

EVALUACIÓN DE LA IMPORTANCIA DE LA CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS MINERALÓGICAS VÍA EBSD

Alejandra Floridia, Bernarda Epele, Karina Irvicelli, Mariano Cipollone.

Laboratorio de Métodos Analíticos, YPF Tecnología, Ensenada, Argentina.

Email: maria.a.floridia@ypftecnologia.com

La difracción de electrones retrodispersados (EBSD) es una técnica muy valiosa para la caracterización de la microestructura de diversos materiales por lo que en los últimos años ha ganado gran aceptación en la industria metalúrgica y en el campo de las geociencias. Este trabajo representa un punto de partida para conocer las capacidades asociadas a la técnica EBSD en muestras mineralógicas. Los estudios preliminares se llevaron a cabo sobre un cristal de mica que es uno de los filosilicatos que suelen hallarse en las muestras de roca asociadas a la exploración/producción de hidrocarburos. Si bien se plantea el análisis de un sistema sencillo, el objetivo final es avanzar hacia el análisis de muestras naturales con un mayor número de fases mineralógicas, donde la preparación de la muestra y la interpretación de los resultados representan un desafío mayor. De acuerdo a las propiedades estructurales las micas han sido organizadas en distintas familias. Al ser su morfología de tipo laminar, en el apilamiento de las capas suelen observarse desplazamientos sistemáticos y de magnitud constante que da origen a distintas estructuras conocidas como politipos [1]. En la figura 1 puede observarse cómo se originan los politipos más abundantes encontrados en la naturaleza, los de la subfamilia A ($1M$ y $2M_1$) y $3T$. La identificación y determinación de la proporción de los mismos en rocas permite inferir acerca de su evolución o historia. En términos de producción de hidrocarburos, debe esperarse/busarse que los mismos sean maduros térmicamente. La madurez térmica es una función del tiempo, la temperatura y la profundidad. Puesto que la estabilidad de los distintos politipos, así como los cambios morfológicos asociados, se da en determinadas condiciones, su identificación y cuantificación es, en alguna medida, un termómetro geológico. La proporción de politipos de micas presentes en muestras naturales suele determinarse por difracción de rayos X (DRX)[2]. Si bien presentan algunas reflexiones distintivas, la identificación mediante DRX no siempre conduce a resultados inequívocos. En este sentido, la utilización de EBSD ha arrojado resultados satisfactorios con la ventaja de alcanzar una resolución espacial mejor que en DRX [3,4]. El trabajo está focalizado en explorar el potencial de la técnica de EBSD como herramienta en la identificación de politipos de micas, complementando los resultados obtenidos por DRX. Todas las micrografías fueron tomadas en el microscopio electrónico de barrido QUANTA 200 de FEI de YPF Tecnología, equipado con un espectrómetro de rayos X dispersivo en energía EDAX y un sistema EBSD EDAX. El voltaje de aceleración del haz incidente fue de 20 kV y se midió en condiciones de bajo vacío ($P_v \sim 50$ Pa). Un fragmento de mica se montó sobre un portamuestras que fue inclinado $\sim 70^\circ$ respecto a la horizontal hacia la pantalla de fósforo. Se empleó el programa TSL OIM Data Collection para la adquisición y el indexado de los patrones de difracción. Uno de los patrones de difracción obtenidos puede observarse en la figura 2. Allí también puede verse una micrografía SEM del cristal de mica, orientado en el portamuestras en la dirección del plano basal (001). Esto simplifica el análisis de los resultados puesto que al simular los patrones se toma [001] como eje de zona ya que generalmente los patrones observados incluyen esta dirección. La simetría trigonal observada en la región bajo análisis indica que se trata de una mica perteneciente a la subfamilia A. Particularmente, al politipo $2M_1$ como puede deducirse al observar sus bandas características luego de comparar con los patrones simulados. Estos estudios preliminares demuestran la importancia del empleo de EBSD en muestras mineralógicas. La técnica proporciona información cristalográfica de manera rápida (la preparación de la muestra es más sencilla comparada con las de TEM) y más localizada si se compara con información *bulk* que brinda el análisis por DRX. Además resulta de mucha utilidad en la construcción de mapeos químicos/cristaloquímicos en muestras naturales, confirmando las fases cristalinas presentes en superficie.

REFERENCIAS

[1] Moore D. and Reynolds R., (1997) "*X-Ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals*", New York, Oxford University Press, pp. 104-117.

4° Congreso de la Asociación Argentina de Microscopía (SAMIC 2016)

[2] Tettenshorst R. T. and Corbató C. E., (1993) "Quantitative analysis of mixtures of 1M and 2M₁ dioctahedral micas by X-ray diffraction" *Clays and Clay Minerals* 41(1): 45-55.

[3] Kogure, T., (2002) "Identification of polytypic groups in hydrous phyllosilicates using electron backscattering patterns" *American Mineralogist* 87: 1678-1685.

[4] Kogure T. and Bunno M., (2004) "Investigation of polytypes in lepidolite using electron back-scattered diffraction" *American Mineralogist* 89: 1680-1684.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Laboratorio de Métodos Analíticos por el uso de las facilidades y a las agencias que proveyeron financiación.

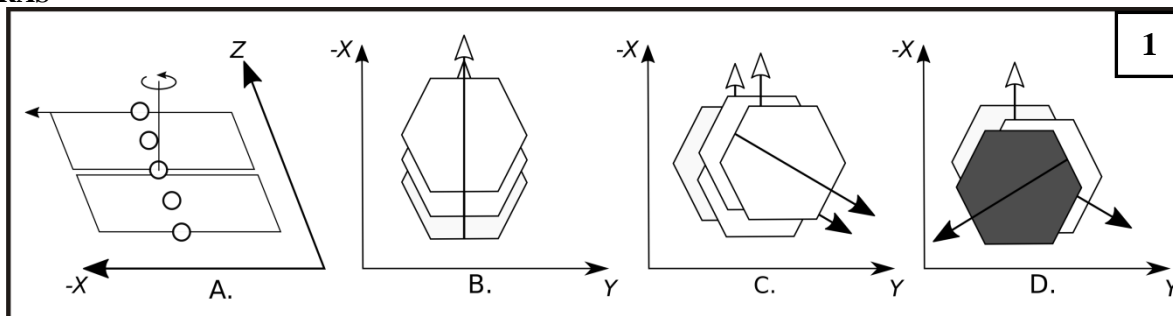
FIGURAS

Figura 1: Esquema ilustrativo del apilamiento de capas en micas. A) Desplazamiento del centro de la celda unidad en el plano X-Y debido a la rotación. B) Politipo 1M. C) Politipo 2M₁. D) Politipo 3T.

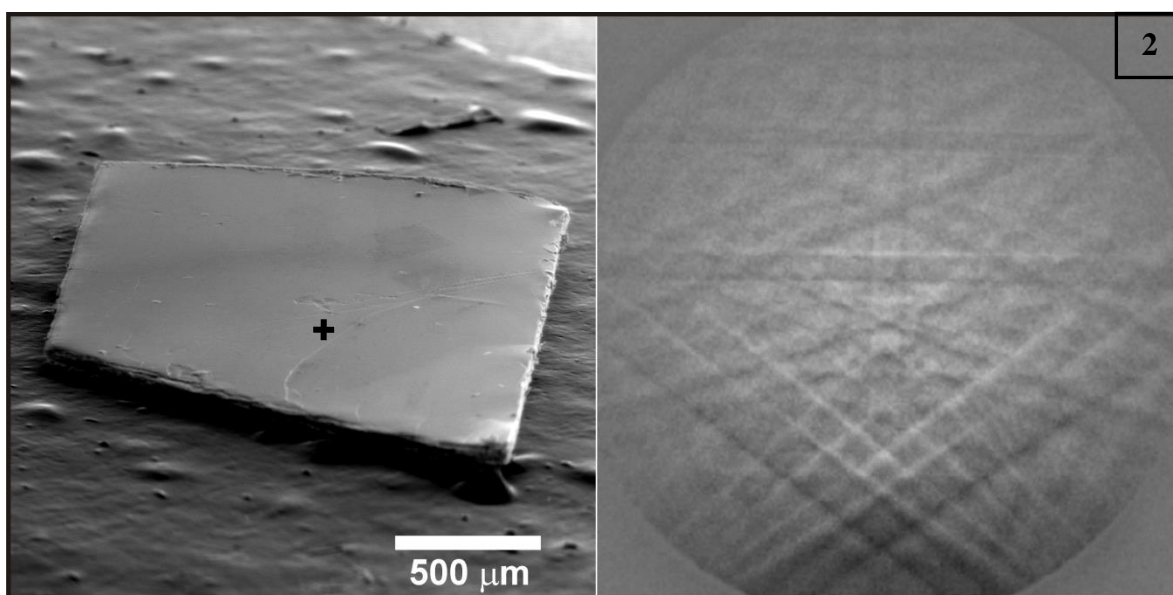


Figura 2: Micrografía SEM del cristal de mica orientado en el portamuestras en la dirección del plano basal (001) y patrón EBSD observado en la región indicada con la cruz.