Capítulo 3

Caracterización de las diatomitas

Caracterización

Las diatomitas se caracterizan mediante análisis químicos, mineralógicos y físicos. Los resultados deben permitir determinar la calidad del material. La comparación con las características de yacimientos que han sido explotados en el mundo a escala industrial identificará la potencialidad minera e industrial del área de estudio.

Proceso de caracterización. Se elabora un diagrama donde son determinados aspectos taxonómicos de las diatomeas fósiles. El proceso de las técnicas de laboratorio sirve de base para el estudio de otros materiales con presencia de fracción arcilla.

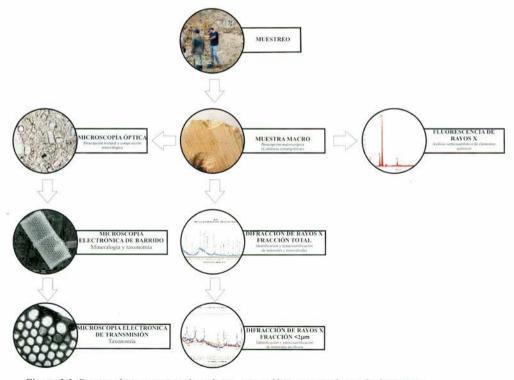


Figura 3.1. Proceso de caracterización química, mineralógica y taxonómica de diatomitas.

Las muestras se recolectan mediante canales y perforaciones en cada una de las manifestaciones. En el laboratorio se procede a triturar, homogenizar, cuartear, pesar, codificar y almacenar las muestras para los diferentes análisis (figura 3.2).



Figura 3.2. Preparación de las muestras para los diferentes análisis

3.1 Caracterización química

La diatomita es una roca de composición silícea. La sílice (SiO₂) es el componente de los esqueletos de las diatomeas fósiles, constituyente fundamental de esta roca. Otros elementos, como aluminio, potasio, hierro, calcio y magnesio, entre otros, pueden estar presentes en minerales arcillosos, carbonatos y óxidos de hierro, accesorios comunes en la roca. Entre mayor sea el porcentaje de sílice, se considera más limpia la diatomita de contaminantes; sin embargo, hay que analizar estos resultados con la mineralogía, ya que la sílice no es solo el elemento fundamental de los esqueletos de diatomeas, sino también lo es del cuarzo.

Análisis químicos se realizan por fluorescencia de rayos X (FRX) para la roca total y por energía dispersiva de rayos X (EDX) para las diatomeas en particular. Estas técnicas determinan los elementos químicos presentes en la diatomita, a excepción de los elementos livianos y transuránicos.

Composición química en muestra total. Los elementos mayores identificados en la diatomita del área estudiada -Siachoque, Tunja y Chivatá- fueron: sílice, aluminio, hierro y potasio (>1%). Como elementos menores (entre 0,1 y 1%) estan: titanio, magnesio, sodio y calcio. Y como elementos traza (<0,1%) están: P, S, Ni, Zn, Rb, Zr, Cu, Sr y Bi (tabla 3.1). El depósito de Siachoque (DSS2) presenta el mayor contenido de sílice y el menor en hierro, en relación con las otras manifestaciones de diatomita analizadas.

Tabla 3.1. Composición química de las diatomitas en Tunja, Siachoque y Chivatá (FRX)

	TUNJA		SIACH	OQUE	CHIVATÁ	
Elemento	DST1 (%)	DST2 (%)	DSS1 (%)	DSS2 (%)	DSC1 (%)	DSC2 (%)
SiO ₂	88,45	81,59	73,12	89,78	73,45	77,50
Al ₂ O ₃	8,97	14,56	20,40	9,22	18,02	17,20
TiO ₂	0,25	0,42	0,59	0,12	0,68	0,54
K ₂ O	0,30	0,87	1,89	0,44	2,24	1,46
CaO	0,06	0,05	0,22	0,11	0,18	0,27
P_2O_5	0,04	0,04	0,05	0,03	0,06	0,06
Fe ₂ O ₃	1,69	1,81	2,18	0,84	4,22	2,66
MgO	0,30	0,42	0,59	0,27	0,67	0,63
Na ₂ O	0,19	0,14	0,44	0,16	0,36	0,36
Ni	. 	0,02	0,02	0,03	0,02	0,02
S	0,05	0,02	0,03	0,03	0,05	0,04
Zr	0,01	0,01	0,02	0,01	0,03	0,02
Sr	-	-	0,01	-	0,01	0,01
Rb	-	0,01	0,02		0,01	0,01
Zn	0.01	-	0,02	-	0,01	-

Comparando la composición química de la diatomita de Boyacá con la de otros yacimientos a nivel mundial (tabla 3.2), se determina que los depósitos presentan una composición que se encuadra dentro de los rangos de otros yacimientos actualmente explotados, representando así un interés comercial.

Tabla 3.2. Composición química de diatomitas en bruto de yacimientos en el mundo

Elemento (en %)	Dethlingen Alemania	New South Wales Australia	Nevada USA	Palmira Ecuador	Sechura Perú	Boyacá Colombia
SiO ₂	52,4-78,4	60,3-92,6	79,55-86,00	66,58-90,14	38,59-67,36	73,12-89,78
Al ₂ O ₃	0,94-4,16	2,2-21,9	1,82-5,27	1,14-14,25	3,91-13,80	8,97-20,40
Fe ₂ 0 ₃	1,60-8,00	0,57-6,15	0,44-2,12	0,33-4,12	0,99-4,20	0,84-4,22
TiO ₂	0,10-8,00	0,10-0,97	0,07-0,73	0,03-0,48	0,17-0,75	0,12-0,59
P ₂ O ₅	0,02-1,08	0,05-0,27	0,06-0,13	0,01-0,25	0,06-5,53	0,03-0,06
CaO	0,22-1,48	0,05-11,70	0,34-1,26	0,15-2,50	1,95-11,54	0,06-0,27
MgO	0,01-0,76	0,26-1,54	0,39-1,30	0,14-2,47	1,06-4,01	0,27-0,63
Na ₂ O	0,00-0,56	0,05-0,87	0,24-1,31	0,20-1,57	3,32-8,18	0,14-0,44
K ₂ O	0,23-1,13	0,11-1,51	0,22-0,41	0,08-1,21	1,13-2,11	0,30-2,24
S	0,00-6,00	0,10-1,30	14:	-	1,27	0,02-0,05

Fuente: Lorenz y Gwosdz, 2004 y datos del presente estudio.

Microanálisis químicos. Análisis puntuales de las frústulas de diatomeas con el detector de energía dispersiva (EDX) en el microscopio electrónico de barrido (MEB) y en el microscopio electrónico de transmisión (MET) presentaron sílice como elemento principal y aluminio en valores que oscilaron entre el 10 y el 15%, producto de la adhesión de minerales arcillosos (figura 3.3)

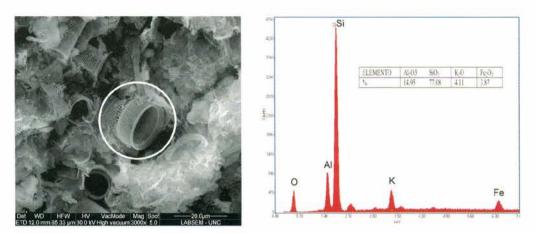


Figura 3.3. Análisis químico puntual (EDX) de la frústula de diatomea en el MEB

En el microscopio de transmisión se observó que las frústulas de diatomeas están compuestas por sílice, en concentraciones mayores al 98%, con trazas de aluminio (figura 3.4); la presencia de este último elemento en las otras muestras analizadas por MEB indica una clara asociación a minerales arcillosos. El cobre es de la rejilla en la cual está colocado el material.

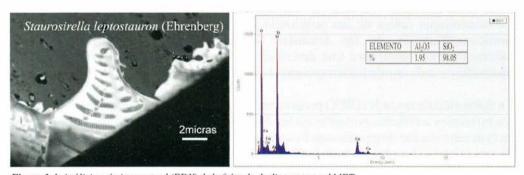


Figura 3.4. Análisis químico puntual (EDX) de la frústula de diatomea en el MET

Los resultados del microanálisis químico (EDX) de las frústulas en el MET muestran una composición silícea. El SiO₂ está entre el 89% y 99%, con significativas cantidades de Al, Fe, Ti, Mn, P, Cu, N, C, álcalis y tierras alcalinas, incluyendo carbono orgánico dentro de la estructura, que puede servir para propósitos de datación por radiocarbono (Dress, 1998), (tabla 3.3).

Tabla 3.3. Composición química del ópalo-A de las frústulas de diatomeas de Chivatá (EDX en el MEB)

ELEMENTOS		DIATOMEAS		
(en %)	PLANTAS	SUELOS	GEOLÓGICO	FÓSILES -BOYACÁ
SiO ₂	82,2-87,2	76,4-90,5	85,8-96,5	91,13
Al_2O_3	0,02-0,70	0,84-4,70	T-3,22	6,58
Fe ₂ O ₃	T-0,56	0,18-0,13	0,08-1,85	0,51
CaO	T-1,55	0,10-2,04	0,09-0,96	-
K ₂ O	T-0,90	0,14-0,97	0,75	1,78
C	5,78	0,86	-	-

T=Trazas (<0,01%). Fuente: Dress, 1998 y datos del presente estudio.

Estudios recientes confirman que el aluminio está asociado con la frústula de la diatomea. Puede existir una incorporación estructural del aluminio dentro del esqueleto silíceo. Se puede presentar un rápido enriquecimiento de las frústulas en la interface sedimento-agua (Koning et ál., 2006).

3.2 Caracterización mineralógica

Mineralógicamente, las diatomitas están compuestas por ópalo, constituyentes de las frústulas de diatomeas, y por minerales accesorios, como cuarzo, minerales arcillosos, hematita, limonita y calcita, entre otros; estos accesorios varían de un depósito a otro. Las diatomitas pueden ser analizadas por microscopía óptica y difracción de rayos X en fracción total y menor a 2 μm.

La microscopía óptica de luz polarizada y transmitida permite la identificación y semicuantificación de las frústulas de diatomeas y minerales asociados; adicionalmente, suministra una descripción textural, en cuanto a forma y tamaño promedio de cada uno de los componentes identificados.

La difracción de rayos X (DRX) proporciona la identificación y semicuantificación de los minerales arcillosos presentes en las diatomitas; minerales arcillosos importantes en la determinación de procesos de beneficio, ya que son los principales contaminantes de este material. Los procesos de beneficio llevan a un aumento en la concentración de ópalo, ya que para aplicaciones específicas, como filtración, estos minerales generan disminución de la porosidad y permeabilidad.

La difracción de rayos X (DRX) se realiza en dos tipos de montajes: 1) En muestra en polvo para la identificación de todos los minerales presentes, sin previo ordenamiento de los planos cristalográficos, y 2) En muestra orientada para la identificación de los minerales arcillosos, analizando la fracción menor a 2 μm. Se sigue la rutina de análisis propuesta por Thorez (2003), trabajando para cada muestra un montaje y tres tratamientos de la fracción menor a 2 μm orientados: natural, solvatado con etilen glicol y calentada a 110 °C y 500 °C.

Mineralogía total. Las diatomitas del departamento de Boyacá están compuestas, en orden de abundancia, por ópalo (compuesto de las frústulas de diatomeas y espículas), minerales arcillosos y sericita, cuarzo, goethita y limonita. Los minerales arcillosos se presentan conformando agregados. Como minerales trazas (menores al 1%) están: plagioclasa, anortoclasa, circón, fragmentos de vidrio y líticos de lodolitas silíceas (tabla 3.4, figura 3.5).

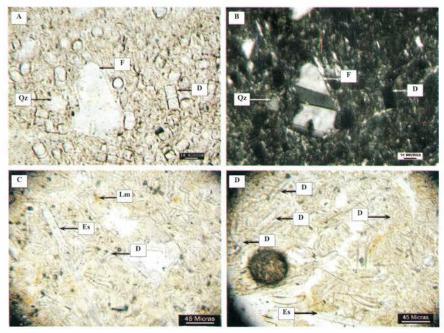


Figura 3.5. Imágenes en sección delgada. A, B. Diatomita Chivatá. C. Diatomita Tunja. D. Diatomita Siachoque. D: Diatomeas, Qz: Cuarzo, F: Feldespato (Plagioclasa), Es: Espículas, Lm: Limonita

Tabla 3.4. Composición mineralógica de los depósitos de diatomitas

	TUNJA		SIACHOQUE		CHIVATÁ	
COMPOSICIÓN	DST1 %	DST2 %	DSS1 %	DSS2 %	DSC1 %	DSC2
Diatomeas (ópalo)	67	46	65	80	65	67
Espículas (ópalo)	3	14	1	9	TR	TR
Sericita y minerales arcillosos	21	31	23	8	28	24
Cuarzo	4	3	3	TR	5	3
Goethita y limonita	3	1	5	3	2	1
Feldespatos	1	1	1	TR	2	2
Circón			1	TR		2
Leucóxeno	-		1	TR	-	
Fragmentos de vidrio	1	4	TR	TR	- 0	1
Líticos de lodolitas silíceas	-	1#12	74		TR	-

TR=Trazas (<1%)

Industrialmente la diatomita puede denominarse tierra de moler, por tener minerales arcillosos en cantidades mayores al 10% (Lorenz y Gwosdz, 2004). Los resultados de mineralógicos muestran proporciones similares a otros yacimientos de diatomita, explotados a nivel mundial (tabla 3.5).

Tabla 3.5. Composición mineralógica del material en bruto de yacimientos en el mundo

Composición mineralógica (%)	ALEMANIA (DETHLINGEN)	ESPAÑA (GUADALQUIVIR)	AUSTRALIA (NEW SOUTH WALES)	Perú (Segura)	COLOMBIA (BOYACÁ)
Diatomeas (ópalo)	44 – 72	38 – 70	26 – 74	30 - 60	46 - 80
Cuarzo	5-27	7 – 10	1 – 28	10 - 20	3-5
Minerales arcillosos	0 – 1	TR – 32	4 – 50	0 – 30	8 – 31
Feldespato	1 – 6	TR	TR	0 - 17	RTR - 2
Calcita	2	8 - 46	TR	0 - 18	-

Fuente: Lorenz y Gwosdz, 2004 y datos del presente estudio.

El tamaño de las diatomeas es variable, depende de la especie predominante y de lo fracturadas que estén. Minerales como cuarzo y feldespato presentan una tendencia de tamaño limo, con máximos en fracción arena muy fina y fina (tabla 3.6).

Tabla 3.6. Tamaño en µm de los componentes de las diatomitas

COMPONENTES	TAMAÑO	TUNJA		SIACHOQUE		CHIVATÁ	
	(µm)	DST1	DST2	DSS1	DSS2	DSC1	DSC2
	Máximo	275	225	28	265	47	200
Diatomeas	Mínimo	5	5	3	4	8	5
	Tendencia	15	29	13	19	13	10
	Máximo	113	143	163	225	149	250
Cuarzo	Mínimo	5	4	8	5	5	5
	Tendencia	23	14	38	38	17	35
Fragmentos de vidrio	Tendencia	50	90	10	2		- 4
Feldespatos	Tendencia	127	85	58	35	25	- 2
Líticos de lodolitas silíceas	Tendencia	51	100	-	80	14	*
Circón	Tendencia		20	-	-	72	-

La presencia de plagioclasas zonadas, anortoclasas y cuarzos euhedrales y con bahías (figura 3.6), en diferentes muestras de diatomita, son indicadores del aporte de material volcánico hacia el lago, que se depositó, probablemente, en forma de cenizas. Aporte que pudo provenir del vulcanismo de Paipa, dada la clara asociación mineralógica con los fenocristales de anortoclasa observados en los depósitos de flujos piroclásticos en los alrededores del volcán, de acuerdo con Hernández y Osorio (1990) y Pardo y Alfaro (2005).

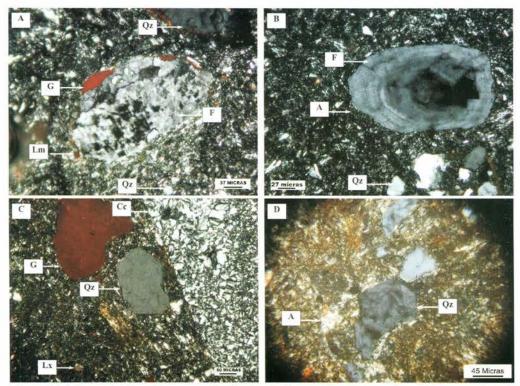


Figura 3.6. Imágenes de diatomitas en sección delgada, nicoles cruzados. A. Anortoclasa (F) con superficies de disolución, inclusiones de cuarzo (Qz) e impregnaciones de goethita (G) y limonita (Lm). B. Plagioclasa zonada (F), típico mineral de origen volcánico, minerales arcillosos (A). C. Cuarzo euhedral (Qz), nótese a la derecha lítico de pedernal compuesto por calcedonia (Cc), leucóxeno (Lx). D. Cuarzo euhedral (Qz) y minerales arcillosos (A).

Mineralogía de arcillas. A través de la difractometría de rayos X se identificó ópalo y varios tipos de minerales arcillosos: esméctita, caolinitas, illitas e interestratificados 10-14. También se observó cuarzo y micas (figura 3.7). El montaje en lámina orientada permitió realizar una semicuantificación. Las características de los minerales identificados en la diatomita, a través de los difractogramas realizados en muestras orientadas, fueron las siguientes:

Ópalo A. Reconocible por un difuso y amplio espectro centrado a 4.1Å (Jones y Segnit, 1971). En los difractogramas analizados de montajes orientados se identificó un amplio espectro difuso centrado en la región entre 3.4Å y 4.6Å.

Caolinita. Identificable por su secuencia de reflexiones armónicas de 7,3 Å (001) y 3,6 Å (002), ambas asimétricas (la primera extendiéndose hacia 9 Å y la segunda hacia 3,4 Å) y estables después de glicolación; pero al ser calentada a 500 °C desaparecen las reflexiones debido a la completa deshidroxilación y destrucción del mineral.

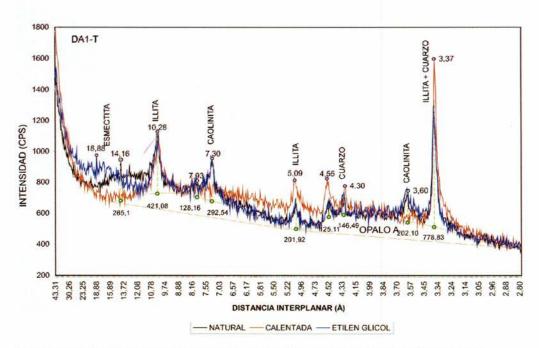


Figura 3.7. Identificación de minerales y mineraloides. Se presenta el valor de la intensidad para cada reflexión.

Illita. Se caracterizó por presentar en montajes orientados las siguientes reflexiones basales: 10,2 Å (001), 5,1 Å (002) y 3,3 Å (003); las reflexiones, una vez glicolada la muestra, se mantienen estables, pero al calentar la muestra aumenta ligeramente la intensidad de la reflexión de 10,2 Å, en este caso, debido a la presencia de esméctita.

Esméctita. Se caracterizó por presentar en el montaje natural una reflexión basal de 13 Å a 16 Å, que solvatada **con** etilen glicol pasa a 18 Å, y calentada a 500 °C se cierra a 10 Å.

A partir de los difractogramas de las muestras orientadas se realizó una semicuantificación de los minerales presentes en el afloramiento y la perforación, el cálculo se hizo con base en los valores de intensidad (cuentas/segundo) de las reflexiones básales de los minerales dominantes (figura 3.8 y tabla 3.7).

Los depósitos de Tunja y Siachoque muestran un predominio de ópalo y cuarzo en la fracción arcilla. Los depósitos de Chivatá son los que tienen mayor cantidad de minerales arcillosos.

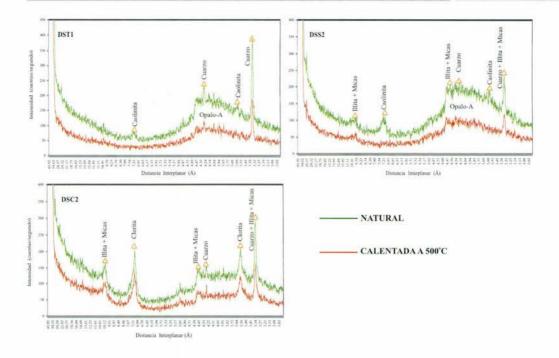


Figura 3.8. Difractógramas de muestras orientadas. Se observan las reflexiones basales de los minerales arcillosos identificados, nótese el espectro difuso entre 3,4 y 4,6 Å del ópalo.

Tabla 3.7. Cuantificación mineralógica por difracción de rayos X de la fracción arcilla (<2 μm)

Composición	TUNJA		SIACH	IOQUE	CHIVATÁ	
	DST1 (%)	DST2 (%)	DSS1 (%)	DSS2 (%)	DSC1 (%)	DSC2 (%)
Illita	-	16	19	15	29	17
Caolinita	20	13	16	19	27	-
Clorita	-		2	*		33
Esméctita	-	8		6	21	10
Cuarzo	80	63	65	60	23	40

3.3 Taxonomía

Se realiza una identificación de las principales familias de diatomeas fósiles; su sistemática taxonómica se establece según Spiniello (1996), Flórez y Lozano (1999) y Oliva (2005) y con la colaboración de Carlos Rivera, de la Universidad Javeriana (tabla 3.8). El análisis se realiza por microscopía óptica y electrónica. Las muestras analizadas son lavadas por centrifugación con peróxido de hidrógeno, con el fin de eliminar la materia orgánica; el montaje se realiza tomando una alícuota de 0,5 ml con

una pipeta del material en suspensión y transfiriéndolo a un portaobjetos, dejando evaporar el agua a temperatura ambiente; al final se adiciona Naphrax (I.R=1.74) para su observación en el microscopio.

En Boyacá, las muestras analizadas presentaron una predominancia de diatomeas cilíndricas del orden Centrales, correspondientes al género *Aulacoseira*, y en menor proporción, al orden Pennales, de los géneros *Fragilaria*, *Gomphonema y Staurosirella* (tabla 3.9, figuras 3.9, 3.10 y 3.11).

Tabla 3.8. Sistemática taxonómica de diatomeas fósiles identificadas

CLASE	ORDEN	FAMILIA	GÉNERO	ESPECIES
COSCINODISCOPHYCEAE: Diatomeas céntricas	AULACOSEIRALES (CENTRALES)	AULACOSEIRACEAE	Aulacoseira. Thawaites, 1848	Aulocoseira granulata (Ehrenberg) Simonsen.
FRAGILARIOPHYCEAE: Diatomeas	FRAGILARIALES	FRAGILARIACEAE	Staurosirella Williams & Round	Staurosirella pinnata Ehrenberg Fragilaria pinnata). Staurosirella sp1
pennadas sin rafe	53757703494640474	PINNIII ARIACEAE Pinnularia	1987	Staurosirella leptostauron (Ehrenberg).
	NAMEDIALES	PINNULARIACEAE	Pinnularia. Ehrenberg, 1843.	Pinnularia cf major (Nitzch) Enrenberg
	NAVICULALES	NAVICULACEAE	Navicula. Bory de St. Vincent, 1822.	Navicula radiosa
BACILLARIOPHYCEAE: Diatomeas	CVMDELLATES	CYMBELLACEAE	Cymbella. Agardh, 1830.	Cymbella naviculiformi: (Averswald) Cleve
pennadas con rafe	CYMBELLALES	GOMPHONEMA	Gomphonema Enhrenberg nom. Cons. Agrardh, 1832	Gomphonema sp3.
	BACILLARIALLES	BACILLARIA	Nitzchia	Nitzchia sp.
	ACHNANTHALES	ACHNANTHACEAE	Achnanthes Bory de St. Vincent, 1822.	Achnanthes sp.

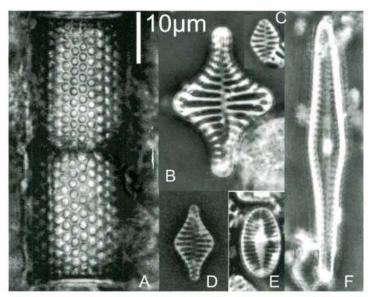


Figura 3.9. Imágenes de diatomeas fósiles identificadas por microscopía óptica. A. Aulacoseira granulata (Ehrenberg). B. Staurosirella leptostauron (Ehrenberg). C. Staurosirella pinnata (Ehrenberg). D. Staurosirella spl. E. Achnantes spl. F. Gomphonema sp3.



Figura 3.10. Diferentes especies de diatomeas fósiles identificadas en MEB.

Tabla 3.9. Análisis taxonómico porcentual de los géneros identificados.

	TUNJA		SIACE	IOQUE	CHIVATÁ	
Género	DST1 %	DST2 %	DSS1	DSS2 %	DSC1 %	DSC2 %
Aulacoseira	95	37	87	77	97	91
Pinnularia	2	7	6	5	3	3
Cymbella	2	2	3	9	-	2
Staurosirella	1	36		1		4
Gomphonema	380	9	-	-	+	
Synedra	946	2	TR	2	120	-
Eunotia	(+)	7	4	6	J#3	
Achnantaes	572	-	TR	-	973	5
Fragilaria	-	2		2	726	2

TR = TRAZAS

El tamaño promedio de las frústulas de diatomeas varía según la especie. En la Aulacoseira granulata, cada individuo tiene una longitud entre 10 y 24 μm ; en algunos casos, la unión de ellos forma cadenas de hasta 100 μm . La especie más grande observada es la Pinnularía cf. major, con una longitud de hasta 256 μm (figura 3.10-A); en contraste, la más pequeña es la Staurosirella pinnata, con una longitud de la valva de 3 μm .

Es importante describir la especie más abundante, para el caso, la *Aulacoseira* granulata (figura 3.11), con el propósito de realizar mediciones geométricas del manto, valvas y, en especial, de las areolas, parámetros importantes en el análisis de porosidad y aplicación industrial.

Aulacoseira granulata (Ehrenberg) Simonsen. Es la especie de diatomea más abundante en los depósitos estudiados. Las frústulas son cilíndricas, están unidas formando cadenas rectas y largas (figura 3.11 A) y poseen valvas circulares. La unión entre valvas vecinas se da mediante espinas que se encuentran en el borde (figura 3.11 B y D), que están ensanchadas en la base y se incrustan en la valva adyacente; existen espinas largas, de 15 a 22 μ m (figura 3.11 E), que se acoplan en surcos longitudinales que se encuentran entre las líneas de las areolas del manto de la diatomea vecina. Las areolas del manto están dispuestas en hileras diagonales, con una densidad de 15 a 20 areolas en 10 μ m. El diámetro de las areolas es menor a 0,5 μ m, siendo en promedio del orden de 0,2 μ m. La superficie de la valva es plana o con areolas dispersas (figura 3.11 D). El diámetro de la valva está en el rango de 10 a 15 μ m y la longitud de la frústula está entre 10 y 24 μ m.

Esta especie crece en sustrato lodoso, sobre y alrededor de vegetación acuática sumergida. Vive en lagos, estanques y ríos, en ambientes de agua dulce, con concentraciones de sal muy restringidas. El pH se sitúa entre 6,3 y 9, en ambientes con alta concentración de nutrientes (eutrófica) y temperaturas entre 15 y 30 °C. (Oliva, 2005). En general, la *Aulacoseira granulata* tiene una distribución muy amplia; en Europa la reportan mucho en lagos profundos, mientras que en Colombia se ha encontrado más en lagos relativamente someros (Rivera, 2006).

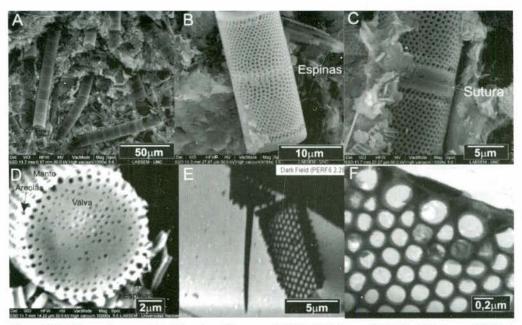


Figura 3.11. Aulacoseira granulata, (Ehrenberg) Simonsen. A, B, C y D (Imágenes MEB), E y F (Imágenes MET). A. Aulacoseira granulata, especie dominante. Diatomeas cilíndricas que forman cadenas largas. B. Vista pleural, detalle de las espinas cortas que unen las valvas. C. Vista pleural en donde se observa la sutura o cíngulo. D. Areolas del manto y de la valva, en el borde de la valva se observan espinas cortas. E. Tipo de espina larga. F. Detalle de las areolas en el manto.