

Caracterización mineralógica, química y térmica de la vermiculita de Ciénaga, Magdalena –  
Sector NW de Sierra Nevada de Santa Marta (SNSM)

Yisell Dayana Ropero Gerardino y Daniel Santiago Carrascal Jaimes

Trabajo de Grado para Optar al Título de Geólogo

Director

Jesús Hernando Mendoza Forero

MSc. Exploración y Geología de Minas

Codirector

Luis Carlos Mantilla Figueroa

PhD. Petrología y Geoquímica

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Fisicoquímicas

Escuela de Geología

Bucaramanga

2025

### **Dedicatoria**

Primeramente, a Dios, por permanecer siempre conmigo y guiarme en cada paso de mi vida, por su amor genuino de padre y sus enseñanzas; todo este camino no sería posible sin Él.

A mi amada abuela Matilde, quien fue, es y seguirá siendo mi faro eterno, cuyo amor y enseñanzas que atesoro en mi corazón forjaron quien soy. A mi tía Magaly, por su sostén inquebrantable, ejemplo y motivación en este proceso académico y a lo largo de mi vida.

A mi padre, Freddy, cimiento de valores, ejemplo y amor. A mi madre, Cecilia y a mis hermanas Angie, Stephany y Wendy, por ser mi motivación diaria y apoyo constante; gracias, de corazón, por sus hermosas y sabias palabras de aliento, lo son todo en mi vida.

A Santiago, por su confianza, trabajo en equipo y motivación; a toda su maravillosa familia, en especial a su madre, su hermana Paola y su sobrino Yayi; gracias por acogerme y brindarme tanto apoyo para culminar este camino de la mejor manera.

A Stefi, mi hermana del alma, cuya luz académica me motivó a avanzar.

A cada familiar y amigo que, con una palabra amable, un mensaje motivador y una ayuda oportuna sembraron ese granito de arena para lograr culminar esta fase con éxito.

Agradezco a Dios por permitirme conocer y poner en mi camino personas increíbles que me impulsaron a avanzar y me motivaron; infinitas gracias a Lean, Cami, Saray, Sebas, Ivis, Kelly, Anny, Luis y su familia.

Inmensamente feliz y agradecida porque, a pesar de las dificultades que se presentan, Dios es tan perfecto que nos muestra el sendero, fortalece nuestro espíritu y nos enseña a vivir con propósito. Cada día es una nueva oportunidad para amar, aprender, crecer y vivir en gratitud.

– *Dayana Roperó*

A Dios, quien siempre me ha demostrado que Él es y será más que suficiente, que su poder se perfecciona en mi debilidad, y que tener un llamado en su propósito hace que todo obre para bien, porque su amor y fidelidad son lo más grande y seguro que tengo.

A mi madre, Libia Rosa, por su amor incondicional, compañía y gentileza, por su sinfonía de esfuerzos y por apoyarme e instruirme incluso cuando la distancia nos separaba. Por inculcarme el buen proceder y la excelencia en todo lo que hago, ha sido una madre excepcional.

A mi padre, Jesús Alberto, por infundirme el valor del trabajo honesto y la resiliencia. La expresión de su generoso corazón me ha llenado de confianza en mí mismo.

A mis hermanos por su paciencia, risas, complicidad y ser mis compañeros de vida.

A mis sobrinos, Julieta y Arturo, y en especial a Juan David, quien con su alma dulce, alegre y noble me ha hecho más compasivo y empático a través de la diversidad.

A mis perritos, Simba y Bruno, quienes me han hecho comprender el profundo significado de la lealtad y han llenado mis días de alegría y alivio.

Al resto de mi familia, por confiar en mí desde muy pequeño, por cada cumplido y palabra de motivación, y por enseñarme el valor del servicio y la hospitalidad.

A todos mis amigos, a los que ya no están y a los más recientes. A los que están cerca, quienes son refugio para mí con su cálida amistad, y a los que desde la distancia me han apoyado y brindado su cariño.

A todos los que se han sentido inseguros, incapaces o sin esperanza: siempre llega un nuevo día y estoy seguro de que la vida los llenará de confianza, gozo y propósito.

– *Santiago Carrascal*

### **Agradecimientos**

Agradecemos profundamente a nuestro director, el geólogo Hernando Mendoza, por habernos propuesto este tema de investigación y por su constante confianza, paciencia, gestión y colaboración, fundamentales para alcanzar los objetivos planteados. Extendemos también nuestro agradecimiento al profesor Luis Carlos Mantilla, quien amablemente aceptó ser el codirector de este trabajo, por sus valiosas sugerencias y orientaciones precisas, sin las cuales este trabajo no habría sido posible.

De manera especial, agradecemos a la empresa Electrofumigación Toro S.A.S. por depositar su confianza en nosotros y en nuestro director, al facilitarnos el material objeto de estudio y asumir el costo de los análisis faltantes que nos permitieron culminar la etapa analítica de la investigación.

También queremos agradecer al técnico Javier, del Laboratorio de Beneficios de Minerales, y a la Escuela de Ingeniería Metalúrgica por permitirnos realizar el análisis granulométrico en sus instalaciones. A todo el equipo del Laboratorio de Rayos X y al profesor José Henao por su oportuna colaboración en todos los aspectos relacionados con el análisis DRX. Al técnico Luis Fernando Anaya, del Laboratorio de Preparación de Muestras sede Parque Tecnológico de Guatiguará (PTG), y a la Escuela de Geología por su apoyo en la elaboración de las secciones delgadas; así como al técnico administrativo César Llerena, de la misma escuela, por su gestión en el préstamo de equipos y laboratorios para el análisis mineralógico de las muestras. De igual forma, a la profesional Martha Blanco, por toda su colaboración y orientación relacionadas con trámites académicos y administrativos que nos permitieron culminar con éxito este proceso. A la profesional de laboratorio Rocío Cepeda y al profesor Rafael Cabanzo, del laboratorio Laboratorio

de Espectroscopía Atómica y Molecular (LEAM), por su orientación, resolución de dudas y por permitirnos acceder a sus instalaciones durante la realización de las espectroscopías FTIR–ATR y Raman. A los profesionales del laboratorio del Grupo de Investigación en Polímeros (GIP) por llevar a cabo los análisis térmicos. A Duván García, subdirector de laboratorio de Inclay, y a todo su equipo de trabajo por su gestión en la realización de los análisis FRX y SEM. Al profesor Carlos Villarreal, por su revisión de la interpretación de resultados de las imágenes SEM. A la profesora Edith Jerez, por su amable colaboración desinteresada y por tomarse el tiempo de aportar correcciones para la presentación del trabajo.

Agradecemos sinceramente a los profesores Ruth Navas y Alejandro Miranda de los cursos de lectura, escritura y oralidad para trabajo de grado del programa SEA Lenguaje UIS, por las herramientas, correcciones y orientaciones que nos brindaron para fortalecer nuestras habilidades comunicativas a lo largo de este proceso académico.

Nuestro agradecimiento también a todos los profesores, técnicos de laboratorio y personal administrativo de las diferentes escuelas de la Universidad Industrial de Santander, a quienes acudimos en diferentes momentos del desarrollo de esta investigación en busca de orientación; por su tiempo, colaboración y la oportuna resolución de dudas a cada una de nuestras consultas.

Finalmente, gracias a nuestros familiares y amigos por su apoyo incondicional, hospitalidad y por ayudarnos a sobrellevar las cargas que implicó este importante proceso académico.

**Tabla de Contenido**

	<b>Pág.</b>
Introducción .....	12
1. Objetivos .....	14
1.1 Objetivo General .....	14
1.2 Objetivos Específicos.....	14
2. Marco conceptual y estado del arte.....	14
2.1 Estructura y composición química de la vermiculita.....	15
2.2 Antecedentes .....	16
2.2.1 Análisis granulométrico del material objeto de estudio.....	18
2.3 Contexto geológico regional .....	22
3. Metodología .....	24
3.1 Fases metodológicas .....	24
3.1.1 Diseño de la investigación .....	25
3.1.2 Técnicas analíticas y equipos utilizados .....	25
3.1.3 Métodos empleados en la interpretación de resultados.....	29
4. Análisis e interpretación de los resultados de caracterización.....	29
4.1 Caracterización mineralógica.....	29
4.1.1 Análisis macroscópico con estereoscopio.....	30
4.1.2 Análisis microscópico de secciones delgadas.....	32
4.1.3 Análisis de difracción de rayos X (DRX) .....	38
4.1.4 Análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM) .....	40

4.1.4.1 Microscopía electrónica de barrido con espectroscopía de energía dispersiva (SEM-EDS).	42
4.2 Caracterización química.....	44
4.2.1 Análisis de fluorescencia de rayos X (FRX).....	44
4.2.2 Análisis de espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).....	46
4.2.3 Análisis de espectroscopía Raman.....	48
4.3 Caracterización térmica .....	51
4.3.1 Análisis termogravimétrico (TGA).....	51
4.3.2 Análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) .....	53
5. Discusión de resultados.....	55
6. Conclusiones .....	58
7. Recomendaciones .....	59
Referencias Bibliográficas .....	60

**Lista de Tablas**

	<b>Pág.</b>
Tabla 1 <i>Granulometría del material extraído del punto 1</i> .....	19
Tabla 2 <i>Granulometría del material extraído del punto 2</i> .....	20
Tabla 3 <i>Mineralogía de secciones delgadas del material con granulometría &gt; 1,41 mm</i> .....	33
Tabla 4 <i>Mineralogía de secciones delgadas del material con granulometría 1,41 – 1 mm</i> .....	33
Tabla 5 <i>Mineralogía de secciones delgadas del material con granulometría 1 – 0,85 mm</i> .....	33
Tabla 6 <i>Mineralogía de secciones delgadas del material con granulometría 0,85 – 0,6 mm</i> .....	33
Tabla 7 <i>Mineralogía de secciones delgadas del material con granulometría 0,6 – 0,425 mm</i> ...	34
Tabla 8 <i>Contenido promedio (%) de vermiculita y minerales accesorios en secciones delgadas</i> .....	34
Tabla 9 <i>Resultado del análisis FRX: composición química elemental de la vermiculita</i> .....	44

**Lista de Figuras**

	<b>Pág.</b>
Figura 1 <i>Mapa localización zona de estudio</i> .....	13
Figura 2 <i>Modelo de estructura atómica de la vermiculita</i> .....	16
Figura 3 <i>Curva granulométrica del material extraído en el punto 1</i> .....	20
Figura 4 <i>Curva granulométrica del material extraído en el punto 2</i> .....	21
Figura 5 <i>Mapa geológico zona de estudio</i> .....	24
Figura 6 <i>Fotografías de la vermiculita bajo estereoscopio</i> .....	30
Figura 7 <i>Fotografías de vermiculita y minerales accesorios bajo estereoscopio</i> .....	32
Figura 8 <i>Microfotografías de secciones delgadas de la vermiculita</i> .....	35
Figura 9 <i>Microfotografías de secciones delgadas de los minerales accesorios</i> .....	37
Figura 10 <i>Patrones de DRX de la vermiculita en el rango entre (a) 5–35° 2θ y (b) 35–70° 2θ</i> . 39	39
Figura 11 <i>Micrografías SEM de la vermiculita y antigorita</i> .....	41
Figura 12 <i>Micrografías SEM de la vermiculita y antigorita</i> .....	42
Figura 13 <i>Micrografías SEM de la vermiculita y antigorita con EDS</i> .....	43
Figura 14 <i>Espectro FTIR de la vermiculita en el rango de 4000–400 cm<sup>-1</sup></i> .....	48
Figura 15 <i>Espectro Raman de la vermiculita en el rango de 50–1250 cm<sup>-1</sup></i> .....	49
Figura 16 <i>Espectro Raman de la vermiculita en el rango de 3000–3980 cm<sup>-1</sup></i> .....	51
Figura 17 <i>Análisis TGA de la vermiculita en el rango de 30–900 °C</i> .....	53
Figura 18 <i>Análisis DSC de la vermiculita en el rango de 30–400 °C</i> .....	54

## Resumen

**Título:** Caracterización mineralógica, química y térmica de la vermiculita de Ciénaga, Magdalena – Sector NW de Sierra Nevada de Santa Marta (SNSM) \*

**Autor:** Yisell Dayana Roper Gerardino, Daniel Santiago Carrascal Jaimes \*\*

**Palabras Clave:** mineralogía, vermiculita trioctaédrica, estructura 2:1, hidratación interlaminar, cationes interlaminares, carga laminar, deshidratación, deshidroxilación.

La vermiculita cruda de Ciénaga, Magdalena, extraída en estado natural y actualmente desaprovechada en su fracción fina, fue caracterizada para determinar su composición mineralógica, química y térmica. Partiendo de la estructura 2:1 de los filosilicatos y la carga laminar que surge de sustituciones isomórficas (Guggenheim, 2006), se aplicó un enfoque descriptivo mixto: análisis macroscópico y petrográfico en estereoscopio y secciones delgadas, difracción de rayos X (DRX) para confirmar reflexiones típicas y el carácter de la capa octaédrica, microscopía electrónica de barrido con espectroscopía de energía dispersiva (SEM-EDS) para analizar la morfología y espectros elementales, fluorescencia de rayos X (FRX) para óxidos mayoritarios y fórmula estructural, espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con reflectancia total atenuada (FTIR-ATR) y espectroscopía Raman para identificar modos vibracionales, los grupos composicionales y análisis termogravimétrico (TGA) y calorimetría diferencial de barrido (DSC) para reacciones asociadas a deshidratación y deshidroxilación. La muestra procede de la unidad Neis de Buritaca (PTnb), un complejo polimetamórfico asociado al orógeno Permotriásico y modificado por eventos magmáticos jurásicos y paleocenos (Tschanz et al., 1969; Cardona et al., 2010) Los resultados mostraron una vermiculita trioctaédrica mineralógicamente dominante, con ocupación de sitios octaédricos por  $Mg^{2+}$  y notable  $Fe^{3+}$ , además de  $Ti^{4+}$  en su capa tetraédrica. La fórmula propuesta refleja sustituciones y cationes interlaminares hidratados que estabilizan dos capas de agua, confirmadas por bandas FTIR y Raman. El perfil térmico evidenció pérdida de “agua libre”, deshidratación interlaminar y deshidroxilación, con perfiles endotérmicos que validan la estabilidad bicapa. En conjunto, la investigación valida el carácter trioctaédrico, el entorno químico, la elevada carga laminar y la estabilidad térmica de esta vermiculita dentro de la unidad Neis de Buritaca (PTnb).

---

\* Trabajo de Grado

\*\* Facultad de Ingeniería Físicoquímicas. Escuela de Geología. Director: Jesús Hernando Mendoza Forero. MSc. Codirector: Luis Carlos Mantilla Figueroa. PhD.

**Abstract**

**Title:** Mineralogical, chemical and thermal characterization of vermiculite from Ciénaga, Magdalena – NW Sector of Sierra Nevada de Santa Marta (SNSM)\*

**Author(s):** Yisell Dayana Roper Gerardino, Daniel Santiago Carrascal Jaimes\*\*

**Key Words:** mineralogy, trioctahedral vermiculite, 2:1 structure, interlaminar hydration, interlaminar cations, layer charge, dehydration, dehydroxylation.

The raw vermiculite from Ciénaga, Magdalena, extracted in its natural state and currently untapped in its fine fraction, was characterized to determine its mineralogical, chemical and thermal composition. Starting from the 2:1 structure of phyllosilicates and the layer charge arising from isomorphic substitutions (Guggenheim, 2006), a mixed descriptive approach was applied: macroscopic and petrographic analysis in stereoscope and thin sections, X-ray diffraction (XRD) to confirm typical reflections and the octahedral sheet character, scanning electron microscopy–energy dispersive X-ray spectrometry (SEM–EDS) to analyze the morphology and elemental spectra, X-ray fluorescence (XRF) for majority oxides and structural formula, attenuated total reflection–Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR–ATR) and Raman spectroscopy to identify vibrational modes and compositional groups and thermogravimetry analysis (TGA) with differential scanning calorimetry (DSC) for reactions associated with dehydration and dehydroxylation. The sample comes from the Neis de Buritaca unit (PTnb), a polymetamorphic complex associated with the Permo-triassic orogen and modified by Jurassic and Paleocene magmatic events (Tschanz et al., 1969; Cardona et al., 2010). The results showed a mineralogically dominant trioctahedral vermiculite, with occupation of octahedral sites by  $Mg^{2+}$  and notable  $Fe^{3+}$ , in addition to  $Ti^{4+}$  in its tetrahedral sheet. The proposed formula reflects substitutions and hydrated interlaminar cations that stabilize two water layers, confirmed by FTIR and Raman bands. The thermal profile showed loss of “free water”, interlaminar dehydration and dehydroxylation, with endothermic profiles that validate the bilayer stability. Overall, the research validates the trioctahedral character, chemical environment, high layer charge, and thermal stability of this vermiculite within the Neis de Buritaca unit (PTnb).

---

\* Degree Work

\*\* Faculty of Physicochemical Engineering. School of Geology. Director: Jesús Hernando Mendoza Forero. MSc. Co-director: Luis Carlos Mantilla Figueroa. PhD

## Introducción

Los minerales arcillosos, componentes esenciales de la litósfera y agentes clave en ciclos geoquímicos globales, destacan por su estructura cristalina y versatilidad química. Estos filosilicatos, producto de meteorización de minerales preexistentes o procesos hidrotermales, no solo actúan como registros geológicos de condiciones paleoambientales, sino que desempeñan un papel fundamental en aplicaciones industriales, agrícolas y ambientales. Dentro de este grupo, la vermiculita destaca como una curiosidad geológica por su capacidad de expansión térmica e intercambio iónico, características directamente relacionadas con su composición, su estructura química y la particularidad de su red cristalina interlaminar hidratada, atributos que le confieren propiedades fisicoquímicas únicas.

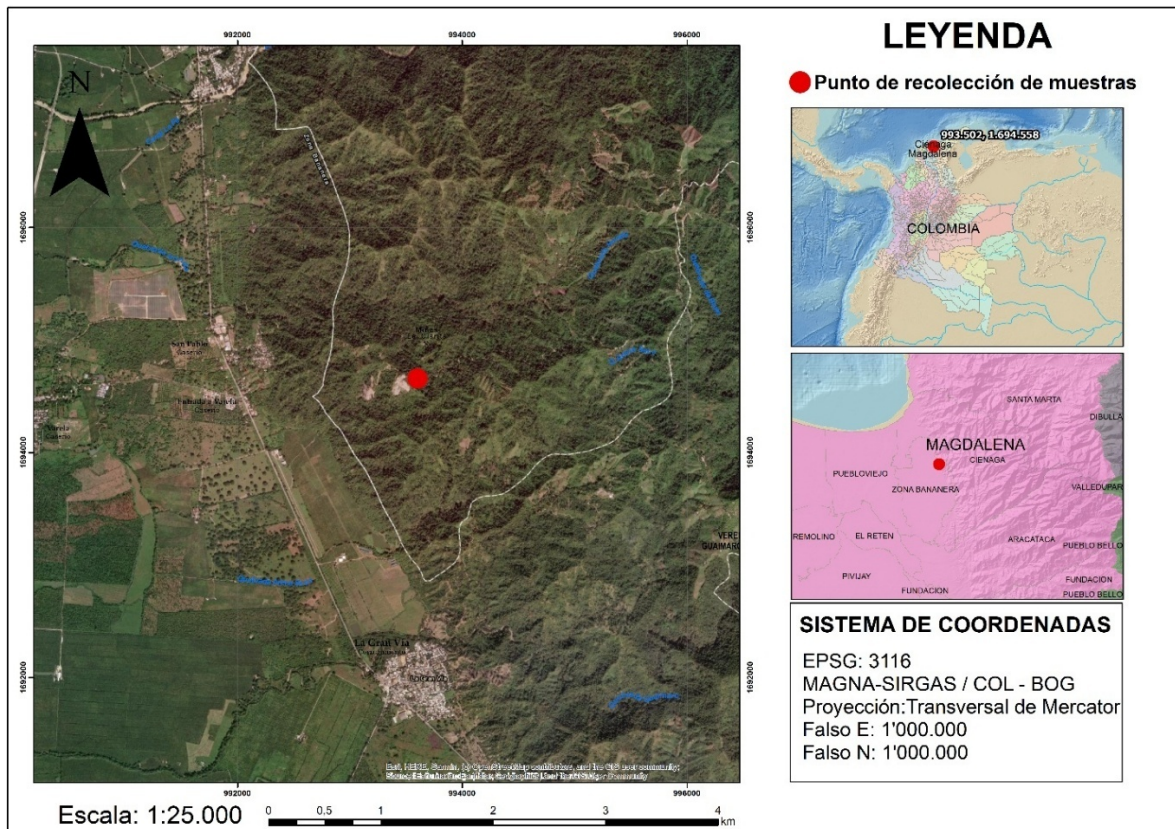
Si bien existe una amplia base de conocimiento sobre los minerales arcillosos, la fracción fina de la vermiculita extraída en Ciénaga, Magdalena, permanece subestimada en su potencial económico y científico. Este mineral, obtenido en estado crudo–natural por la empresa Electrofumigación Toro S.A.S., es sometido a un tamizaje inicial en el que la fracción gruesa (retenida en malla N.º 30, >0.6 mm) se procesa y comercializa con fines industriales, mientras que la fracción fina (<0.6 mm) se almacena sin aprovechamiento, debido al desconocimiento de sus propiedades. Esta falta de conocimiento se debe a la ausencia de una caracterización que revele sus propiedades mineralógicas y químicas que permita no solo inferir condiciones geológicas pasadas, sino también evaluar su potencial para el aprovechamiento industrial. En la Sierra Nevada de Santa Marta (SNSM), la investigación sobre vermiculita ha sido escasa y centrada en otras regiones del país; solo Campos et al. (2009) abordaron una especie mineral de Santa Marta. Ante

este vacío, se planteó la siguiente pregunta de investigación: ¿cuál es la composición mineralógica, química y térmica de la vermiculita cruda de Ciénaga, Magdalena?

Por consiguiente, esta investigación tuvo como objetivo caracterizar dicha vermiculita mediante un enfoque metodológico mixto que integró observaciones macroscópicas, estudios de secciones delgadas, análisis de imágenes SEM y técnicas instrumentales de análisis químico y térmico con el fin de determinar su composición química, identificar la estructura cristalina y evaluar el comportamiento térmico. Los hallazgos aportaron datos sobre las propiedades de la vermiculita cruda y fina, estableciendo bases para futuras aplicaciones y contribuyendo al conocimiento de los minerales arcillosos en Colombia.

**Figura 1**

*Mapa localización zona de estudio*



## **1. Objetivos**

### **1.1 Objetivo General**

Caracterizar mediante análisis mineralógicos, químicos y térmicos la vermiculita cruda de Ciénaga, Magdalena.

### **1.2 Objetivos Específicos**

Identificar la morfología y las propiedades mineralógicas y cristalinas del material de estudio a partir de análisis macroscópico con estereoscopio, análisis de secciones delgadas, difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de barrido (SEM).

Determinar la composición química, la estructura cristalina y el entorno químico de la vermiculita mediante fluorescencia de rayos X (FRX), espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y espectroscopía Raman.

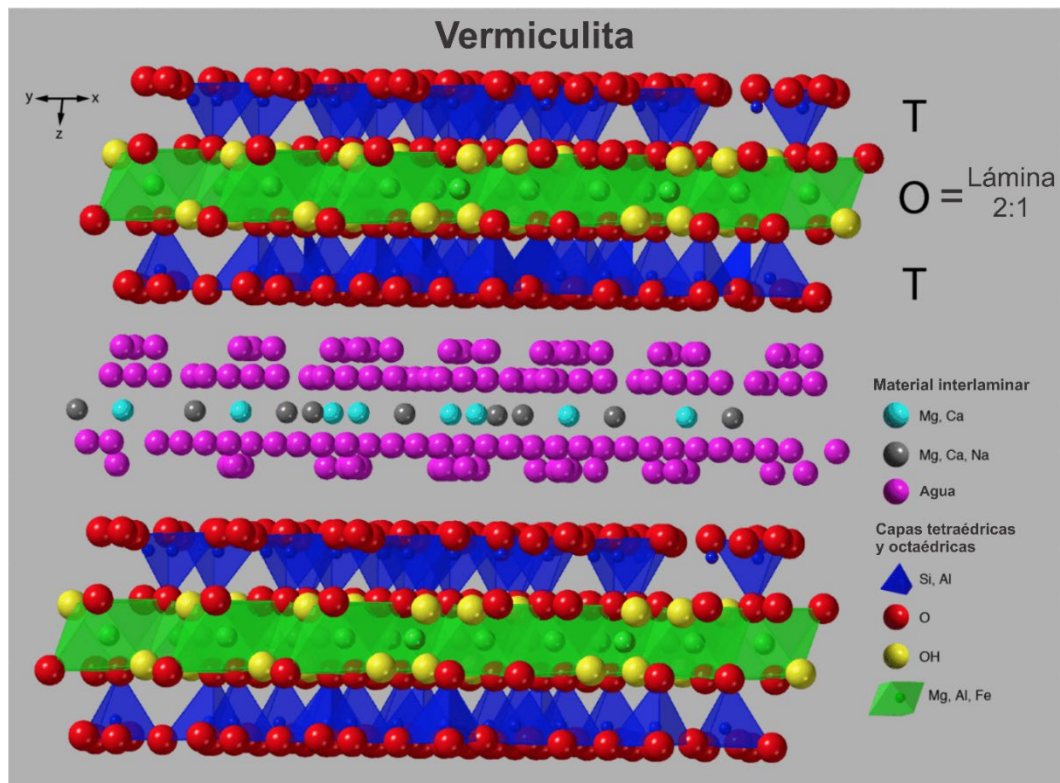
Evaluar el comportamiento térmico de la vermiculita cruda empleando las técnicas de análisis termogravimétrico (TGA) y calorimetría diferencial de barrido (DSC) con el fin de identificar reacciones térmicas asociadas a sus propiedades estructurales y composicionales.

## **2. Marco conceptual y estado del arte**

Este capítulo aborda los fundamentos conceptuales sobre las propiedades químicas y estructurales de la vermiculita y una revisión bibliográfica de estudios previos sobre vermiculita cruda en Colombia. Además, se presenta un antecedente importante sobre la granulometría del material recibido y el contexto geológico regional de la zona de procedencia del material.

## 2.1 Estructura y composición química de la vermiculita

La CNMMN (Commission on New Minerals and Mineral Names) define un mineral como un elemento o compuesto químico cristalino producto de procesos geológicos, definición que sirve de base para abordar los minerales arcillosos, los cuales, según la AIPEA (Association Internationale pour l'Étude des Argiles) y la CMS (Clay Minerals Society), pertenecen al grupo de los filosilicatos y confieren plasticidad a las arcillas. La organización estructural de estos minerales se describe mediante términos como plano (*plane*), capa (*sheet*) y lámina (*layer*) (Guggenheim et al., 2006), donde las capas tetraédricas (T), formadas por tetraedros con oxígenos basales y apicales, se enlazan con capas octaédricas (O) que contienen aniones y cationes centrales como  $Mg^{2+}$ ,  $Al^{3+}$  o  $Fe^{3+}$ . Estas forman láminas 2:1 (T–O–T) características de la vermiculita, separadas por material interlaminar que incluye cationes y moléculas de agua, conformando la unidad estructural del mineral. La disposición de los cationes en la capa octaédrica establece si la vermiculita es dioctaédrica o trioctaédrica, lo cual se identifica mediante DRX. Un aspecto clave es la *carga laminar o permanente (x) (layer charge)*, generada por sustituciones isomórficas y vacancias durante la formación del mineral, que en la vermiculita oscila entre 0,6 y 0,9 y se compensa mediante cationes interlaminares hidratados. Estos cationes, cuya entalpía de hidratación, radio y potencial iónico afectan el grado de hidratación, controlan también el espesor de la celda unitaria y las secuencias de apilamiento. Johnston (2017) señala que cationes divalentes como  $Ca^{2+}$  y  $Mg^{2+}$  limitan la expansión interlaminar a dos capas de agua. La estructuración del agua interlaminar en redes hexagonales distorsionadas unidas por puentes de hidrógeno fortalece la interacción ion–dipolo, reforzando el carácter aniónico de la superficie. Finalmente, en condiciones normales, no todos los sitios interlaminares están ocupados, y parte del agua presente, denominada agua libre, se elimina fácilmente al calentar por debajo de 110 °C.

**Figura 2***Modelo de estructura atómica de la vermiculita*

*Nota.* Modificado de Swayze et al. (2018).

## 2.2 Antecedentes

En la revisión bibliográfica se seleccionaron estudios que caracterizaron la vermiculita natural–cruda en Colombia mediante análisis mineralógicos, químicos o térmicos, excluyendo investigaciones sobre vermiculitas sintéticas, modificadas químicamente o aquellas en las que estos métodos se aplicaron con el fin de evaluar su comportamiento en aplicaciones específicas.

Cortés y Franzmeier (1972) analizaron suelos derivados de ceniza volcánica de la Cordillera Central e identificaron mediante DRX y ensayos de saturación catiónica la presencia de vermiculita trioctaédrica, con hidróxidos de aluminio interlaminares, producto de la alteración de biotita y/o flogopita, en una secuencia mineral estable que incluye magnetita y anfíbol sódico.

Lozada (2002) llevó a cabo una caracterización mediante DRX a unas arcillas de Tolima, identificando vermiculita, sugiriendo un origen pedogenético por depotasicación de biotita en depósitos holocénicos del abanico aluvial

Carriazo et al. (2004) purificaron y caracterizaron dos muestras de arcillas de Córdoba mediante DRX y FRX. Una de ellas se identificó como arcilla de carácter vermiculítico aluminoso, con impurezas menores de cuarzo, caolinita, calcita e illita. Los autores relacionaron la formación de esta vermiculita con la transformación de minerales micáceos en ambientes de meteorización.

Campos et al. (2009) caracterizaron la estructura y composición de vermiculita natural cruda de Santa Marta mediante DRX, FRX, TGA, SEM, análisis térmico diferencial (DTA) y resonancia paramagnética electrónica (EPR). Identificaron una reflexión (060) a 1,54 Å en DRX, confirmando su naturaleza trioctaédrica, y destacaron su idoneidad como materia prima para arcillas pilarizadas con aplicaciones catalíticas.

Cifuentes et al. (2020) identificaron mediante DRX con tratamientos térmicos y glicol de etileno la neoformación de capas mixtas illita–vermiculita dioctaédrica (I–DV) en sedimentos ricos en materia orgánica de la zona central y norte del lago Sochagota (Boyacá). Las imágenes de microscopía electrónica de transmisión de alta resolución (HRTEM) confirmaron la presencia de estas capas mixtas, cuya formación atribuyeron a la interacción entre los sedimentos y aguas salinas en condiciones reductoras, favorecida por el alto contenido de materia orgánica.

Quevedo et al. (2020) analizaron mediante DRX la fracción menor a 2 µm de sedimentos fluviales de la represa La Playa (Boyacá), detectando un pico amplio correspondiente a capas mixtas illita–vermiculita dioctaédrica (I–DV). La mayor intensidad de los picos de caolinita sugirió un enriquecimiento en minerales arcillosos. Las imágenes obtenidas por microscopía electrónico de transmisión de bajo aumento (TEM–AEM) revelaron cristales pseudo hexagonales de caolinita

junto con escamas finas de I–DV y esmectita, confirmando la coexistencia de estos tres grupos minerales.

Cifuentes et al. (2021) estudiaron la formación de illita a baja temperatura en sedimentos del lago Sochagota, identificando capas mixtas illita–vermiculita dioctaédrica como precursoras. Mediante DRX y microscopía electrónica de transmisión (TEM), confirmaron la presencia de vermiculita dioctaédrica asociada a transformaciones de minerales primarios bajo condiciones climáticas locales.

García et al. (2025) caracterizaron depósitos de flujo de lodo y escombros en el Valle de Aburrá, Antioquia, mediante SEM–EDS y DRX reportando la coexistencia de vermiculita natural con minerales como illita y esmectita en depósitos coluviales y caracterizando su morfología tabular euhedral mediante SEM.

### ***2.2.1 Análisis granulométrico del material objeto de estudio***

Las muestras de vermiculita fueron proporcionadas por la empresa Electrofumigación Toro S.A.S. que extrae el material en Ciénaga, Magdalena. Por su origen, el material objeto de estudio se considera un agregado mineral y no un suelo, ya que corresponde a material seleccionado manualmente, extraído de afloramientos superficiales de cuerpos lenticulares tipo veta, encajados en rocas metamórficas. Se recibieron dos sacos de aproximadamente 20 kg de agregado mineral en estado crudo, no exfoliado, a manera de bolsones de vermiculita, contenidos en un material granular de tamaño arena, al que no se le observó materia orgánica a simple vista. Según lo reportado por la empresa, el contenido de estos bultos fue previamente tamizado por su personal antes de ser ensacado, utilizando la malla N.º 30; los retenidos en esta malla se clasifican como arena gruesa, según la clasificación granulométrica de Wentworth. El material fino que pasó la malla fue recogido, ensacado y almacenado sobre estibas en una bodega ubicada a 2 kilómetros

del sitio de explotación, donde se conservó aislado de agentes externos. Ambos sacos fueron referenciados como material extraído del punto 1 y material extraído del punto 2, con una separación aproximada de 30 metros entre ellos y con origen en las coordenadas planas: 1'694.558 mN y 993.502 mE (datum MAGNA-SIRGAS), ubicadas en la vía entre San Pablo del Llano y La Envidia, en Ciénaga, Magdalena. Dentro de cada uno se contenía un paquete pequeño de aproximadamente 2 kg con material sin tamizar, tal como se extrae de afloramiento, que fueron nombrados como paquete 1 y paquete 2 respectivamente, según el punto al que pertenecieron.

Debido a esto, se realizó una caracterización granulométrica mediante tamizaje del material procedente de ambos puntos en el Laboratorio de Beneficio de Minerales de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica. Para ello, se utilizaron mallas Sieve – ASTM 11; N.º 10, 30, 40, 50, 60, 100, 140, 200; cuyas aperturas se detallan en las Tablas 1 y 2. La selección de estas mallas fue arbitraria, basada en dos criterios: (a) se alcanzó el número máximo de mallas que admite la tamizadora Ro-TAP utilizada para el análisis y (b) se procuró abarcar un amplio rango de tamaños, desde gravas hasta finos, en esta etapa exploratoria. Cada ciclo de tamizaje tuvo una duración de 14 minutos. Cabe destacar que este procedimiento no siguió una norma técnica específica y tuvo como único propósito identificar el rango de tamaños de partícula más representativos del material recibido, por lo tanto, estos resultados no constituyen un eje central del estudio.

**Tabla 1**

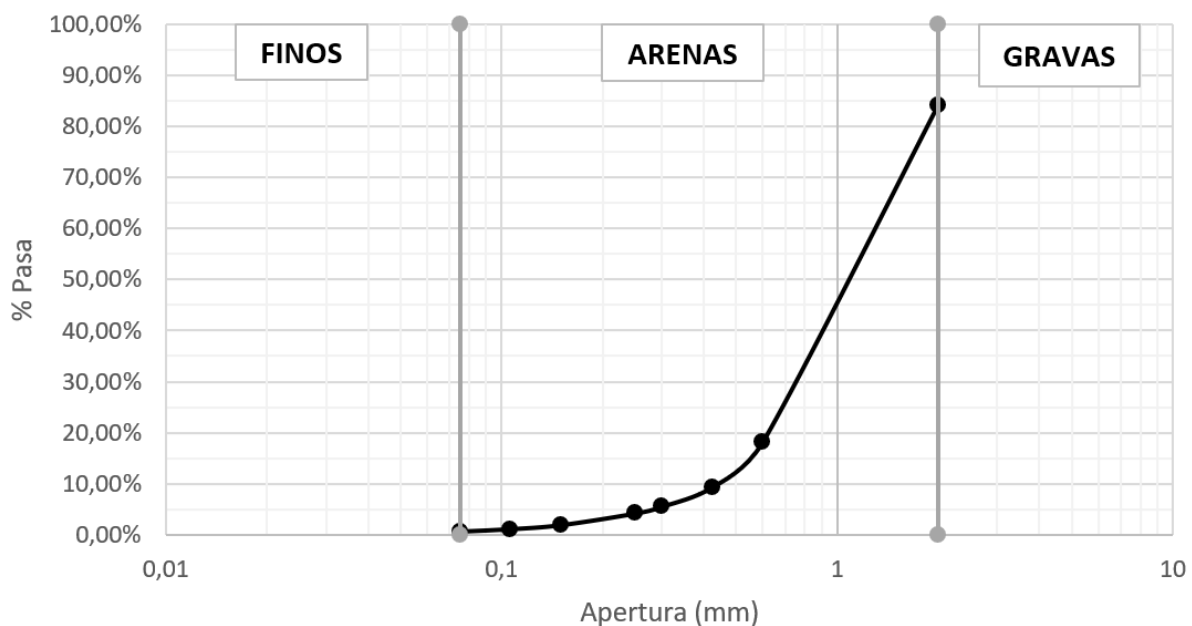
*Granulometría del material extraído del punto 1*

Denominación tamiz	Apertura (mm)	Masa retenida (g)	% Retenido	% Retenido acumulado	% Pasa	Clase mayor	% Clase mayor
		0	0,00	0,00	100,00	<b>GRAVAS</b>	<b>0,00</b>
10	2,000	31,80	15,96	15,96	84,04	<b>ARENAS</b>	<b>99,27</b>
30	0,600	131,08	65,80	81,76	18,24		
40	0,425	17,59	8,83	90,59	9,41		
50	0,300	7,66	3,85	94,44	5,56		

60	0,250	2,60	1,31	95,74	4,26		
100	0,150	4,52	2,27	98,01	1,99		
140	0,106	1,57	0,79	98,80	1,20		
200	0,075	0,93	0,47	99,27	0,73		
Tara		1,46	0,73	100,00	0,00	<b>FINOS</b>	<b>0,73</b>
TOTAL		199,21	100,00			<b>TOTAL</b>	<b>100,00</b>

**Figura 3**

*Curva granulométrica del material extraído en el punto 1*



*Nota.* Las líneas grises definen el límite entre los distintos tamaños de clase mayor de granulometría: finos (limos y arcillas), arenas y gravas según la escala de Wentworth.

**Tabla 2**

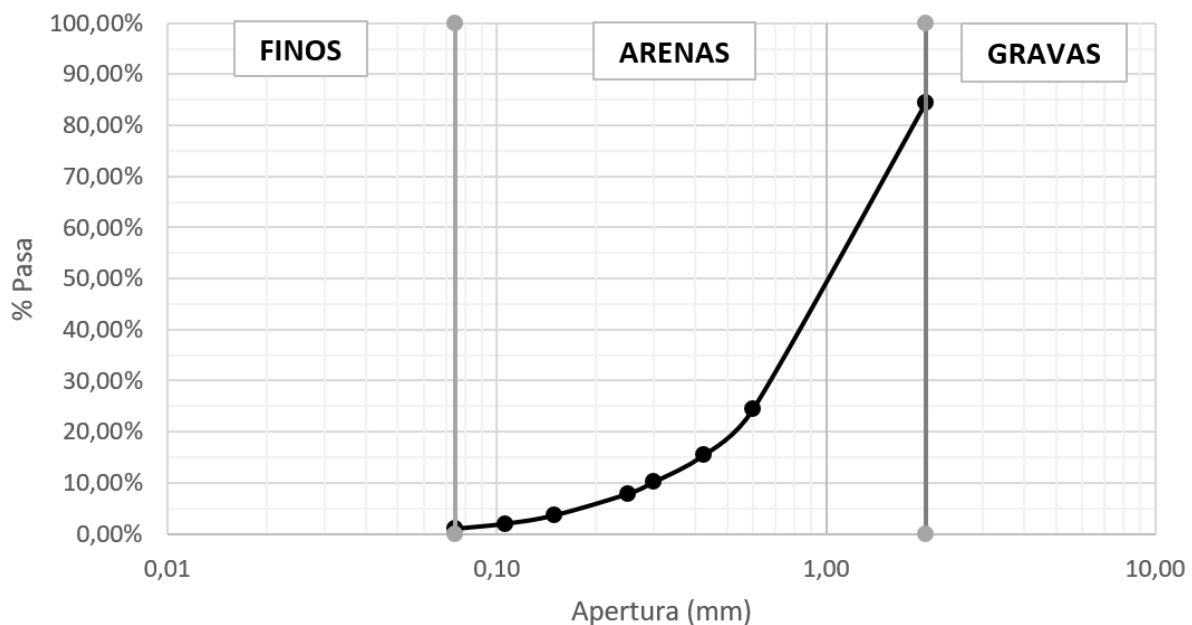
*Granulometría del material extraído del punto 2*

Denominación tamiz	Apertura (mm)	Masa retenida (g)	% Retenido	% Retenido acumulado	% Pasa	Clase mayor	% Clase mayor
		0	0,00	0,00	100,00	<b>GRAVAS</b>	<b>0,00</b>
10	2,00	30,89	15,49	15,49	84,51	<b>ARENAS</b>	<b>99,01</b>
30	0,600	119,70	60,04	75,54	24,46		
40	0,425	18,09	9,07	84,61	15,39		

50	0,300	10,49	5,26	89,87	10,13		
60	0,250	4,59	2,30	92,17	7,83		
100	0,150	8,37	4,20	96,37	3,63		
140	0,106	3,33	1,67	98,04	1,96		
200	0,075	1,92	0,96	99,01	0,99		
Tara		1,98	0,99	100,00	0,00	<b>FINOS</b>	<b>0,99</b>
Total		199,36	100,00			<b>TOTAL</b>	<b>100,00</b>

**Figura 4**

*Curva granulométrica del material extraído en el punto 2*



*Nota.* Las líneas grises definen el límite entre los distintos tamaños de clase mayor de granulometría: finos (limos y arcillas), arenas y gravas según la escala de Wentworth.

El tamizaje evidencia la presencia de material más grueso que la malla N.º 30. En cifras, esto representa el 81,76 % del material del saco 1 y el 75,54 % del saco 2, información que no coincide con lo reportado por la empresa. El tamaño de partícula más representativo en ambos sacos es el retenido en la malla No. 30 (0,6 mm), correspondiente al 65,80 % en el saco 1 y al 60,04 % en el saco 2, con un promedio de 62,92 %. El mayor porcentaje de material retenido se encuentra entre las mallas N.º 10, 30 y 40 (2 mm – 0,425 mm), lo que representa el 90,59 % del saco 1 y el 84,61 % del saco 2, con un promedio de 87,59 %. Este rango corresponde al intervalo

entre gránulos y arena media, según la escala de tamaño de grano de Wentworth, donde las arenas muy gruesas y gruesas constituyen la fracción predominante del material de estudio.

Se seleccionó el rango de granulometría 2 – 0,425 mm para los análisis cuya preparación muestral no impuso restricciones estrictas de tamaño de partícula, de acuerdo a las especificaciones de cada laboratorio. Estos fueron las espectroscopías FTIR–ATR y Raman, TGA y DSC.

### **2.3 Contexto geológico regional**

La Sierra Nevada de Santa Marta (SNSM), en el extremo norte de Colombia, está compuesta por un basamento precámbrico que registra pulsos tectono-metamórficos como la Orogenia Putumayo (~990–950 Ma), la subducción relacionada al ensamblaje de Rodinia (~910 Ma), y ortoneises del Ordovícico (~450 Ma) vinculados al arco Famatiniano, intruido posteriormente por episodios paleozoicos–mesozoicos de arco magmático (~288–266 Ma) y fragmentado por el Plutón de Latal en el Paleoceno (Piraquive et al., 2021; Tschanz et al., 1974; Cardona et al., 2010). Este macizo se separa de los depósitos cuaternarios costeros de la Ciénaga Grande de Santa Marta por el sistema de fallas Bucaramanga–Santa Marta, cuyos desplazamientos cuaternarios (65 km dextrales y 110 km sinistral) y elevaciones posteriores definieron su morfología actual (Tschanz et al., 1974).

El dominio interno se organiza en dos cinturones NE, el Cinturón de Sevilla y el de Santa Marta divididos por las geosuturas de los lineamientos de Sevilla y Cesar. El Cinturón de Sevilla, el más antiguo, incluye el Neis de Buritaca (PTnb), las Granulitas de Los Mangos (PCagm), las Anortositas del río Orihueca (PCaaro); su evolución abarca la intrusión de cinturones plutónicos NE, batolitos jurásicos e ignimbritas, y metamorfismo Barroviano de facies anfibolita–almandino acompañado por procesos metasomáticos localizados (Tschanz, 1974; Hernández, 2003).

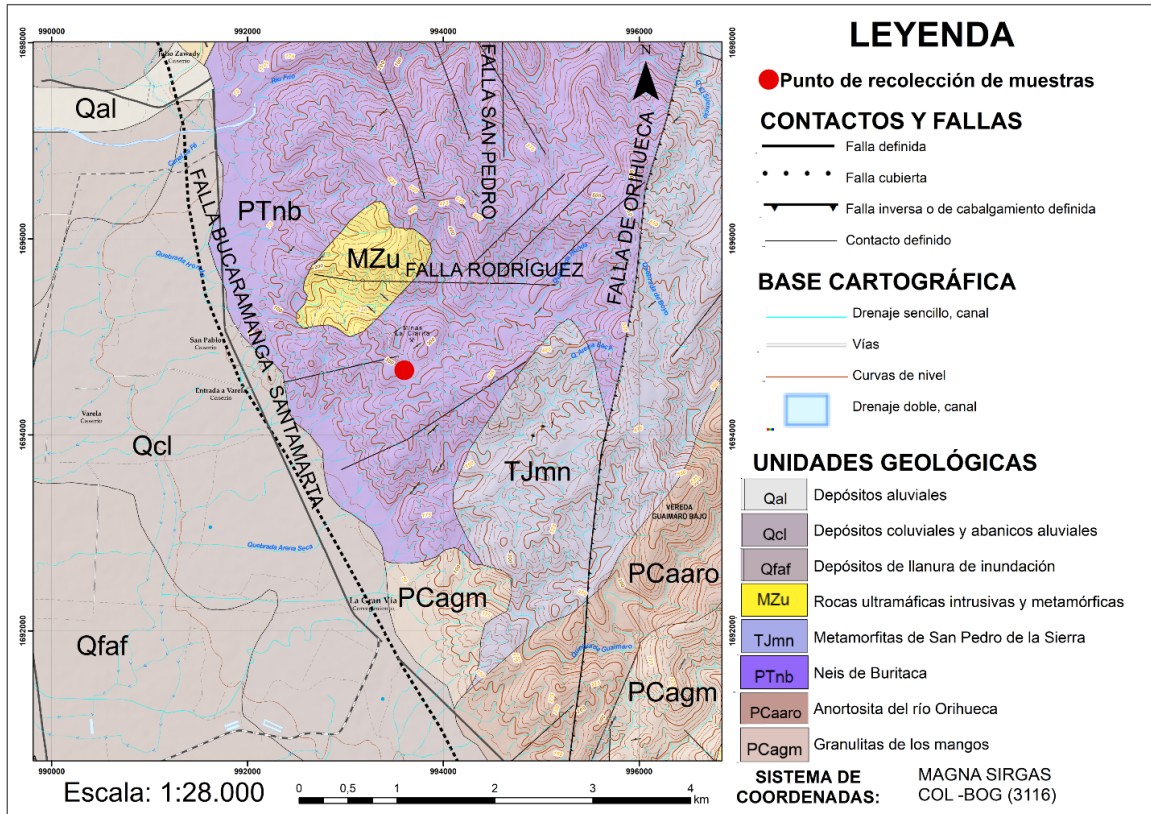
La unidad PTnb, donde se ubica el material de estudio, fue asociada al Orógeno Permotriásico, y coincide con señales de deformación y magmatismo tipo S ( $\sim 250$ – $240$  Ma) y metamorfismo triásico ( $\sim 239$ – $202$  Ma) vinculado a extensión cortical (Cardona et al., 2010; Piraquive et al., 2021; Tschanz et al., 1969). En la quebrada Rodríguez afloran litologías félsicas, metamórficas y máficas a ultramáficas, asociados a ortoneises con serpentina y magnesita; donde se reportan fajas replegadas de vermiculita de hasta 2 m en serpentinitas (Hernández, 2003). En contraste, en el margen opuesto al área de estudio, la vermiculita se forma por alteración de micas en esquistos biotíticos de granulitas precámbricas (Tschanz et al., 1970).

Más al este, las Metamorfitas de San Pedro de la Sierra (TJmn) reúnen granulitas granitizadas, y distintas litologías metamórficas con estructuras de deformación derivados de protolitos diversos (Hernández, 2003), mientras que en la misma quebrada Rodríguez un intrusivo lenticular–lopolítico de Rocas Ultramáficas (MZu) incluye serpentinitas con vermiculita, esquistos talcosos, mármoles magnésicos, talco, actinolita y tremolita sin una foliación definida (Hernández, 2003; Tschanz, 1969).

Estructuralmente, la SNSM muestra un estilo compresivo con fallas inversas y lineamientos NE paralelos a la foliación. El Sistema de fallas Bucaramanga–Santa Marta separa rocas cristalinas de la planicie costera y se manifiesta como falla inversa de alto ángulo ( $N20$ – $35^\circ W$ ) con buzamiento este y componente siniestral, evidenciado en la torsión del río Sevilla (Hernández, 2003). La Falla de Orihueca ( $N20$ – $25^\circ E$ ) cabalga sobre unidades metamórficas y desvía la quebrada Orihueca en  $90^\circ$  y la Quebrada Rodríguez, mientras que la Falla San Pedro ( $N12^\circ W$ ) y la Falla Rodríguez ( $N84^\circ W$ ) afectan PTnb y minas de magnesita y vermiculita, y con deformación compleja que integra cuerpos ultramáficos (Hernández, 2003).

**Figura 5**

*Mapa geológico zona de estudio*



*Nota.* Modificado de Hernández y Maldonado (1999).

### 3. Metodología

La presente sección expone la metodología utilizada, basada en la integración de diversas técnicas para la caracterización de la vermiculita.

#### 3.1 Fases metodológicas

Para cumplir con los objetivos de la investigación, se diseñaron las siguientes fases metodológicas:

### ***3.1.1 Diseño de la investigación***

En la fase de diseño metodológico se establecieron los fundamentos de la investigación tras la revisión bibliográfica, la formulación de la pregunta de investigación y la definición de objetivos. Se adoptó un diseño descriptivo con enfoque mixto e inductivo para caracterizar de la forma más integral posible las propiedades mineralógicas, químicas y térmicas de la vermiculita de Ciénaga, Magdalena. El enfoque descriptivo permitió observar, registrar y sistematizar las características principales del mineral, mientras que el método inductivo partió de la observación detallada de muestras para construir interpretaciones generales. Por su parte, el enfoque mixto integró técnicas cuantitativas como FRX para determinar la composición química y proponer una fórmula estructural, FTIR y espectroscopía Raman para identificar grupos funcionales y entorno químico, DRX para confirmar las reflexiones típicas del mineral así como la naturaleza de la capa octaédrica de la vermiculita, SEM–EDS para complementar la identificación mineralógica, y TGA y DSC para estudiar las reacciones endotérmicas y exotérmicas que aportaron información acerca de la deshidratación del mineral; complementados con métodos cualitativos como el análisis macroscópico, el estudio petrográfico de secciones delgadas y la interpretación de imágenes SEM, que describieron aspectos mineralógicos no cuantificables.

### ***3.1.2 Técnicas analíticas y equipos utilizados***

Para organizar de manera sistemática las distintas pruebas realizadas, se empleó la nomenclatura “0X–VEY–ANÁLISIS”, donde “X” indica el orden secuencial de la técnica, “VE” corresponde a vermiculita y “Y” las siglas del material de procedencia de la siguiente manera: S1: saco 1, S2: saco 2, P1: paquete 1 y P2: paquete 2; seguido de las siglas propias de cada técnica. A continuación, se describe la metodología empleada en cada uno de los análisis realizados.

El análisis de DRX se llevó a cabo en el Laboratorio de Rayos X del Parque Tecnológico de Guatiguará (PTG). Para ello, se tamizaron 7 gramos de la muestra 01-VES1-DRX hasta obtener un pasante de 0,050 mm. Se analizó con un difractómetro de polvo Bruker modelo D8 Advance con geometría DaVinci, utilizando radiación  $\text{CuK}\alpha 1$  ( $\lambda=1,54060 \text{ \AA}$ ), voltaje de 40 kV, corriente de 40 mA, rendija de divergencia de 0,6 mm, filtro de níquel, detector lineal LynxEye y se trabajó en un rango de  $2\theta$  de  $2,0$  a  $70,0^\circ$ . La recolección de datos se realizó mediante el software DIFFRAC EVA de Bruker, en condiciones controladas de temperatura de  $21,4 \text{ }^\circ\text{C}$  y humedad de  $54,4 \%$ .

Se elaboraron diez secciones delgadas en el Laboratorio de Preparación de Muestras de la Escuela de Geología sede PTG. El proceso incluyó selección por granulometría del saco 1, previa trituración con un mortero de Ágata eléctrico Retsch RM 100 en el Laboratorio de Petrografía Avanzada de la Escuela de Geología, con pasantes mallas N.º 14 (1,41 mm); N.º 18 (1 mm); N.º 20 (0,85 mm); N.º 30 (0,6 mm) y retenido malla N.º 40 (0,425 mm). De cada rango de granulometría se realizaron dos secciones delgadas que fueron pulidas con resina a  $40 \text{ }^\circ\text{C}$  con el fin de obtener un barrido representativo de las muestras para cada uno de los siguientes tamaños de partícula:  $> 1,41 \text{ mm}$ ;  $1,41 - 1 \text{ mm}$ ;  $1 - 0,85 \text{ mm}$ ;  $0,85 - 0,6 \text{ mm}$  y  $0,6 - 0,425 \text{ mm}$ . Las secciones se analizaron en el Laboratorio de Petrografía de la Escuela de Geología empleando un microscopio electrónico de luz polarizada Nikon Eclipse 50i POL y el lente Nikon 10x/0,25 Pol WD 7,0 equipado con un sistema de microfotografía.

Se examinó, mediante análisis macroscópico, el material remanente de los testigos utilizados en la elaboración de las secciones delgadas, usando el estereoscopio Leika EZ4 en el Laboratorio de Petrografía Avanzada de la Escuela de Geología.

El análisis de FTIR se llevó a cabo usando la técnica de muestro de reflectancia total atenuada (ATR), en el Laboratorio de Espectroscopía Atómica y Molecular (LEAM) del PTG. La muestra 02–VES1–FTIR de 200 mg fue tomada de la granulometría preliminar en un rango entre 0,425 y 0,150 mm y se analizó utilizando el espectrofotómetro infrarrojo Nicolet iS50 de Thermo Scientific en la región del MIR (Mid–Infrared) en un rango de 4000 – 400 nm empleando el software OMNIC.

La espectroscopía Raman se realizó en el mismo laboratorio que la FTIR–ATR, a la muestra 03–VES1–Raman tomada de los 200 mg del análisis FTIR–ATR, con el equipo LabRAM HR Evolution de Horiba y el software LabSpec6. Siguiendo las recomendaciones del laboratorio LEAM, se consultaron artículos científicos, con el fin de seleccionar la longitud de onda del láser de excitación y el rango espectral a estudiar. A partir de esta revisión, se tomaron los trabajos de Ritz et al. (2014) y Valášková et al. (2020), en función de los cuales se seleccionó un láser de 785 nm y una región espectral de 50 – 2000  $\text{cm}^{-1}$  con potencia al 100% tras verificar ausencia de degradación de la muestra.

En el laboratorio del Grupo de Investigación en Polímeros (GIP) del PTG se entregaron 20 mg de la muestra 04–VES1–TGA en un rango entre 0,425 y 0,150 mm para realizar el TGA. Se ejecutó en el equipo TGA 5500 de TA Instruments con una rampa de calentamiento constante de 10°C/min, en un rango de temperatura de 30 – 900 °C, bajo atmósfera de nitrógeno y los datos fueron procesados en el software TRIOS. El ambiente de nitrógeno fue considerado el más adecuado para este análisis, dado que minimiza reacciones de oxidación asociadas al oxígeno en un ambiente de aire. El uso de CO<sub>2</sub> no se contempló debido a su baja aplicabilidad en estudios minerales. Adicional, el laboratorio entregó la derivada de este análisis (DTG), que resultó muy útil para la interpretación de resultados.

En el mismo GIP, se analizaron 10,06 mg de la muestra 05-VES1-DSC con tamaño de partícula entre 0,425 a 0,150 mm en un rango de temperatura de 30 – 400 °C, determinado según la descomposición observada en TGA por el laboratorio para el análisis de DSC. El análisis se ejecutó con el equipo Discovery Series de TA Instruments con una rampa de calentamiento constante de 10 °C/min y analizado en TRIOS.

Ante la necesidad de soportar el costo de los ensayos restantes planteados, Electrofumigación Toro S.A.S. financió los análisis de FRX y SEM en los laboratorios de Inclay.

El análisis de FRX se realizó sobre 20 g de la muestra 08-VES2-FRX, con un tamaño de partícula entre 2 y 0,6 mm, utilizando el equipo ED-XRF Rigaku NEXQC+, con software NEX de Rigaku. El equipo operó con un tubo generador de rayos X con objetivo de plata (Ag) y voltaje máximo de 50 kV. Se empleó un detector SDD con resolución de hasta 160 eV a 80,000 cps, capaz de detectar elementos desde sodio (Na) hasta uranio (U). La medición se efectuó bajo atmósfera de helio, con energías de excitación de 50 kV – 80 µA (Low-Z), 30 kV – 84 µA (Mid-Z) y 6.5 kV – 363 µA (High-Z) durante un tiempo de adquisición de 360 segundos. La cuantificación elemental se llevó a cabo mediante el método de parámetros fundamentales (FP).

Para la obtención de las imágenes SEM, se usaron 30 g de la muestra 09-VEP1-SEM la cual fue recubierta con una fina capa metálica de oro (Au) con el módulo sputter coater de SPI durante 90 s a 18 mA de corriente en atmósfera de argón grado 5 para garantizar la conductividad. La muestra fue analizada con el equipo Tescan VEGA 4, equipado con detectores BSE y EDS y operado mediante el software Tescan Essence. Las condiciones de medición incluyeron un vacío inferior a 60 mPa, una energía de aceleración de 30 keV y una corriente del haz que osciló entre 3 a 0.03 nA. El detector EDS utilizado fue un Tescan OEM con una ventana de 30 mm.

### ***3.1.3 Métodos empleados en la interpretación de resultados***

Los datos obtenidos en los análisis de laboratorio fueron procesados y posteriormente interpretados a partir de la consulta bibliografía especializada en mineralogía, química, análisis térmicos y técnicas analíticas aplicadas a minerales arcillosos, con énfasis en la vermiculita.

El análisis de los datos requirió el uso de diferentes programas según cada necesidad. Origin, en su versión gratuita para estudiantes, fue utilizado para el análisis gráfico y estadístico de los datos, el software libre TRIOS se usó en el tratamiento de los datos térmicos y Microsoft Excel se empleó para el cálculo, organización y análisis preliminar de la información.

La nomenclatura de abreviatura de minerales se estableció de acuerdo con la IMA reportada en Warr (2021).

## **4. Análisis e interpretación de los resultados de caracterización**

En este capítulo se exponen los resultados obtenidos junto con su respectiva interpretación, conforme a los análisis establecidos en los objetivos del estudio. La presentación de los resultados sigue un enfoque escalar, iniciando con el análisis macroscópico, seguido por los estudios a escala microscópica y finalizando con los resultados químicos y térmicos que complementaron la caracterización del material.

### **4.1 Caracterización mineralógica**

Con el fin de dar respuesta al primer objetivo, se presentan los resultados relacionados con la morfología y mineralogía del material analizado.

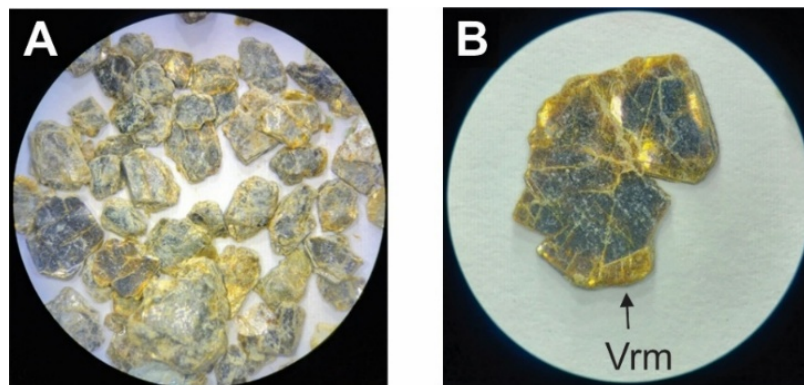
#### 4.1.1 Análisis macroscópico con estereoscopio

Para caracterizar las propiedades mineralógicas de la vermiculita y de los minerales accesorios presentes en el material, se realizó un análisis macroscópico usando el estereoscopio, mediante el cual se identificaron propiedades visibles que se correlacionaron con información de secciones delgadas e imágenes SEM para confirmar la asociación mineralógica.

**Vermiculita – Vrm:** formada por paquetes de láminas delgadas con brillo opaco y color marrón oscuro a negro cuando están apiladas, mientras que las láminas más delgadas exhiben tonos amarillos a dorados con brillo resinoso y apariencia translúcida. También se observan agregados masivos de láminas superpuestas en forma de prismas, de tenacidad frágil, donde varias muestran líneas de fracturas en direcciones variadas en la superficie de la lámina. El mineral presenta exfoliación en una sola dirección y baja dureza, evidenciada por la fractura de sus láminas más delgadas ante la acción mecánica de la uña. La forma de las láminas varía desde polígonos de cuatro, seis u ocho lados, volviéndose menos alargadas a medida que disminuye la granulometría. En algunas muestras, se evidencia una película superficial de material blanco grisáceo asociado a posibles rastros de material de alteración.

#### Figura 6

*Fotografías de la vermiculita bajo estereoscopio*



*Nota.* (A) Distintas láminas de vermiculita apilada. (B) Lámina apilada de vermiculita, se destacan sus colores y fracturas lineales en distintas direcciones sobre el plano de la lámina superior. La foto (A) fue tomada en 10x y (B) tomada en 20x. Vrm: vermiculita.

**Talco:** mineral de color blanco a blanco amarillento pardusco, de hábito fibroso, que forma agregados de fibras enrolladas, con brillo perlado. Tiene baja dureza, se fractura fácilmente en formas de agujas y fibras al ser presionado con la uña.

**Plagioclasa – Pl:** mineral de color blanco y gris, de hábito masivo subtabular, con brillo vítreo a perlado. Presenta bordes desarrollados y formas prismáticas poco alargadas. Predominantemente alterado en varias de sus caras.

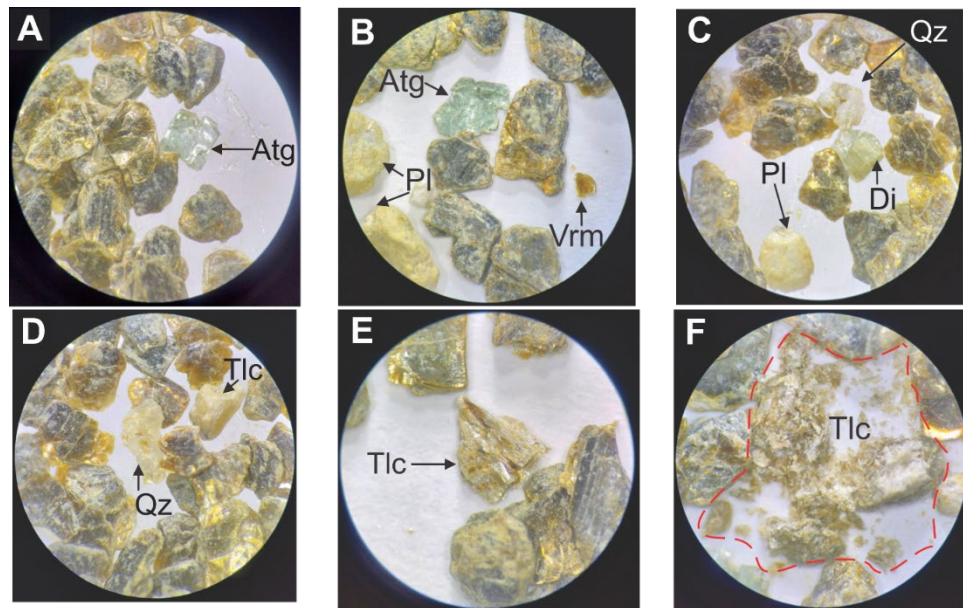
**Cuarzo – Qz:** mineral incoloro y transparente, de hábito masivo a prismático, con brillo vítreo. Expone fractura concoidea típica evidenciada en varios de sus bordes redondeados.

**Antigorita – Atg:** se presenta como agregados laminares de color verde claro, con brillo subvítreo a sedoso y apariencia translúcida. Las láminas se exhiben predominantemente como polígonos de cuatro lados.

**Diópsido – Di:** mineral verde claro de hábito masivo pseudotabular, con brillo vítreo y carácter translúcido.

**Figura 7**

*Fotografías de vermiculita y minerales accesorios bajo estereoscopio*



*Nota.* (A) y (B) muestran láminas de antigorita de color verde claro. (B) Pequeña lámina delgada de vermiculita de color dorado. (C) Diópsido de hábito masivo pseudotabular (E) Talco de color incoloro a blanco amarillento. (F) Mismo talco de la imagen (E), las líneas punteadas rojas muestran el talco disgregado por contacto ungueal. Las fotos (A), (C), (D), (E) y (F) fueron tomadas en 30x y (B) tomada en 20x. Los minerales no señalados corresponden a vermiculita. Vrm: vermiculita; Di: diópsido; Pl: plagioclasa; Atg: antigorita; Qz: cuarzo; Tlc: talco.

#### ***4.1.2 Análisis microscópico de secciones delgadas***

Este análisis permitió identificar y caracterizar las propiedades ópticas de los minerales presentes en la muestra. Para la cuantificación mineralógica, se examinaron diez secciones delgadas agrupadas en cinco pares homólogos según rangos granulométricos. De cada par se seleccionó una lámina representativa, de modo que el conteo mineralógico definitivo se realizó sobre cinco secciones, una por rango granulométrico. Esto aseguró un muestreo representativo de la variabilidad mineral en la muestra.

Los minerales identificados fueron vermiculita, diópsido, plagioclasa, antigorita, cuarzo, y talco. El conteo sistemático de 200 puntos se aplicó a las cinco secciones seleccionadas, garantizando que los resultados reflejaran adecuadamente la distribución mineralógica de cada fracción granulométrica.

**Tabla 3**

*Mineralogía de secciones delgadas del material con granulometría > 1,41 mm*

<b>Granulometría</b>	<b>&gt; 1,41 mm</b>						<b>Total</b>
<b>Minerales</b>	Vrm	Di	Pl	Atg	Qz	Tlc	
<b>Cantidad</b>	81 %	4 %	7 %	3 %	3 %	2 %	<b>100 %</b>

*Nota.* Vrm: vermiculita; Di: diópsido; Pl: plagioclasa; Atg: antigorita; Qz: cuarzo; Tlc: talco.

**Tabla 4**

*Mineralogía de secciones delgadas del material con granulometría 1,41 – 1 mm*

<b>Granulometría</b>	<b>1,41 – 1 mm</b>						<b>Total</b>
<b>Minerales</b>	Vrm	Di	Pl	Atg	Qz	Tlc	
<b>Cantidad</b>	87 %	1 %	4 %	2 %	2 %	4 %	<b>100 %</b>

*Nota.* Vrm: vermiculita; Di: diópsido; Pl: plagioclasa; Atg: antigorita; Qz: cuarzo; Tlc: talco.

**Tabla 5**

*Mineralogía de secciones delgadas del material con granulometría 1 – 0,85 mm*

<b>Granulometría</b>	<b>1 – 0,85 mm</b>						<b>Total</b>
<b>Minerales</b>	Vrm	Di	Pl	Atg	Qz	Tlc	
<b>Cantidad</b>	89 %	2 %	2 %	2 %	3 %	2 %	<b>100 %</b>

*Nota.* Vrm: vermiculita; Di: diópsido; Pl: plagioclasa; Atg: antigorita; Qz: cuarzo; Tlc: talco.

**Tabla 6**

*Mineralogía de secciones delgadas del material con granulometría 0,85 – 0,6 mm*

<b>Granulometría</b>	<b>0,85 – 0,6 mm</b>						<b>Total</b>
<b>Minerales</b>	Vrm	Di	Pl	Atg	Qz	Tlc	
<b>Cantidad</b>	89 %	4 %	4 %	1 %	1 %	1 %	<b>100 %</b>

*Nota.* Vrm: vermiculita; Di: diópsido; Pl: plagioclasa; Atg: antigorita; Qz: cuarzo; Tlc: talco.

**Tabla 7***Mineralogía de secciones delgadas del material con granulometría 0,6 – 0,425 mm*

<b>Granulometría</b>	<b>0,6 – 0,425 mm</b>						<b>Total</b>
<b>Minerales</b>	Vrm	Di	Pl	Atg	Qz	Tlc	
<b>Cantidad</b>	94 %	2 %	0 %	3 %	0 %	1 %	<b>100 %</b>

*Nota.* Vrm: vermiculita; Di: diópsido; Pl: plagioclasa; Atg: antigorita; Qz: cuarzo; Tlc: talco.

**Tabla 8***Contenido promedio (%) de vermiculita y minerales accesorios en secciones delgadas*

<b>PROMEDIO</b>						
<b>Vrm</b>	Di	Plg	Atg	Qz	Tlc	
<b>88 %</b>	3 %	3 %	2 %	2 %	1 %	

*Nota.* Promedio calculado a partir de los conteos según rango granulométrico. Vrm: vermiculita; Di: diópsido; Pl: plagioclasa; Atg: antigorita; Qz: cuarzo; Tlc: talco.

En las secciones más finas, los minerales se encuentran más agrupados y se tiene una mejor selección comparadas con las secciones más gruesas. El porcentaje de vermiculita aumentó progresivamente a medida que disminuye el tamaño de la granulometría en las secciones delgadas, pasando de un 81 % en tamaños mayores a 1,41 mm hasta un 94 % en 0,6–0,425 mm, con un promedio de 88 %. Esto confirma que la vermiculita es el mineral dominante en todas las láminas, con mayor proporción en fracciones más finas. La plagioclasa (3 %) y el cuarzo (2 %) predominan en las secciones de tamaño más grueso. La antigorita (2 %) y el diópsido (3 %) presentan una distribución homogénea y consistente en todas las secciones delgadas y el talco (1 %) es más frecuente en las secciones más gruesas, con mayor proporción en el rango de 1,41–1 mm.

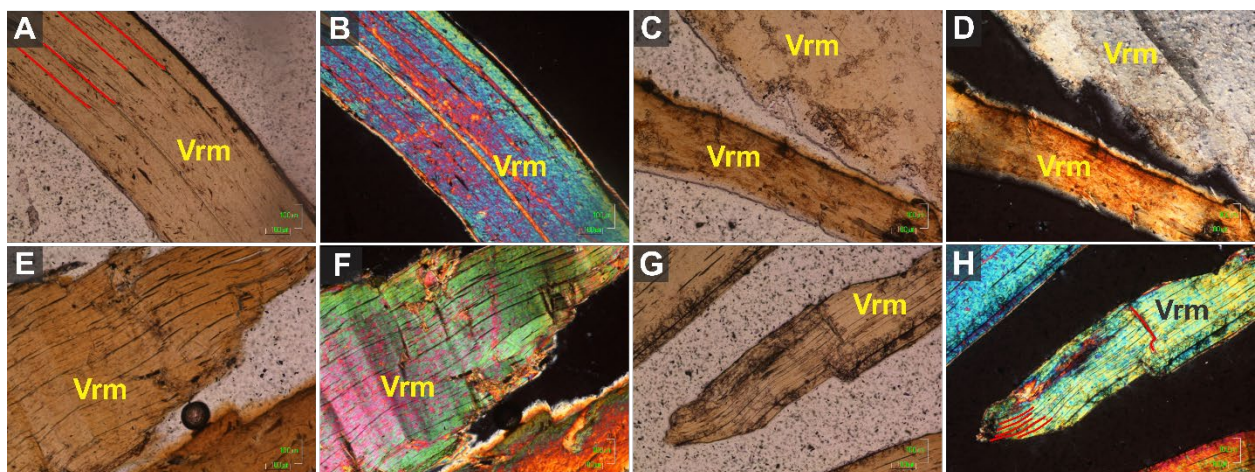
**Vermiculita – Vrm (88 %):** se presenta en láminas bien definidas y elongadas – pseudomorfa, como producto de alteración de micas, según UFRGS (2022) –. En PPL es de color marrón en tonos claros a algunos más oscuros, algunas láminas presentan leve pleocroísmo, posee

relieve medio a bajo y líneas paralelas que indican su clivaje basal heredada. En XPL, exhibe colores de interferencia con tonalidades intensas a claras, que van desde finales de primer orden hasta mitad de segundo orden: rosados, azules, verdes, amarillos; con birrefringencia de 0,020 – 0,030. Posee extinción paralela y levemente moteada. Los bordes curvos son evidencia de su tendencia a exfoliarse en láminas. Algunas láminas de vermiculita presentan bandas de deformación tipo “kink”.

Según Deer et al. (2013), las vermiculitas presentan índices de refracción y birrefringencia generalmente más bajos que los de las biotitas, las cuales son más oscuras y pleocroicas. No obstante, también destacan que las vermiculitas con alto contenido de hierro exhiben índices de refracción elevados, lo que intensifica sus colores de interferencia respecto a los valores típicos de este mineral, concordando con observaciones microscópicas de este estudio. Este comportamiento es análogo al reportado por Heuser et al. (2013) para esmectitas ricas en hierro, las cuales también exhiben índices de refracción altos, una analogía significativa, considerando que ambos minerales (esmectita y vermiculita) comparten características químicas y estructurales similares.

### Figura 8

*Microfotografías de secciones delgadas de la vermiculita*



*Nota.* (A) Las líneas rojas paralelas indican el clivaje. (C) y (D) muestran una vermiculita en corte basal con colores de interferencia blancos de primer orden. (D) Los colores anaranjados y marrones de primer orden que se aprecian en XPL son los más cercanos a los valores reportados para el mineral con birrefringencia entre 0,015 y 0,020. (F) Se aprecian las bandas “kink” perpendiculares a las líneas de clivaje que son paralelas al eje de la lámina, curvándose hacia las esquinas. (H) Las líneas rojas corresponden a posible deformación. (B), (F) y (H) muestran colores de interferencia más altos (verdes) a los comúnmente reportados para la vermiculita. Las microfotografías (A), (C), (E) y (G) fueron tomadas en PPL y las (B), (D), (F) y (H) en XPL; todas con objetivo de 10x. Vrm: vermiculita.

**Diópsido – Di (3 %):** mineral con bordes moderadamente rectos, se presenta en formas hexagonales bien definidas con bordes parcialmente regulares. En PPL es incoloro, con alto relieve y dos direcciones de exfoliación perpendiculares entre sí a aproximadamente 90°, con fracturas irregulares. En XPL, se evidencian colores de interferencia de primer orden: blanco a amarillo claro con birrefringencia cercana a 0,009–0,010 y de segundo orden: azul, naranja, morado y magenta con birrefringencia de 0,025–0,035 y extinción oblicua.

**Plagioclasa – Pl (3 %):** mineral de hábito prismático a tabular, incoloro en PPL y con relieve bajo. Se observan algunas plagioclasas fracturadas. En XPL se evidencian maclas polisintéticas, extinción oblicua y colores de interferencia grisáceos de primer orden, de baja birrefringencia.

**Antigorita – Atg (2 %):** se observa como un agregado pseudomorfo muy fino de aspecto escamoso–fibroso ondulado, con bordes curvos irregulares, incoloro, con un suave tono verdoso apenas perceptible en ciertos fragmentos, de formas alargadas y pleocroísmo muy débil. Presenta textura “mesh” y en reloj de arena. Su relieve es bajo, no se aprecia una dirección de exfoliación

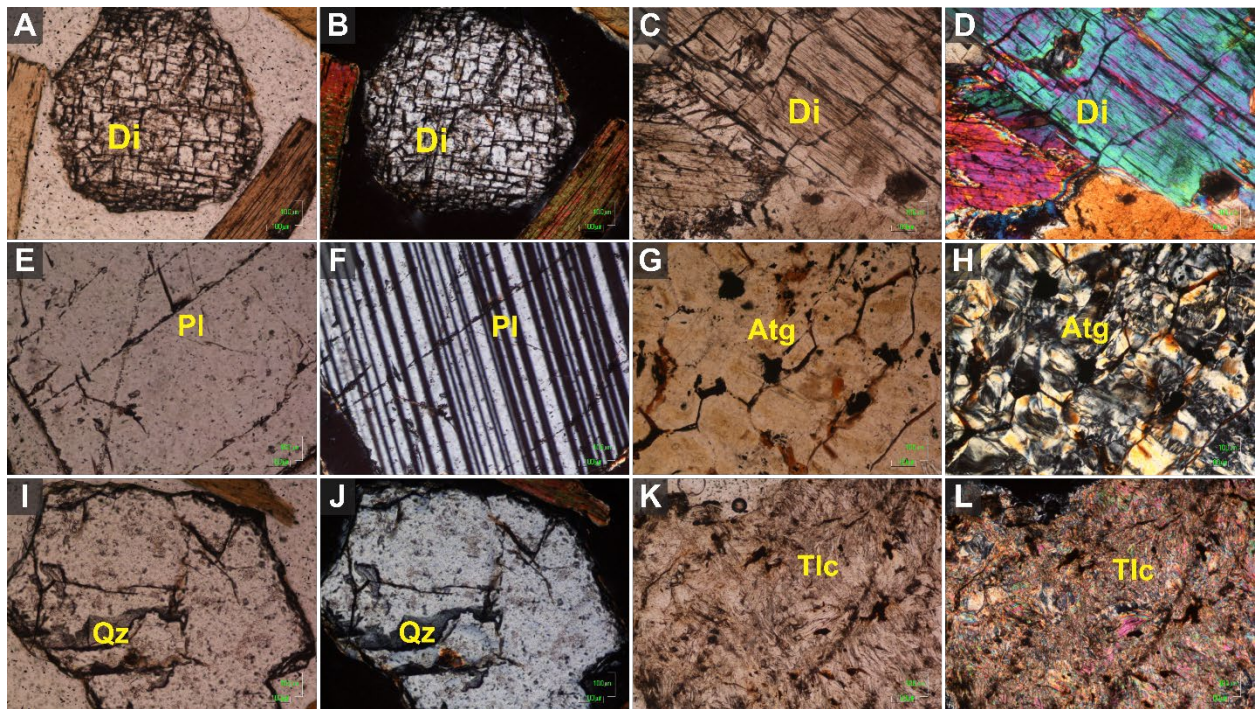
definida a vista de microscopio. En XPL, muestra colores de interferencia de primer orden: blanco, tonalidades de grises y amarillos; indicativo de una birrefringencia muy baja de 0,004 a 0,008; con extinción paralela. Algunos presentan alteración en sus bordes.

**Cuarzo – Qz (2 %):** mineral incoloro con bordes moderadamente rectos y contornos irregulares. En XPL se observan colores de interferencia de primer orden: gris y blanco, con birrefringencia baja de 0,009 y extinción ondulante.

**Talco – Tlc (1 %):** mineral alargado de hábito laminar con apariencia escamosa en forma de agregado muy fino. Incoloro en PPL, con relieve bajo y diminutas líneas paralelas que reflejan su exfoliación basal. En XPL, exhibe colores de interferencia blancos y de tercer orden: rosado, azul, amarillo y verde; con birrefringencia máxima de 0,050 y extinción paralela.

### Figura 9

*Microfotografías de secciones delgadas de los minerales accesorios*



*Nota.* (B) Diópsido con colores de interferencia de primer orden. (D) Diópsido con colores de interferencia de segundo orden. (F) Macla polisintética en plagioclasa. (G) y (H) muestran la

textura “mesh” y en reloj de arena en antigorita. La percepción de un “alto relieve” en (I) y (J) puede estar asociada, entre otros aspectos relacionados a su preparación, con un espesor de la sección delgada ligeramente superior al estándar (30  $\mu\text{m}$ ), que intensifica el contraste óptico, y/o diferencias mínimas en el índice de refracción del medio de montaje utilizado. Las microfotografías (A), (C), (E), (G), (I) y (K) fueron tomadas en PPL y las (B), (D), (F), (H), (J) y (L) en XPL; todas con objetivo de 10x. Di: diópsido; Pl: plagioclasa; Atg: antigorita; Qz: cuarzo; Tlc: talco.

#### **4.1.3 Análisis de difracción de rayos X (DRX)**

El análisis de difracción de rayos X permitió obtener un difractograma en el que se identificaron los picos de la vermiculita relacionados con sus reflexiones características, determinando la naturaleza de la capa octaédrica.

Se aplicó la ley de Bragg ( $2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda$ ) para calcular los espaciamentos interplanares ( $d$ ) de las reflexiones características observadas en el patrón de difracción. El espaciamiento basal de la vermiculita fue de 14,45 Å, correspondiente a un ángulo  $2\theta$  aproximado de  $6,11^\circ$ , seguido por sus armónicos. Se identificaron reflexiones de 4°, 6°, 8° y 10° orden, con valores ( $d$ ) de 7,20; 4,81; 3,60 y 2,88 Å, respectivamente, que muestran una serie de intensidades crecientes típicas de las vermiculitas sin presencia de otros materiales interestratificados (Wiewióra et al., 2003).

#### **Vermiculita trioctaédrica**

La diferenciación entre vermiculitas dioctaédricas y trioctaédricas puede establecerse a partir de la reflexión (060). El valor de  $d(060)$  calculado a partir del difractograma fue de 1,54 Å, lo cual, según Carroll (1970), es característico de una vermiculita trioctaédrica. Para las estructuras dioctaédricas es cerca de 1,50 Å y para estructuras trioctaédricas se encuentra en el rango de 1,52–

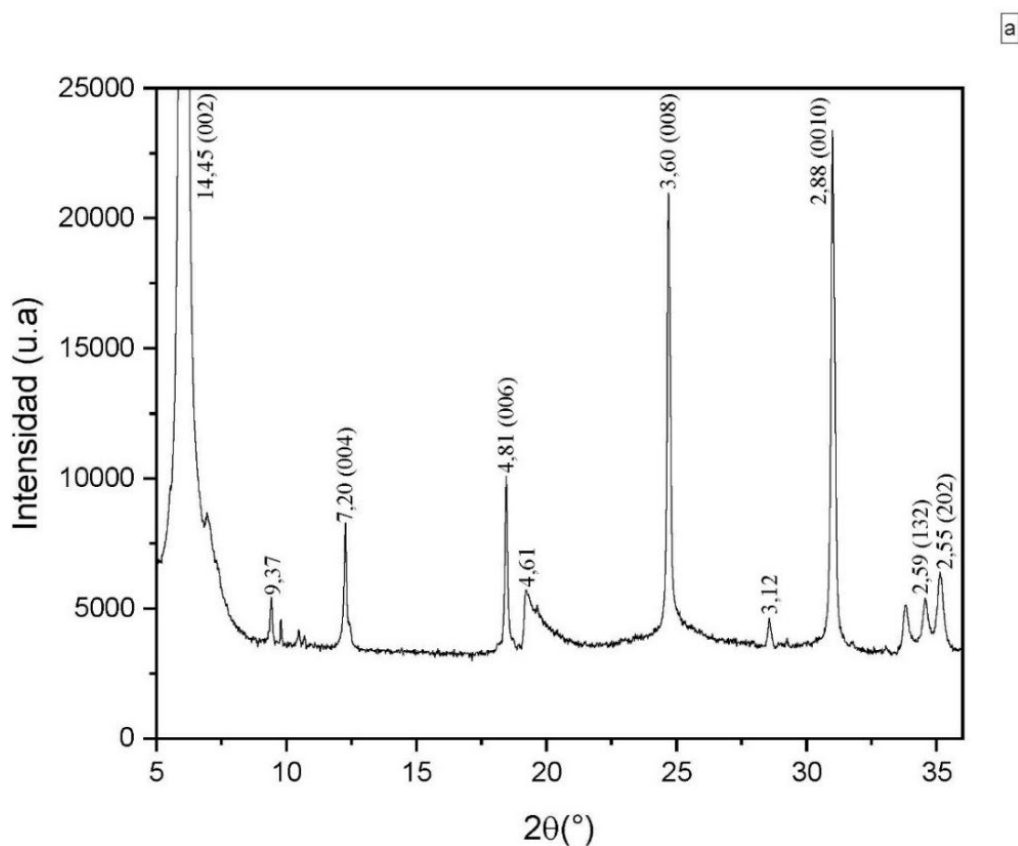
1,54 Å, lo que sustenta que la vermiculita objeto de estudio, tiene una naturaleza trioctaédrica. Valores típicos de la reflexión (060) según tipo estructural (Rich y Obenshain, 1955, como se citó en Carroll, 1970):

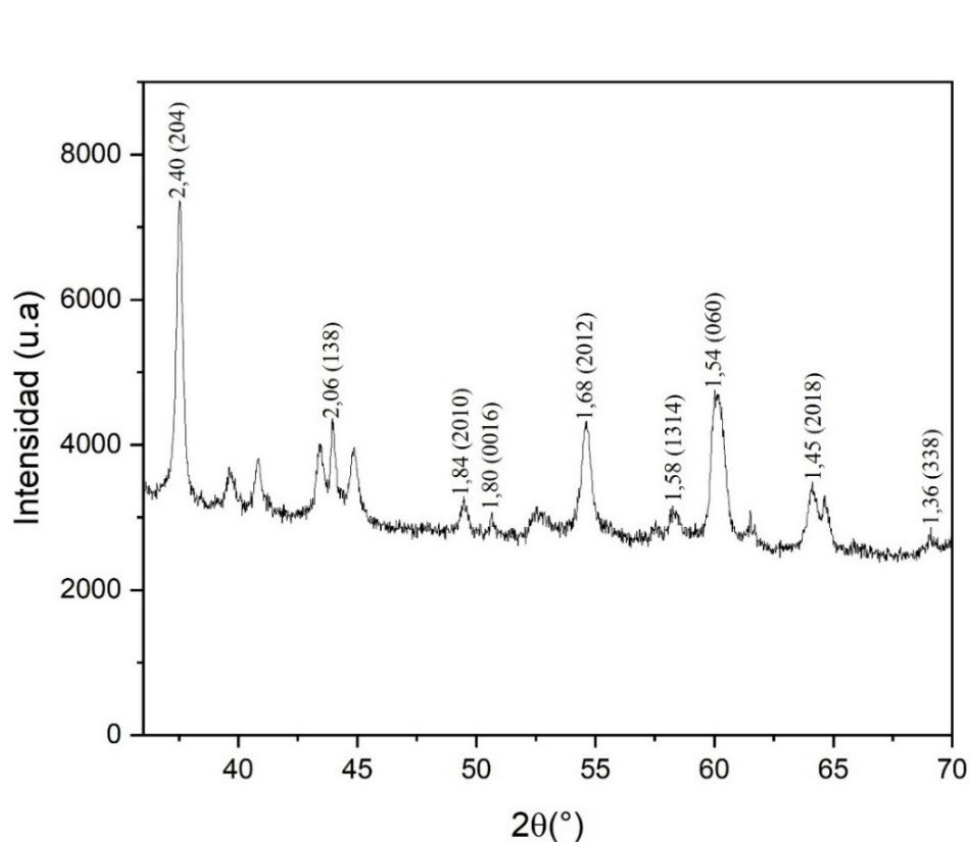
Vermiculita trioctaédrica:  $d = 1,50\text{--}1,53$  Å (más común)

Vermiculita dioctaédrica:  $d = 1,48\text{--}1,49$  Å (menos común)

### Figura 10

Patrones de DRX de la vermiculita en el rango entre (a) 5–35° 2θ y (b) 35–70° 2θ





*Nota.* La información en cada pico corresponde a los espaciamentos interplanares ( $d$ ) calculados en unidades de Angstrom (Å). Los números entre paréntesis corresponden a los índices de Miller ( $hkl$ ) reportados en la literatura (Bailey, 1980). u.a: unidades arbitrarias.

#### 4.1.4 Análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM)

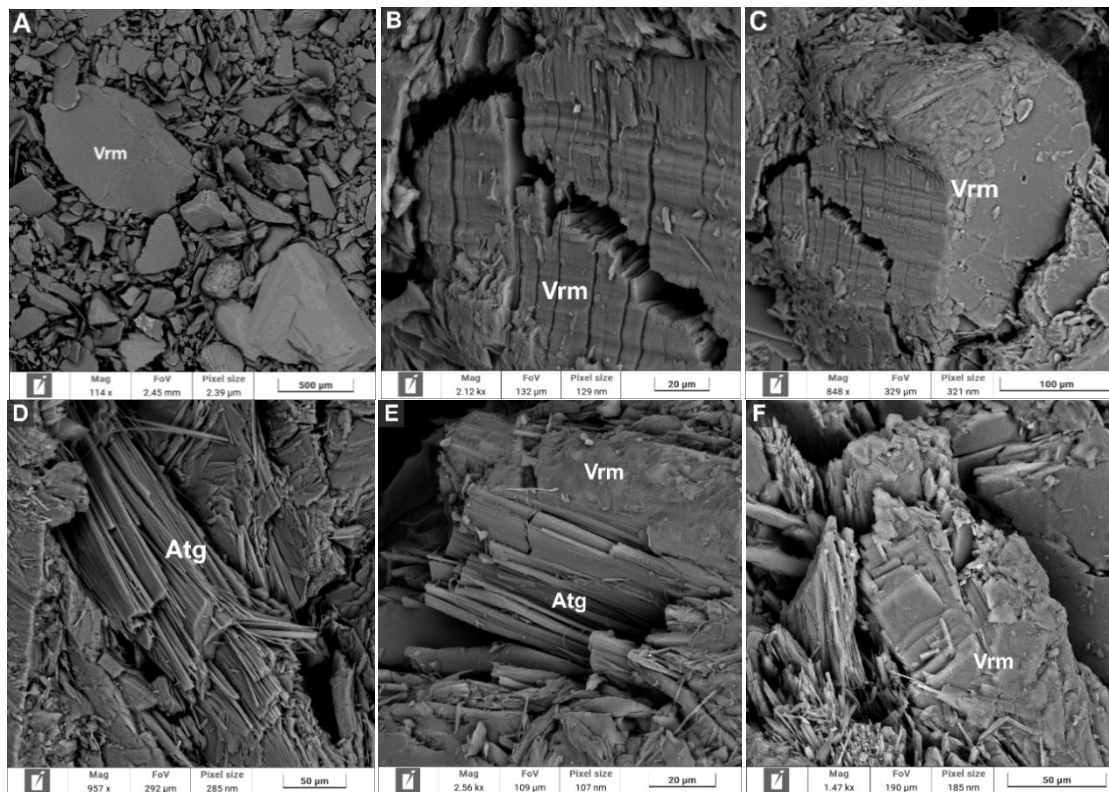
El análisis SEM se realizó sobre la muestra proveniente del paquete contenido en el saco del material extraído en el punto 1, por tratarse del material más cercano a su estado natural, en comparación con los demás disponibles. Esta muestra, obtenida directamente de afloramientos rocosos, no fue sometida a procesos de tamizado ni a tratamientos que pudieran alterar su morfología original. Esta condición permitió una mejor preservación de las características texturales para la caracterización morfológica y composición elemental, mediante espectros EDS, de la vermiculita y la antigorita, esta última identificada como mineral accesorio.

**Vermiculita – Vrm:** se presentan distintos tamaños de fragmentos minerales de hábitos generalmente hojosos, algunas presentan bordes irregulares y aspecto escamoso menores a 1  $\mu\text{m}$ . Las imágenes también reportan apilamiento de escamas o láminas característico de la vermiculita.

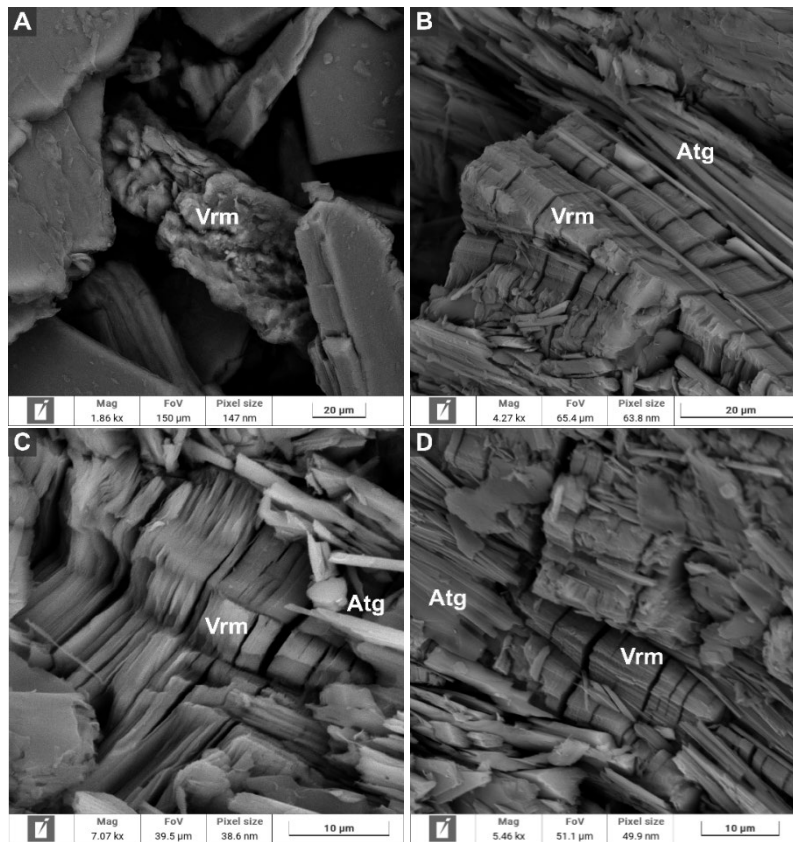
**Mineral accesorio: Antigorita – Atg:** en forma de agregados aciculares.

**Figura 11**

*Micrografías SEM de la vermiculita y antigorita*



*Nota.* (A) Aspecto general de la muestra, fragmentos minerales de mala selección, generalmente presentando formas hojosas y en menor medida tabulares y aciculares. (B) Vista macro de parte del fragmento mineral observado en la imagen C. (C) Fragmento de vermiculita que presenta una forma y cara bien definida, parcialmente cubierto de material amorfo. (E–F) Coexistencia de fragmentos hojosos de vermiculita y agregados aciculares de antigorita. Vrm: vermiculita, Atg: antigorita.

**Figura 12***Micrografías SEM de la vermiculita y antigorita*

*Nota.* (B) Formación de cristales aciculares de antigorita perpendiculares a las hojas conformadas por vermiculita. (C) Detalle de láminas de vermiculita, el espesor de las láminas es inferior a 1 µm. (D) Estructura laminar de vermiculita en disposición perpendicular con agregados de hábito acicular de antigorita. Vrm: vermiculita. Atg: antigorita.

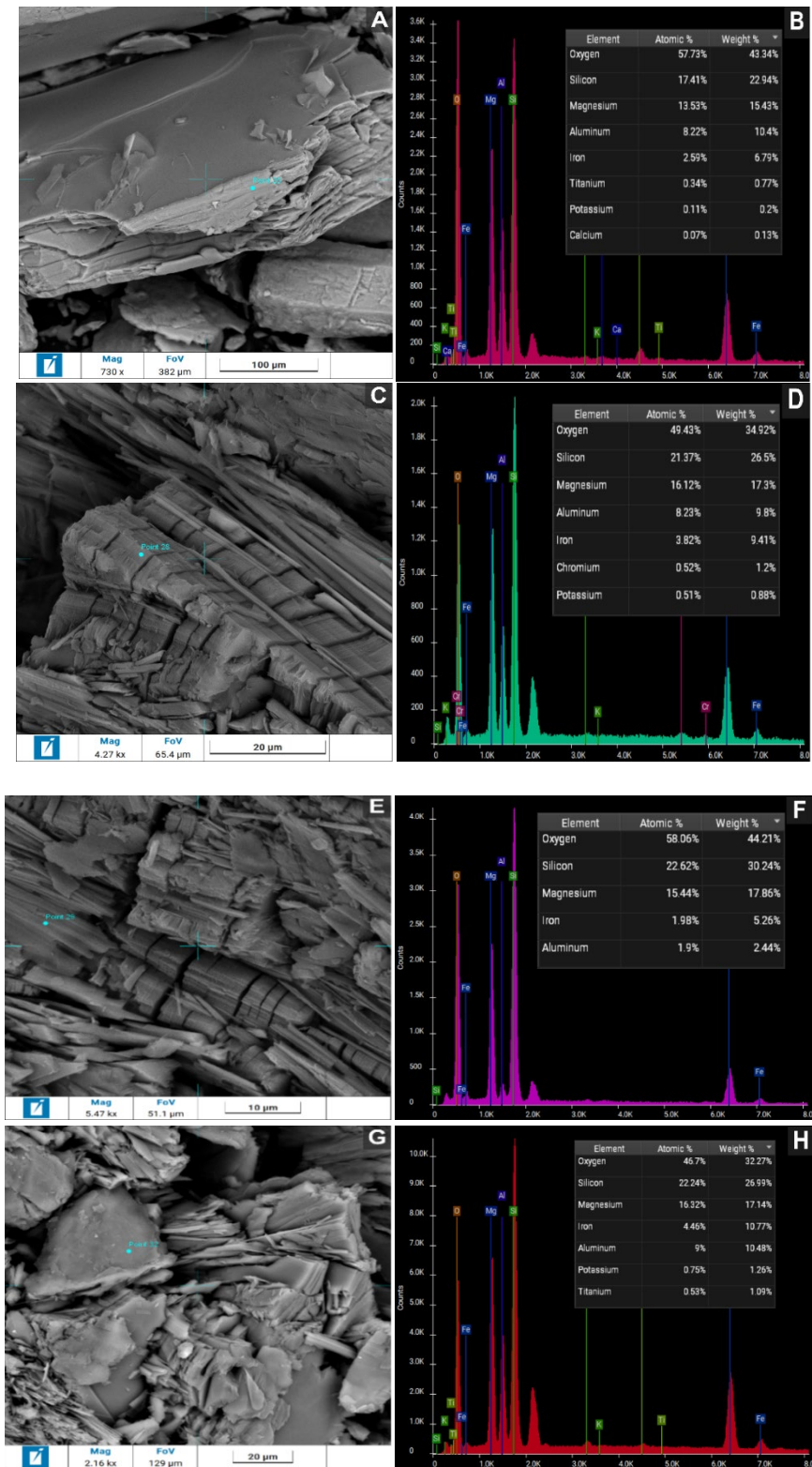
#### 4.1.4.1 Microscopía electrónica de barrido con espectroscopía de energía dispersiva (SEM-EDS).

**Vermiculita – Vrm:** composicionalmente predominan filosilicatos, vermiculita conforme a la composición química rica en oxígeno asociado a las diferentes posiciones que ocupan en la estructura del mineral, también rica en silicio, magnesio, aluminio, hierro y contenidos menores de titanio, potasio y calcio. La presencia de cromo en la vermiculita podría indicar impurezas.

**Mineral accesorio: Antigorita – Atg:** rica en silicio, hierro, magnesio y baja en aluminio

Figura 13

Micrografías SEM de la vermiculita y antigorita con EDS



*Nota.* Espectros puntuales indican la composición elemental en el punto observado en la imagen. (A) y (B) composición química elemental de los fragmentos laminares de vermiculita (C) y (D) presencia de cromo en los fragmentos hojosos de vermiculita. (E) y (F) composición química elemental de antigorita. (G) y (H) composición química elemental de un fragmento de vermiculita. (G) Vista frontal del fragmento de vermiculita coexistiendo con antigorita de hábito acicular.

## 4.2 Caracterización química

A continuación, se desarrolla el segundo objetivo, en el cual, a partir de técnicas químicas, se obtuvo información acerca de la composición, estructura y entorno químico de la vermiculita.

### 4.2.1 Análisis de fluorescencia de rayos X (FRX)

La técnica de FRX se llevó a cabo con el fin de cuantificar la concentración de elementos químicos presentes en la muestra y determinar la proporción de óxidos mayoritarios, así como la presencia de elementos trazas; lo que permitió conocer la composición química de la vermiculita y proponer su fórmula estructural.

**Tabla 9**

*Resultado del análisis FRX: composición química elemental de la vermiculita*

% masa									
Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
ND	22,0	14,2	44,2	ND	0,326	0,403	1,77	0,122	16,4
ppm									
S	Cl	Sc	V	Cr	Co	Ni	Cu	Zn	Ga
361	625	ND	(128)	1760	280	2700	98,6	216	36,5
Ge	As	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Cd	Sn
ND	3,04	23,4	22,0	(2,51)	100	24,5	31,2	45,3	36,6
Sb	Te	Ba	La	Ce	W	Hg	Pb	Th	U
ND	ND	361	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND

*Nota.* No se tiene en cuenta el cálculo de balance en masa por elementos químicos livianos ( $Z < 11$ ) no medibles por la técnica analítica. ND: no detectado. ppm: partes por millón (=0.0001 %). Los elementos reportados en partes por millón (ppm) no hacen parte de la fórmula estructural y

son considerados como menores y/o impurezas. Los valores de vanadio (V) e itrio (Y) se encuentran entre paréntesis dado que el valor reportado por el equipo de FRX está por encima del límite de detección (LLD) pero debajo del límite de cuantificación (LLQ) calculado para el ensayo de la muestra.

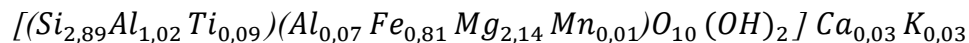
La fórmula estructural de las vermiculitas es usualmente reportada con base a la unidad estructural. Según (Valkov y Simha, 2012), la fórmula general se puede expresar como:



donde M corresponde a los cationes interlaminares posicionados en el espacio interlaminar que compensan la carga laminar negativa, Y es la capa octaédrica y X es la capa tetraédrica.

La fórmula estructural estimada de la vermiculita de Ciénaga fue propuesta a partir de su composición química, siguiendo la metodología descrita por Wilson (1994) y el ejemplo de Campos et al. (2009).

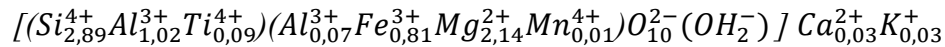
**Cálculo de la fórmula química estructural propuesta de la vermiculita analizada:**



La fórmula propuesta, refleja la distribución de cationes en los sitios tetraédricos ( $Si^{4+}$ ,  $Al^{3+}$ ,  $Ti^{4+}$ ) y octaédricos ( $Al^{3+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ ), así como la presencia de cationes interlaminares compensadores de carga ( $Ca^{2+}$ ,  $K^+$ ).

Para los cálculos, se consideró la estructura aniónica típica de la vermiculita:  $O_{10}(OH)_2$ . La carga de la estructura aniónica en filosilicatos se obtiene considerando los oxígenos y grupo hidroxilo presentes en la unidad estructural. Para la vermiculita, corresponde a -22, la cual debe ser compensada por los cationes presentes en la estructura para mantener la neutralidad eléctrica (Wilson, 1994).

Para comprobar la compensación de cargas entre la estructura aniónica y los cationes que componen los sitios tetraédricos y octaédricos en la formula estructural, se tuvieron en cuenta las cargas de cada elemento como se muestra a continuación.



Primero, para cada elemento, se multiplicó el subíndice, que corresponde a la proporción atómica normalizada, por el exponente, que representa la carga iónica. Luego, se sumaron los resultados de cada ion en cada una de las capas, tanto tetraédrica como octaédrica. El total de carga catiónica estructural fue de 21,94; representado en 14,98 en la capa tetraédrica y 6,96 en la capa octaédrica, mientras que la carga aniónica fue de 22. La diferencia entre ambas fue de una carga negativa de 0,06; considerada mínima y posiblemente compensada por la presencia de los cationes interlaminares ( $Ca^{+2}$  y  $K^{+}$ ), cuya suma total fue una carga positiva de 0,09.

Adicionalmente, entre los elementos traza analizados por la técnica, el níquel (2700 ppm) y el cromo (1760 ppm) presentaron las concentraciones más elevadas. Estos podrían asociarse como impurezas predominantes en la vermiculita.

#### ***4.2.2 Análisis de espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)***

Los datos de FTIR obtenidos mediante la técnica ATR se registraron en porcentaje de transmitancia, por lo que fueron transformados a absorbancia para su graficación e interpretación. Aplicando la Ley de Beer–Lambert, la relación entre absorbancia y porcentaje de transmitancia se expresa mediante la siguiente fórmula:  $A = 2 - \log\left(\frac{\%T}{100}\right)$

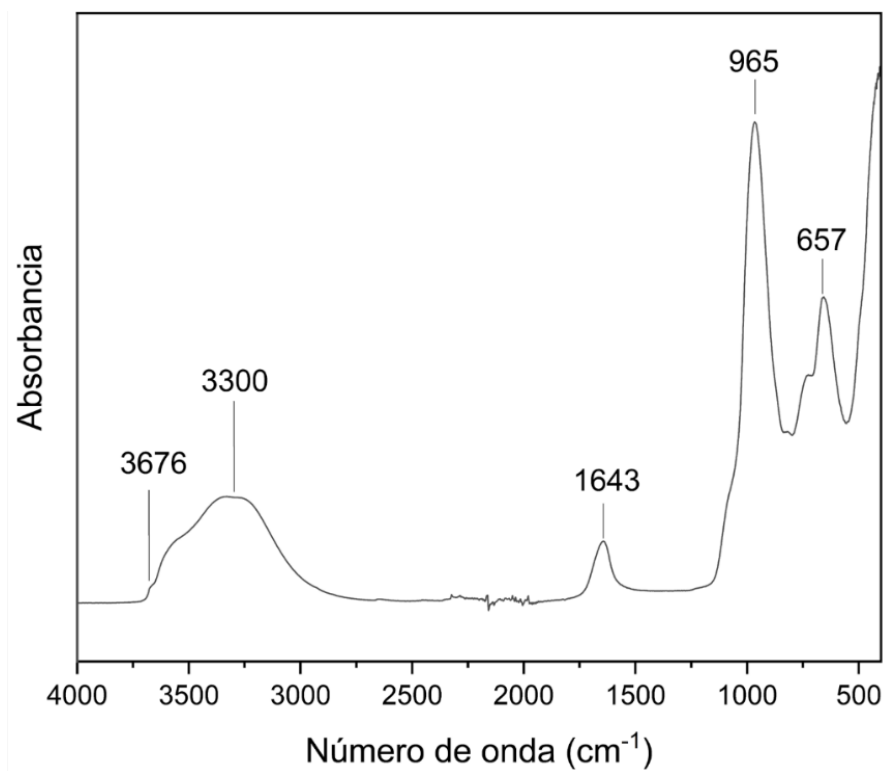
Las bandas asociadas a grupos OH y enlaces Si–O son clave en el espectro FTIR de minerales arcillosos, pues reflejan la influencia del agua y del catión interlaminares. Según Madejová et al. (2017), las vibraciones de estiramiento y flexión del OH absorben en las regiones de 3700–3500  $cm^{-1}$  y 950–600  $cm^{-1}$ , respectivamente, y son sensibles a la coordinación con cationes

octaédricos, a los cationes interlaminares y a la carga en la red tetraédrica. Mientras que los modos de estiramiento OH y Si–O ( $1200\text{--}700\text{ cm}^{-1}$ ) presentan débil acoplamiento con otras vibraciones, las bandas de flexión Si–O ( $600\text{--}400\text{ cm}^{-1}$ ) muestran fuerte acoplamiento con vibraciones de átomos octaédricos y modos traslacionales de los grupos OH.

El espectro FTIR mostró una banda ancha en el rango de  $3700\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$ , atribuible a distintos entornos químicos del grupo OH. Esta banda podría comprender tanto al estiramiento OH estructural como la contribución del agua interlaminar en las láminas de vermiculita, lo que podría resultar en un acoplamiento de bandas. Dentro de esta banda ancha, destaca un pico hombro ubicado a  $3676\text{ cm}^{-1}$ , asociado al grupo  $\text{Mg}_3\text{OH}$ , junto con otro pico en  $657\text{ cm}^{-1}$  atribuido al modo de flexión del grupo OH. Este último presenta similitud con la banda de flexión OH reportada por Madejová et al. (2017). Por otra parte, el pico detectado a  $1643\text{ cm}^{-1}$  corresponde al modo de vibración de flexión de moléculas de agua, coincidiendo con lo reportado por Johnston (2017). También se identificó un pico en  $965\text{ cm}^{-1}$ , atribuido a una banda de estiramiento Si–O calculada por Arab et al. (2002), cuyo oxígeno corresponde al sitio apical de la capa tetraédrica, coordinado con los cationes de la capa octaédrica.

**Figura 14**

*Espectro FTIR de la vermiculita en el rango de 4000–400 cm<sup>-1</sup>*



#### **4.2.3 Análisis de espectroscopía Raman**

Se realizaron dos pruebas: la primera en el rango de 2526 – 37 cm<sup>-1</sup> y la segunda en el rango de 3986 – 2282 cm<sup>-1</sup>. De ambas, se seleccionó una fracción correspondiente a los espectros típicamente analizables para minerales arcillosos en espectroscopía Raman, en especial la vermiculita.

En el primer espectro Raman, se observaron señales en 1075 y un pico elevado en 727 cm<sup>-1</sup>; vinculados a los modos de estiramiento Si–O–Si que involucran oxígenos basales de la capa tetraédrica y un pico en 926 cm<sup>-1</sup> asociado a la coordinación del oxígeno apical en la capa tetraédrica y un pico en 965 cm<sup>-1</sup> asociado a la coordinación del oxígeno apical en la capa tetraédrica con la octaédrica. Asimismo, la banda en 1033 cm<sup>-1</sup> se atribuyó al mismo tipo de enlace en una posición de simetría distinta, mientras que la banda en 309 cm<sup>-1</sup> reflejó modos de flexión Si–O–Si con posibles contribuciones de O–Si–O y/o Si–O–Mg. Un intenso pico en 433 cm<sup>-1</sup>

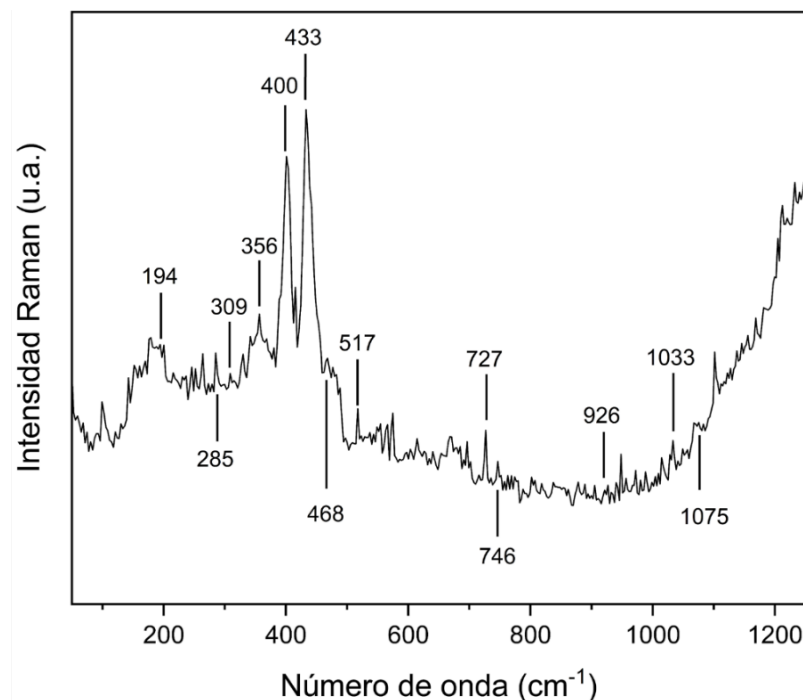
confirmó la flexión O–Si–O (Arab et al. 2002). La banda en  $746\text{ cm}^{-1}$  se asignó al estiramiento Si–O–Si en concordancia con estudios realizados por Arab et al. (2002) y Ritz et al. (2014).

Adicionalmente, se observó una banda de intensidad media a  $517\text{ cm}^{-1}$  y otra fuerte a  $400\text{ cm}^{-1}$  vinculadas a flexiones O–Mg–O, así como una banda débil a  $468\text{ cm}^{-1}$  atribuida a flexión O–Si–O (Ritz et al., 2014).

Respecto a las discrepancias interpretativas, la banda ancha en  $356\text{ cm}^{-1}$  presenta divergencias: Rinaudo et al. (2004) y Ritz et al. (2014) la atribuyen a flexión de  $\text{SiO}_4$ , mientras que Arab et al. (2002) la asocian al acoplamiento de flexión O–Mg–O y estiramiento Mg–O. La naturaleza amplia de esta banda sugiere un acoplamiento de modos vibracionales, compatible con las interpretaciones de Arab et al. (2002) o una superposición de contribuciones (Rinaudo et al., 2004; Ritz et al., 2014; Arab et al., 2002). Por otro lado, la banda en  $285\text{ cm}^{-1}$  se asoció a modos de enlace por puente de hidrógeno O–H...O (Kloprogge 2017).

### Figura 15

*Espectro Raman de la vermiculita en el rango de  $50\text{--}1250\text{ cm}^{-1}$*



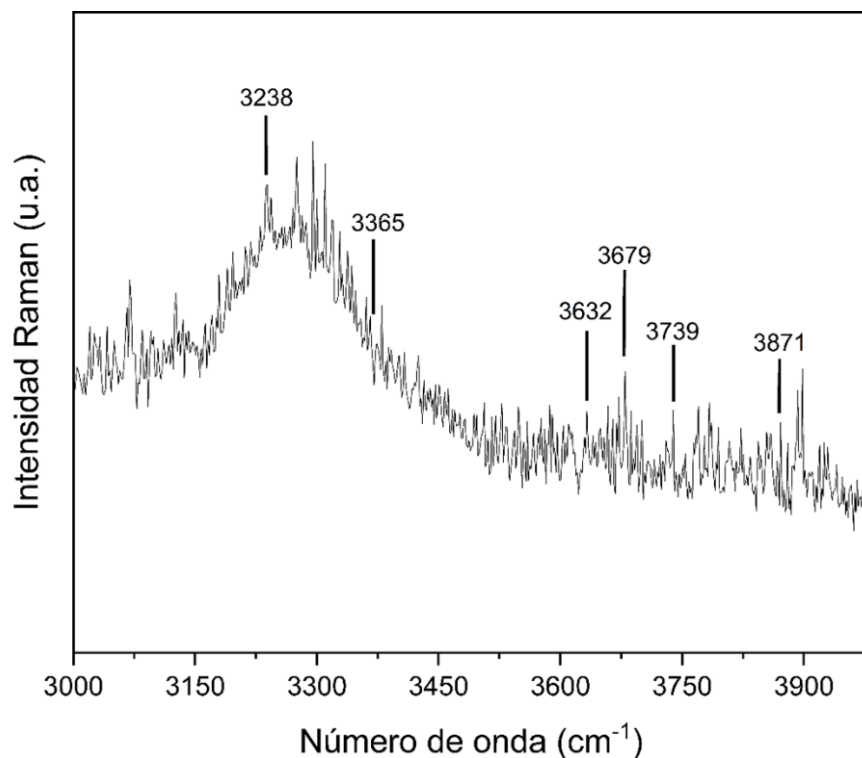
En el segundo rango del espectro Raman se analizaron las vibraciones de estiramiento y flexión del grupo hidroxilo. Haley et al. (1982) identificaron bandas en  $3739\text{ cm}^{-1}$ , asociadas al modo de estiramiento del grupo octaédrico  $\text{Mg}^{2+}_3\text{OH}$ , y una banda en  $3365\text{ cm}^{-1}$ , atribuida al estiramiento HOH del agua interlamina. Adicionalmente, propusieron que la banda en  $3240\text{ cm}^{-1}$  podría relacionarse con el OH estructural influenciado por la presencia de  $\text{Al}^{3+}$  en coordinación tetraédrica.

También se reportó un pico en  $3679\text{ cm}^{-1}$ , que, según Kloprogge (2017), corresponden al estiramiento de grupos octaédricos como  $\text{Mg}_2\text{AlOH}$  o  $\text{Mg}_2\text{Fe}^{3+}\text{OH}$ , mientras que Wada y Kamitakahara (1991) la atribuyen al modo de estiramiento  $\text{M}^{2+}_3\text{OH}$ , donde  $\text{M}^{2+}$  representa cationes divalentes, y proponen que su origen pudiera deberse a sustituciones heterovalentes en las capas tetraédricas u octaédricas. Por su parte, el pico en  $3632\text{ cm}^{-1}$  correspondió a vibraciones OH en una estructura dioctaédrica localizada en entornos de magnesio y aluminio (Kloprogge 2017).

Además, se detectó una banda en  $3871\text{ cm}^{-1}$  asignada al estiramiento OH, lo que refuerza la influencia de la composición química y del arreglo estructural en las vibraciones del grupo hidroxilo en la vermiculita (Arab et al., 2002).

**Figura 16**

*Espectro Raman de la vermiculita en el rango de 3000–3980  $\text{cm}^{-1}$*



### 4.3 Caracterización térmica

La caracterización térmica, correspondiente al tercer objetivo, complementa la información sobre las propiedades estructurales y composicionales de la vermiculita, cuyos resultados se presentan seguidamente.

#### 4.3.1 Análisis termogravimétrico (TGA)

En la curva termogravimétrica obtenida, se observa una pérdida rápida de masa de 9,083 % (1,779 mg), entre 30 °C y 125 °C, correspondiente a la eliminación de “agua libre”. Este comportamiento concuerda con lo reportado por Grim (1953) para pérdidas de agua rápida hasta 100 °C, así como con estudios en vermiculita que identifican deshidratación inicial hasta 150 – 250 °C (Karathanasis, 2008; Pérez–Maqueda et al., 2003).

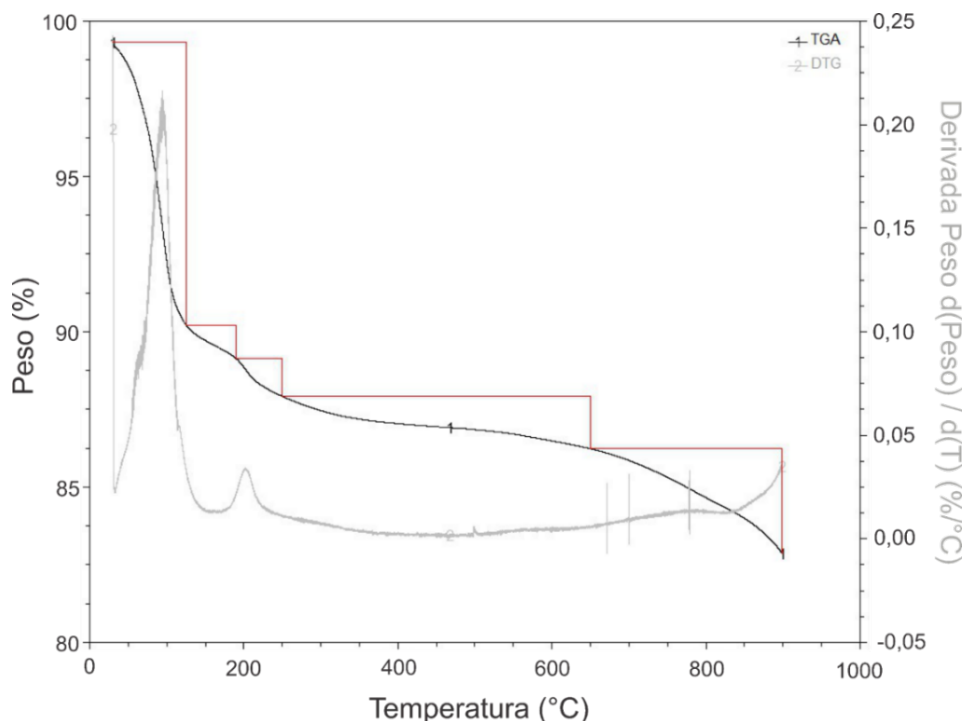
Entre 125 °C y 650 °C se registra una segunda etapa general de deshidratación, con menor pendiente y una pérdida de masa total del 3,956 % (0,775 mg). Esta se divide en tres subetapas: la primera, entre 125 °C y 190 °C, con una pérdida del 1,068 %; la segunda, entre 190 °C y 250 °C, con un 1,224 %; y la tercera, hasta 650 °C, con una pérdida más gradual del 1,664 %. Estas variaciones reflejan la liberación progresiva de moléculas de agua asociadas a cationes interlaminares, como lo indican Pérez–Maqueda et al. (2003) y Campos et al. (2009), quienes sitúan la deshidratación interlaminar hasta los 500 °C. No obstante, es posible que las dos primeras subetapas incluyan también la eliminación de agua superficial débilmente unida (Pérez–Maqueda et al., 2003). Por su parte, Grim (1953), Pérez–Rodríguez et al. (2004) y Pansu y Gautheyrou (2006) coinciden en que la deshidratación en vermiculita finaliza alrededor de los 700 °C. La baja pendiente de esta etapa contrasta con la rápida pérdida inicial.

La curva DTG confirmó dos picos endotérmicos a 93 °C y 200 °C, coherentes con estudios previos; Gaulhanou et al. (2013) reportaron picos a 90 °C y 185 °C, mientras que Argüelles et al. (2010) y de la Calle y Suquet (1988) identificaron transiciones a 120 – 240 °C. Estos picos se asocian a cambios en los estados de hidratación interlaminar; el primero corresponde a la transición de dos a una capa de agua, y el segundo, a la eliminación completa del agua (Argüelles et al., 2010; de la Calle y Suquet, 1988).

Finalmente, en el rango de 650 °C a 900 °C, se registra una tercera etapa con una pérdida de 3,356 % (0,657 mg), atribuible a procesos de deshidroxilación. Este fenómeno, reportado por Karathanasis (2008) y Grim (1953) en temperaturas mayores a 550 °C hasta 750 °C y por Balek et al. (2007) hasta 800 – 900°C, refleja la eliminación de grupos OH estructurales. La pérdida total de masa fue de 16,395 % (3,211 mg), integrando las etapas de deshidratación y deshidroxilación descritas.

**Figura 17**

*Análisis TGA de la vermiculita en el rango de 30–900 °C*



*Nota.* Las líneas rojas delimitan los puntos de inflexión de las reacciones endotérmicas identificadas. La curva en negro (eje Y a la izquierda) corresponde al análisis TGA, mientras que la curva en gris (eje Y a la derecha) representa el DTG.

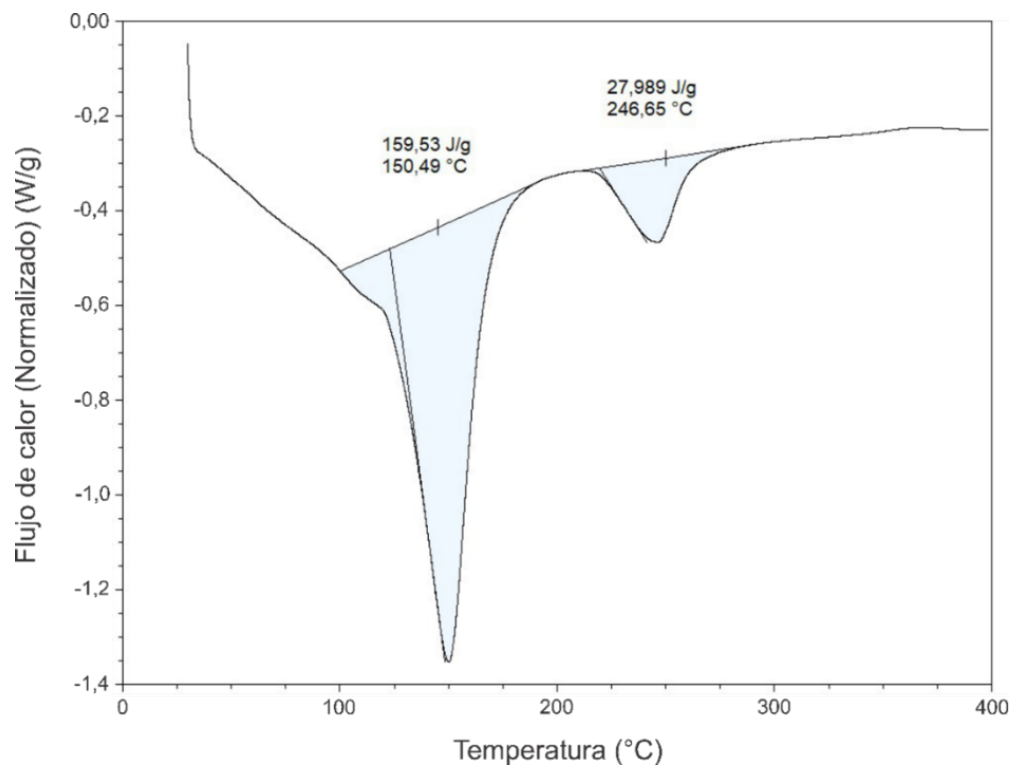
#### **4.3.2 Análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC)**

El análisis DSC reveló dos endotermas principales, la primera con un pico a 150,49 °C (entalpía de 159,53 J g<sup>-1</sup>) y la segunda a 246,65 °C (entalpía de 27,989 J g<sup>-1</sup>). Estos hallazgos coinciden con la descripción de Karathanasis (2008), quien reporta una doble endoterma en el rango de 100–250 °C asociada a una mejor coordinación y una mayor energía de deshidratación de algunas moléculas de agua interlaminares. Dicha correlación se extiende a los trabajos de Barshad (1950) y Walker (1951 como se citó en Grim, 1953), quienes identificaron un pico endotérmico principal entre 150–200 °C y otro secundario entre 250–275 °C, ambos vinculados a la pérdida de agua interlaminar.

Walker (1951 como se citó en Grim, 1953) atribuye específicamente estos eventos al agua coordinada con iones  $Mg^{2+}$  en la estructura, señalando que el agua interlaminar en las vermiculitas naturales consiste en una capa de hidratación alrededor de estos iones, compuesta por seis moléculas de agua unidas por enlaces ion–dipolo, e incluye además “agua libre” en el espacio entre el  $Mg^{2+}$  hidratado. Según esta interpretación, el pico endotérmico inicial se asocia a la pérdida del agua libre y, de forma simultánea, ocurre un colapso en el eje  $c$ , que reduce el espacio interlaminar a una sola capa molecular de agua entre las láminas. Este colapso hace que la envoltura de hidratación del  $Mg^{2+}$  se extienda plana, liberando dos moléculas de agua y dejando al ión rodeado solo por cuatro moléculas de agua. Estas dos moléculas también se pierden durante la reacción endotérmica inicial. La segunda reacción endotérmica a baja temperatura corresponde a la pérdida de las cuatro moléculas de agua restantes alrededor del  $Mg^{2+}$ .

### Figura 18

*Análisis DSC de la vermiculita en el rango de 30–400 °C*



*Nota.* Se muestran los valores de entalpía y picos de las endotermas (áreas bajo la curva sombreadas en azul).

## 5. Discusión de resultados

Los resultados obtenidos permiten situar la vermiculita de Ciénaga dentro de la unidad Neis de Buritaca (PTnb), en correlación con las descripciones litológicas descritas por Hernández (2003) y Tschanz et al. (1969 y 1970). En el análisis mineralógico también se identificaron minerales menores, tales como serpentina (antigorita), talco, piroxeno (diópsido), cuarzo y plagioclasa, asociación mineralógica reportada en la zona de procedencia del material por los autores anteriormente mencionados.

A escala microscópica se confirmó la dominancia de vermiculita (88 % en promedio), con hábito laminar-escamoso y exfoliación basal relictos. Bajo el microscopio y en imágenes SEM-EDS, se observaron láminas menores a 1  $\mu\text{m}$  de espesor, apilamientos característicos y agregados aciculares de antigorita. Además, de acuerdo con reportes mineralógicos como los de Deer et al. (2013) y UFRGS (2022), la vermiculita observada no está completamente “vermiculitalizada”, ya que no es incolora, conserva cierto pleocroísmo y presenta extinción moteada. No obstante, la coherencia de los demás análisis, que muestran respuestas típicas de este mineral, sugiere que esta observación merece un estudio geológico más detallado sobre el grado de alteración y las condiciones geológicas que favorecieron su génesis y evolución.

El patrón de DRX reveló un espaciamiento basal de 14,45 Å y una reflexión (060) a 1,54 Å propia de la vermiculita trioctaédrica, configuraciones estructurales que se pueden atribuir a un

apilamiento semidesordenado de láminas 2:1 y dos capas de agua interlaminar. Además, de una serie armónica creciente que demuestran la ausencia de material interestratificado.

La composición determinada por FRX mostró altos contenidos de MgO (22,0 %), SiO<sub>2</sub> (44,2 %), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (14,2 %) y Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (16,4 %), lo que permitió establecer una fórmula estructural [(Si<sub>2,89</sub>Al<sub>1,02</sub>Ti<sub>0,09</sub>)(Al<sub>0,07</sub>Fe<sub>0,81</sub>Mg<sub>2,14</sub>Mn<sub>0,01</sub>)O<sub>10</sub>(OH)<sub>2</sub>](Ca<sub>0,03</sub>K<sub>0,03</sub>). Esta refleja la sustitución isomórfica Al<sup>3+</sup>/Si<sup>4+</sup> y la leve incorporación de Ti<sup>4+</sup> en la capa tetraédrica, poco frecuente en vermiculitas, reportado en las vermiculitas estudiadas por Campos et al. (2009) y del Rey–Pérez–Caballero y Poncelet (2000). Esta sustitución genera una carga laminar compensada por cationes interlaminares hidratados (Mg<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup> y K<sup>+</sup>). Los espectros EDS confirmaron un contenido bajo de titanio en comparación con el silicio y el aluminio, los tres cationes centrales en la capa tetraédrica. Esta tendencia concuerda con los resultados obtenidos por FRX y con lo reportado para la vermiculita de Santa Marta por Campos et al. (2009). Además, tanto FRX como EDS detectaron cromo en baja concentración como impureza asociada a la vermiculita, y FRX reportó también la presencia de níquel.

La FRX reveló un elevado contenido de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (16,4 %), situando al Fe<sup>3+</sup> como el segundo catión más abundante en la capa octaédrica junto a Mg<sup>2+</sup>. Esta alta proporción de hierro podría explicar la intensidad de los colores de interferencia observados, en línea con lo reportado por Deer et al. (2013) quienes asocian este rasgo a vermiculitas con altos índices de refracción, y por Heuser et al. (2013), quienes reportan un efecto similar en esmectitas ricas en hierro. Aunque ambos minerales comparten similitudes estructurales, la relación entre el contenido de hierro y el aumento en los índices de refracción no es consecuencia directa de dichas similitudes, sino que refuerza la idea de que el hierro contribuye sistemáticamente al aumento de índices de refracción en minerales arcillosos 2:1, de modo que merece la pena analizar este efecto en vermiculitas en futuros estudios.

Los modos vibracionales de las espectroscopías FTIR y Raman confirmaron la presencia de modos de estiramiento OH en  $3700\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$ , flexiones Si-O y O-Mg-O, así como bandas específicas en  $1075$ ,  $926$  y  $727\text{ cm}^{-1}$  que evidencian la organización trioctaédrica de la red de tetraedros y octaedros, y un puente de hidrógeno, relacionados con las dos capas de agua interlamina (Arab et al., 2002; Ritz et al., 2014; Johnston, 2017).

En cuanto a la estabilidad térmica, los análisis de TGA y DSC identificaron una pérdida rápida de agua libre (9,083 %) entre  $30$  y  $125\text{ °C}$  (Grim, 1953; Karathanasis, 2008), seguida por la deshidratación interlamina progresiva (3,956 %) y transición de doble a monocapa de hidratación reflejada en picos endotérmicos DTG a  $200\text{ °C}$ , procesos acompañados de endotermas a  $150,5\text{ °C}$  y  $246,7\text{ °C}$  ( $159,5$  y  $27,99\text{ J/g}$ ) en DSC que concuerdan con el modelo de Walker (1951 como se citó en Grim, 1953) coherente con su espaciamiento basal reportado en DRX. Los picos endotérmicos en DTG a  $93\text{ °C}$  y  $200\text{ °C}$  validan este mecanismo, ya que indican el colapso interlamina y la posterior desorción del agua anhidra (Gailhanou et al., 2013; Argüelles et al., 2010). Culminando con la deshidroxilación de grupos OH (pérdida adicional de 3,356 %) entre  $650$  y  $900\text{ °C}$  (Karathanasis, 2008; Balek et al., 2007). Estos datos confirman que la vermiculita estudiada mantiene dos capas de agua interlamina establemente ligadas a cationes de alto potencial iónico, explicando su comportamiento mineralógico, estructural, químico y térmico en distintos escenarios de calentamiento.

Cabe destacar que, Karathanasis (2008) reporta que, aunque los cambios de fase en minerales trioctaédricos suelen manifestar picos endotérmicos a temperaturas superiores —a las registradas en este estudio—, la sensibilidad del DSC en bajas temperaturas permite analizar con precisión el papel del catión saturante en la estabilidad térmica y la variabilidad composicional de este mineral arcilloso.

La notable similitud entre los resultados de este estudio y los reportados por Campos et al. (2009) —incluidos DRX, FRX, SEM y TGA—, junto con la proximidad geográfica entre ambas localidades, sugiere que podrían corresponder a la misma especie mineral.

## 6. Conclusiones

El mineral presenta propiedades mineralógicas acordes con su estructura monoclinica, como exfoliación unidireccional y hábito laminar de espesor micrométrico ( $<1 \mu\text{m}$ ). Se identificó una dominancia de vermiculita (88 %) acompañada de minerales accesorios como antigorita, dióxido, talco, cuarzo y plagioclasa, relacionados con el Neis de Buritaca (PTnb).

La vermiculita de Ciénaga exhibe una estructura laminar 2:1 de tipo trioctaédrica, con láminas de silicato separadas por espacios interlaminares ocupados por cationes hidratados y dos capas de agua. La carga laminar se debe principalmente a sustitución isomórfica  $\text{Al}^{3+}/\text{Si}^{4+}$  en la capa tetraédrica, y es compensada por cationes interlaminares  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{K}^{+}$ .

La vermiculita presenta una composición química rica en magnesio, hierro y silicio. La fórmula estructural propuesta refleja la distribución de cationes estructurales e interlaminares. Los análisis espectroscópicos (FTIR y Raman) confirmaron la presencia de grupos OH estructurales, agua interlaminar y vibraciones características de los enlaces Si–O y O–Mg–O, en concordancia con su estructura.

Los análisis térmicos (TGA y DSC) evidenciaron varias etapas de deshidratación y deshidroxilación. Inicialmente, se produjo la pérdida de agua libre entre 30 y 125 °C, acompañada de un pico endotérmico en DTG; a continuación, tuvo lugar la deshidratación interlaminar de agua débilmente enlazada entre 125 y 650 °C, reflejada en un endoterma en DTG y dos endotermas en

DSC que confirman la presencia de dos capas de agua interlaminar alrededor de  $Mg^{2+}$ ; y, finalmente, se observó la deshidroxilación de los grupos OH estructurales entre 650 y 900 °C.

La caracterización demostró una estrecha relación entre las propiedades mineralógicas, químicas y térmicas de la vermiculita. Su composición rica en Mg, estructura trioctaédrica y presencia de cationes interlaminares determinan su capacidad de hidratación, estabilidad térmica y patrones de deshidratación y deshidroxilación.

## **7. Recomendaciones**

Se recomienda realizar análisis confirmatorios adicionales sobre la vermiculita, así como revisar y replicar las técnicas aplicadas en este estudio a los minerales accesorio, garantizando mayor rigor metodológico mediante la selección de un rango de granulometría más apropiado para cada técnica, el tratamiento de la muestra con sustancias específicas, procedimientos para eliminar impurezas y la consideración de otros aspectos importantes que restrinjan los resultados a propiedades de interés, según cada análisis, con el fin de complementar la caracterización del material y reducir sesgos en los resultados.

Se sugiere extender la investigación hacia otros aspectos geológicos que no fueron tratados en el presente estudio, tales como deformación, génesis, procedencia, patrones de enriquecimiento mineral, evolución geológica de la zona de estudio, así como un reconocimiento geológico de campo en la zona de extracción, con el objetivo de integrar perspectivas multidisciplinarias que contextualicen los hallazgos dentro de un modelo geológico más completo.

**Referencias Bibliográficas**

- Arab, M., Bougeard, D. y Smirnov, K. S. (2002). Experimental and computer simulation study of the vibrational spectra of vermiculite. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 4(10), 1957-1963. <https://doi.org/10.1039/b110768b>
- Argüelles, A., Leoni, M., Blanco, J. y Marcos, C. (2010). Semi-ordered crystalline structure of the Santa Olalla vermiculite inferred from X-ray powder diffraction. *American Mineralogist*, 95(1), 126-134. <https://doi.org/10.2138/am.2010.3249>
- Bailey, S. W. (1980). Structures of Layer Silicates. En G. W. Brindley y G. Brown (Eds.), *CRYSTAL STRUCTURES OF CLAY MINERALS AND THEIR X-RAY IDENTIFICATION* (pp. 1-124). Mineralogical Society
- Balek, V., Pérez-Rodríguez, J., Pérez-Maqueda, L., Šubrt, J., & Poyato, J. (2007). Thermal behaviour of ground vermiculite. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 88(3), 819-823. <https://doi.org/10.1007/s10973-005-7462-5>
- Barshad, I. (1950). The effect of the interlayer cations on the expansion of the mica type of crystal lattice. *American Mineralogist: Journal of Earth and Planetary Materials*, 35(3-4), 225-238.
- Campos, A., Moreno, S. y Molina, R. (2009). Characterization of vermiculite by xrd and spectroscopic techniques. *Earth Sciences Research Journal*, 13(2), 108-118. Universidad Nacional de Colombia.
- Cardona, A., Valencia, V., Garzón, A., Montes, C., Ojeda, G., Ruiz, J. y Weber, M. (2010). Permian to Triassic I to S-type magmatic switch in the northeast Sierra Nevada de Santa Marta and adjacent regions, Colombian Caribbean: Tectonic setting and implications

- within Pangea paleogeography. *Journal Of South American Earth Sciences*, 29(4), 772–783. <https://doi.org/10.1016/j.jsames.2009.12.005>
- Carriazo, J., Molina, R. y Moreno, S. (2004). Caracterización de dos arcillas colombianas por difracción de rayos X y su relación con aspectos de origen y transformación. *Boletín De Geología*, 26(43), 143–148. Recuperado a partir de <https://revistas.uis.edu.co/index.php/revistaboletindegologia/article/view/913>
- Carroll, D. (1970). Clay minerals: A guide to their X-ray identification. Geological Society of America Special Paper 126 (p.p 22–23) <https://doi.org/10.1130/SPE126>
- Cifuentes, G. R., Jiménez–Millán, J., Quevedo, C. P. y Jiménez–Espinosa, R. (2020). Transformation of S–Bearing Minerals in Organic Matter–Rich Sediments from a Saline Lake with Hydrothermal Inputs. *Minerals*, 10(6), 525. doi:10.3390/min10060525
- Cifuentes, G. R., Jiménez–Millán, J., Quevedo, C. P., Nieto, F., Cuadros, J. y Jiménez–Espinosa, R. (2021). Low Temperature Illitization through Illite–Dioctahedral Vermiculite Mixed Layers in a Tropical Saline Lake Rich in Hydrothermal Fluids (Sochagota Lake, Colombia). *Minerals*, 11(5), 523. doi:10.3390/min11050523
- Cortés, A. y Franzmeier, D. P. (1972). Weathering of primary minerals in volcanic ash–derived soils of the central cordillera of Colombia. *Geoderma*, 8(2–3), 165–176. doi:10.1016/0016-7061(72)90044-4
- Deer, W. A., Howie, R. A. y Zussman, J (2013). An introduction to the rock–forming minerals (3rd ed.). Pearson–prentice Hall.
- de la Calle, C. y Suquet, H. (1988). Chapter 12. VERMICULITE. En S. Bailey (Ed.), *Hydrous Phyllosilicates: (Exclusive of Micas)* (pp. 455-496). Berlin, Boston: De Gruyter. <https://doi.org/10.1515/9781501508998-017>

- del Rey–Perez–Caballero, F., & Poncelet, G. (2000). Microporous 18 Å Al-pillared vermiculites: preparation and characterization. *Microporous And Mesoporous Materials*, 37(3), 313-327. [https://doi.org/10.1016/s1387-1811\(99\)00274-7](https://doi.org/10.1016/s1387-1811(99)00274-7)
- Gailhanou, H., Blanc, P., Rogez, J., Mikaelian, G., Horiuchi, K., Yamamura, Y., Saito, K., Kawaji, H., Warmont, F., Grenèche, J., Vieillard, P., Fialips, C., Giffaut, E. y Gaucher, E. (2013). Thermodynamic properties of saponite, nontronite, and vermiculite derived from calorimetric measurements. *American Mineralogist*, 98(10), 1834–1847. <https://doi.org/10.2138/am.2013.4344>
- García, J. C., Patiño, S. M., Rendón, D. A., Echeverri, O. y Arcila, N. (2025). Geological characterization of mud and debris flow deposits, Aburrá Valley, Colombia. *Journal of Geography and Mineral Research*, 16(1), 1–15. <https://doi.org/10.5897/JGMR2021.0358>
- Grim, R. E. (1953). *Clay Mineralogy*. McGraw–Hill.
- Guggenheim, S., Adams, J. M., Bain, D. C., Bergaya, F., Brigatti, M. F., Drits, V. A., Formoso, M. L. L., Galán, E., Kogure, T. y Stanjek, H. (2006). Summary of recommendations of nomenclature committees relevant to clay mineralogy: report of the Association Internationale pour l'Etude des Argiles (AIPEA) Nomenclature Committee for 2006. *Clays And Clay Minerals*, 54(6), 761–772. <https://doi.org/10.1346/ccmn.2006.0540610>
- Haley, L. V., Wylie, I. W. y Koningstein, J. A. (1982). An investigation of the lattice and interlayer water vibrational spectral regions of muscovite and vermiculite using Raman microscopy. A Raman microscopic study of layer silicates. *Journal Of Raman Spectroscopy*, 13(2), 203–205. <https://doi.org/10.1002/jrs.1250130217>

- Heuser, M., Andrieux, P., Petit, S. y Stanjek, H. (2013). Iron-bearing smectites: a revised relationship between structural Fe, b cell edge lengths and refractive indices. *Clay Minerals*, 48(1), 97–103. doi:10.1180/claymin.2013.048.4.06
- Hernández, M. y Maldonado, I. (1999). Geología de la Plancha 18 Ciénaga [Mapa Geológico]. Escala 1:100.000. INGEOMINAS.
- Hernández, M. (2003). Geología de las Planchas 11 Santa Marta y 18 Ciénaga. Escala 1:100.000. Versión año 2001. Memoria Explicativa. INGEOMINAS.
- Johnston, C. (2017). Infrared Studies of Clay Mineral–Water Interactions. En W.P. Gates, J. T. Kloprogge, J. Madejová y F. Bergaya (Eds.), *Developments in clay science* (Vol 8, pp. 288–309). <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-100355-8.00009-6>
- Karathanasis, A.D. (2008). Thermal Analysis of Soil Minerals. En A.L. Ulery y L. Richard Drees (Eds.) *Methods of Soil Analysis Part 5—Mineralogical Methods* (pp. 117-160). <https://doi.org/10.2136/sssabookser5.5.c5>
- Kloprogge, J. (2017). Raman Spectroscopy of Clay Minerals. En W.P. Gates, J. T. Kloprogge, J. Madejová y F. Bergaya (Eds.), *Developments in clay science* (Vol. 8, pp. 150–199). <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-100355-8.00006-0>
- Lozada Padilla, S. (2002). Génesis, caracterización mineralógica y evaluación minera de los depósitos de arcilla negra en la vereda artesanal La Chamba, municipio del Guamo Tolima [Informe técnico]. Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ciencias, Departamento de Geociencias. <https://repositorio.artesanasdecolombia.com.co/handle/001/8468>

- Madejová, J., Gates, W. y Petit, S. (2017). IR Spectra of Clay Minerals En W.P. Gates, J. T. Kloprogge, J. Madejová y F. Bergaya (Eds.), *Developments in clay science* (Vol. 8, pp. 107–149). <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-100355-8.00005-9>
- Pansu, M. y Gautheyrou, J. (2006). Thermal Analysis. En *Handbook of Soil Analysis* (pp. 221-252). Springer, Berlin, Heidelberg. <https://doi.org/10.1007/978-3-540-31211-6>
- Pérez–Maqueda, L.A., Balek, V., Poyato, J., Pérez-Rodríguez, J. L., Šubrt, J., Bountsewa, I. M., Beckman, I. N. y Málek, Z. (2003). Study of natural and ion exchanged vermiculite by emanation thermal analysis, TG, DTA and XRD. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 71, 715–726 <https://doi.org/10.1023/A:1023353521235>
- Pérez-Rodríguez, J. L., Poyato, J., De Haro, M. C. J., Pérez-Maqueda, L. A., & Lerf, A. (2004). Thermal decomposition of NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-vermiculite from Santa Olalla (Huelva, Spain) and its relation to the metal ion distribution in the octahedral sheet. *Physics And Chemistry Of Minerals*, 31(7). <https://doi.org/10.1007/s00269-004-0406-y>
- Piraquive, A., Kammer, A., Bernet, M., Cramer, T., von Quadt, A. y Gómez, C. (2021). Neoproterozoic to Jurassic tectono–metamorphic events in the Sierra Nevada de Santa Marta Massif, Colombia: insights from zircon U–Pb geochronology and trace element geochemistry. *International Geology Review*, 64(14), 1933–1965. <https://doi.org/10.1080/00206814.2021.1961317>
- Quevedo, C. P., Jiménez–Millán, J., Cifuentes, G. R. y Jiménez–Espinosa, R. (2020). Electron Microscopy Evidence of Zn Bioauthigenic Sulfides Formation in Polluted Organic Matter–Rich Sediments from the Chicamocha River (Boyacá–Colombia). *Minerals*, 10(8), 673. [doi:10.3390/min10080673](https://doi.org/10.3390/min10080673)

- Rinaudo, C., Roz, M., Boero, V. y Franchini-Angela, M. (2004). FT-Raman spectroscopy on several di- and trioctahedral T-O-T phyllosilicates. *Neues Jahrbuch Für Mineralogie - Monatshefte*, 2004(12), 537-554. <https://doi.org/10.1127/0028-3649/2004/2004-0537>
- Ritz, M., Zdrálková, J. y Valášková, M. (2014). Vibrational spectroscopy of acid treated vermiculites. *Vibrational Spectroscopy*, 70, 63–69. <https://doi.org/10.1016/j.vibspec.2013.11.007>
- Swayze, G., Lowers, H., Benzel, W., Clark, R., Driscoll, R., Perlman, Z., Hoefen, T. y Dyar, M. (2018). Characterizing the source of potentially asbestos-bearing commercial vermiculite insulation using in situ IR spectroscopy. *American Mineralogist*, 103(4), 517-549. <https://doi.org/10.2138/am-2018-6022>
- Tschanz, C. M., Jimeno, A. y Vesga, C. (1969). Geology of the Sierra Nevada de Santa Marta Area (Colombia): Preliminary report. INGEOMINAS, p. 288.
- Tschanz, C. M., Jimeno V., A. y Cruz B., J. (1970). Recursos minerales de la Sierra Nevada de Santa Marta. *Boletín Geológico*, 18(1), 2–67. <https://doi.org/10.32685/0120-1425/bolgeol18.1.1970.223>
- Tschanz, C. M., Marvin, R. F., Cruz, J., Mehnert, H. H. y Cebula, G. T. (1974). Geologic Evolution of the Sierra Nevada de Santa Marta, Northeastern Colombia. *Geological Society of America Bulletin*, 85(2), 273–284. [https://doi.org/10.1130/0016-7606\(1974\)85<273:GEOTSN>2.0.CO;2](https://doi.org/10.1130/0016-7606(1974)85<273:GEOTSN>2.0.CO;2)
- Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). (2022) Vermiculite: Structure, Properties and Applications. Laboratório de Mineralogia e Petrologia. Recuperado el 16 de marzo de 2025, de <https://www.ufrgs.br/minmicro/Vermiculite.pdf>

- Valášková, M., Madejová, J., Inayat, A., Matějová, L., Ritz, M., Martaus, A. y Leštinský, P. (2020). Vermiculites from Brazil and Palabora: Structural changes upon heat treatment and influence on the depolymerization of polystyrene. *Applied Clay Science*, 192, 105639. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2020.105639>
- Valkov, M. y Simha, G. (2012). Vermiculite: Structural Properties and Examples of the Use. *Clay Minerals in Nature – Their Characterization, Modification and Application*. InTech. doi:10.5772/51237
- Wada, N. y Kamitakahara, W. A. (1991). Inelastic neutron- and Raman-scattering studies of muscovite and vermiculite layered silicates. *Physical Review. B, Condensed Matter*, 43(3), 2391-2397. <https://doi.org/10.1103/physrevb.43.2391>
- Walker, G. F. (1956). The Mechanism of Dehydration of Mg–Vermiculite. *Clays and Clay Minerals (National Conference on Clays and Clay Minerals)*, 4, 101–115. doi:10.1346/CCMN.1955.0040115
- Warr, L. N. (2021). IMA–CNMNC approved mineral symbols. *Mineralogical Magazine*, 85(3), 291–320. <https://doi.org/10.1180/mgm.2021.43>
- Wiewióra, A. (2003). Particle size distribution in sonicated high– and low–charge vermiculites. *Applied Clay Science*, 24(1–2), 51–58. doi:10.1016/s0169-1317(03)00133-9
- Wilson, M. J. (1994). *Clay mineralogy: Spectroscopic and Chemical Determinative Methods* (1a ed.). Springer Dordrecht. <https://doi.org/10.1007/978-94-011-0727-3>.