

TÉCNICAS DE ESTUDIO DE ROCAS CARBONATADAS

Técnicas elementales y específicas en el estudio de las rocas carbonatadas:

1. Calcimetría (calcímetro de Bernard)

- Informa de la composición: contenido en calcita (CaCO_3).

2. Residuo insoluble

- Informa de la composición: contenido en no-carbonatos (terrígenos).
- Permite separar los no-carbonatos para su estudio a la lupa binocular.

3. Tinción selectiva

- Informa de la composición: naturaleza del carbonato (calcita o dolomita), y de su contenido en hierro (calcita ferrosa o dolomita ferrosa).

4. Réplica de acetato

- Informa de la textura: obtención de réplicas de la superficie a partir de secciones pulidas de roca (sustituto de las láminas delgadas).

5. Réplica teñida

- Informan de la composición y de la textura: tinción de los carbonatos en secciones pulidas de roca y obtención de réplicas de la superficie teñida.

6. Ataque de láminas delgadas por ácido

- Informa de la composición y de la textura: observación “in situ” de los componentes insolubles.

Bibliografía

- VATAN, A. (1967). “Manuel de sedimentologie”. Technip, Paris, 397 p.
- CARVER, R.E. [Ed.] (1971). “Procedures in sedimentary petrology”. J. Wiley & Sons, New York, 653 p.
- HUTCHISON, C.H. (1974). “Laboratory handbook of petrographic techniques”. J. Wiley & Sons, New York, 527 p.
- LEWIS, D.W. (1984). “Practical sedimentology”. Hutchinson Ross, Stroudsburg, Pen, 229 p.
- CHILINGAR, G.V., BISSELL, H.J. y FAIRBRIDGE, R.W. [Eds.] (1967). “Carbonate rocks. Physical and chemical aspects.” Dev. Sed. 9B, Elsevier, Amsterdam, 404 p. (WOLF, K.H. et al. “Techniques of examing and analysing carbonate”, 253-342)
- UNE-EN 12326-2 (2000). “Productos de pizarra y piedra natural para tejados inclinados y revestimientos. Parte 2: Métodos de ensayo”. AENOR, Madrid, 55 p. (“Determinación del contenido en carbonato”, 29-33).

CALCIMETRÍA

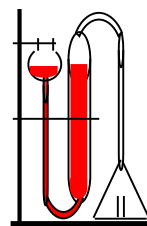
Objetivo

Determinar el contenido en carbonato cálcico de una roca, a partir del volumen de dióxido de carbono desprendido, cuando una muestra finamente molida es atacada por ácido clorhídrico diluido, de acuerdo con la reacción:



Material

- Calcímetro de Bernard:
 - . matraz erlenmeyer con tubito vertical en su interior,
 - . columna graduada, unida su parte superior al matraz,
 - . depósito con agua salada, unido a la base de la columna.
- Balanza de precisión (sensibilidad: $\geq 0,01$ g).
- Ácido clorhídrico diluido (30-50 % en volumen).
- Muestra patrón (carbonato cálcico químicamente puro en polvo).
- Muestra de roca (muestra en polvo inferior a 100 micras).



Ensayo

- Ensayo previo para determinar la cantidad de muestra a tratar:
 - Añadir una gota de ácido clorhídrico diluido a un trozo de la roca, si la reacción es fuerte tomar unos 0,25 g, si es media unos 0,50 g y si es débil alrededor de 1g.
- Ensayo de una muestra (patrón o roca), previamente pulverizada:
 - Secar la roca y mantenerla seca tras la molienda (24 horas en un horno a 60-200°C),
→ pesar la cantidad conveniente de muestra (roca o patrón): M_{roc} , M_{pat} [$M_{\text{pat}} = 0,25$ g].
 - Colocar la muestra en el matraz, fuera del tubito, y el ácido en el tubito del matraz. Cerrar el calcímetro (poner el tapón al matraz). Con el depósito de agua en la mano, mantener el mismo nivel del agua en el depósito y en la columna graduada del calcímetro,
→ leer la altura del agua en la columna en condiciones de equilibrio: l_1 .
 - Inclinar poco a poco el matraz hasta que caiga todo el ácido sobre la muestra (no mojar el tapón). Apoyado el matraz en la mesa, agitarle ligeramente para favorecer la reacción (agarrar por el cuello para no calentarlo). Observar que el gas desprendido hace bajar el agua de la columna. En pocos segundos la reacción ha terminado (agitar y ver que no se desprenden burbujas). Bajar el depósito para que el agua mantenga el nivel de la columna.
→ leer la altura del agua en la columna en condiciones de equilibrio: l_2 .
 - Determinar el volumen de CO_2 desprendido en el ensayo.
→ volumen de CO_2 en cada ensayo: $l_2 - l_1$.
Dicho volumen, dependiendo del tipo de muestra (roca o patrón), se denomina: V_{roc} , V_{pat} .

Resultado

El contenido en carbonato cálcico en cada muestra es proporcional al volumen de CO_2 desprendido. Conocido este valor en la muestra patrón se determina en la muestra de roca:

- gramos de CaCO_3 en M_{roc} gramos de roca: $(V_{\text{roc}} \times M_{\text{pat}}) / V_{\text{pat}}$ [$M_{\text{pat}} = 0,25$ g].
- porcentaje de CaCO_3 en la roca: $((V_{\text{roc}} \times M_{\text{pat}}) / (V_{\text{pat}} \times M_{\text{roc}})) \times 100$

Observaciones

Los gases son muy sensibles a pequeñas variaciones de presión y temperatura: procurar que ambas se mantengan constantes durante una misma tanda de ensayos. Realizar un ensayo al menos con la muestra patrón al comenzar y al finalizar cada tanda.

RESIDUO INSOLUBLE

Objetivo

Determinar y separar el contenido en minerales no-carbonatos (mayormente terrígenos: cuarzo y arcillas) de una muestra de roca carbonatada, por disolución del carbonato (calcita y dolomita) en ácido clorhídrico y filtrado del material sólido obtenido.

Material

- Vasos de precipitado, embudos y matraces erlenmeyer.
- Balanza de precisión (sensibilidad: $\geq 0,01$ g).
- Papel de filtro (tamaño de poro: medio).
- Ácido clorhídrico diluido (30 %).
- Frasco lavador.
- Muestra de roca (preferentemente en polvo).

Ensayo

- Secar previamente la muestra (24 horas en un horno a 60°C). Tomar una determinada cantidad de muestra (unos 2-5 gramos) y pesarla:
→ peso de la muestra de roca: M_{roc} .
- Preparar un papel de filtro, secarle igualmente 24 horas en un horno a 60°C y pesarle:
→ peso del papel de filtro: M_{fil} .
- Poner la muestra en el vaso de precipitados y añadir poco a poco ácido clorhídrico diluido, y agitar ligeramente evitando pérdidas de muestra por salpicaduras o formación de burbujas. Cuando disminuya la efervescencia añadir algo más de ácido, hasta que la reacción termine¹.
- Si la efervescencia es débil y prolongada (lo que indica presencia de dolomita), calentar hasta casi ebullición y esperar igualmente a que termine la reacción.
- Finalizada la reacción, comprobar que el medio es ácido con papel indicador o por no presentar efervescencia al añadir unas gotas más de ácido.
- Filtrar la muestra, arrastrando con ayuda del frasco lavador todas las partículas sólidas del fondo o de las paredes del vaso al papel de filtro.
- Poner a secar el conjunto (papel de filtro con el residuo insoluble) en las mismas condiciones de secado (24 horas en el horno a 60°C). Dejar que enfríe en un desecador (para evitar la absorción de humedad) y pesarle:
→ peso del conjunto (papel de filtro con el residuo insoluble): $M_{fil+ins}$.

Resultado

Contenido de la muestra en material insoluble, expresado en porcentaje:

$$\rightarrow \text{residuo insoluble: } ((M_{fil+ins} - M_{fil}) / M_{roc}) \times 100$$

Observaciones

Además de determinar el porcentaje de residuo insoluble, este ensayo permite separar el material insoluble para su posterior estudio a la lupa binocular. Debe observarse su naturaleza (ver si es material arenoso, arcilloso, ferruginoso, bituminoso...), normalmente relacionada con el color de la roca y del material insoluble (claro, ocre, rojo, negro...)

¹Para disolver un gramo de carbonato cálcico puro se precisan 1,76 ml de ácido clorhídrico puro, o alrededor de 8 ml de ácido clorhídrico diluido al 30 %.

TINCIÓN SELECTIVA

Objetivo

Tinción de los minerales carbonatados para facilitar su identificación, los cuales –sobre todo en rocas de grano fino– son difíciles de distinguir por otros métodos. Se basa en el distinto comportamiento que presentan los cationes calcio, magnesio y hierro para combinarse con determinados compuestos y colorear la superficie de los carbonatos, de acuerdo con la red cristalina y, por tanto, con el mineral del que forman parte.

Existen diferentes productos y métodos de tinción, en este caso se emplean conjuntamente rojo de alizarina y ferricianuro potásico, de acuerdo con el método propuesto por Lindholm.

Material

- Material a teñir: muestra de mano con superficie de fractura fresca; muestra con superficie plana o pulida; lámina delgada antes de poner el cubre.
- Frasco lavador con agua destilada.
- Solución previa de ataque: ácido clorhídrico diluido (2 %) en agua destilada.
- Solución teñidora: a un litro de agua destilada añadir 2 ml de ácido clorhídrico, 1 gramo de rojo de alizarina y 5 gramos de ferricianuro potásico. (Preparar nueva solución para cada tanda de tinciones, ya que sólo mantiene sus propiedades unas pocas horas).
- Recipientes para ambas soluciones (donde se van a introducir las muestras).

Ensayo

- Escoger la superficie de la muestra a teñir (de fractura, corte de sierra o pulida). Lavar dicha superficie con abundante agua destilada, especialmente si la roca es microporosa.
- Sumergir la superficie en la solución previa de ataque, durante unos 20 segundos, sin apoyarla completamente sobre el fondo del recipiente. Seguidamente enjuagar con ayuda del frasco lavador bajo un chorro de agua destilada y escurrir el agua sobrante.
- Sumergir la superficie en la solución teñidora, durante unos 4 minutos, sin apoyarla completamente sobre el fondo del recipiente (para comparar los resultados entre distintas muestras el tiempo de inmersión ha de ser el mismo). Enjuagar con el frasco lavador y agua destilada, escurrir y secar rápidamente (por ejemplo, manteniendo la superficie inclinada junto a una fuente de calor).

Resultado

El rojo de alizarina tiñe de rojo el calcio en la calcita y el ferricianuro potásico tiñe de azul el hierro, tanto en la calcita como en la dolomita. En consecuencia, la calcita sin hierro se tiñe de rojo (con más intensidad las secciones paralelas al eje C), la calcita ferrosa de malva a púrpura (según el contenido en hierro), la dolomita sin hierro no se tiñe, y la dolomita ferrosa se tiñe de azul más o menos oscuro (según el contenido en hierro).

Observaciones

La tinción sólo afecta a la superficie de la muestra; dicha superficie no debe tocarse durante el proceso y mientras la roca se mantenga húmeda. La presencia de calcio en la superficie o en el sistema poroso de la muestra –debido, por ejemplo, a la evaporación del agua en contacto con la muestra– puede generar falsas interpretaciones.

RÉPLICA DE ACETATO

Objetivo

Obtener moldes de una superficie pulida, débilmente grabada por ácido, sobre papel de acetato transparente. Suministran información textural –relativa al tamaño y forma de los componentes– al ser observadas al microscopio como si se tratara de láminas delgadas.

Material

- Muestra de mano con una superficie plana.
- Carborundum para el pulido de la superficie (240, 400, 800).
- Papel de acetato: Kodatrace (observar que presenta una cara mate y otra brillante).
- Ácido clorhídrico diluido (5 %).
- Acetona.
- Recipientes para ambos líquidos (donde se van a introducir las muestras).

Ensayo

- Pulir la superficie, pasando de forma consecutiva por carborundum 240, 400 y 800, y lavando bien en cada paso.
- Atacar la superficie pulida con ácido clorhídrico diluido, unos pocos segundos (20 s), y dejar que seque ligeramente.
- Introducir la superficie de la muestra y un trozo de papel de acetato en acetona, esperar unos pocos segundos (10 s.) a que el papel se reblandezca ligeramente y enseguida colocar su cara mate sobre de la superficie de la muestra.
- Dejar que seque hasta que el papel de acetato esté suficientemente duro (alrededor de media hora)². Cortar los bordes plegados del papel que sobresalen de la superficie de la muestra, y tomar la parte plana (para mantener la réplica más plana puede montarse sobre dos portas de vidrio).
- Llevar al microscopio petrográfico para su observación.

Observaciones

Procedimiento muy rápido para la obtención preparaciones que, en parte, pueden sustituir a las láminas delgadas. Pueden hacerse réplicas de gran tamaño (mayores que las láminas). Pueden hacerse réplicas en serie, al ir desgastando o cortando el material (por ejemplo, secciones seriadas de estructuras, de fósiles...). La obtención de buenas réplicas requiere cierta experiencia: depende sobre todo del grado de reblandecimiento del papel de acetato.

Esta técnica puede combinarse con la anterior y obtener réplicas teñidas. Para ello, después de grabar la superficie con ácido se introduce en la solución teñidora y, cuando la superficie teñida haya secado ligeramente, se continúa introduciéndola en acetona como en el caso anterior. Como resultado se obtiene una réplica teñida, al quedar pegada al papel de acetato la película superficial con la tinción.

²En esta etapa algunos autores recomiendan prensar ligeramente el acetato sobre la superficie con papel secante. De acuerdo con nuestra experiencia esta forma de proceder no ha proporcionado buenos resultados.