

# TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN PETROLÓGICAS (I): MICROSCOPIA ÓPTICA DE POLARIZACIÓN (MOP) Y DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)

Elena Mercedes Pérez-Monserrat

Instituto de Geociencias (CSIC-UCM), Dpto. de Geomateriales. C/José Antonio Nováis 2, 28040 Madrid  
empmon@geo.ucm.es

## 1. Introducción

Estas técnicas de caracterización presentan la ventaja fundamental de aportar mucha información con muy poca cantidad de muestra, suponiendo técnicas mínimamente destructivas, aspecto muy importante a considerar en el estudio de materiales pétreos empleados en el patrimonio cultural. Al ser muy limitada la fracción analizada, es esencial que ésta sea lo más representativa posible del material a caracterizar. Puesto que, además, la preparación de las muestras es relativamente rápida y de bajo coste, estas técnicas resultan muy apropiadas para empezar con la caracterización de los materiales pétreos.

No obstante, estas técnicas presentan sus limitaciones, siendo conveniente, si procede y si es posible, cotejar los resultados obtenidos tanto con la observación del material *in situ* y *de visu* como con la información aportada por otras técnicas de caracterización. Ambas técnicas están basadas en los procesos que resultan cuando el espectro electromagnético interacciona con la materia cristalina, estando muy relacionadas con el orden interno de los minerales que constituyen los materiales que configuran el patrimonio construido. Las propiedades que en gran parte condicionan la función constructiva y los procesos de deterioro de los materiales pétreos empleados en el patrimonio cultural responden a este orden interno.

## 2. Microscopía Óptica de Polarización (MOP)

Para el estudio de los materiales pétreos y su deterioro, es importante saber y entender qué ocurre cuando la luz interacciona con la materia cristalina. La luz es una radiación electromagnética que transmite la energía oscilando y vibrando perpendicularmente a su dirección de propagación en todas las direcciones del espacio.

La luz se propaga según un movimiento ondulatorio, siendo la longitud de onda la distancia entre dos puntos consecutivos de la onda que se encuentran en el mismo estado de vibración y la amplitud la distancia entre el estado de vibración cero y el máximo estado de vibración. Las medidas utilizadas para referirse a la longitud de onda son el Angstrom ( $1 \text{ \AA} = 10^{-10} \text{ m}$ ) y los nanómetros ( $1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$ ). De las diferentes radiaciones que comprenden el espectro electromagnético, el ojo humano únicamente es sensible a la parte del espectro comprendida entre los 400-700 nm (4000-7000 Å), denominada luz visible. Las radiaciones producen un determinado efecto en función de su longitud de onda y nuestro ojo lo reconoce como un color.

Cuando la luz incide en un material, parte de la radiación se refleja y parte se refracta, produciéndose los fenómenos denominados reflexión y refracción de la luz respectivamente. En el microscopio petrográfico de polarización de luz transmitida, el rayo de luz incide en los minerales y los atraviesa, siendo esencial para obtener información que los minerales sean transparentes a la luz.

Las sustancias transparentes se clasifican ópticamente en isotropas y anisótropas a la velocidad de propagación de la luz. El índice de refracción de un medio es la relación existente entre la velocidad de propagación de la luz en el vacío y en dicho medio. Las sustancias isotropas a la luz son monorrefringentes, presentando un único índice de refracción al propagarse la luz por su interior igual en las tres direcciones del espacio.

La mayoría de los minerales estudiados mediante Microscopía Óptica de Polarización son birrefringentes, presentando dos índices de refracción. Esto es, cuando un rayo de luz los atraviesa, éste se desdobra en dos rayos que vibran perpendicularmente entre sí pero a diferentes velocidades de propagación, presentando cada rayo su propio índice de refracción (figura 1).

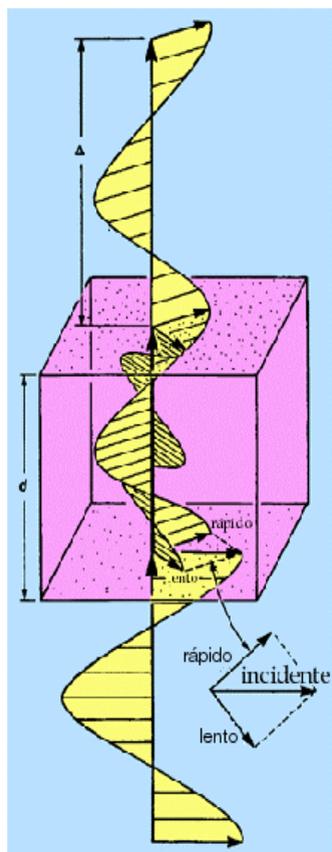


Figura 1. Desdoblamiento de un rayo de luz al atravesar una sustancia anisótropa a la velocidad de la luz o birrefringente.

La diferencia entre el mayor y el menor índice de refracción es la birrefringencia, denominándose el fenómeno doble refracción o birrefringencia, y las sustancias que lo presentan son birrefringentes.

Las propiedades ópticas de los minerales se estudian con luz polarizada, esto es, luz que vibra en una única dirección. Para ello, se emplean materiales que actúan como filtros, dejando pasar sólo una dirección de vibración. Los microscopios petrográficos tienen dos de estos filtros, el polarizador y analizador, refiriéndose a ambos como nicoles. Según su colocación, los minerales se observarán con los nicoles paralelos o cruzados, a  $90^\circ$  (figura 2).

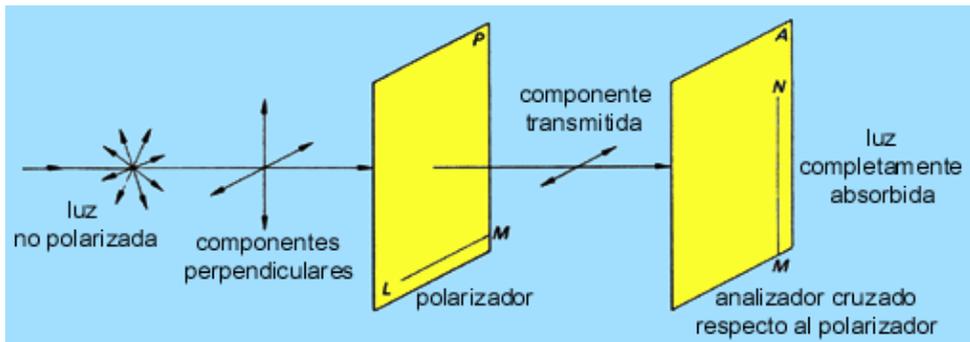


Figura 2. Polarización de la luz y nicoles empleados en Microscopía Óptica de Polarización.

Los minerales que cristalizan en el sistema cúbico son isótropos a la velocidad de la luz. El rayo de luz no se desdobla en su interior y, al cruzar los nicoles, la dirección de vibración atravesada por el polarizador es totalmente anulada por el analizador y el campo de visión queda completamente oscuro.

Los minerales opacos se observan de igual modo con los nicoles paralelos y cruzados, siendo necesarias técnicas petrográficas de luz reflejada para su identificación. La porosidad de un material corresponde con zonas huecas, observándose directamente el porta de vidrio sobre el que se pega la lámina delgada confeccionada para su estudio mediante MOP. Como el vidrio es un material amorfo y se comporta como isótropo a la luz, al no existir direcciones preferentes de propagación de la velocidad de la luz en su interior, con nicoles paralelos se observa el cristal según la morfología del poro y/o fisura y con nicoles cruzados esta morfología queda completamente oscura.

## 2.a. Preparación de secciones o láminas delgadas

El estudio de láminas delgadas permite conocer aspectos composicionales y texturales de los materiales pétreos, tanto primarios como debido a su alteración física y química. Generalmente, los materiales pétreos artificiales, como ladrillos o morteros, son algo complicados de pulir, porque sus principales constituyentes presentan muy diferente dureza.

Identificada la muestra y orientada debidamente si es necesario, se corta para la obtención del taco (paralelepípedo de 4x2x2 cm aprox.). Se procede al desbastado de una de las dos superficies de mayor dimensión del taco mediante el empleo de abrasivo (carburo de silicio o carborundo, con diversas granulometrías) mezclado con agua. Secado completamente el taco, la superficie desbastada se pega con resina epoxi a un porta de vidrio y se deja secar bajo prensa.

Se corta el taco dejando 1-2 mm de espesor pegados al cristal y se reduce mediante rectificado hasta unos 100-150 micrómetros, obteniéndose una lámina delgada. Esta lámina se pule con granulometrías muy finas de carborundo, hasta que presente unos 30 micrómetros de espesor.

En numerosas ocasiones, las láminas delgadas se tiñen para la mejor identificación de sus constituyentes mineralógicos. Se realizan fundamentalmente dos tipos de tinciones, una para materiales constituidos por minerales silíceos (tinción de feldespatos) y otra para muestras con minerales carbonáticos (tinción de carbonatos).

La tinción de feldespatos se emplea para diferenciar los feldespatos potásicos de los calcosódicos o plagioclasas, porque la tinción tiñe únicamente el potasio. Se atacan las muestras con ácido fluorhídrico e inmediatamente después se introducen por completo en una solución de cobalto nitrito sódico, adquiriendo el feldespato potásico una tonalidad amarillenta-verdosa. La tinción rojo de alizarina con ferricianuro potásico tiñe de un rojo intenso el carbonato cálcico, permitiendo la diferenciar la calcita (carbonato cálcico) de la dolomita (carbonato cálcico y magnésico), la cual adquiere una tonalidad más violácea.

En muestras de muy pequeño tamaño y/o que presentan cierta descohesión es necesaria su previa consolidación con resina epoxy (embutido). Esta operación permite que las muestras queden incluidas en un material tan duro como una roca, pudiéndose manipular como si de un taco se tratara.

### 3. Difracción de Rayos X (DRX)

Los métodos difractométricos se basan en la difracción de radiaciones que produce la materia cristalina. Entre estos métodos (de rayos X, de electrones, de neutrones..., según la longitud de onda de la radiación aplicada) la DRX supone el más versátil y utilizado.

Los rayos X corresponden a la parte del espectro electromagnético comprendida entre la radiación ultravioleta y los rayos gamma. Se trata de una radiación capaz de atravesar cuerpos opacos a la luz, de ahí su utilidad. Los cristalógrafos Laue y Ewald descubrieron que los cristales pueden ser utilizados como rendijas de difracción de la radiación X, al presentar el espaciado reticular entre sus planos magnitudes del mismo orden que la longitud de onda de la radiación X. Por este motivo, los rayos X pueden experimentar fenómenos de difracción al interactuar con la materia cristalina.

Cuando un haz de rayos X incide sobre un cristal, la estructura cristalina hace que los rayos se reflejen en cada uno de los planos de la red cristalina, produciéndose fenómenos de difusión o dispersión. Los rayos difundidos generan procesos de interferencia, en su mayor parte destructivos. Sin embargo, en algunas direcciones, estas interferencias son constructivas (esto es, iguales a un número entero de longitud de onda), teniendo entonces lugar el fenómeno de la difracción.

Cuando el desfase entre dos rayos corresponde a media longitud de onda, se produce una interferencia destructiva. Si los rayos están desfasados una longitud de onda, en la interferencia se refuerzan y tiene lugar el fenómeno de la difracción (figura 3).

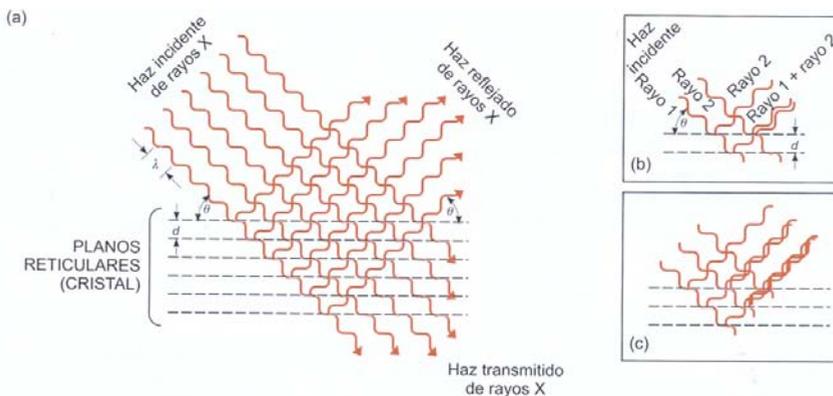


Figura 3. El fenómeno de la difracción de rayos X. Interacción de los rayos X con la materia cristalina (a), interferencia constructiva (en fase) que origina difracción (b), interferencia destructiva (en desfase), no se produce la difracción (c). Tomado de Pozo et al. 2003.

Este fenómeno no es aleatorio y depende de la estructura cristalina sobre la que inciden los rayos X, de la longitud de onda de la radiación X utilizada y del ángulo de incidencia de esta radiación sobre la materia cristalina. Así, la condición para que un haz de rayos X sea difractado por una familia de planos reticulares de un cristal es que  $n\lambda = 2d \text{ sen } \theta$  (ley de Bragg) (figura 4).

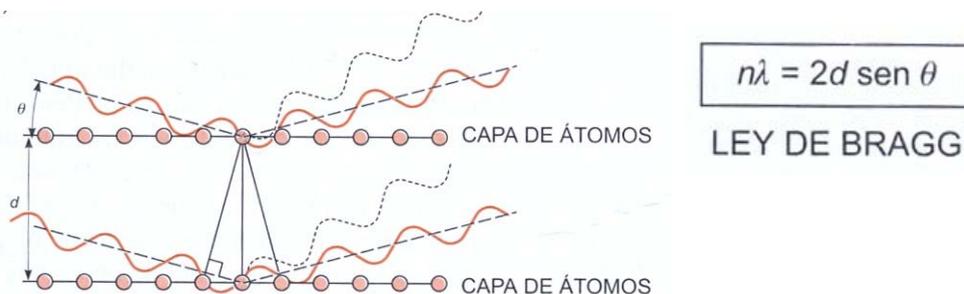


Figura 4. Las capas de átomos originan reflexiones de difracción de primer orden ( $n=1$ ) cuando la diferencia de trayectoria entre los haces de rayos X dispersados por planos adyacentes de átomos es igual a una longitud de onda de los rayos X. Estos haces están en fase y se combinan para formar un haz secundario (trazo continuo) Otros haces difractados que no cumplen esta condición están desfasados y se destruyen (trazo discontinuo). Tomado de Pozo et al. 2003.

$n$ : orden de la difracción

$d$ : espaciado entre planos, distancia perpendicular entre dos planos paralelos consecutivos de la misma familia de planos

$\lambda$ : longitud de onda de la radiación incidente (constante)

$\theta$ : de Bragg o de incidencia

Cada especie cristalina contiene un conjunto de planos reticulares característicos que permiten su identificación. Un difractograma es un listado de los espaciados de estos planos, representados mediante una serie de picos. Cada ángulo de difracción queda representado en un pico y el conjunto de estos picos se denomina difractograma de rayos X. Cada mineral tiene su serie de picos característicos y su identificación es posible atendiendo a sus tres picos de mayor intensidad.

Obtener un pico significa que para un intervalo angular determinado se cumple la ley de Bragg. A menor simetría en la materia cristalina, hay más planos susceptibles de difractar y, por tanto, resultan difractogramas con un elevado número de picos.

La anchura y altura (intensidad) de los picos depende principalmente de la cantidad de muestra, del tamaño de los cristales, del poder reflectante de las fases minerales y de su grado de cristalinidad. El método del polvo cristalino es la técnica de DRX más usada en la actualidad, mediante la cual, teóricamente, se consigue que los cristales presenten todas las orientaciones posibles y haya más posibilidades para que alguno de los rayos difractados cumpla la ley de Bragg.

Los rayos X se generan cuando partículas de muy poca masa, eléctricamente cargadas y con elevada energía sufren una deceleración al pararse bruscamente. Parte de la energía producida en el choque se transforma en radiación X (sólo el 1%) y el resto en calor. Los rayos X se generan en un dispositivo similar a una bombilla (tubo de rayos X), en donde se produce una diferencia de potencial entre un cátodo y un ánodo. El cátodo es el generador de electrones, suele ser un filamento de wolframio, a veces de platino. El ánodo es la placa contra la que chocan los electrones, normalmente es una placa de cobre. El cobre al excitarse emite muchas radiaciones, seleccionándose los rayos X con una longitud de onda de valor medio correspondiente a 1,514 Å.

El método del polvo cristalino requiere la pulverización de la muestra (< 20 micrómetros), que ésta una tenga una estructura cristalina y que, en la fracción analizada, la mineralogía a identificar se encuentre en una proporción superior al 5%. Mediante esta técnica, que permite la recuperación total de la muestra, pueden identificarse fases minerales que, debido a su pequeño tamaño, difícilmente pueden ser reconocidas con técnicas petrográficas convencionales, como los minerales de alteración, las eflorescencias salinas o la mineralogía constituyente del ligante en morteros o en pastas cerámicas.

### **Bibliografía recomendada**

- Adams, A.E., MacKenzie, W.S., Guildford, C. (1995): Atlas of sedimentary rocks under the microscope. Pearson Higher Education, 112 p.
- Bailey, E.H., Stevens, R.E. (1960): Selective staining of K-feldspar and plagioclase on rock slabs and thin sections. *The American Mineralogist* 45, 1020-1025.
- Chayes, F. (1952): Notes on the staining of potash feldspar with sodium cobaltinitrite in thin section. *The American Mineralogist* 37, 337-340.
- Delvigne, J.E. (1998): Atlas of Mineral Alteration and Weathering. The Canadian Mineralogist 3, Special publication, Ed. Orstom, 494 p.
- Evamy, B.D. (1963): The application of a chemical staining technique to the study of dedolomitisation. *Sedimentology* 2, 164-70.
- Friedman, G.M. (1959): Identification of carbonate minerals by staining methods. *Journal of Sedimentary Petrology* 29, 87-97.

- Hardy, R., Tucker, M. (1989): X-ray powder diffraction of sediments. En: *Techniques in Sedimentology*, M.E. Tucker (ed.), Blackwell Scientific Publications, pp. 191-228.
- Humphries, D.W. (1992): The preparation of thin sections of rocks, minerals and ceramics. Oxford. Royal Microscopical Society, Oxford Science Publications, Microscopy Handbooks 24, 83 p.
- Ingham, J.P. (2011): A color guide of Geomaterials under the microscope. Manson publishing, 256 p.
- Laudron, D. (1966): Sur les procédés de coloration selective des feldspaths en lamé mince. *Annales de la Société Géologique de Belgique* 89, 281-294.
- Lindholm, R.C. (1987): Mineral identification using X-ray diffraction. En: *A practical approach to Sedimentology*, Allen & Unwin, London.
- MacKenzie, W.S., Guildford, C. (1993): Atlas of rock-forming minerals in thin section. Longman Scientific & Technical, 98 p.
- MacKenzie, W.S., Donaldson, C.H., Guildford, C. (1995): Atlas of igneous rocks and their textures. Longman Scientific & Technical, 148 p.
- Yardley, B.W.D., MacKenzie, W.S., Guildford, C. (1997): Atlas de rocas metamórficas y sus texturas. Ed. Masson, 120 p.
- MacKenzie, W.S., Adams, A.E. (1997): Atlas en color de rocas y minerales en lámina delgada. Ed. Masson, 215 p.
- Miller, J. (1988): Microscopical techniques: I. Slices, slides, stains and peels. En: *Techniques in Sedimentology*, M.E. Tucker (ed.), Oxford Blackwell Scientific Publications, pp. 86-107.
- Navarro, J.V. (2007): Principales técnicas de laboratorio aplicables al estudio de los materiales pétreos. En: *Ciencia, Tecnología y Sociedad para una Conservación Sostenible del Patrimonio Pétreo*, E.M. Pérez-Monserrat, M. Gómez-Heras, M. Álvarez de Buergo y R. Fort (eds.), Dpto. Publicaciones Universidad Popular José Hierro, S.S. de los Reyes, Madrid, pp. 139-149.
- Pozo, M., González, J., Giner, J. (2003): Geología Práctica. Introducción al Reconocimiento de Materiales y Análisis de Mapas. Pearson Prentice Hall, 306 p.
- Ques, J., Tritlla, J. (1997): Introducción a las técnicas de preparación de láminas delgadas. En: *Atlas de Asociaciones Minerales en Lámina Delgada*, J.C. Melgarejo (ed.), Publicaciones de la Universidad de Barcelona y Fundación Folch, pp. 33-37.
- Rosenblum, S. (1956): Improved technique for staining potash feldspars. *The American Mineralogist* 41, 662-664.
- Sebastián, E.M. (2003): La Difracción de Rayos X en la conservación del patrimonio histórico. En: *Metodología de diagnóstico y evaluación de tratamientos para la conservación de edificios históricos*, Edita Instituto Andaluz del Patrimonio Histórico y Junta de Andalucía y Comares, pp. 96-103.
- Velilla, N. (2003): Caracterización petrográfica de rocas ornamentales y de construcción de uso en los edificios históricos. En: *Metodología de diagnóstico y evaluación de tratamientos para la conservación de edificios históricos*, Edita Instituto Andaluz del Patrimonio Histórico y Junta de Andalucía y Comares, pp. 22-35.