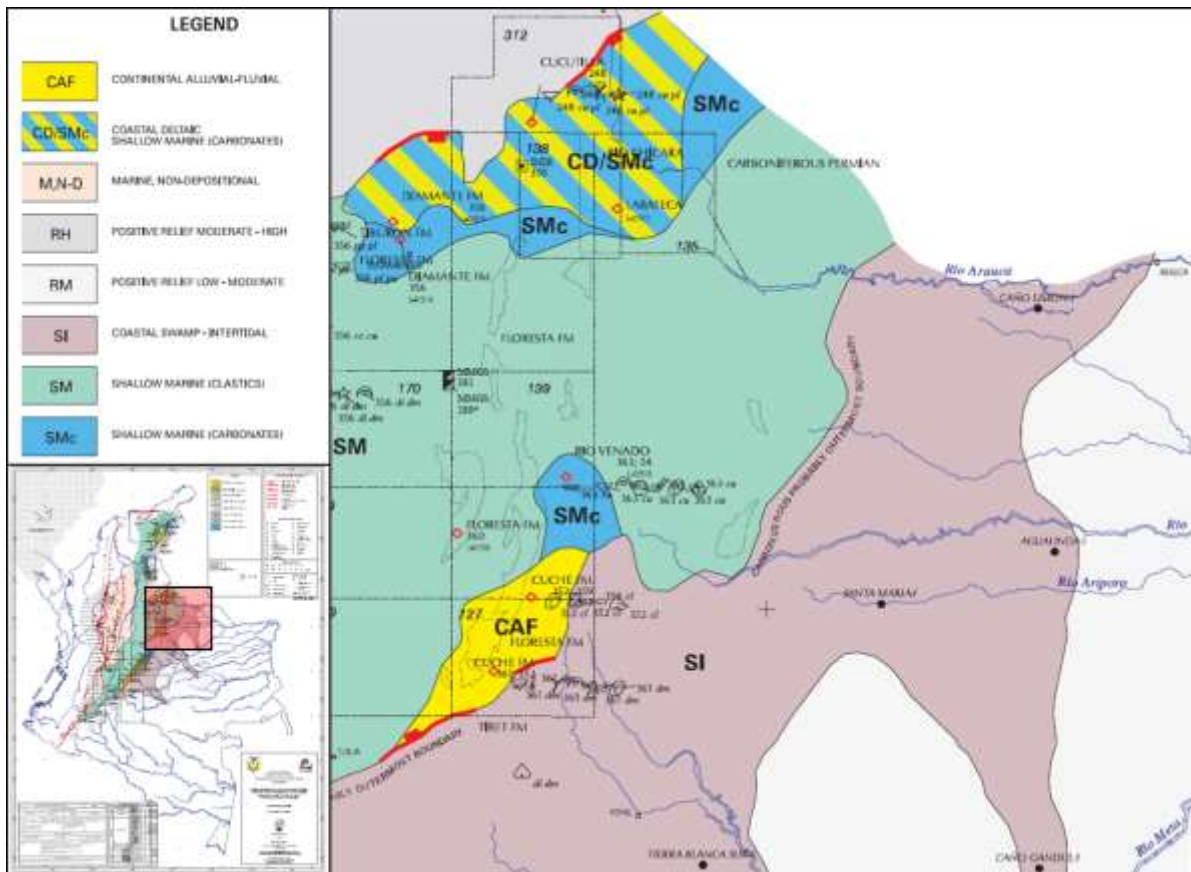


Figura 17. Distribución de facies y ámbito tectónico a través del fanerozoico de Colombia, Paleozoico Superior. Cediél et al. INGEOMINAS, 1997

El Macizo de Floresta constituye un anticlinorio que se emplaza en el sector central de la Cordillera Oriental, concretamente en el departamento de Boyacá; es una estructura regional formada por rocas metamórficas referidas a la Formación Silgara y granitos de 471 ± 22 M.a

(INGEOMINAS, 1986). Al igual que otros macizos de la Cordillera Oriental Colombiana, el de Floresta (Botero 1950, Cediél 1976) contiene un núcleo cristalino compuesto por metamorfitas predevonianas (esquistos micáceo-cordieríticos y filitas) cortadas por intrusiones graníticas paleozoicas. Sobre el zócalo se encuentran sedimentitas del Devoniano-Carboniano relacionadas a las Formaciones: El Tíbet, Floresta y Cuche, recubiertas discordantemente por unidades mesozoicas que incluyen el Jurásico Superior en facies de "red-beds" asociadas a la Formación Girón y sedimentos cretácicos marinos que, a su vez, reposan también de manera discordante unas veces sobre el Paleozoico y otras sobre el Jurásico. Esta estructura está limitada al Occidente por la Falla de Boyacá y al Oriente por la Falla de Soapaga (Mojica y Villarroel, 1984), esta última de tipo inverso, con orientación NNE-SSW (Colombia Round 08, Informe de Prospectividad. ANH-UNAL, 2008).

El macizo de Floresta forma parte de una cadena de macizos antiguos; está delimitado por las fallas de Boyacá, al occidente y Soapaga, al oriente, fallas de carácter normal inicialmente y cuyos movimientos cesan a partir del Cretácico Inferior, Aptiano, para luego ya en el Neógeno, reactivarse en sentido inverso y siendo la falla Soapaga fuera de secuencia, afectando estructuras deformadas.

Desde el Hauteriviano el denominado Paleoalto del Floresta, comienza a ser progresivamente cubierto por el mar Cretácico (Etayo, F. 1969), y al oriente del mismo, una vez terminada la actividad de las fallas de Boyacá y Soapaga (Aptiano), se realiza sobre una plataforma somera de baja pendiente y de margen continental que es propicia para la

sedimentación y conservación de rocas con importante contenido en materia orgánica (Guiza, S., et al 1996), situación que se mantiene hasta el Paleógeno inferior. (Tomado de Cartografía Geológica Cuenca Cordillera Oriental-Sector Soapaga, ANH, Geoestudios LTDA 2006).

3.2.1. Estratigrafía del Área de Estudio. El macizo de Floresta está compuesto por rocas metamórficas, ígneas y sedimentarias, las primeras forman parte de su núcleo central y constituyen las rocas más antiguas de la zona, además existen cuerpos de extensión importante y algunos Stocks de rocas ígneas intrusivas se localizan dentro del mismo Macizo; en cuanto a las rocas sedimentarias, con edades que oscilan entre el Paleozoico y el Cenozoico enmarcan el macizo tanto al occidente como al oriente, siendo las más antiguas de edades Paleozoico – Triásicas y Jurásicas.

La Fm. Floresta descansa discordantemente sobre rocas metamórficas o de manera concordante sobre la Formación Tíbet y está suprayacida por la Formación Cuche (Mojica J. y Villarroel C. 1984).

A continuación, se presenta una columna generalizada de la zona de estudio (Figura 18) seguida de la descripción detallada de las características estratigráficas de la Fm. Floresta y las Formaciones El Tíbet y Cuche.

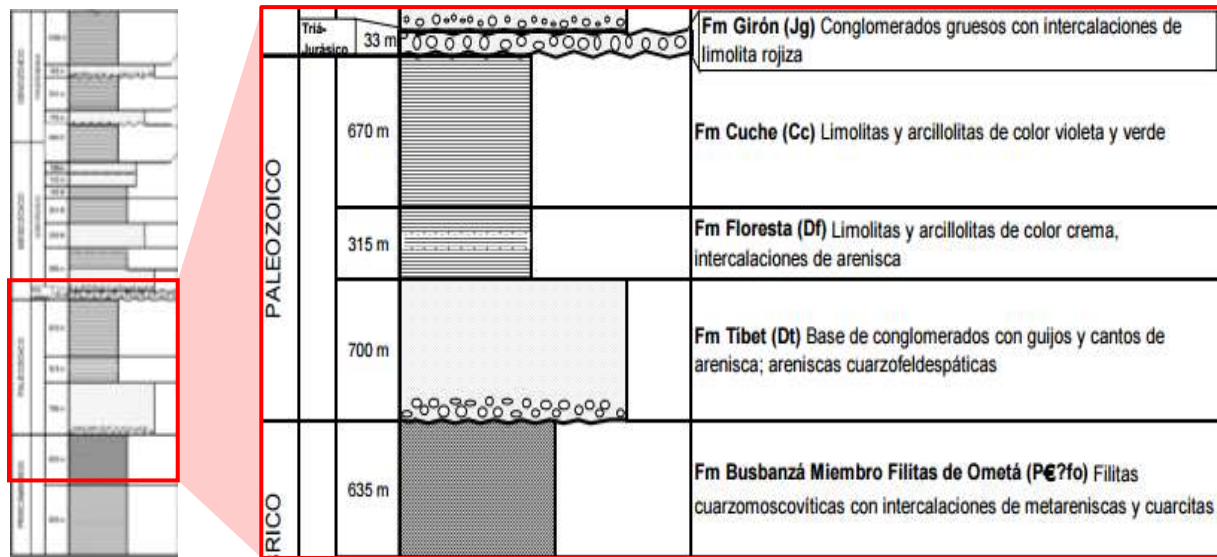


Figura 18. Columna Estratigráfica Generalizada del Área. Modificado de “Cartografía Geológica Cuenca Cordillera Oriental-Sector Soapaga”; Agencia Nacional De Hidrocarburos, GEOESTUDIOS LTDA, 2006.

Mojica y Villarroel (1984), proponen además una Columna estratigráfica generalizada de la secuencia pre-cretácica del Macizo de Floresta (Boyacá, Colombia), (Ver Figura 19) dentro de la cual está la Formación Floresta que se señala en el recuadro rojo.

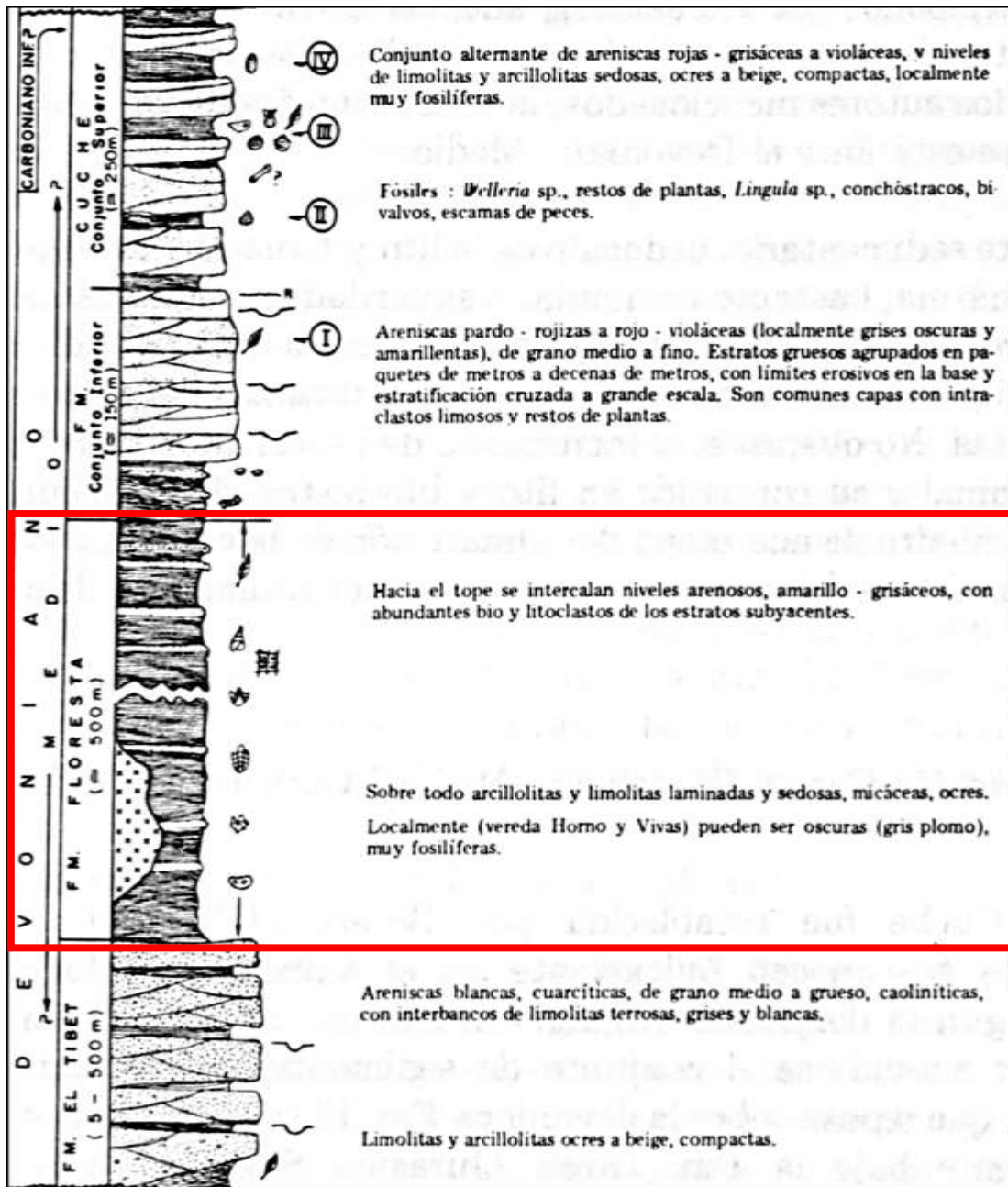


Figura 19. Columna estratigráfica generalizada de la secuencia pre-cretácica del Macizo de Floresta (Boyacá, Colombia). Tomado y modificado de Mojica J. y Villarroel C. (1984). la Formación Floresta que se señala en el recuadro rojo.

Estas columnas generalizadas servirán de guía para el desarrollo de este trabajo, en el que se pretende corroborar en campo y complementar dicha información al tiempo que se realice un muestreo de rocas representativas de la Formación Floresta hasta poder generar una columna Generalizada propia que reúna las características y rasgos más importantes de dicha Formación.

A continuación, se describen estratigráficamente de base a techo, las rocas de edad Devónico que afloran en el área de interés.

Formación Tíbet: El término fue creado por Cediel (1969) con la categoría de Miembro, en el Macizo de Floresta, posteriormente se utilizó con la misma categoría al norte del área dentro del Cuadrángulo I-13 (Vargas et al. 1981), y finalmente se le da la categoría de formación en trabajos sobre el Macizo de Floresta. (Mojica & Villarroel, 1984).

La formación aflora en dos franjas. La más occidental se extiende desde las cercanías de la escuela Tocavita, al noroccidente del Municipio de Floresta, en el sur, continuando por el Alto La Capilla, Loma La Mesa, atravesando el valle del río Minas al este del municipio de Belén y continuando hacia el noreste hacia las primeras estribaciones del Páramo de La Rusia. Esta franja tiene una longitud (NE) de unos 27km y un ancho máximo de 6.5km un poco al sur del amplio valle del río Minas. La segunda franja, es angosta, se observa hacia las cabeceras de la Quebrada Otengá en las cuencas de las quebradas Los Puentes y Aguachica, y tiene una longitud de unos 7.5km con un ancho máximo de 800m. (ANH-GEOESTUDIOS LTDA, 2006.)

La formación tiene un espesor de unos 700m y está formada, en su parte media y superior, por conglomerados, arenitas cuarzosas, feldespáticas, en capas gruesas a muy gruesas con intercalaciones menores y esporádicas de limolitas rojas, y en su parte inferior; por arenitas cuarzosas, feldespáticas y conglomerados con guijos de cuarzo en capas muy gruesas en donde los planos de estratificación no se diferencian con claridad; Más al sur en el Cerro El Tíbet, la formación puede tener unos 400m de espesor. En toda su extensión la formación, da relieves abruptos (INGEOMINAS, 2001).

La formación Tíbet se caracteriza principalmente por presentar areniscas cuarzofeldespáticas y hacia su base, conglomerados con guijos y cantos de arenisca; a esta formación se le asigna una edad del Devónico bajo y se considera que se depositó en un ambiente fluvial sobre una paleotopografía abrupta. Según Paz & Urrutia en 1996, El Tíbet se depositó esencialmente en ambientes continentales, oscilando entre abanicos aluviales y ríos trezados, y ambientes costeros a subcosteras.

Formación Floresta: Esta formación es el eje central del presente estudio, aflora en el municipio de Floresta, Boyacá, en la Cordillera Oriental de Colombia. Los primeros en usar el término Floresta fueron Olsson & Caster (1937), bajo la denominación de Series del Floresta refiriéndose a la secuencia comprendida sobre unidades metamórficas y bajo el Grupo Girón. Luego de esto, Botero (1950) ascendió dicho término al rango de Formación, y restringe el término a rocas que se disponen discordantes sobre el metamórfico o concordantemente sobre la Formación Tíbet y que están superpuestas por la Formación Cucho, además define tres conjuntos

sedimentarios: el inferior caracterizado por tener material areno-conglomerático de ≈ 30 m de espesor; un nivel intermedio con material arcilloso de tonos que variaban de amarillentos a morados cuyo espesor era de ≈ 530 m, y por último un superior con material arenoso, de ≈ 150 m de espesor.

Según Mojica J. y Villarroel C (1984), la litología de la Formación Floresta está dominada por arcillolitas y limolitas laminadas y sedosas, micáceas, de tonos ocre a beige, aunque en ciertos lugares puede presentar color oscuro o gris plomizo. El resto está constituido por esporádicas intercalaciones arenosas de grano fino, en general amarillo-grisáceas, que hacia la parte terminal se tornan más frecuentes y contienen a veces abundantes bioclastos y litoclastos de los estratos directamente infrayacentes.

La Formación Floresta está compuesta por arcillolitas de tonos amarillentos, con intercalaciones de limolitas del mismo tono y areniscas arcillosas. Estas últimas gradan hacia arriba a arcillolitas negras fósiles. La formación es considerada de ambiente marino somero dado que contiene, principalmente hacia la base de la secuencia, abundante fauna fósil, que ordenada según su abundancia va desde braquiópodos, briozoos, gasterópodos, trilobites, corales hasta pelecípodos. Se encuentran además ostrácodos y restos de plantas que no han sido estudiados en detalle hasta ahora (INGEOMINAS, 2001).

Caster (1939), Royo y Gómez (1942) y Morales (1965) indican con certeza, dada la asociación fosilífera, que la Fm. Floresta está ubicada en el Devoniano Medio, caracterizada por

un ambiente sedimentario de plataforma marina, bastante tranquila, resguardada de agentes de alta energía.

Con condiciones tectónicas muy estables dada su regularidad y monotonía tanto en el área de sedimentación como en la zona de aportes; sin embargo, el incremento de niveles arenosos en la parte terminal además de su contenido en lito y bioclastos sin-sedimentarios señalan el comienzo de una etapa de colmatación de la cuenca, asociada a cambios eustáticos del nivel del mar y/o a un levantamiento de origen tectónico. (Mojica J. y Villarroel C. 1984).

En esta zona, la Formación Floresta se encuentra muy plegada y hay evidencia de inversión de estructuras, lo cual puede llevar a interpretaciones erróneas y repetición de secciones estratigráficas.

Formación Cuche. El nombre a esta formación se lo asigna Botero (1950), e indica que se encuentra sobre la Formación Floresta unas veces concordantemente y otras en forma de discordancia y que está superpuesta discordantemente por la formación Girón. Conjuntamente con las formaciones Floresta y Tíbet, el Cuche forma parte esencial de las rocas sedimentarias pre Cretácicas que constituyen el Macizo de Floresta.

La formación Cuche, aflora en dos sectores de importancia al oeste y este del Macizo de Floresta. En el sector occidental se observa una franja irregular que se extiende desde el noroeste

del Caserío de Tobasía formando inicialmente una franja estrecha de unos 400m de ancho la cual se amplía sobre las cabeceras del río Minas al sur de la escuela de Ciraquita y luego vuelve a estrecharse para terminar rápidamente en la margen derecha del río Minas, frente a la cabecera municipal de Cerinza. Tiene la franja una longitud de 5 km. y un ancho máximo de 2.2 km. en las cabeceras del río Minas. El límite oriental de la franja es una falla que la pone en contacto hacia el sur y en la parte más norte, con la Formación Floresta y hacia las cabeceras del río Minas, con el Tíbet. En el borde occidental el Cuche está superpuesto discordantemente por la Formación Girón y en las cabeceras del río Minas por las rocas Cretácicas de la Formación Tibasosa. En la carretera Tobasía – Santa Rosa, la cual corta la franja en el extremo meridional cartografiado. (ANH-GEOESTUDIOS LTDA, 2006.)

La formación muestra tres conjuntos: el inferior de limolitas rojizas, el intermedio compuesto por arenitas y el superior por limolitas moradas. (INGEOMINAS, 2001).

A la formación se le asigna una edad Devónico medio hasta principio del Carbonífero, según Mojica & Villarroel (1948), edad establecida con base en fauna y flora colectada en la secuencia de la quebrada Potreros Rincón, inmediatamente al sur de la zona aquí estudiada.

4. Metodología

El desarrollo de este trabajo de investigación consto de cuatro fases, cada una de las cuales estuvo compuesta por diferentes etapas que en conjunto funcionaron de manera sólida y eficaz para alcanzar los objetivos propuestos. A continuación, se describe cada una de las fases realizadas.

Fase I. Esta primera fase, se basó en realizar una completa revisión de bibliografía que comprendió libros, artículos geocientíficos, publicaciones en revistas, páginas web, entre otras con temas relacionados a la caracterización sedimentológica, mineralógica de arcillas, y métodos de análisis avanzados para descripción de minerales arcillosos, para paso seguido, organizar y seleccionar dicha información hasta tener una base de datos y antecedentes confiables para la realización de este proyecto, a la par de iniciar lo que competía al estado del arte del documento. Cabe anotar que el desarrollo de la Fase I se desarrolló de manera constante durante todo el proceso de formulación y ejecución del proyecto.

Fase II. La segunda fase, se basó en la realización de una campaña de campo ejecutada en la zona de interés, en el Municipio de Floresta, Boyacá, lugar donde aflora la Formación Floresta, objeto de este estudio; en ella se realizó primero un recorrido de reconocimiento dirigido por los docentes Carlos Alberto Ríos y Ricardo Amorocho, durante su desplazamiento a la zona en el marco del desarrollo de la materia campo II dirigida por los mismos, a principios

del año 2017. Una vez identificados los lugares de interés con afloramientos de la Formación Floresta, se procede a desarrollar un barrido de dicha formación desde su contacto a la base con la Formación Tíbet hasta su contacto al tope con la Formación Cuche; la finalidad de esto era poder levantar segmentos de columnas estratigráficas en diferentes sectores debido a que no se encuentra una sección estratigráfica completa, lo cual estará acompañado de un muestreo sistemático que permitirá ubicar espacialmente las muestras tomadas dentro de los diferentes niveles estratigráficos de la Formación Floresta y finalmente poder construir una columna estratigráfica generalizada de la formación y que será guía para el presente trabajo. El muestreo se realiza a lo largo de toda la formación, cubriéndola de base a tope, recolectando un total de 54 muestras, con un énfasis en las intercalaciones de lodolitas y arcillolitas propias de esta secuencia, tomando en cada caso dos muestras, eligiendo el tamaño de las mismas según indicaciones previas de los laboratorios donde, en la siguiente fase se aplicarían técnicas analíticas avanzadas de SEM y DRX.

Para poder tener buenos resultados en la Fase III al aplicar las técnicas analíticas avanzadas para la descripción de minerales en fracciones de arcillas, fue necesario tener primero un buen cuidado y manejo de las muestras recolectadas en campo; estas muestras se recolectaron en bolsas plásticas sellables tipo “Ziploc” para evitar al máximo su contaminación con otras muestras y con el medio.

Fase III. La tercera fase, se trató de realizar la selección, preparación y estudio de las muestras tomadas en campo a partir del uso de técnicas analíticas avanzadas, tales como

difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de barrido (SEM), con el fin de determinar la mineralogía de las arcillas de la Formación Floresta. Los datos arrojados fueron revisados y supervisados por el personal de los laboratorios donde se realizaron las pruebas, estos son el Laboratorio de Microscopia y el Laboratorio de Rayos X del Parque Tecnológico Guatiguará - UIS, y de manera que se pueda garantizar y respaldar la confiabilidad de los mismos. En total se analizaron 9 muestras por DRX y 18 Muestras por SEM/EDS.

Por recomendación previa de los laboratorios de Microscopía y de Rayos X del parque Tecnológico UIS-Guatiguará, con quienes se realizaron las pruebas, se determinó un tamaño promedio de muestra rocosa para ser recolectado en campo, que oscilaba de 6 a 7cm de diámetro de roca en muestra de mano, de los cuales un pequeño trozo de roca de aproximadamente 1 cm de diámetro sería para pruebas de SEM/EDX y el restante para pruebas de DRX. Una vez seleccionadas las muestras para cada procedimiento, estas vuelven a almacenar de manera individual en bolsas sellables aislándolas de cualquier foco de contaminación que pueda incidir en los resultados finales.

El proceso de preparación de las muestras para la aplicación de la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM/EDX) depende del laboratorio y del tipo de material, en este caso su aplicación para determinar minerales arcillosos en rocas de la Formación Floresta; Por lo tanto, según el proceso realizado, cuyo material fotográfico se muestra a continuación (Ver Figura 20), fue posible esquematizarlo y resumirlo a través de un diagrama en el que se indican

las dos Fases, A y B, previas a la aplicación de la técnica experimental en el Microscopio Electrónico de Barrido (MEB). (Ver Figura 21).

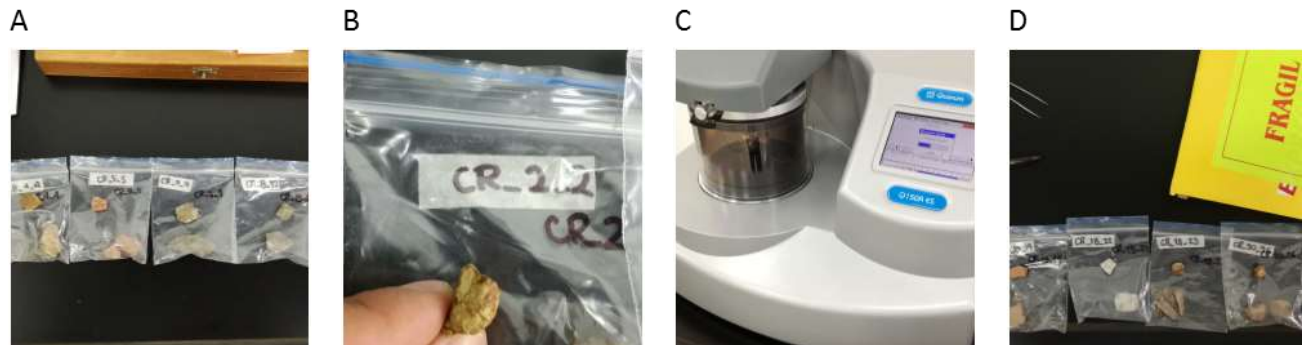


Figura 20. Fotografías de la preparación de muestras para aplicación de SEM/EDX. A: Muestras dispuestas a realizar recubrimiento. B: Tamaño promedio de muestras para SEM. C: Equipo de recubrimiento. D: Muestras luego del recubrimiento.

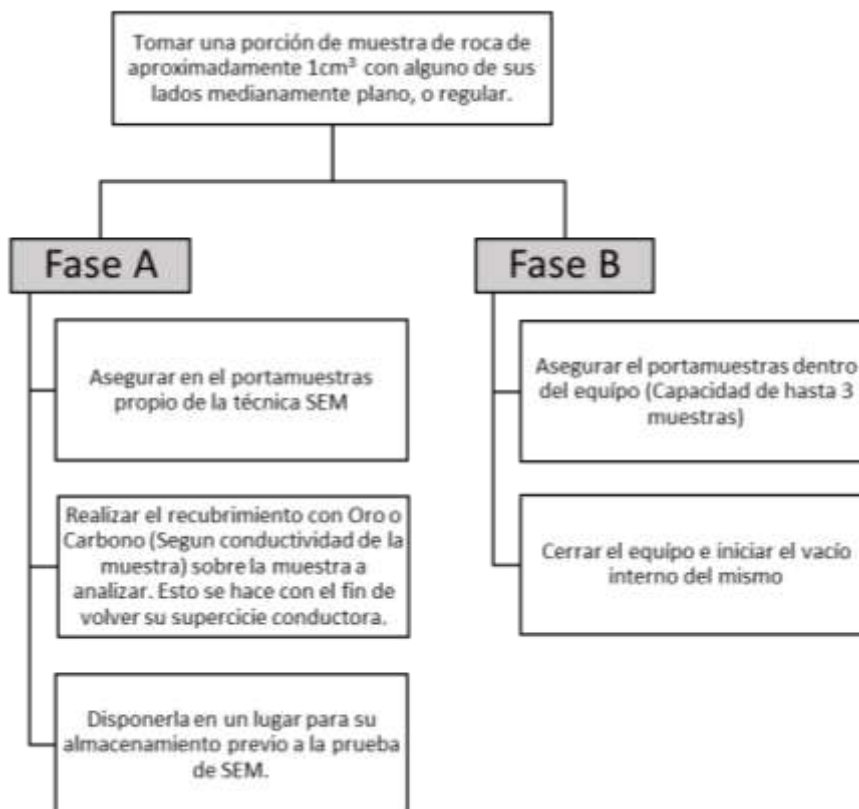


Figura 21. Fases en la preparación de muestras para aplicación de SEM/EDS en reconocimiento e identificación de minerales arcillosos.

De igual manera, el proceso de preparación de muestras para aplicación de la técnica DRX en el reconocimiento de minerales arcillosos es muy variable; ello depende de que tanta cantidad de arcillas y limos se tengan en la muestra a analizar, si estos comprenden toda la armazón de la roca, si están cementando granos o si hacen parte de la matriz, para el caso específico del presente trabajo, las rocas a analizar son Arcillolitas y Limolitas, es decir, compuestas en su armazón por materiales de tipo arcilloso principalmente, por lo cual, el proceso

de preparación de muestras, del cual se muestran fotografías tomadas durante su desarrollo (Ver Figura 22), se hace de manera específica, y se esquematiza a continuación (Ver Figura 23).

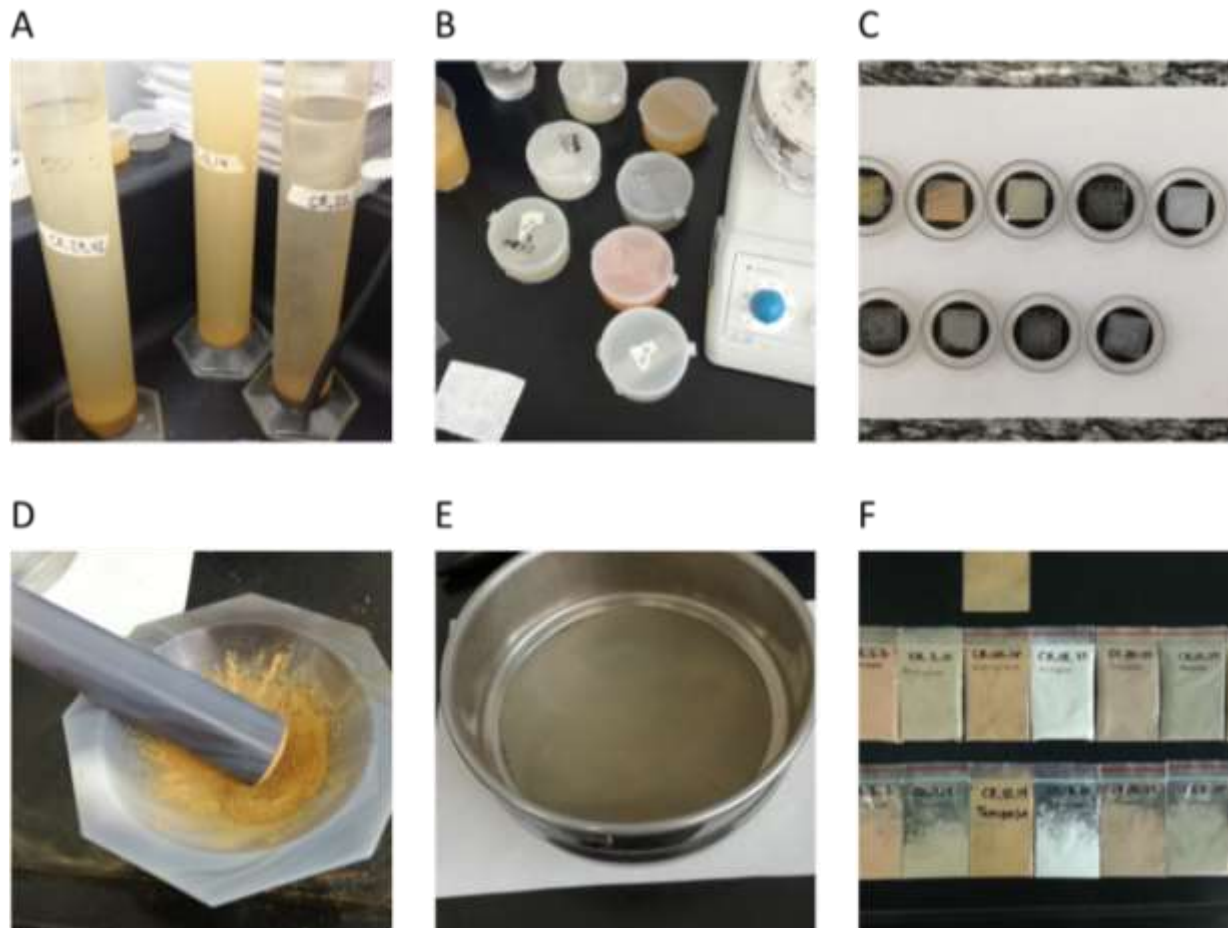


Figura 22. Fotografías del proceso de preparación de muestras para aplicación de DRX. (A, B, C) corresponden a Fase A del proceso. (D, E, F) corresponden a Fase B, mencionadas en la figura 21.

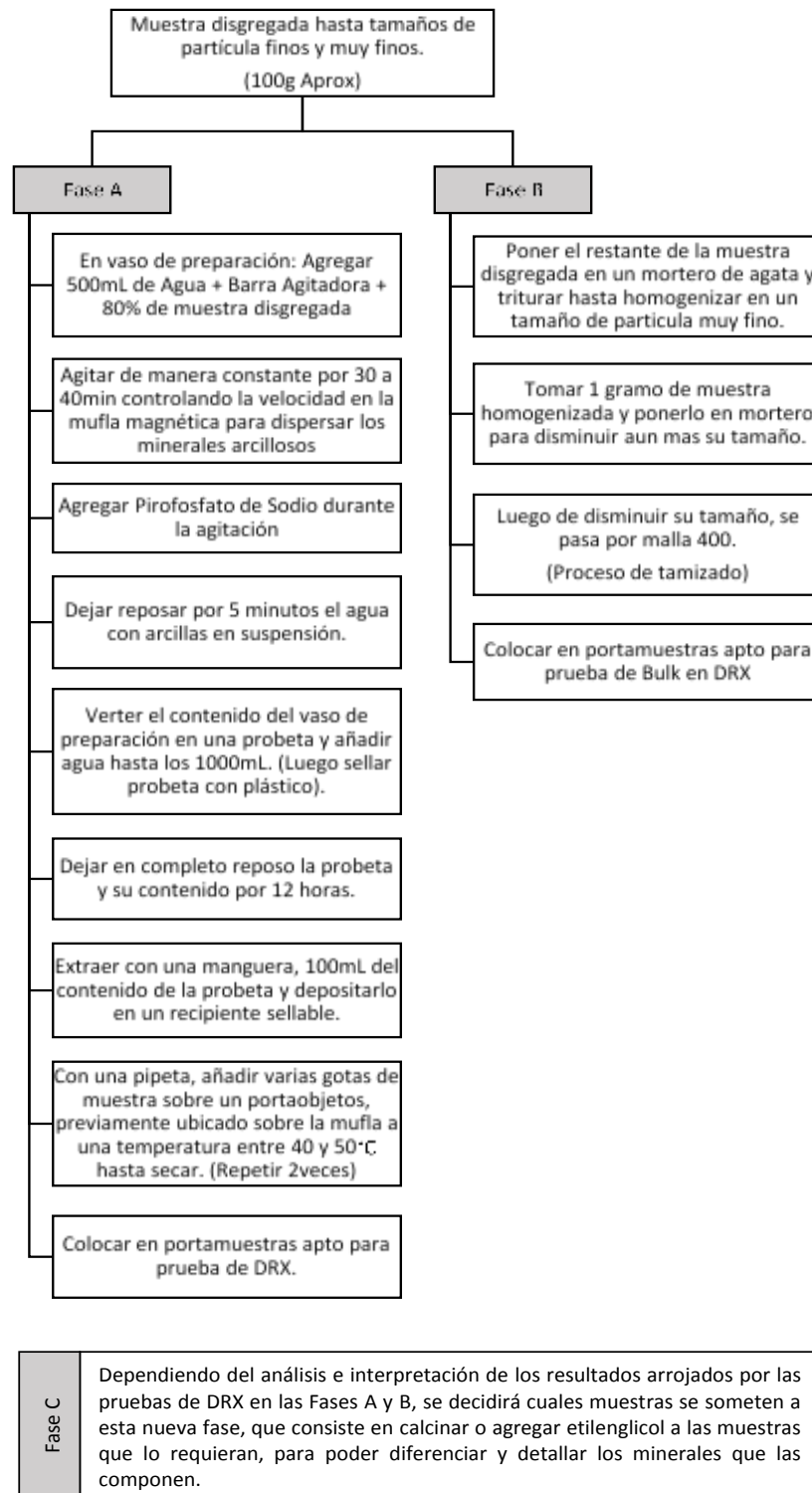


Figura 23. Fases en la preparación de muestras para aplicación de DRX en reconocimiento e identificación de minerales arcillosos.

Fase IV. La cuarta fase, comprende el análisis de los datos arrojados luego de la aplicación de las técnicas de SEM y DRX; para ello, será necesario recurrir a la bibliografía consultada además de diferentes tablas para el manejo de datos suministradas por los laboratorios involucrados en el estudio, de manera que puedan corroborarse los resultados en base a la información teórica existente. Paso seguido se realizarán esquemas, gráficos y tablas donde se especifiquen los datos y su respectivo análisis. Por último, esta fase contempla la realización de un informe detallado que será presentado ante el Grupo de Investigación en Geología Básica y Aplicada, GIGBA, y ante la escuela de geología con las normas y especificaciones propias del proceso de entrega del trabajo de grado II.

A continuación, se presenta un diagrama de flujo en el que se representan todas las fases y etapas del proceso (Ver figura 24).

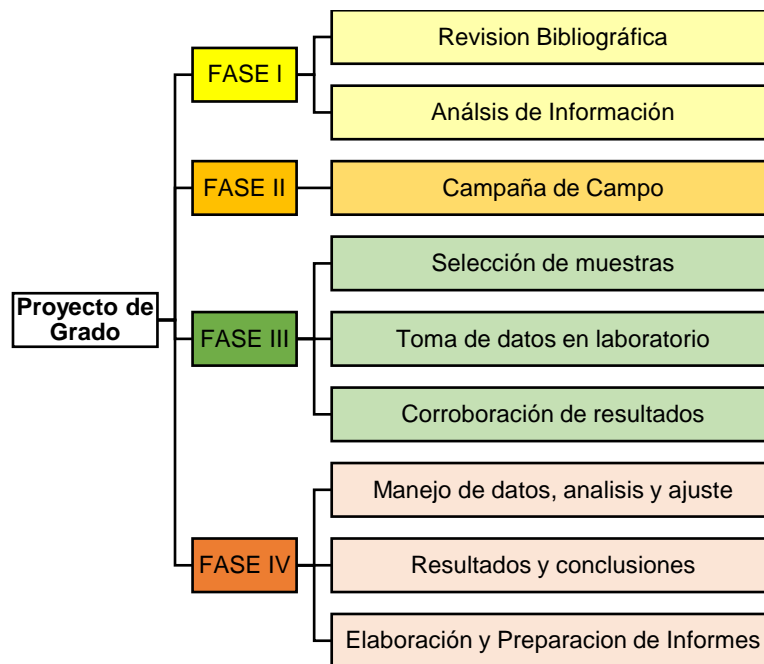


Figura 24. Metodología de trabajo plasmada en un diagrama de flujo.

5. Resultados y análisis

A continuación, se muestran los resultados obtenidos de cada una de las fases llevadas a cabo durante la realización de este proyecto; se muestran además fotografías que sustentan la realización y ejecución de cada etapa, así como tablas y resultados obtenidos a partir de la aplicación de las técnicas analíticas usadas para la identificación y descripción de minerales arcillosos de la formación floresta, objeto de esta investigación.

5.1. Resultados fases I y II.

Esta investigación tuvo un factor muy importante y fue el proceso de documentación, consulta y adquisición de material bibliográfico que se diseñó para ser realizado desde el planteamiento de la idea, y que acompañó todo el proceso hasta el final, de tal forma que se logra obtener una base de datos nutrida de información sobre los temas de interés para la realización de este estudio.

El paso a seguir fue realizar una campaña de campo que se desarrolló en el Municipio de Floresta, Boyacá, específicamente en las veredas Tablón, Tenería y Chuscales, además en el sector Monticello y sobre la vía que comunica a Floresta con el municipio de Santa Rosa de Viterbo. Estos sectores fueron identificados previamente en un recorrido de reconocimiento en la

zona, donde se identificaron los puntos en que la Formación Floresta, aflora, y además se analizó el orden en su secuencia sedimentaria.

En campo se corrobora que, hacia la base, la Fm. Floresta está en contacto con la Fm. Tíbet (Mojica J. y Villarroel C, 1984) (sector de Monticello) y hacia el tope está en contacto con la Fm. Cucho (Mojica J. y Villarroel C, 1984) (Carretea Tobasía – Sta. Rosa de Viterbo); Además, basados en los recorridos realizados en campo, se pudo determinar que la Fm. Floresta se encuentra afectada en la región por una gran cantidad de fallas y un replegamiento local que causa repetición de las unidades sedimentarias, lo cual fue tenido en cuenta para realizar la columna estratigráfica.

Los recorridos realizados para la recolección de muestras de las rocas que componen la Formación Floresta, se realizaron siguiendo el orden estratigráfico desde la base al tope de dicha formación; la toma de muestras sistemática facilitaría más adelante el análisis de resultados producto de la aplicación de las técnicas analíticas contempladas en este proyecto para la determinación de la mineralogía de estas rocas.

A partir de estos recorridos, se diferencian tres sectores dentro de la Formación Floresta; Hacia la base se identifica un primer sector que se denominó “Sector Bajo”; hacia la parte media un segundo sector al que se denomina “Sector Medio”; por último, hacia el tope de la formación, un tercer sector al que se denomina “Sector Alto” (El orden estratigráfico de estos sectores se

corroboró realizando control de campo en zonas aledañas). A continuación, se describen las características identificadas para cada uno de estos sectores.

Sector bajo. (Ver Figura 30) Se encuentra ubicado hacia la base de la Formación Floresta en contacto con las areniscas de granos fino y muy fino ligeramente lodosas identificadas en campo, que caracterizan el tope Formación Tíbet (Ver figura 25_A, 25_B). Este sector posee abundante fauna fósil donde se encuentran braquiópodos, briozoos, gasterópodos, trilobites, corales, pelecípodos, ostrácodos y rara vez, y algunos restos de plantas. Este material fósil ha sido relacionado en estudios previos (Caster, 1939. Royo y Gómez, 1942. Morales, 1965) al registro del Devónico Medio en Colombia. Este registro fósil, se encuentra en capas intercaladas de arcillolitas blancas (Ver figura 26_A), arcillolitas limosas (Ver figura 26_B), arcillolitas rojizas (Ver figura 26_C) y limolitas grises verdosas (Ver figura 26_D); en algunos paquetes de este sector bajo, se aprecia un leve vetilleo de tipo caótico (Ver figura 26_E), es decir, es múltiples direcciones y sin un orden reconocible; estas estructuras son de color rojo-naranja, con algunas zonas tonalidades más oscuras a negras y algunas pequeñas concreciones de material arcilloso.

Además, se reconocen pequeños lentes de calizas (< 3m de espesor) hacia la parte baja de este sector (Ver figura 26_F), localizados dentro de intercalaciones de Arcillolitas Limosas y Limolitas grises verdosas; estos lentes de caliza también poseen fósiles. El registro fósil en el sector bajo, presenta mayor abundancia hacia la base de la Formación Floresta, y disminuye a

medida que se asciende estratigráficamente dentro de la formación. Es el registro fósil la característica que diferencia el sector bajo de los otros dos sectores identificados.

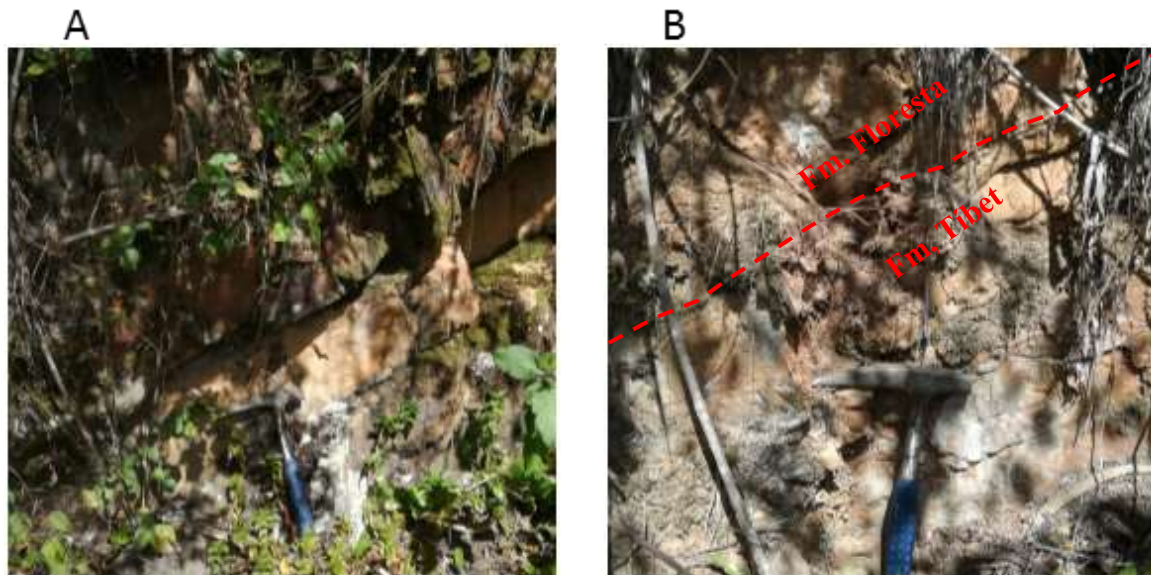


Figura 25. Fotografías “Sector Bajo”, Monticiello. A: Contacto entre Tope Fm. Tíbet y Base de Fm. Floresta. B: Arcillolitas rojizas de Fm Floresta y Areniscas Limosas Fm. Tíbet.

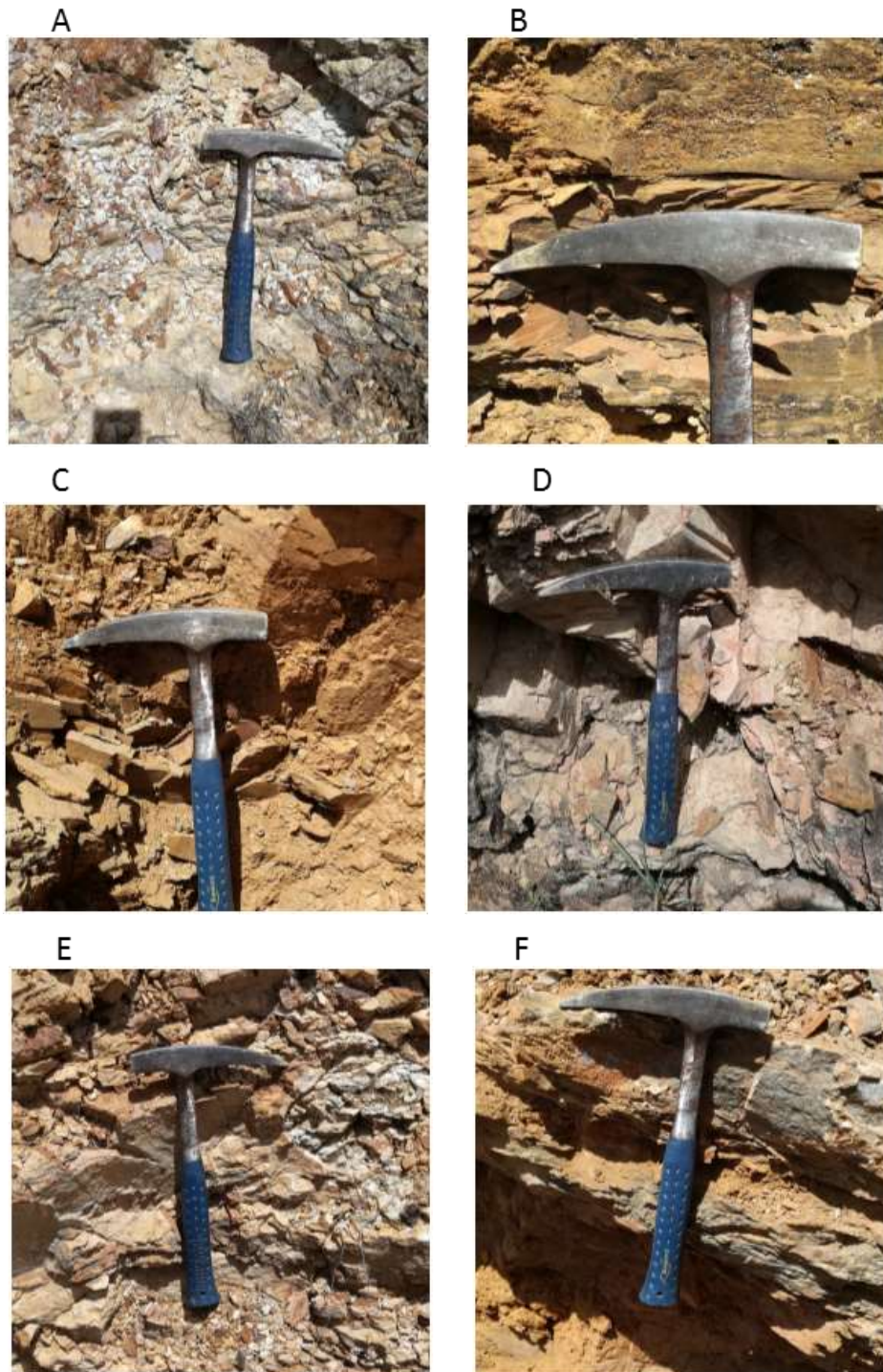


Figura 26. Fotografías “Sector Bajo”, Monticiello. A: Arcillolitas Blancas. B: Arcillolitas Limosas. C: Arcillolitas Rojizas D: Limolitas Grises Verdosas. E: Lente de calizas dentro de Arcillolitas Limosas con alto contenido fosilífero.

Sector Medio. (Ver Figura 30) Se identificó en afloramientos ubicados en las veredas Tablón y Tenería baja, la primera con una sección más amplia y completa, motivo por el que se decidió realizar el muestreo sobre esta. Este sector se caracteriza por presentar intercalaciones de Arcillolitas Rojizas (Ver Figura 27_A) y Lodolitas Grises verdosas (Ver Figura 27_B); estas intercalaciones se hacen más marcadas al inicio y al final de este sector, pero la intensidad va ligada a un menor grosor de estas capas; ya hacia la parte más superior de este tramo, se encuentran unas intercalaciones de limolitas grises claras y limolitas negras (Ver Figuras 27_C, 27_D, y Figura 28), en un tramo no muy extenso y además estas intercalaciones son muy delgadas. También, a lo largo de todo el sector medio se reconocen estructuras de vetilleo de coloración rojiza a naranja (Ver Figuras 28_E y 28_F) y en sectores un tanto más oscura hasta alcanzar colores negros.

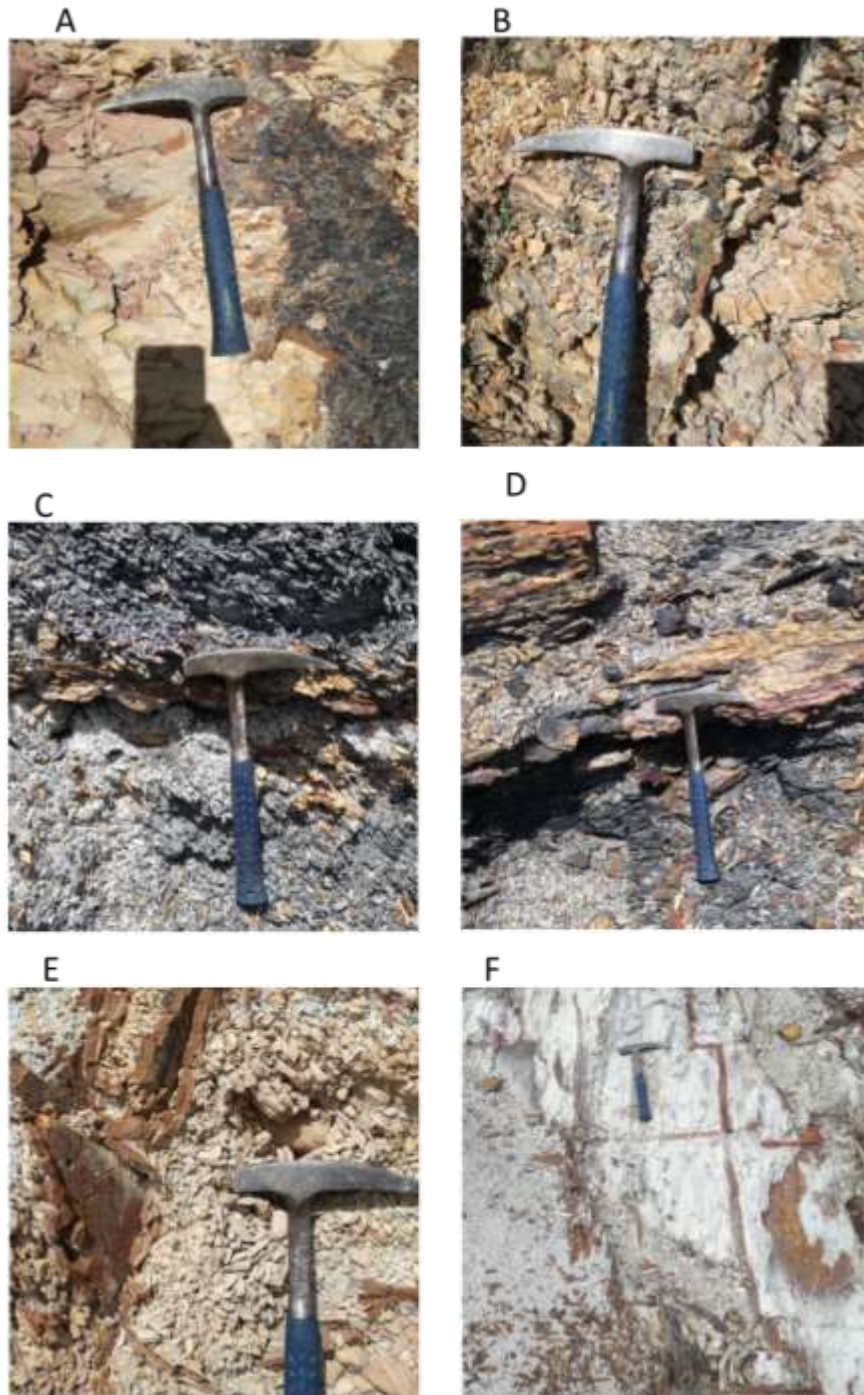


Figura 27: Fotografías “Sector Medio”, Vereda Tablón. A: Arcillolitas Rojas. B: Lodolitas Grises Verdosas. C, D: Intercalaciones Limolitas Grises Claras y Limolitas Negras. E, F: Zonas de Vetilleo.

Las vetillas se presentan dentro de este sector de tres formas: caóticas, cruzadas y paralelas entre sí. Cuando se presentan de forma caótica su cantidad se intensifica, al presentar vetilleo cruzado forman ángulos rectos en dos direcciones principalmente y al ser paralelas se encuentran más largas, pero con mayor distancia una de otra.



Figura 28. Vista de afloramiento, Intercalaciones Limolitas Grises Claras y Limolitas Negras. Vereda Tablón, Sector Medio.

Sector Alto. (Ver Figura 30) Comprende desde el final del sector medio hasta el tope de la formación Floresta; se encuentra en contacto con la Formación Cuche, la cual se caracteriza por presentar intercalaciones de limolitas arenosas grano fino y arcillolitas rojizas en su base (Ver figura 29_A), según las observaciones realizadas en campo. Este sector presenta intercalaciones de Arcillolitas Rojizas (Ver figura 29_B) y Limolitas grises verdosas (Ver figura 29_C) con espesores más significativos de estas últimas. Además, hacia la parte baja de este sector se mantiene el vetilleo de tipo caótico que venía del sector medio (Ver figura 29_D). La

toma de muestras que caracteriza este sector se realizó sobre la vía que conduce de Floresta hacia Santa Rosa de Viterbo. Se presenta aparición de dos pequeños lentes de limolita gris clara de máximo 30cm de espesor localizados hacia la parte más alta de la Formación.

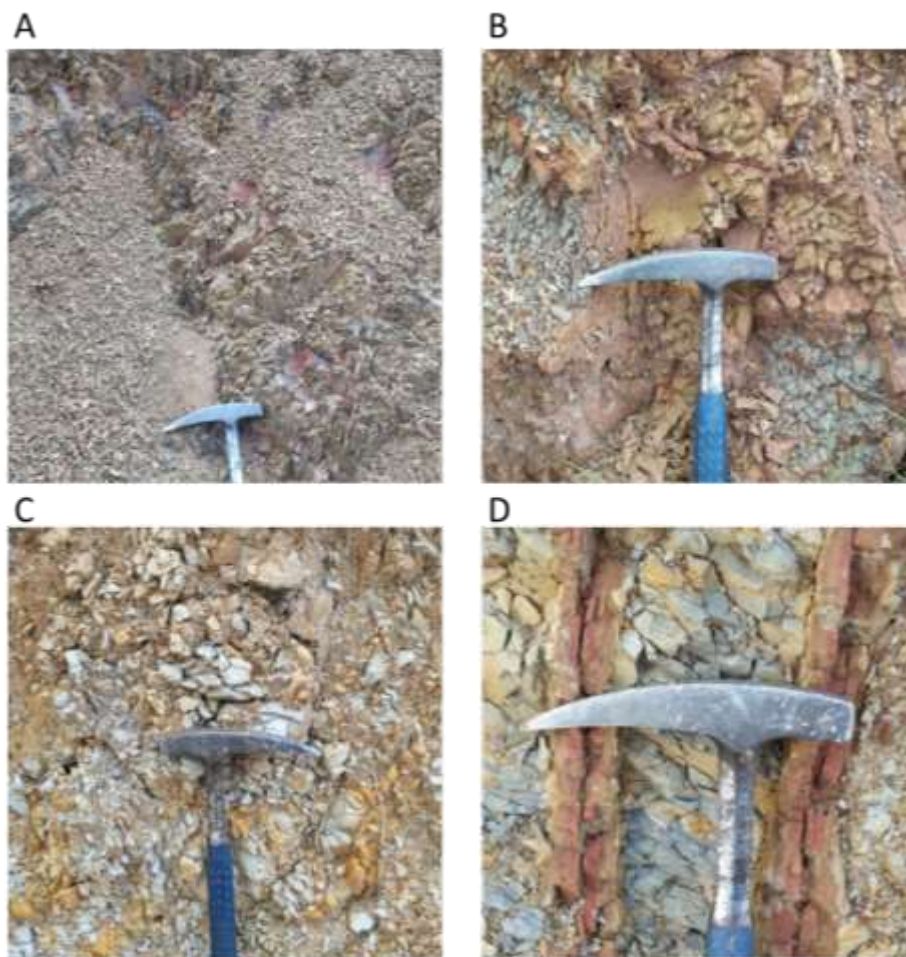


Figura 29. Fotografías “Sector Alto”, Vía Floresta – Santa Rosa de Viterbo. A: Bese Fm.Cucho
B: Arcillolitas Rojizas. C: Limolitas Grises Verdosas. D: Vetilleo

La siguiente tabla relaciona las muestras recolectadas, el sector de recolección, ubicación dentro de la columna (Ver figura 30) y además se identifica con una “X” el tipo de análisis que fue aplicado y si se tuvo o no en cuenta su referenciación dentro de la columna. Las muestras que

no fueron tenidas en cuenta para la columna se tomaron con el fin de realizar control sobre las zonas aledañas al levantamiento estratigráfico. (Ver tabla 4).

Tabla 4.

Relación de muestras recolectadas con ubicación estratigráfica y análisis aplicado

Sector Estratigráfico	SECTOR	ESTACIÓN	MUESTRAS	SEM	DRx	Usada en Columna
Tope Tibet	Monticello	CR_1	CR_1_1	-	-	Sí
Bajo	Monticello	CR_2	CR_2_2	X	X	Sí
Bajo	Monticello	CR_3	CR_3_3	-	-	Sí
Bajo	Monticello	CR_4	CR_4_4	X	-	Sí
Bajo	Monticello	CR_5	CR_5_5	X	X	Sí
Bajo	Monticello	CR_6	CR_6_6	-	-	Sí
Bajo	Monticello		CR_6_7	-	-	Sí
Bajo	Monticello		CR_6_8	-	-	Sí
Bajo	Monticello	CR_7	CR_7_9	X	-	Sí
Bajo	Monticello		CR_7_10	-	X	Sí
Bajo	Monticello	CR_8	CR_8_11	-	-	Sí
Bajo	Monticello		CR_8_12	X	-	Sí
Bajo	Monticello	CR_9	CR_9_13	-	-	Sí
Bajo	Monticello	CR_10	CR_10_14	X	X	Sí
Bajo	Monticello	CR_11	CR_11_15	X	-	Sí
Bajo	Monticello	CR_12	CR_12_16	-	-	Sí
Bajo	Monticello	CR_13	CR_13_17	-	-	Sí
Bajo	Monticello	CR_14	CR_14_18	-	-	Sí
Bajo	Monticello	CR_15	CR_15_19	X	-	Sí
Bajo	Monticello	CR_16	CR_16_20	-	-	Sí
Bajo	Monticello	CR_17	CR_17_21	-	-	Sí
Medio	Tablón	CR_18	CR_18_22	X	X	Sí
Medio	Tablón		CR_18_23	X	-	Sí
Medio	Tablón	CR_19	CR_19_24	-	-	Sí
Medio	Tablón		CR_19_25	-	-	Sí
Medio	Tablón	CR_20	CR_20_26	X	-	Sí
Medio	Tablón		CR_20_27	X	X	Sí
Medio	Tablón	CR_21	CR_21_28	X	-	Sí
Medio	Tablón		CR_21_29	X	X	Sí
Medio	Tablón		CR_21_30	-	-	Sí
Medio	Tablón	CR_22	CR_22_31	-	-	Sí
Medio	Tablón		CR_22_32	-	-	Sí
Bajo	Tenería	CR_23	CR_23_33	-	-	No
Bajo	Tenería		CR_23_34	-	-	No
Bajo	Tenería	CR_24	CR_24_35	-	-	No
Bajo	Tenería		CR_24_36	-	-	No
Bajo	Tenería	CR_25	CR_25_37	-	-	No
Bajo	Tenería	CR_26	CR_26_38	-	-	No
Bajo	Tenería		CR_26_39	-	--	No

Bajo	Tenería	CR_27	CR_27_40	-	--	No
Base Cuche	Vía Sta. Rosa	CR_28	CR_28_41	-	-	Sí
Alto	Vía Sta. Rosa	CR_29	CR_29_42	X	X	Sí
Alto	Vía Sta. Rosa	CR_30	CR_30_43	-	-	Sí
Alto	Vía Sta. Rosa	CR_31	CR_31_44	X	X	Sí
Alto	Vía Sta. Rosa	CR_32	CR_32_45	-	-	Sí
Alto	Vía Sta. Rosa	CR_33	CR_33_46	X	X	Sí
Alto	Vía Sta. Rosa		CR_33_47	-	-	Sí
Medio	Chuscales	CR_34	CR_34_48	-	-	No
Medio	Chuscales	CR_35	CR_35_49	-	-	No
Medio	Chuscales		CR_35_50	-	-	No
Medio	Chuscales	CR_36	CR_36_51	-	-	No
Medio	Chuscales	CR_37	CR_37_52	-	-	No
Bajo	Tenería	CR_38	CR:38_53	-	-	No

Se genera además una tabla que relaciona cada una de las muestras con el sector de recolección, una breve descripción en muestra de mano realizada durante la campaña de campo y se define el tipo de litología que la compone. (Ver Apéndice A).

Todo lo que se ha mencionado hasta aquí, en cuanto a lo que a resultados refiere, se puede observar en la siguiente figura que muestra la columna generalizada de la Formación Floresta, con aproximadamente 210m de espesor en el área donde fue levantada para efectos del presente trabajo. Se indican los puntos dentro de la columna donde fueron tomadas las muestras, además se puede evidenciar de una mejor manera la distribución de los fósiles hacia la parte baja, y las estructuras de vetilleo ferruginoso que componen la mayor parte de la secuencia analizada.

La columna generalizada para la Formación Floresta se realizó a partir de los datos recolectados en campo y del control que se realizó en dicha campaña. Se identifican los tres sectores mencionados: Bajo, Medio y Alto, realizando además una descripción de los cambios y características a lo largo de toda la columna diferenciando los sectores citados. (Ver figura 30).

Se incluye en los apéndices la versión PDF para observar a detalle la columna realizada (Ver apéndice B).

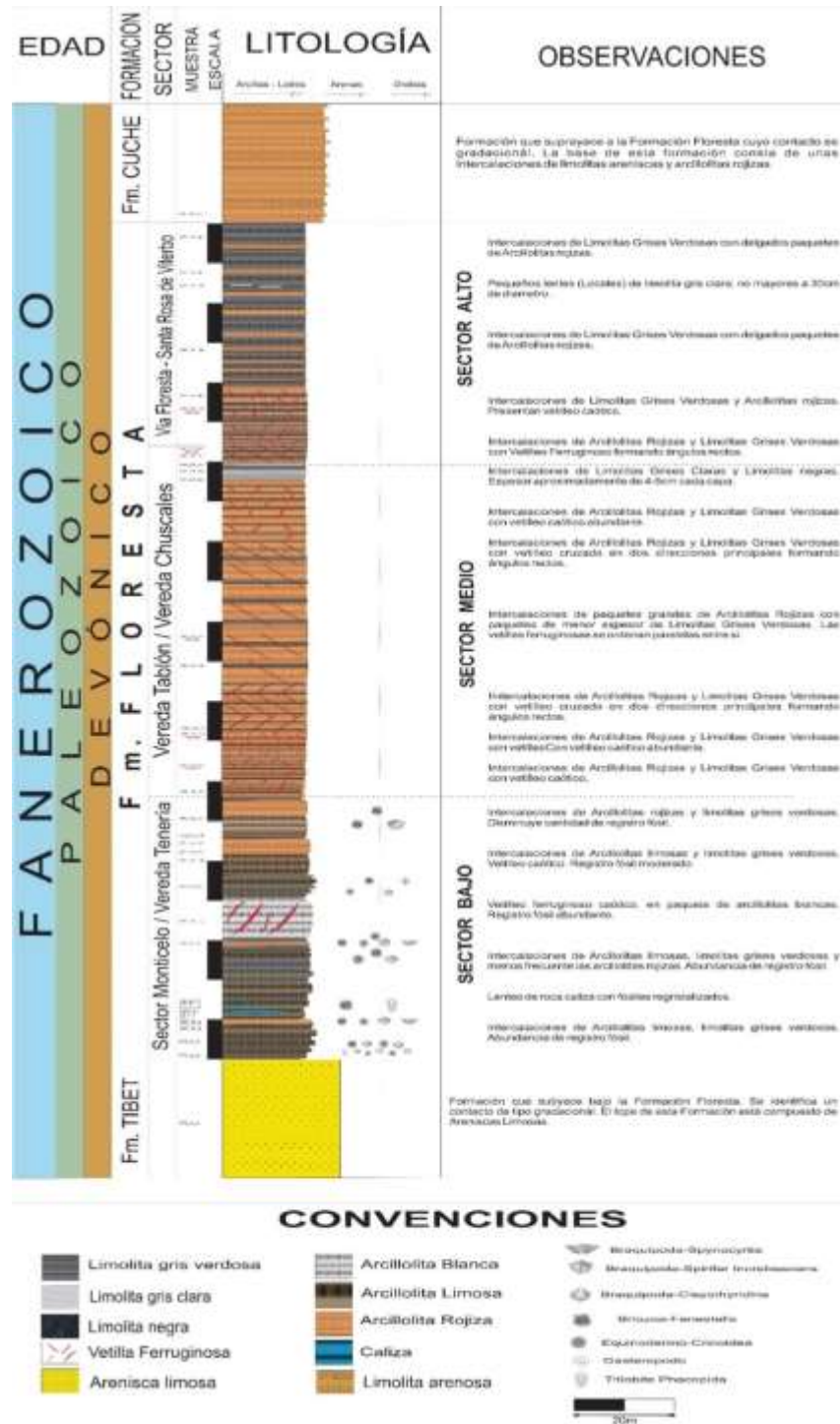


Figura 30. Columna Generalizada de la Formación Floresta.

5.2. Resultados fase III.

Dado que la Fase III, trató sobre la selección, preparación y toma de datos mediante aplicación de las técnicas analíticas para la identificación de minerales arcillosos en las muestras colectadas de la Formación Floresta, a continuación, se muestra una tabla que referencia los códigos de las muestras sometidas a cada técnica empleada (Ver tabla 5).

Tabla 5:

Relación de muestras respecto a la técnica analítica empleada.

Técnica	SEM/EDX	DRX
	CR_2_2	CR_2_2
	CR_4_4	CR_5_5
	CR5_5	CR_7_10
	CR_7_9	CR_10_14
	CR_8_12	CR_18_22
	CR_10_14	CR_20_27
	CR_11_15	CR_21_29
	CR_15_19	CR_33_46
Código de Muestra	CR_18_22	CR_29_42
	CR_18_23	
	CR_20_26	
	CR_20_27	
	CR_21_28	
	CR_21_29	
	CR_33_46	
	CR_31_44	
	CR_29_42	

5.3 Resultados fase IV

A continuación, se presentan los análisis realizados sobre los resultados obtenidos de la aplicación de los métodos analíticos de Microscopía Electrónica de Barrido y Difracción de Rayos X.

El análisis de los resultados de la aplicación de la técnica SEM/EDX se realiza a partir de la comparación con imágenes de micrografías SEM y de espectros EDS tomados del “SEM Petrology Atlas, by Chevron” tal como se describe en el capítulo de preparación de muestras.

Los perfiles de los espectros suministrados por el equipo de Difracción de Rayos-X fueron analizados en el Software “*DiffraCTEVA*” cuya licencia está ligada al equipo en que se practicaron los mencionados análisis para luego ser comparados con perfiles guía para la identificación de minerales arcillosos, tal como se muestran en el capítulo de preparación de muestras.

Interpretación de resultados SEM. Luego de la aplicación de la técnica de Microscopía electrónica de Barrido, se obtuvieron micrografías de SEM a diferentes magnificaciones (200x, 1000x, 5000x y 10000x) tomadas la superficie de la muestra. Además, se pudieron adquirir espectros EDS (Electrones dispersados) de manera puntual y realizando barrido general a escala de 20um en magnificación de 1000x. A continuación, se relacionan las muestras analizadas con esta técnica, y los minerales reconocidos a partir de la comparación de espectros y micrografías ya mencionada (Ver tabla 6); donde I: Illita. K: Caolinita. Ch: Clorita. Q: Cuarzo. Ox: Óxidos.

Zr: Zircón. Ca: Caliza. Los resultados y descripciones de las 16 muestras restantes analizadas por esta técnica se encuentran en los apéndices (Ver apéndice C).

Tabla 6. *Relación de muestras analizadas y minerales identificados a partir de aplicación de SEM*

Muestra	Sector	Desc. Muestra Mano	Min. Arcillosos	Otros Min.
CR_29_42	Alto	Arcillolita Rojiza	I, K	Ox
CR_31_44	Alto	Arcillolita Blanca	I	Ox, Zr
CR_33_46	Alto	Limolita Gris Verdosa	I, K	Q, Ox
CR_21_29	Medio	Limolita Negra	I, K	Q, Ox
CR_21_28	Medio	Limolita Gris Clara	I	Ox
CR_20_27	Medio	Vetilla	I	Q, Ox
CR_20_26	Medio	Limolita Gris verdosa	I, K	Q, Ox
CR_18_23	Medio	Vetilla	I, K	Q, Ox
CR_18_22	Medio	Limolita Gris Verdosa	I, K	Q, Ox
CR_15_19	Bajo	Arcillolita Rojiza	Ch, I	Q, Ox
CR_11_15	Bajo	Arcillolita Limosa	I, K	Q, Ox
CR_10_14	Bajo	Vetilla	I, K	Q, Ox
CR_8_12	Bajo	Limolita Gris Verdosa	Ch, I, K	Q
CR_7_9	Bajo	Caliza	I, Ch.	Ca
CR_5_5	Bajo	Arcillolita Rojiza	I, K	Q, Ox
CR_4_4	Bajo	Arcillolita Limosa	I, K	Q, Zr
CR_2_2	Bajo	Arcillolita Rojiza	K, I, Ch	Q, Ox

A continuación, se muestran los resultados y análisis realizados sobre la muestra CR_2_2 recolectada en la campaña de campo de este proyecto, donde se pueden apreciar las micrografías a magnificaciones de 200, 5000, 10000x además del espectro EDS del barrido general en magnificación de 1000x a escala de 20µm (Ver Figura 31). La muestra, que en la descripción en muestra de mano corresponde a una Arcillolita Rojiza, permite reconocer por medio de estos análisis la presencia de Caolinita, dados sus picos característicos de Si, Al; también se reconoce la Illita con sus picos característicos de Si, Al, K, Fe, O y la presencia de Clorita, característica por sus picos de Si, Al, Mg, K, Fe y Ti. Se distinguen, además, partículas de óxidos de Hierro, que se presentan en forma de “estrellas” en las micrografías de 5000x y 10000x y por último

partículas de Cuarzo con formas redondeadas que se reconocen además por el alto contenido de Si en el espectro.

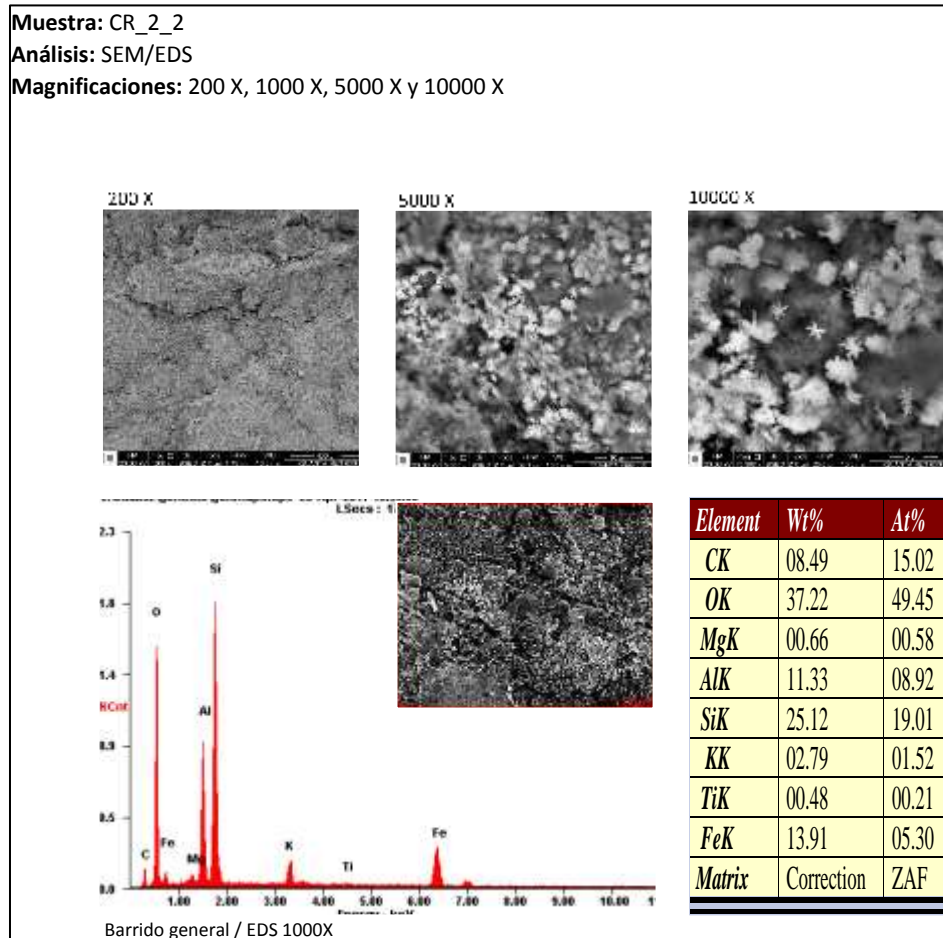


Figura 31. Resultados de toma SEM/EDS para la muestra CR_2_2. El nivel de detalle de la magnificación 1000x permite observar en color blanco presencia de óxidos.

Interpretación de resultados DRX. Las pruebas de Difracción de Rayos-X aplicadas al reconocimiento de minerales arcillosos en rocas que componen la secuencia de la Fm Floresta

fueron el DRX “*Air dried*” ó de secado a temperatura ambiente, y la prueba de DRX tipo “Bulk” o de muestra en tamaño polvo.

Según los resultados obtenidos de estas dos, se decidió cuáles serían sometidas a otro procedimiento para identificar la presencia de Clorita, Esmectita o Mortmorillonita dentro de las muestras, bien fuese calcinación a 500°C o adición de Etilenglicol; estos últimos análisis se realizaron para diferenciar minerales de Clorita, Mortmorillonita y vermiculita, y también así corroborar la presencia de los minerales identificados por las dos primeras pruebas de DRX.

Los análisis aquí presentados son de tipo cualitativo, es decir, solo se identifican minerales presentes en las fracciones de roca analizadas, mas no se cuantifican porcentajes dentro de las muestras.

Los resultados de las 9 muestras analizadas con Difracción de Rayos X se pueden apreciar en los apéndices (Ver apéndice D).

Se realiza con supervisión del personal del laboratorio de Rayos X del parque tecnológico UIS – Guatiguará, una tabla que resume la relación de los picos (*00l*) para los principales minerales arcillosos secados a temperatura ambiente o “*air dried*” y sus respectivos valores de 2θ y d ; donde I: Illita. K: Caolinita. Q: Cuarzo. G: Glauconita. Ch: Clorita. V: Vermiculita y M: Montmorillonita; a partir de información consultada de Moore, D & Reynolds, R (1997) y de Brindley, G & Brown, G (1980). Esta información se consigna a continuación (Ver tabla 7).

Tabla 7. *Relación de picos “001” para principales minerales arcillosos para análisis de secado a temperatura ambiente.*

		001	002	003	004
I	d	10,1	5,0	3,34 (+Q)	-
	2θ	≈7-8	≈17-18	≈27	-
K	d	7,20	3,58	-	-
	2θ	≈12	≈24 - 25	-	-
Q	d	4,27	3,34 (+I)	-	-
	2θ	≈21	≈27	-	-
G	d	10,1	-	3,34 - 3,38	
	2θ	≈7-8	-	≈27	
Ch	d	14,2	7,1	4,74	3,55
	2θ	≈6	≈12	≈19	≈25-26
V	d	14,4	7,16	3,58	-
	2θ	≈8	≈14	≈27	-
M	d	15,0	5,0	3,75	-
	2θ	≈6	≈18	≈24	-

A continuación, se detallan los minerales identificados en cada una de las muestras analizadas, sector estratigráfico dentro de la Formación Floresta y el tipo de roca identificado por descripción en muestra de mano realizada en la campaña de campo (ver tabla 8).

Tabla 8. *Relación de muestras analizadas y minerales identificados a partir de aplicación de DRX*

Muestra	Sector	Desc. Muestra Mano	Min. Arcillosos	Otros Min.
CR_29_42	Alto	Arcillolita Rojiza	Ch, I	Q
CR_33_46	Alto	Limolita Gris Verdosa	I, K	Q
CR_21_29	Medio	Limolita Negra	I	Q
CR_20_27	Medio	Vetilla	I, K	Q
CR_18_22	Medio	Limolita Gris Verdosa	I, K	Q
CR_10_14	Bajo	Vetilla	I, K	Q
CR_7_10	Bajo	Limolita Gris Verdosa	I, K	Q
CR_5_5	Bajo	Arcillolita Rojiza	I, K	Q
CR_2_2	Bajo	Arcillolita Rojiza	Ch, I, K	Q

A continuación, se muestran los resultados y análisis DRX realizados sobre la muestra CR_2_2 recolectada en la campaña de campo de este proyecto (Ver Figura 32), en cuyos espectros producto de las pruebas de DRX con secado a temperatura ambiente, DRX tipo “Bulk” permiten identificar con claridad los picos de la Illita, Caolinita y Cuarzo, pero que en el ángulo $2\theta = 6.275$ presenta un pico con un valor de $d=14,074$ lo que indica la posibilidad de Esmectita, Clorita o Mortmorillonita dentro de la muestra.

La muestra fue sometida a Calcinación y adición de Etilenglicol para poder diferenciar el mineral allí registrado. Luego de corroborar aplicar estos segundos análisis se confirma que este

pico corresponde a la presencia de Clorita puesto que el valor de “d” se mantiene respecto al ángulo 2θ.

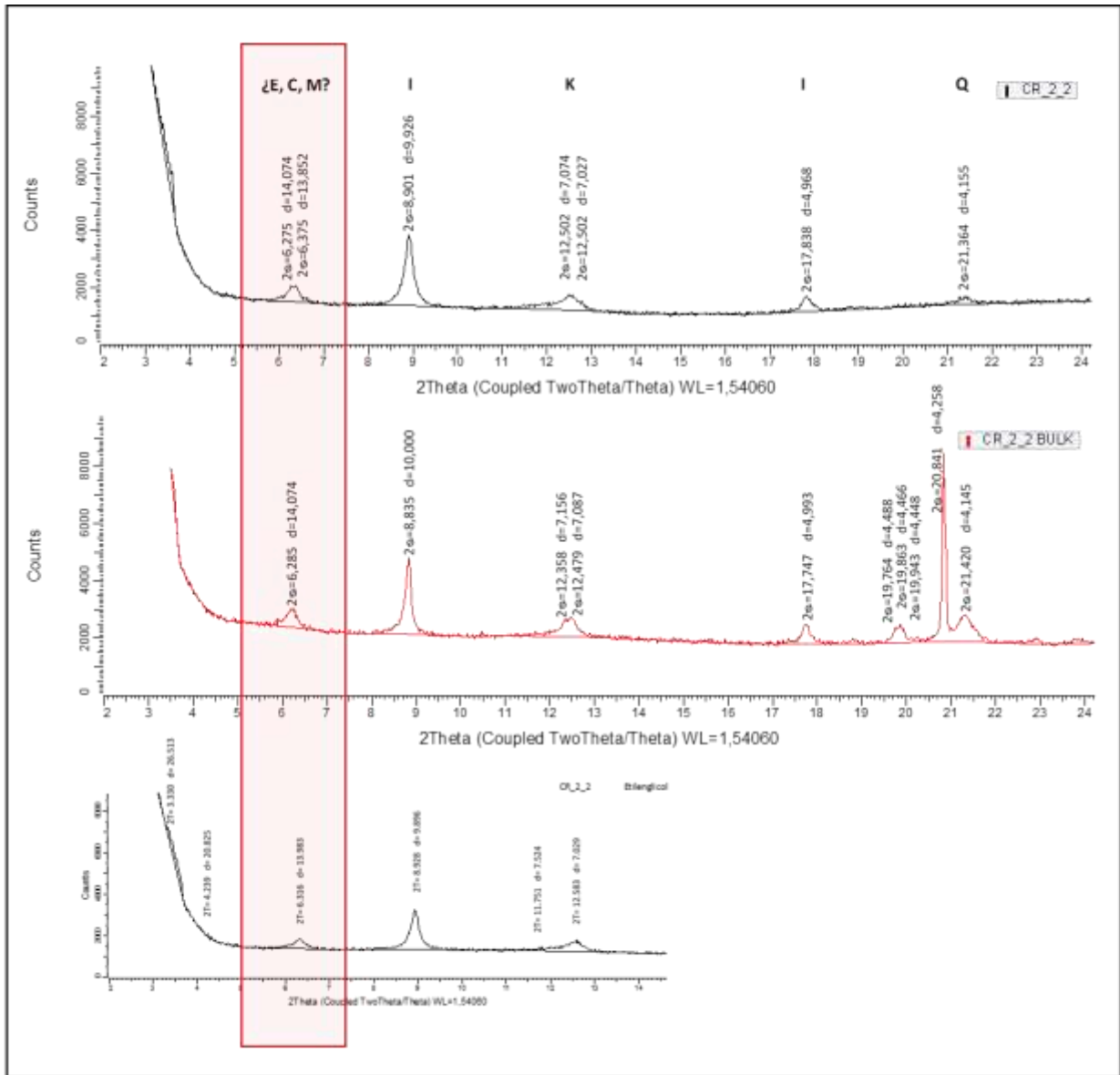


Figura 32. Resultados de toma DRX para la muestra CR_2_2. En el recuadro rojo se señala la zona cercana al ángulo $2\theta=6$ con $d=14,074$ que indicaba posible aparición de E, Ch o M. Luego de aplicar etilenglicol, y al no moverse este pico, se define como Ch.

A partir de los resultados obtenidos de la aplicación de las dos técnicas analíticas, se puede observar que la presencia de Illita, Caolinita, Cuarzo y óxidos, es relativamente constante dentro de toda la Formación. Existe aparición menos frecuente de Cloritas (CR_2_2, CR_7_9, CR_8_12, CR_15_19) y Zircones (Muestras CR_4_4, CR_31_41). No se encontraron interestratificados de minerales arcillosos (ej. Illita-Esmectita), ni presencia de Montmorillonita o Vermiculita.

Las técnicas empleadas son complementarias pues existen minerales que no se pueden identificar por SEM, pero si por DRX y viceversa. Ejemplo de ello son los óxidos, los cuales no se encuentran en los resultados de la aplicación de la Difracción de Rayos X, básicamente porque en el proceso de preparación de muestras, estos se precipitan por gravedad y solo alcanzan a ser leídos por el equipo las partículas más finas, en este caso las de minerales asociados a arcillas. En el caso del SEM fue posible su identificación dado que, al ser óxidos, estos absorben buena parte de la energía suministrada por el haz de electrones con que se realiza el barrido en la muestra, y por tanto adquieren colores muy blancos y brillantes en las micrografías, lo cual se corrobora, en términos de su composición por medio del espectro o perfil del EDS.

Es posible identificar que, en las fracciones de arcillas analizadas, minerales como la Clorita y la Illita se presentan o disponen en formas alargadas con cierta dirección preferencial; con texturas de tipo fibroso que se encuentran casi siempre bordeando los pequeños granos de cuarzo. Para el caso de la Caolinita, se presenta de una forma masiva a granular muy fina, que se encuentra soportando la muestra. La aparición de Zircones solo se reporta en dos muestras analizadas por SEM, en una muestra del sector bajo y otra del sector alto de la Formación; estos

se identifican por su alto brillo y bordes rectos en las micrografías, y se verifica la aparición de Zr en los perfiles EDS.

5.4 Consideraciones sedimentológicas con base en la mineralogía identificada

A partir de la información colectada en campo, la Formación Floresta, se caracteriza por la presentar intercalaciones de Arcillolitas y Limolitas que exhiben buena fisilidad, de tonalidades gris claro a oscuro, beige a pardo claro, verdosa y anaranjada a rojiza, además presenta abundante paleofauna hacia el sector bajo, donde también sobresale la aparición de rocas Calizas de geometría lenticular con poco espesor; mientras que hacia el sector medio y alto no poseen contenido fosilífero y es característico el desarrollo de vetilleo de oxidación en dos direcciones principalmente, con variación en su disposición u orden; en cuanto a la composición mineralógica de estas rocas hay una predominancia de Illita, Caolinita, Cuarzo y Óxidos a lo largo de toda la formación, además de manera ocasional se pudo reportar la presencia de Clorita, principalmente en la Arcillolitas Rojizas. Únicamente en dos sectores, y gracias al análisis de las muestras CR_4_4, y CR_31_41 se encuentran pequeños cristales de Zircón.

La presencia de registro fósil en la Formación Floresta, característico del Devónico Medio, (Caster, 1939. Royo y Gómez, 1942. Morales, 1965), sumado la poca variación mineral a lo largo de toda la formación y la alternancia de rocas Arcillolitas y Limolitas, indican en conjunto, que estos materiales fueron depositados en condiciones de baja energía que pueden ser asociados a un ambiente marino somero; esto coincide en gran parte con lo publicado por Cediell (1997), quien define una facie “Shallow Marine, Clastics” para la Formación Floresta, es decir

una facie de ambiente marino de aguas poco profundas con dominio de rocas clásticas. Este tipo de ambiente se caracteriza por sus bajas energías y favorece la depositación de bien sean rocas carbonatadas o de rocas siliciclásticas; aunque estos dos también pueden coexistir si hay variaciones en los niveles de energía y transporte de sedimentos desde el área fuente. Para el caso de la Formación Floresta se nota una clara predominancia de sedimentos siliciclásticos (Intercalaciones de Arcillolitas y Limolitas a lo largo de toda la formación) durante la depositación de la formación, excepto en la parte baja de la formación donde aparecen los pequeños lentes de calizas.

A partir de lo expuesto por estos dos autores, y en relación con el material rocoso que compone a la Formación Floresta, se puede corroborar que estas intercalaciones entre Arcillolitas y Lodolitas están ligadas al borde del mar epicontinental que se presentó en la zona de estudio en este periodo, esto, teniendo como referencia que al presentarse este ambiente, la parte más profunda de él, tiende a depositar rocas calcáreas, mientras que hacia sus bordes se presenta depositación de sedimentos finos, como son arcillas, lodos y limos; ya hacia la parte netamente continental predominan las arcillas y conglomerados. Entonces, se pueden asociar los sedimentos que componen la Formación Floresta a la depositación en uno de los bordes de un mar epicontinental que tuvo lugar en esta región durante el Silúrico Inferior al Devónico Superior y que por ello su secuencia sedimentaria se caracteriza por tener intercalaciones de Arcillas y Limos principalmente.

En la parte baja, se identifica un nutrido registro de fauna fósil que logra, en su mayoría la conservación de rasgos característicos pero que se encuentra bastante deteriorada debido a la exposición a agentes erosivos y de meteorización, también son evidentes las apariciones de pequeños lentes de Calizas, que analizadas por SEM/EDS, arrojan una composición de Calcita, Illita y Clorita; lo cual podría indicar que hubo un pequeño periodo de oscilaciones con tendencia a profundizar la cuenca producto del mar epicontinental, logrando depositar carbonatos en pequeños niveles con espesores que no superan los 3 metros y dentro de los cuales también se encuentran fósiles con la diferencia que estos se encuentran recristalizados por calcita.

La Formación Floresta se caracteriza también por poseer vetillas de coloraciones rojas a naranjas y en ocasiones negras, que según los análisis de SEM y DRX se componen principalmente de Cuarzo y Óxidos de Hierro, pero que además contienen minerales arcillosos como Illita y Caolinita. Con base en su contenido mineralógico, estas vetillas pueden estar relacionadas a un evento posterior a la depositación de las rocas de la Fm. Floresta que implicó el transporte de fluidos ricos en hierro posiblemente a una temperatura suficiente para mezclarse con parte del material rocoso que caracteriza a la Formación Floresta de ahí que su contenido posea también minerales arcillosos además del Cuarzo y Óxidos ya mencionados.

6. Discusión

Existen reportes acerca del registro del Devónico en Colombia obtenidos a partir de estudios paleontológicos en fauna fósil identificada en la base de la Formación Floresta (Caster, 1939. Royo y Gómez, 1942. Morales, 1965); Formación que hace parte del Macizo de Floresta, en el sector norte de la Cordillera Oriental. Además, en algunas publicaciones, como las realizada por la Agencia Nacional de Hidrocarburos, ANH, (2006) en la que se describen algunas características de las litologías que componen de base a tope, la Formación Floresta, además, reportan intercalaciones de arcillolitas y limolitas con niveles arenosos hacia el techo de dicha formación con tonalidades amarillo-grisáceas que presentan bio y litoclastos, lo cual se puede refutarse, con base en las observaciones, datos y descripción de muestras colectadas durante campaña de Campo a la Localidad de Floresta, Boyacá; puesto que se reconocen intercalaciones únicamente de Arcillolitas y Limolitas a lo largo de toda la formación. Además de esto, se logra la diferenciación de tres sectores, un primer sector hacia la base de la Formación denominado Sector Bajo, seguido por un Sector Medio y por último hacia el tope, el Sector Alto. El sector bajo presenta abundante registro fósil y unos pequeños lentes de Calcita en su zona más inferior; el Sector Medio exhibe abundantes estructuras de Vetilleo de tipo caótico, cruzado formando ángulos rectos y también con vetillas dispuestas de forma paralela; por último, el sector Alto, marcado por la desaparición de las vetillas.

También pudo corroborarse la presencia únicamente de intercalaciones de Arcillolitas y Limolitas hacia el tope de la Fm. Floresta gracias a la aplicación de técnicas analíticas avanzadas

como SEM/EDX y DRX, enfocadas a la determinación de la mineralogía que compone las rocas de dicha formación, encontrando únicamente partículas de tamaños muy pequeños, limos y arcillas, cuyos análisis arrojan la presencia regular de minerales de Illita, Caolinita, Cuarzo y Óxidos, de forma constante entre el base y el tope de la formación, y además se reporta la aparición esporádica de Clorita, principalmente en los niveles de Arcillolitas de tonalidad rojiza y pequeños cristales de Zircón.

Ahora bien, con base en estas observaciones y análisis se puede asociar la Formación Floresta a un ambiente marino somero de baja energía, que puede ser relacionado al reporte de un mar epicontinental que se dio lugar en esta región entre el Silúrico y el Devónico. Esta cuenca epicontinental presenta depositación de sedimentos clásticos con fuerte predominio siliciclástico, tipo arenas y conglomerados hacia la parte más continental, mientras que hacia los bordes se identifican zonas de acumulación de sedimentos tipo limolitas, arcillolitas y ocasionalmente calizas; y finalmente las zonas más profundas o distales a los bordes, acumulación de rocas carbonatadas (Chicangana1, G. Kammer, A. 2013). Esta afirmación, permite localizar a la Formación Floresta en uno de los bordes que conforman la cuenca epicontinental, puesto que se caracteriza por presentar intercalaciones de Arcillolitas y Limolitas, como se mencionó anteriormente, puede presentarse presencia ocasional de calizas, tal como se corroboró durante la campaña de campo hacia el Sector Bajo de la formación.

7. Conclusiones

Debido al nivel de detalle que ofrece la Microscopía Electrónica de Barrido en las micrografías y espectros EDS; y la precisión en la respuesta de los minerales a la técnica de Difracción de Rayos-X, estas técnicas analíticas avanzadas son complementarias entre sí, permitiendo la identificación y descripción de minerales arcillosos es muestras de roca, con bastante precisión y detalle en sus resultados

Durante la campaña de Campo realizada en el municipio de Floresta, Boyacá, donde aflora la Formación Floresta, se pudo establecer que dicha formación se encuentra en contacto hacia su base con las Areniscas Limosas de grano fino a muy fino, sobre la vía que comunica a Floresta con Santa Rosa de Viterbo, propias del tope de la Formación Tíbet; y hacia el tope se encuentra en contacto con intercalaciones de Limolitas Arenosas y Arcillolitas Rojizas, en el sector de Monticello, que caracterizan la base de la Formación Cuche.

La Formación Floresta, se compone de base a tope por intercalaciones de Arcillolitas y Limolitas que varían en coloración y espesor unas con otras; se puede subdividir en tres sectores denominados Bajo, Medio y Alto; el Sector bajo, se localiza hacia la base de la formación y se diferencia por poseer un alto contenido fósil y pequeños lentes de Caliza; el Sector Medio caracterizado por presentar estructuras de vetilleo rico en hierro que varían su disposición presentándose de formas caóticas, cruzadas formando ángulos rectos y/o paralelas entre si; Finalmente se identifica el Sector Alto, localizado hacia el tope de la formación, donde el

vetilleo disminuye hasta perder su registro finalizando únicamente con las intercalaciones de Arcillolitas y Limolitas.

Se recolectaron un total de 53 muestras, de las cuales 17 fueron sometidas a pruebas de Microscopía Electrónica de Barrido, y 9 a análisis de Difracción de Rayos X para determinar la composición mineralógica de dichas muestras de roca. De estos análisis se pudo determinar que la Formación Floresta de base a tope registra una composición predominante de Illita, Caolinita, Cuarzo y Óxidos principalmente de Hierro; y en una menor proporción se reporta la aparición de Clorita y pequeños cristales de Zircón.

Se relaciona a la Formación Floresta con un ambiente marino somero de baja energía, asociado a uno de los bordes de la cuenca epicontinental que tuvo lugar en la región hoy denominada Cordillera Oriental durante el Silúrico – Devónico (Chicangana, G. & Kammer, A. 2013). Estas condiciones facilitaron la acumulación de sedimentos de tamaños limos y arcillas dispuestos en intercalaciones que se repiten de base a techo en toda la Formación.

Se plantea la necesidad de aplicar otras técnicas que permitan realizar análisis e interpretaciones que complementen la información mineralógica de las rocas que componen a la Formación Floresta y que permitan cuantificar el contenido mineral comprendido de base a tope.

Referencias Bibliográficas

- Ayala, R., et al, 2005. Paleomagnetismo y mineralogía magnética en las unidades del mesozoico de Bucaramanga y el Macizo de Floresta. Geología colombiana.
- Brade-Briks, S. 1962. Notas acerca de minerales arcillosos, relación suelo-partículas-minerales. Clasificación de minerales arcillosos.
- Brindley, G & Brown, G. Crystal structures of Clay Minerals and their X-Ray Identification. Monograph N°5; Londres. Mineralogical Society.
- Cediel, F. Etayo, F. Cáceres, C. 1997. Distribución de Facies y ámbito tectónico a través del Fanerozoico de Colombia; Paleozoico Superior. Geotec Ltda – INGEOMINAS.
- Chicangana, G.; Kammer, A. 2013. Evolución tectónica de la cordillera oriental de Colombia. 1. Del océano Iapeto a la pangea: una visión preliminar. Segunda parte: Evolución geodinámica. GEOLOGIA COLOMBIANA, Vol. 38. Bogotá, Colombia. pp. 75-88.
- Cimav, centro de investigación en materiales avanzados. Microscopia electrónica de barrido. S, c. Página web: <http://mty.cimav.edu.mx/sem/>.
- Colombia Round 2008, Área Cordillera, Informe de Prospectividad. Universidad Nacional de Colombia, UNAL, Departamento de Geociencias – Agencia Nacional de Hidrocarburos, ANH.
- Curia, M. 2010. Estudio fisicoquímico y catalítico del sistema Mn-O-V, capítulo V, técnicas de caracterización. Conceptos generales. Tesis doctoral. Universidad nacional de la plata.
- García, E. & Suárez, M. Las arcillas, propiedades y usos. Recuperado de <https://previa.uclm.es/users/higueras/yymm/Arcillas.htm>
- Geoestudios Ltda, 2006. Cartografía Geológica cuenca Cordillera Oriental - Sector Soapaga. Informe Final Área Soapaga. Agencia Nacional de Hidrocarburos - ANH.
- Herrera, A. 2010. Los minerales arcillosos y su aplicación como Paleotermómetros e Indicadores de ambientes sedimentarios y condiciones de diagénesis en la cordillera oriental,

- transectas la Calera-Quetame y Samaca-Siriri. Universidad industrial de Santander, grupo de investigación en estratigrafía, Ecopetrol. Tesis de grado.
- Janvier, P. & Villarroel, A. 1998. Los peces Devónicos del Macizo de Floresta (Boyacá, Colombia). Consideraciones taxonómicas, bioestratigráficas, biogeográficas y ambientales. Bogotá, Geología Colombiana 23.
- Jimenes, J & Justo, J. 1975. Diferencias entre Limos y Arcillas. Geotecnia y cimientos, 2da Edición.
- Liberto de Pablo, 1964. Las arcillas, clasificación, identificación, usos y especificaciones industriales. Boletín Sociedad Geológica Mexicana 27, N°2.
- Mojica, J. & Villarroel, C; 1984. Contribución al conocimiento de las unidades paleozóicas del área de Floresta (Cordillera Oriental colombiana; Departamento de Boyacá) y en especial de la Formación Cuche. Geología Colombiana 13, pp 55-78.
- Mojica, J. Villarroel, C., 1984. Contribución al conocimiento de las unidades paleozoicas del área de Floresta (cordillera oriental colombiana; departamento de Boyacá) y en especial al de la Formación Cuche”. Geología colombiana, N°13.
- Moore, D & Reynolds, R. 1997. X-Ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals. Segunda edición. New York; Oxford University Press.
- Regidor, I., et al, 2003. Mineralogía de arcillas y diagénesis en la Formación de Quintaloma (Cretácico Superior, Norte de Burgos, España). Departamento de mineralogía y petrología, Universidad del País Vasco. Geogaceta.
- Sorrivas, V., et al, 2014. Principios y práctica de la Microscopia Electrónica. Primera Edición. E-Book. Recuperado de <http://www.bahiablanca-conicet.gob.ar/biblioteca/principios-practica-microscopia-electronica.pdf>
- Welton, J. 2003. SEM Petrology Atlas; Methods in Exploration Series N°4. Oklahoma. Chevron Oil Field Research Company – American Association Of Petroleum Geologist,