

Preparación y análisis de muestras

Preparación y análisis de muestras

En muchos casos se analizan muestras en polvo, pero también existe la posibilidad de examinar costras o pequeños trozos de piedra, ladrillo etc. sin molerlos previamente. Para la identificación más detallada de los minerales de la arcilla se preparan agregados orientados (AO) y para cantidades de muestra muy pequeñas existen portamuestras de fondo cero (cristal de silicio) que no producen reflexiones. Como las muestras no sufren ninguna alteración durante el análisis mediante rayos-X, estas pueden ser posteriormente usadas para otros tipos de análisis como la termogravimetría, sorción de nitrógeno, microscopia electrónica, etc.

Muestras en Polvo

- Tierra
- Ladrillo
- Morteros
- Piedras/Rocas
- Eflorescencias de sales

Agregados orientados

- Fracción arcilla ($<2 \mu\text{m}$)

Muestras sólidas

- Piedras/Rocas (con capas de alteración)
- Capas de pintura

Preparación de muestras en polvo

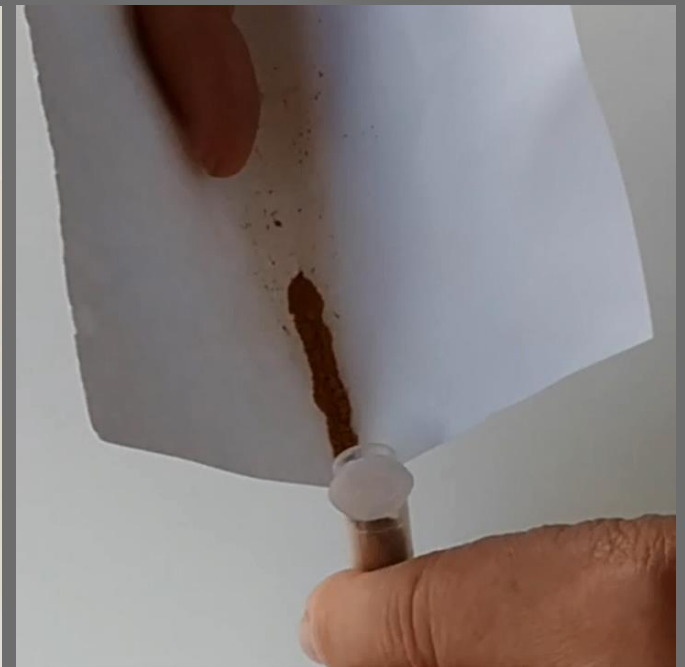
Para la preparación de muestras en polvo necesitamos unos 0.5-1 g de material (depende de la densidad del material) que molemos en un mortero de ágata hasta obtener un polvo fino y homogéneo.



Preparación de muestras en polvo

Podemos guardar las muestras en tubos Eppendorf ayudándonos con un papel doblado para introducir las muestras en los mismos. Los tubos Eppendorf van a facilitar la colocación de la muestra en el portamuestras de polvo (ver abajo).

Importante: No olvidar anotar el nombre de la muestra en dichos tubos.



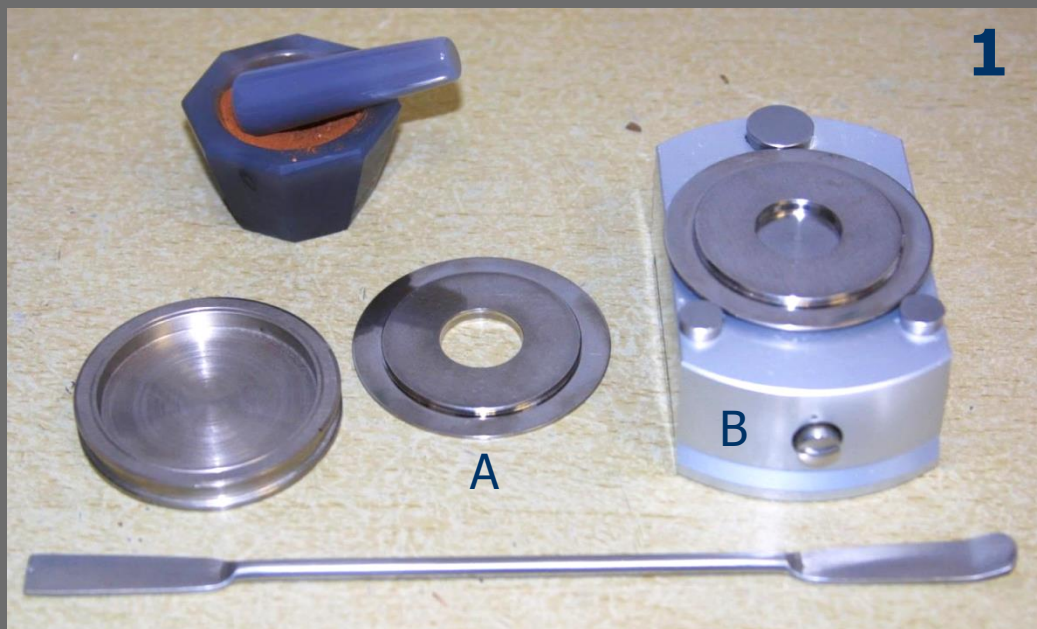
Preparación de muestras en polvo

En caso de minerales con elevada dureza usamos un martillo para triturar la muestra previo a la molienda en el mortero de ágata. Se introduce la muestra en una bolsa de plástico y se envuelve en papel de periódico o similar para no romper la bolsa durante la trituration.



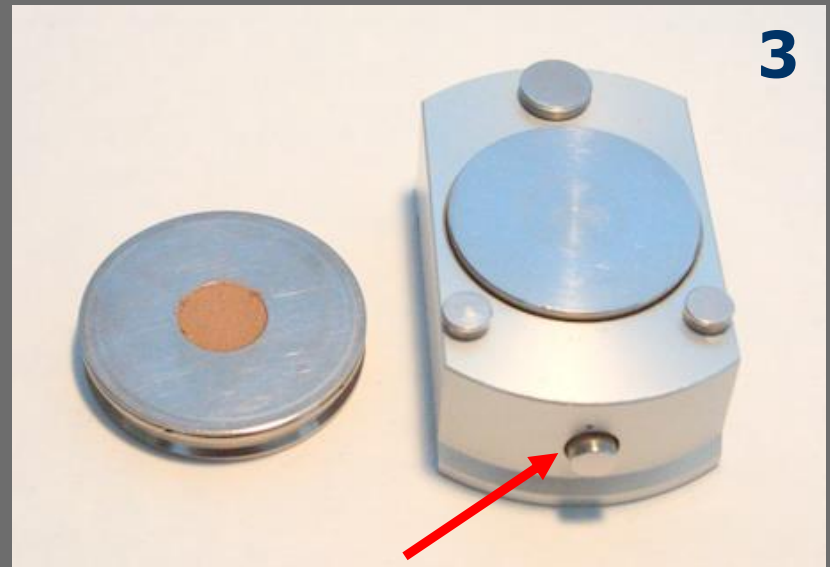
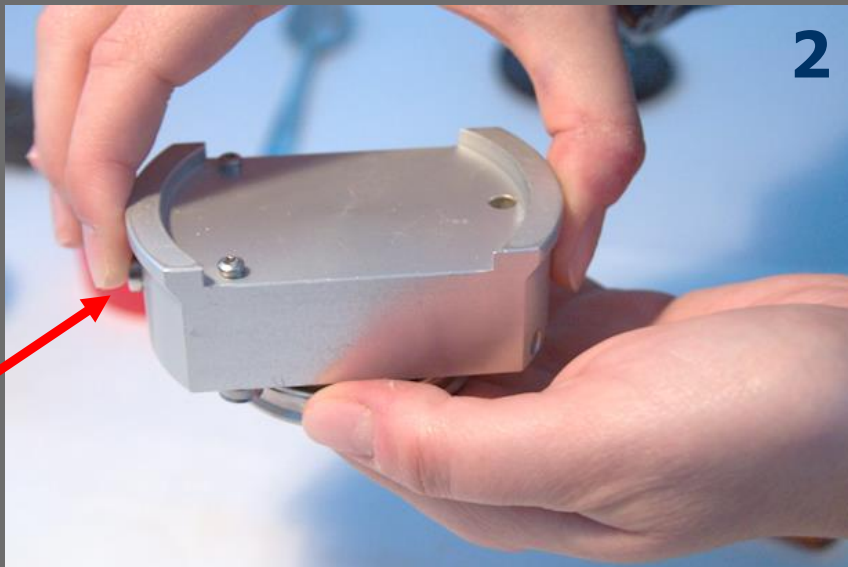
Preparación de muestras en polvo

En la imagen (1) se muestran las piezas necesarias para la preparación de muestras en polvo y montaje en portamuestras de carga trasera. Se usa la carga trasera para evitar la orientación preferencial de los cristales de la muestra. Primero colocamos el anillo (A) en el soporte (B). Se rellena el anillo con nuestra muestra en polvo (2), ayudándonos con una espátula si es necesario. **Importante:** Hay que limpiar todas las piezas entre muestra y muestra usando alcohol para evitar contaminación.



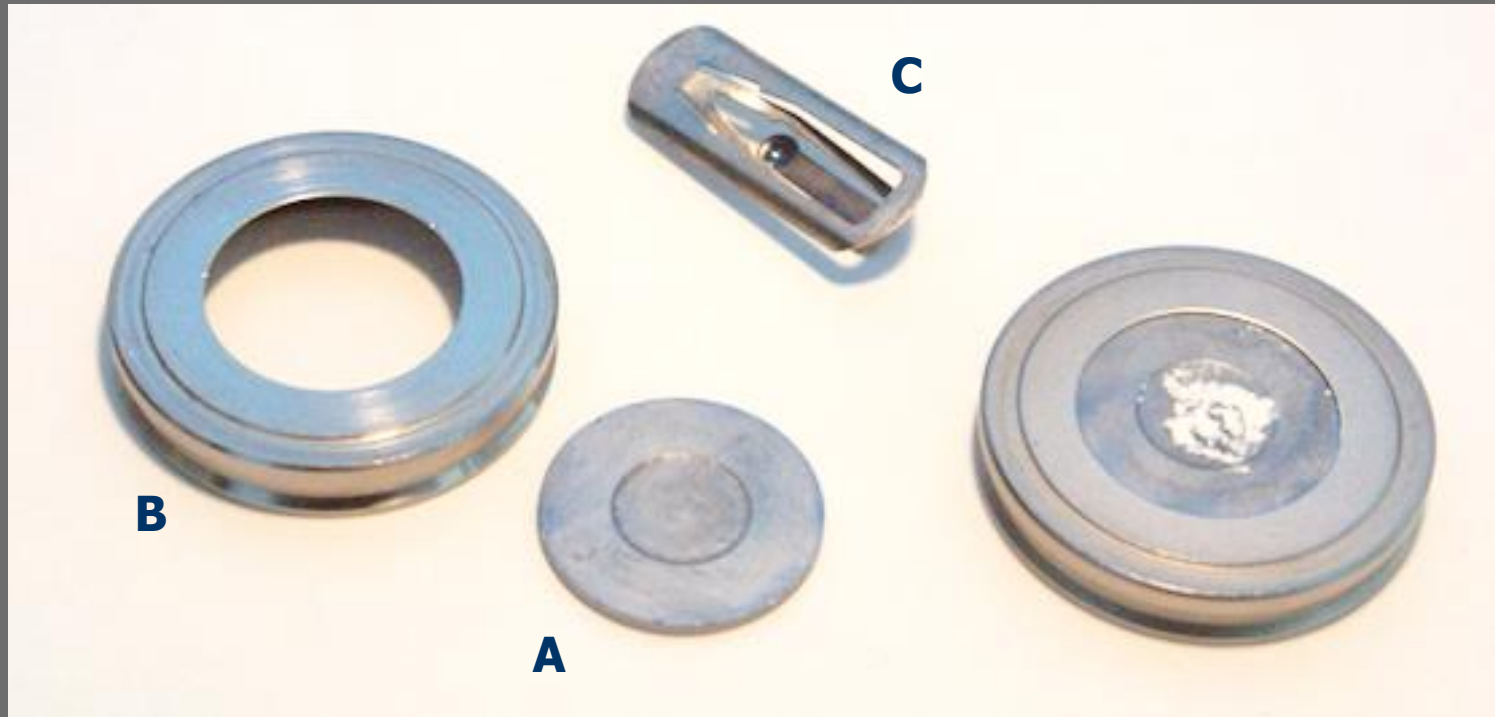
Preparación de muestras en polvo

Se cierra el portamuestras (1). Se sujeta el portamuestras y el soporte del portamuestras. Se da la vuelta al conjunto y se aprieta el botón (flecha) para soltar el portamuestras (2). La imagen (3) muestra la muestra lista para su análisis.



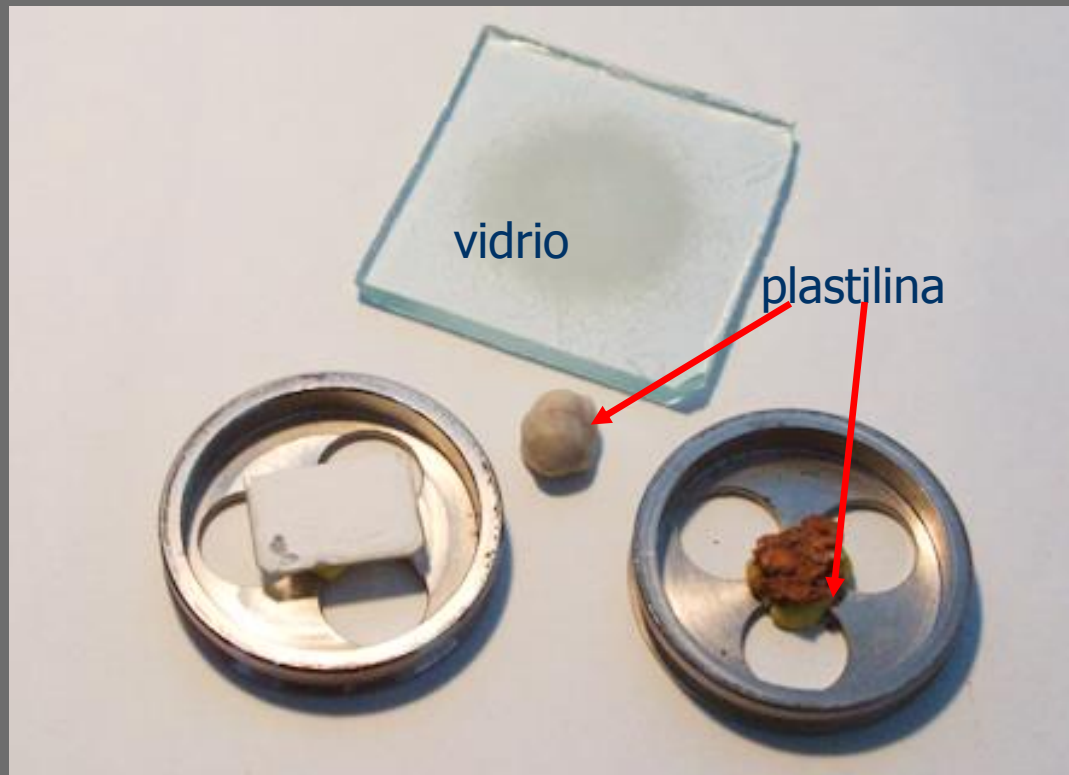
Preparación de muestras en polvo

Para cantidades de muestra en polvo muy pequeñas existen portamuestras de fondo cero (cristal de silicio), que no producen ninguna reflexión. Se sujeta el portamuestras de fondo cero (A) en el portamuestras metálico (B) mediante un clip (C). Nos ayudamos con una espátula para aplicar la muestra.



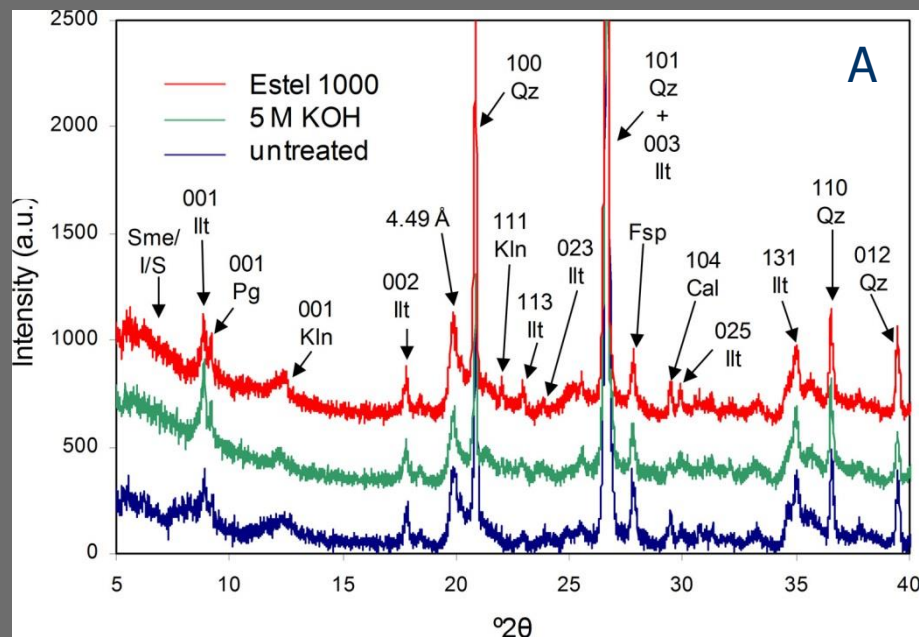
Preparación de muestras solidas

En algunas casos no podemos preparar muestras en polvo, por ejemplo cuando se requiere la muestra intacta para otros análisis o porque las muestras tengan capas de alteración en su superficie que no pueden ser separadas fácilmente. En esta imagen vemos el portamuestras para muestras sólidas. Se sujetan las muestras con plastilina durante el análisis y se usa un vidrio (apretando) para asegurar que la muestra este a la altura correcta. Una altura incorrecta de la muestra puede provocar el desplazamiento de los picos en el difractograma.

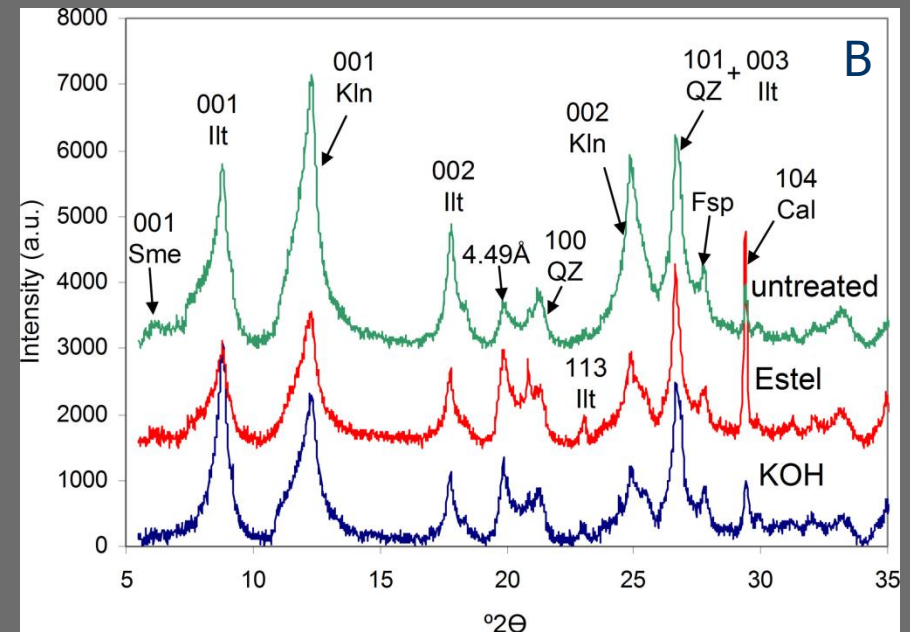


Preparación de agregados orientados (AO) ¿para que sirven?

Generalmente usamos los AO para (1) el estudio de minerales de la arcilla de la fracción $<2 \mu\text{m}$ de tierra (adobe o tapial, ladrillo de baja temperatura) o (2) para determinar posible causas de deterioro de materiales pétreos con alto contenido en arcillas. En la imagen (A) vemos difractogramas de tres muestras en polvo (tierra de la Formación Alhambra tratada con consolidante) y (B) difractogramas de AO de las mismas muestras. Por la orientación preferencial de los minerales de arcilla según sus planos basales aumenta la intensidad de los picos 00/ (B).



(A) DRX de la muestra total (polvo)



(B) DRX de la fracción $<2 \mu\text{m}$ (AO)

Agregados orientados (AO) – Tratamientos

Para estudiar las características de los minerales de la arcilla más en detalle, se puede tratar los AO con etilenglicol (EG) o dimetilsulfóxido (DMSO) para provocar el hinchamiento de las esmectitas (causando un aumento del espaciado d_{001} de 13-15 Å a ~ 17 Å (EG) y ~ 19 Å (DMSO)) o calor (550 °C) que provoca un colapso/desaparición de los picos de algunos minerales de arcilla.

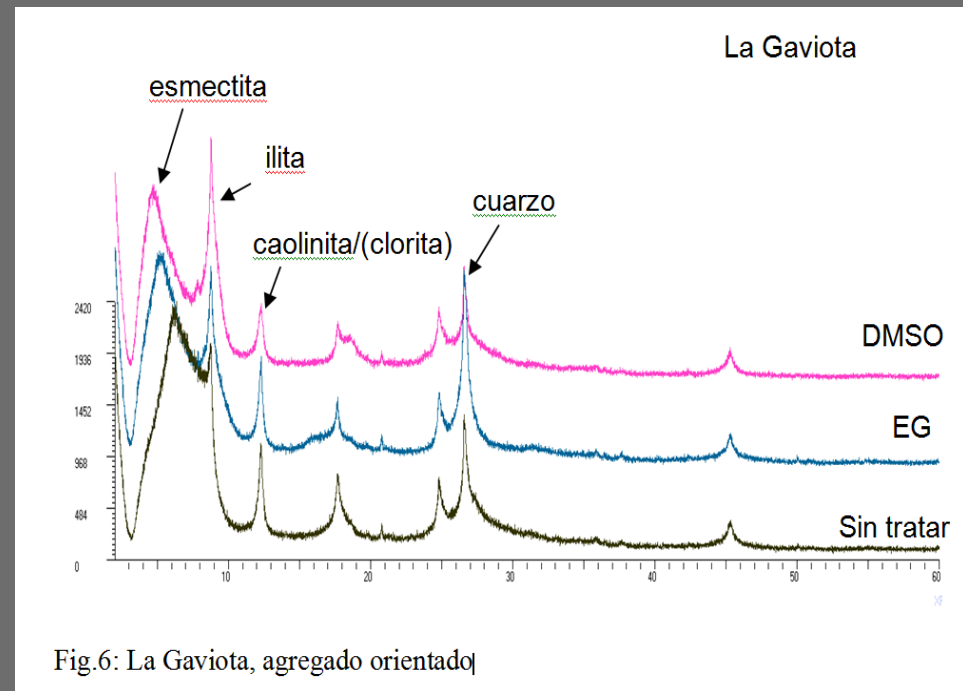
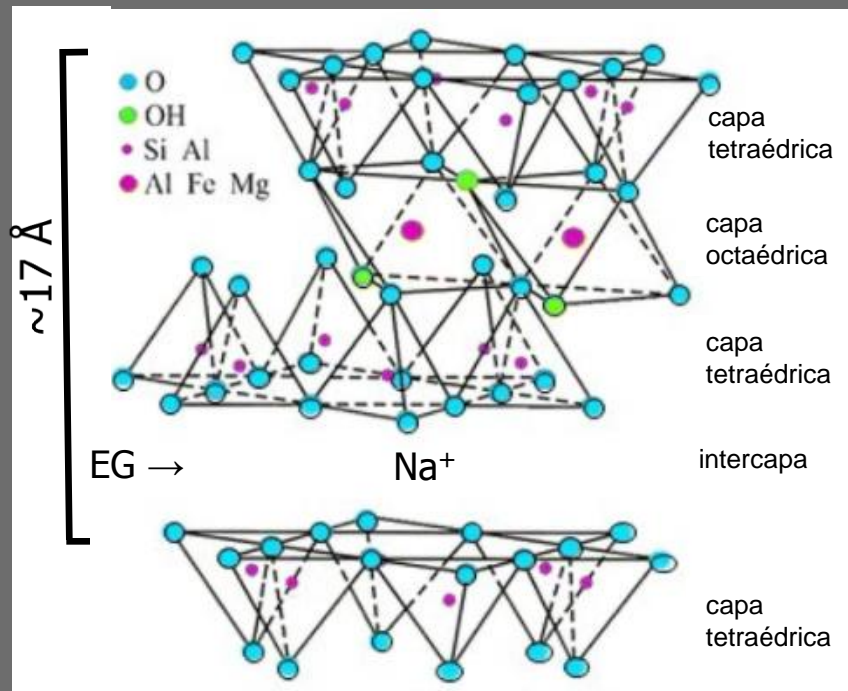
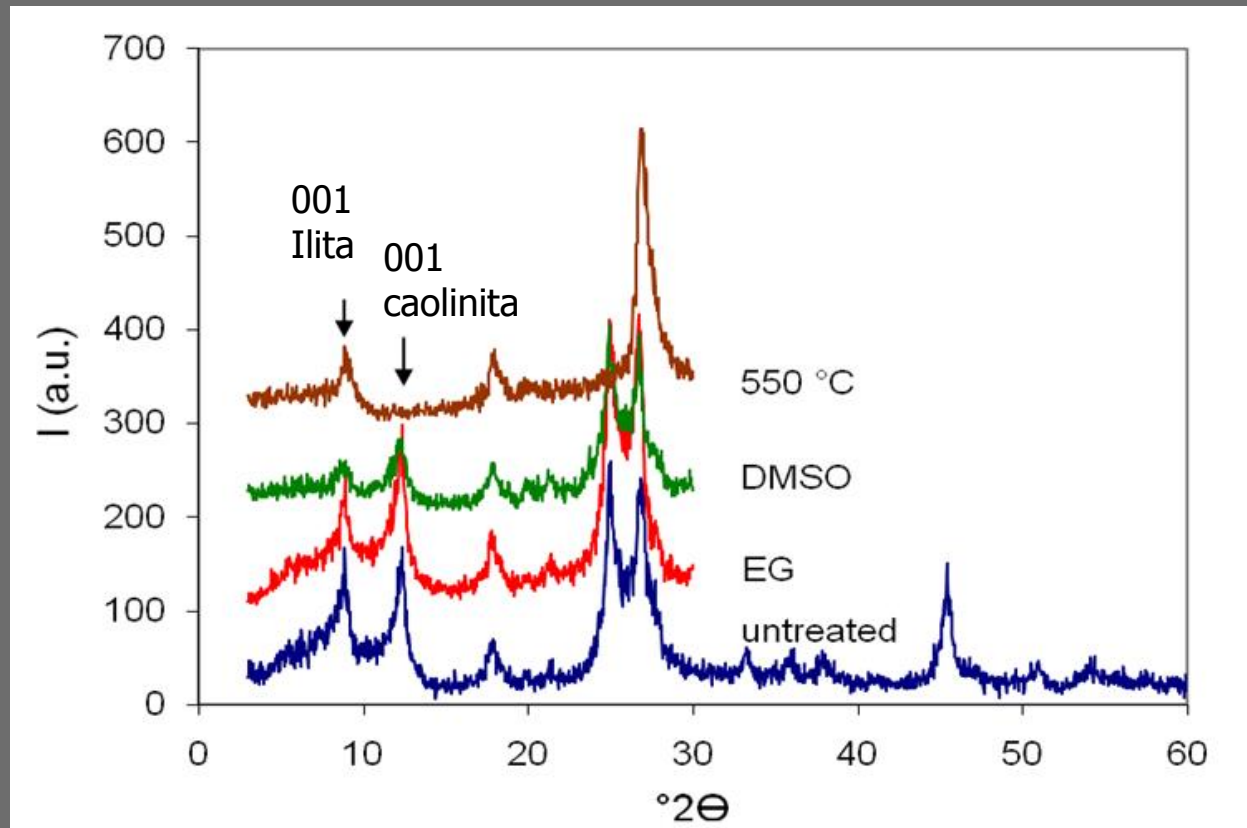


Fig.6: La Gaviota, agregado orientado

Mas información: D.M. Moore y R.C. Reynolds, X-ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals, Oxford University Press, New York, 1989.

Agregados orientados (AO) – Tratamientos

El tratamiento térmico (550 °C) provoca la desaparición de los picos de la caolinita (línea marrón) porque se deshidroliza y se hace amorfa (transformación a meta-caolin).

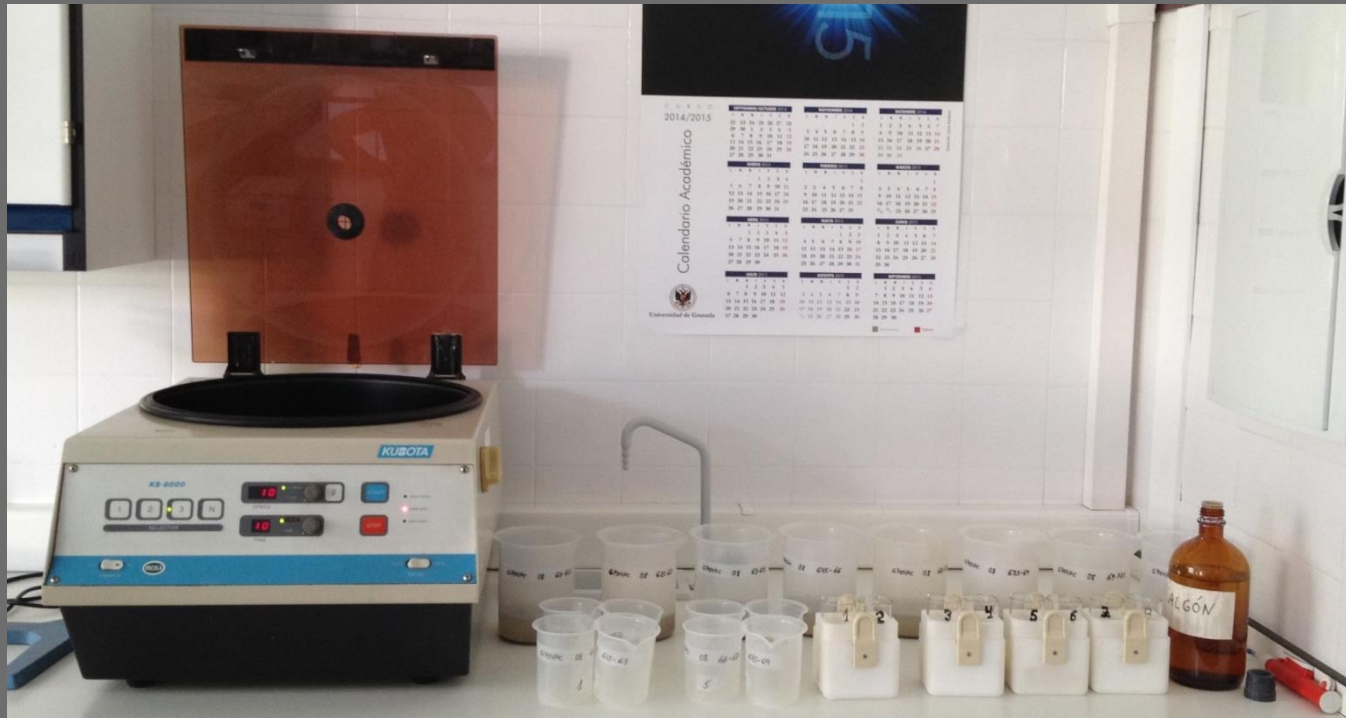


Mas información: D.M. Moore y R.C. Reynolds, X-ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals, Oxford University Press, New York, 1989.

Preparación de agregados orientados (AO)

Laboratorio (No. 28) de Mineralogía de Arcillas

Para separar la fracción arcilla ($<2\mu\text{m}$) se dispersa la muestra molida en agua y se usa un proceso de sedimentación diferencial (las partículas más pesadas se depositan más rápido). Para incrementar la velocidad de sedimentación se usa una centrífuga con un programa predeterminado (el tiempo requerido para la sedimentación de una determinada fracción (con un determinado tamaño de partícula) se puede calcular mediante la ley de Stokes). Se separa la fracción arcilla por decantación. Se puede facilitar la dispersión de las partículas eliminando los carbonatos (ácido acético diluido) y la materia orgánica (H_2O_2), aplicando ultrasonidos y añadiendo calgón (hexametafosfato sódico).



Preparación de agregados orientados (AO)

Se procede a la aplicación de la dispersión de la fracción arcilla mediante una pipeta desechable usando portamuestras de vidrio. Se secan los AO lentamente a temperatura ambiente. **Importante:** Hay que anotar el nombre de la muestra en los portamuestras de vidrio en los portamuestras de vidrio.



Preparación de agregados orientados (AO)

Una vez secos se sujetan los portas de vidrio en el portamuestras mediante un clip (1). En la imagen (2) se muestra el AO listo para su análisis.



Análisis de muestras por DRX

Difractómetro PANANALYTICAL X'PERT PRO del Dpto. de Mineralogía y Petrología



Configuración del equipo:

Radiación: Cu-K α

Longitud de onda (λ):

1.5405 Å

Filtro: Ni

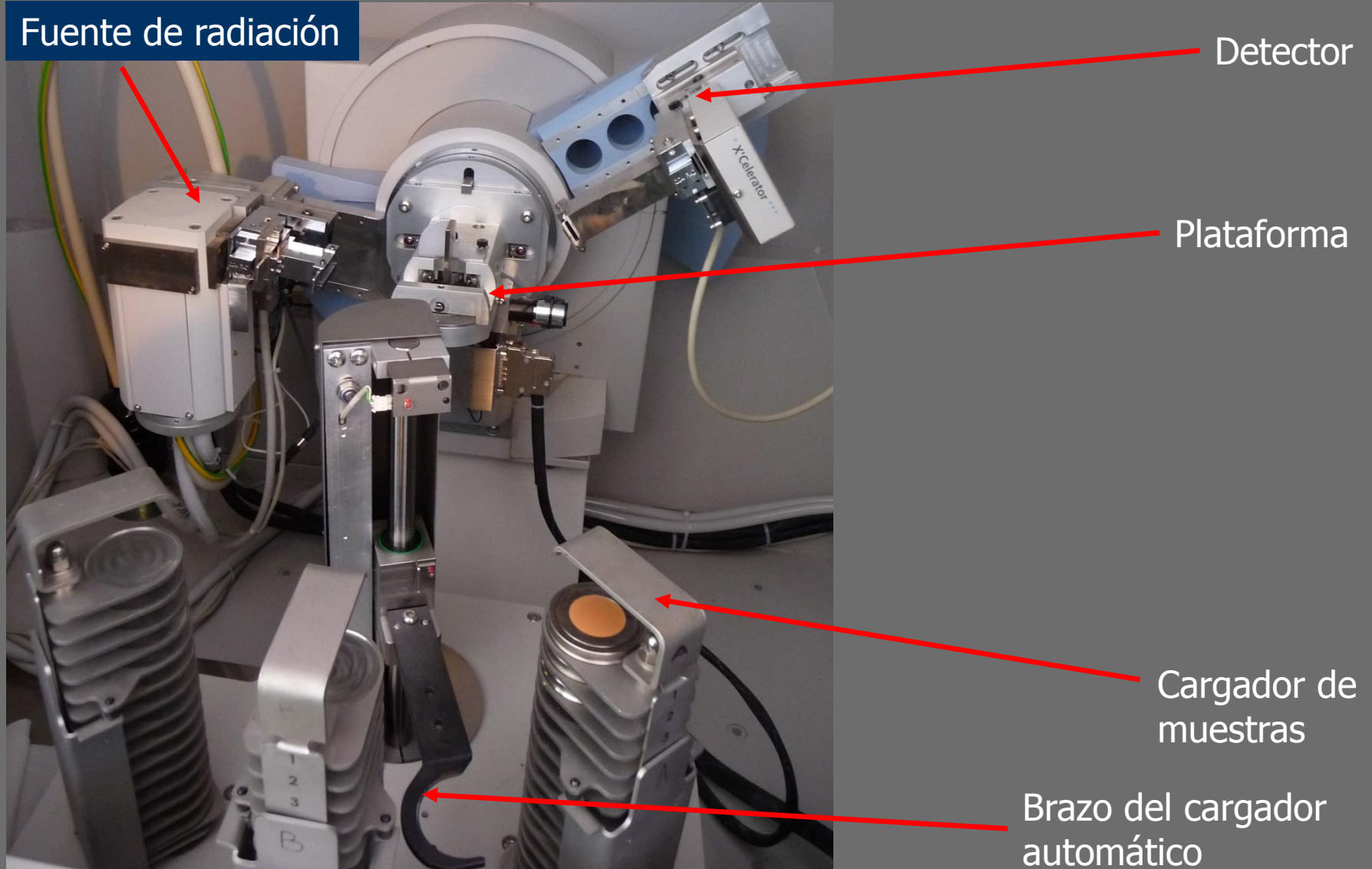
Voltaje: 45 kV

Intensidad: 40 mA

(estos datos hay que incluirlos en el apartado de «Materiales y métodos» del TFM o artículo científico junto al rango de exploración y la velocidad del goniómetro)

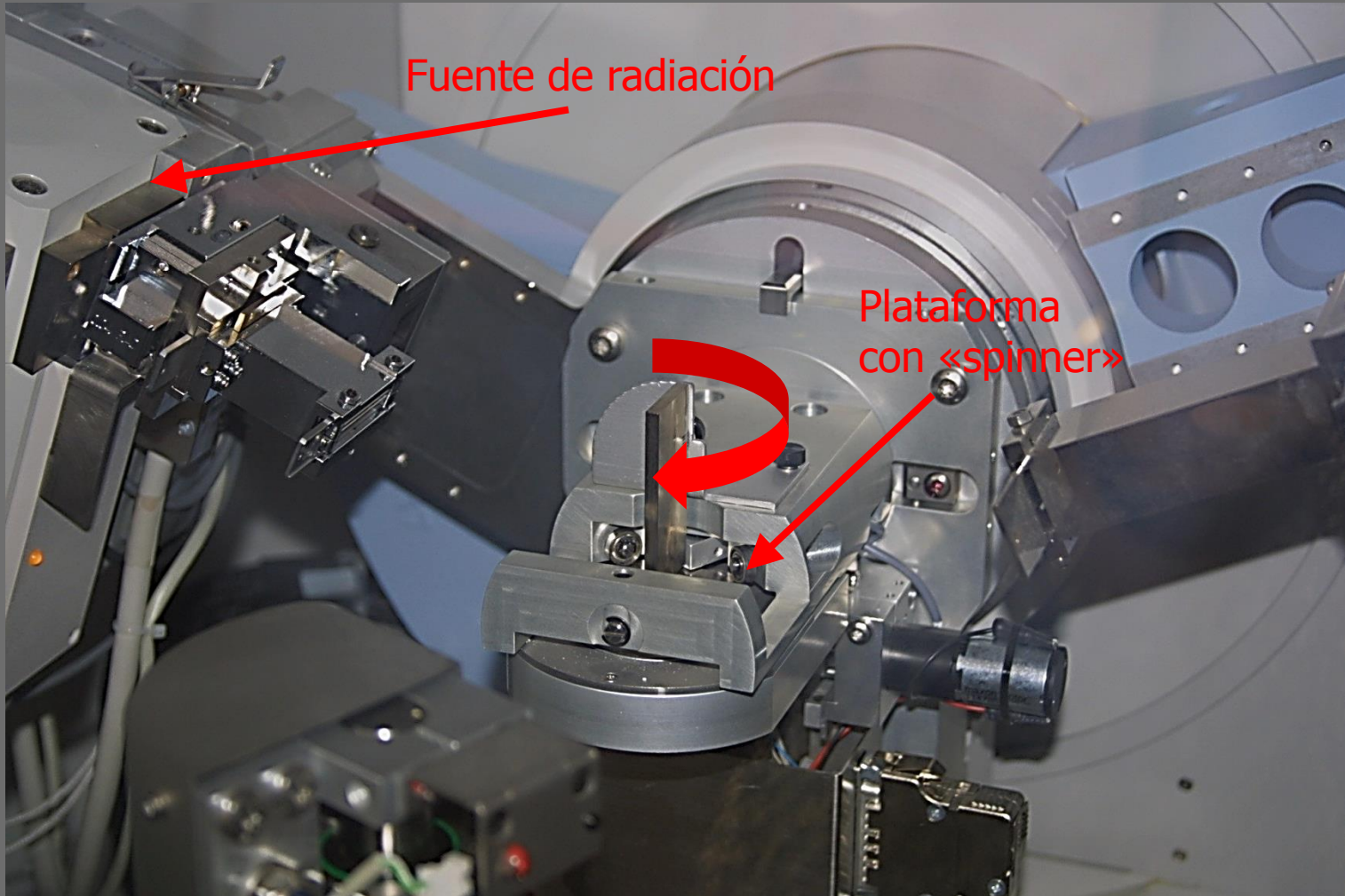
Análisis de muestras por DRX

El equipo dispone de un sistema de carga automática de hasta 45 muestras.
El brazo del cargador automático de muestras lleva la muestra a la plataforma.



Análisis de muestras por DRX

El equipo cuenta con un «spinner», que hace girar la muestra para aumentar las posibilidades de que los cristales estén orientados adecuadamente para permitir la difracción.



Análisis de muestras por DRX

El control del equipo y la programación del análisis se hace vía ordenador. En este mismo ordenador también está instalado el programa «HighScore» para el análisis de los datos DRX.



Análisis de muestras por DRX

Para facilitar la interpretación de los difractogramas deben tener una buena calidad, que depende de las condiciones del análisis (velocidad del registro y la resolución angular). Existen numerosos programas preestablecidos, que pueden ser elegidos dependiendo de la calidad requerida.

