

8. ESTUDIO DE LA MICROESTRUCTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y COMPUESTOS UTILIZANDO EL MICROSCOPIO ÓPTICO DE LUZ POLARIZADA

8.1. Objetivos docentes

Aprender a utilizar un microscopio óptico de luz polarizada. Estudiar la microestructura de distintos materiales para llegar a ser consciente de la complejidad estructural que presentan los materiales cerámicos a escala microscópica.

8.2. Objetivo del trabajo práctico

Estudiar y describir la microestructura de preparaciones en forma de láminas delgadas de materiales cerámicos y compuestos en el rango de tamaños observables con el microscopio óptico de luz polarizada.

8.3. Fundamento teórico

El microscopio de luz polarizada

La función de todo microscopio es suministrar una imagen aumentada del objeto que se coloca en la platina. Como su nombre indica, el microscopio de luz polarizada es un microscopio óptico de transmisión (también llamados de refracción) que trabaja con luz polarizada.

La imagen aumentada se consigue con la combinación de dos grupos de lentes: el **objetivo**, situado en el extremo inferior del tubo microscópico, y el **ocular**, situado en el extremo superior. Los microscopios suelen tener objetivos de distintos aumentos montados en un tambor giratorio que permite intercambiarlos fácilmente. Tanto el objetivo como el ocular amplían la imagen, por lo que hay que tener en cuenta ambos elementos para determinar el tamaño real de los objetos observados.

Como en todos los microscopios compuestos, debajo de la platina hay un **condensador** y un **diafragma** que permiten adaptar la profundidad del foco y la intensidad de la luz que incide sobre el objeto.

Debajo de la platina también se encuentra el **polarizador**, también llamado prisma Nicol o placa polarizante. El haz de luz que atraviesa este elemento óptico sale polarizado en la dirección norte-sur (vibraciones delante-atrás). En condiciones normales el microscopio trabaja con esta luz polarizada.

Encima de la platina se encuentra el **analizador**, que es un polarizador situado de forma perpendicular al anterior, es decir, una placa polarizante que únicamente deja pasar la luz que vibra en la dirección este-oeste (derecha-izquierda). Este elemento

móvil no está normalmente colocado en el eje óptico, y se introduce únicamente cuando el estudio de la muestra lo requiere.

Al conjunto de polarizador y analizador también se llama los nícoles. Cuando ambos nícoles están colocados en el camino óptico, los polarizadores están cruzados y no pasará nada de luz, a menos que la muestra tenga propiedades ópticas que desvíen la polarización de la luz incidente. Por tanto, el uso de los nícoles permite averiguar los ejes ópticos de la muestra. Muchos materiales cristalinos tienen propiedades ópticas anisotrópicas, lo que se pone de manifiesto por los cambios de color o de intensidad lumínica transmitida cuando se gira la muestra situada entre los dos nícoles en un plano perpendicular al camino óptico.

La **platina** del microscopio es rotatoria, para poder cambiar fácilmente la orientación de los cristales respecto al eje de polarización de la luz.

El enfoque de los objetos se consigue variando la altura de la platina. Para mover la platina verticalmente se utilizan los **mandos de enfoque**, unos mandos giratorios laterales que permiten un avance rápido (rueda exterior más grande) o lento (rueda interior o más pequeña) de la platina.

El microscopio de luz polarizada se denomina también microscopio petrográfico porque se desarrolló inicialmente para estudiar minerales y rocas. El microscopio petrográfico es una herramienta indispensable para los geólogos y para estudiar todo tipo de materiales que tengan fases minerales.

Láminas delgadas

Los materiales cerámicos policristalinos normalmente son opacos a la luz visible. Sin embargo, cuando su espesor se rebaja hasta aproximadamente 30 μm se convierten en transparentes. Para poder observar los materiales con tan pequeño espesor sin que peligre su integridad física se realiza una preparación que se denomina lámina delgada.

El proceso de preparación de una lámina delgada es muy laborioso, y se requiere de mucha experiencia y habilidad para realizar una buena preparación.

El modo de proceder consiste en cortar con una sierra de disco un trozo de material tan delgado como la integridad física del material lo permita. Para materiales bien cohesionados este espesor puede ser de un par de milímetros. Cuando el material se disgrega con las vibraciones del corte se aumenta de espesor, o en casos necesarios se refuerzan incluyéndolos en una resina polimérica.

El trocito aplanado de material se fija a un portaobjetos de vidrio utilizando un pegamento especial denominado bálsamo de Canadá. El pegamento se introduce por la porosidad abierta de la muestra, y si la aplicación no se realiza de forma correcta pueden quedar burbujas de aire atrapadas que luego son difíciles de diferenciar de los granos de la propia muestra.

El siguiente paso es el desbastado y pulido de la muestra hasta que su espesor se reduce a aproximadamente 30 micras, lo que significa disminuir su espesor tres órdenes de magnitud. El portaobjetos permite sujetar la muestra a las pulidoras, que

de forma automática van rebajando el espesor del material. Aunque el pulido esté automatizado, la preparación de una lámina delgada requiere la intervención de un experto ya que hay que utilizar toda una serie de paños y pastas abrasivas de distinta dureza y distintos tamaños de grano, y hay que ir vigilando la progresión del desbastado continuamente para comprobar que está siendo uniforme. Notar que las muestras suelen tener fases más blandas y más duras y todas ellas tienen que encontrarse en su proporción original en la lámina delgada. Incluso para una persona experta, este proceso requiere alrededor de una semana de trabajo, dependiendo también del tipo de muestra.

Finalmente se coloca un cubreobjetos de vidrio sobre la preparación, y la lámina delgada ya está preparada para ser estudiada en un microscopio óptico en transmisión.

Los materiales cerámicos al microscopio

Con un espesor de 30 micras, los materiales cerámicos son transparentes a la luz visible. Los metales son opacos (completamente negros) incluso para estos espesores, motivo por el cual se desarrolló el microscopio óptico por reflexión o microscopio metalográfico.

Los materiales cerámicos policristalinos están formados por pequeños granitos cristalinos unidos entre sí por interfases abruptas entre granos o por una fase vítrea (amorfa) que lo engloba todo. La presencia de las interfases y la infinidad de bordes de grano que contiene un cerámico policristalino es lo que lo hace opaco a la luz visible. Cuando se reduce el espesor de material se disminuye el número de interfases que debe atravesar la luz y el cerámico se vuelve transparente.

En los materiales cristalinos las propiedades ópticas suelen ser anisótropas, es decir, la velocidad de la luz y su polarización varía según la dirección de propagación en el cristal. En las estructuras cristalinas existen unos ejes ópticos que determinan las direcciones del cristal en las que la luz se ve modificada de una cierta manera. Los cristales hexagonales y tetragonales tienen un único eje óptico, y por tanto se denominan uniaxiales. Los cristales rómbicos, monoclinicos y triclinicos tienen dos ejes ópticos y se denominan biaxiales. Los materiales cerámicos amorfos son isótropos, con lo cual no poseen ejes ópticos.

El microscopio de luz polarizada permite estudiar el número de ejes ópticos de un cristal utilizando los dos nícoles cruzados. Cuando el material cambie de color o intensidad lumínica al girar la platina del microscopio es que se trata de un material cristalino y posee ejes ópticos que desvían la dirección de polarización de la luz.

El número de ejes ópticos está relacionado con el número de veces que se extingue la luz en una vuelta completa de la platina. Un material cristalino con un único eje óptico presenta 4 extinciones, ya que en una vuelta completa la luz polarizada vibra 4 veces paralela y perpendicular al eje óptico.

Los materiales amorfos dejan pasar toda la luz sin cruzar los polarizadores y cuando se cruzan los nícoles se extinguen, ya que no desvían en nada la polarización de la luz.

Estudio de rocas y minerales

El microscopio de luz polarizada es la herramienta básica para realizar un estudio petrográfico, que consiste en determinar la microestructura de las rocas, es decir, identificar las distintas fases minerales que la componen, la forma de esas fases, el tamaño, el tipo de interfases que las mantiene unidas, la abundancia de cada fase, presencia de porosidad o espacios vacíos, etc.

Para realizar la identificación de minerales utilizando el microscopio se requiere una amplia experiencia y conocimientos sobre los minerales, no obstante, a continuación se dan algunas indicaciones muy básicas que pueden ayudar al alumno a identificar algunas de las fases de su material cerámico:

- Los geólogos tiñen las láminas delgadas introduciéndolas antes de colocar el cubreobjetos en una disolución de rojo de alizarina. De esta manera se identifican las fases que contengan carbonato cálcico, ya que este colorante únicamente tiñe las partes calizas.
- La biotita es un mineral metamórfico que bajo luz polarizada cambia de color al girar la muestra (incluso sin meter los polarizadores se producen cambios de color al girar).
- La calcita tiene un eje óptico por lo que al girar 360° la lámina con los polarizadores cruzados se va a extinguir cuatro veces.
- El cuarzo también tiene un único eje óptico, pero no se tiñe con rojo de alizarina.
- La plagioclasa se distingue del cuarzo porque debido a un efecto óptico aparece rayada al observarla con los polarizadores cruzados.
- La clorita es verde bajo luz polarizada y pasa a marrón cuando se introduce en polarizador cruzado.
- La cuarcita es toda blanca, deja pasar mucha luz y los granos apenas se pueden distinguir. Cuando se introduce el polarizador cruzado los granos quedan claramente al descubierto y adquiere una gran variedad de colorido (no sólo blancos y negros).
- El mármol tiene granos de mayor tamaño e interfases mejor definidas que una caliza no metamórfica. El mármol dolomítico se caracteriza por la presencia de clibajes, unas líneas en forma de cruz con un ángulo de 60°. Este efecto óptico indica que hay calcita y dolomita (carbonato cálcico y magnésico). Cuando se cruzan los polarizadores aparecen las maclas, que son unas líneas que cambian de color al girar la muestra. Las maclas aparecen en estructuras cristalinas que han sufrido tensiones mecánicas tras su formación, por lo que son características de minerales con alto grado de metamorfismo.
- Los esquistos tienen una clara microestructura en planos o capas, con granos alargados ordenados en franjas. Si son de color claro bajo luz polarizada es que son ricos en cuarzo, si son oscuros es que son ricos en mica.

- La pizarra tiene un tamaño de grano extremadamente pequeño y uniforme. Hay que utilizar el máximo aumento del microscopio para diferenciar claramente los granos. También son granos alargados y ordenados en capas o franjas.

8.4. Material e instrumental necesarios

Preparaciones en forma de láminas delgadas de varios materiales cerámicos y materiales compuestos con fibra o matriz cerámica
Microscopio petrográfico (microscopio óptico en transmisión de luz polarizada y con posibilidad de introducir un segundo polarizador cruzado)

8.5. Protocolo para la realización práctica

1- Familiarizarse con el microscopio:

Localiza en el microscopio el ocular, objetivo, platina giratoria, analizador y polarizador, condensador y diafragma, y los mandos de enfoque.

Localiza la fuente de luz y el camino óptico que recorre hasta que llega al ocular. Fíjate que la luz debe atravesar la muestra en su recorrido, por lo que el microscopio es de transmisión.

2- Estudio de la microestructura de las láminas delgadas:

Coge la primera de las láminas y obsérvala a simple vista. Anota su color y haz un dibujo de lo que ves (zonas de distintas tonalidades, granos diferenciables a simple vista, etc.). Si la lámina está teñida de rojo de alizarina, indica si se ha teñido uniformemente o si se observan algunos granos sin teñir. Identifica cada una de las zonas de aspecto diferente a simple vista. Por ejemplo, Zona 1: granos distinguibles a simple vista de color claro; Zona 2: franja de color parduzco cuyos granos no se distinguen a simple vista; Zona 3: franja que se ha teñido fuertemente con rojo de alizarina; Zona 4: Luego se estudiarán al microscopio cada una de estas zonas.

Coloca la lámina en la platina con el portaobjetos hacia abajo y el cubreobjetos hacia arriba. El espesor del vidrio del portaobjetos es mucho mayor que el del cubreobjetos, por lo que si no se colocan así no se podrá enfocar el microscopio dentro de las 30 μm de espesor de la muestra.

Comienza con el objetivo de menos aumentos (4x). Coloca el objetivo girando el tambor hasta la posición correspondiente y ajusta la cantidad de luz situando el condensador en la posición adecuada. Mueve lentamente los mandos de enfoque hasta que obtengas una imagen de la muestra.

Con este objetivo, coloca cada una de las zonas identificadas a simple vista en el eje óptico del microscopio y estudia su microestructura. Gira la muestra para ver si se producen cambios de color. Dibuja el aspecto que presenta cada zona con el objetivo de 4x. Si aparecen nuevas zonas diferenciadas, que no se veían a simple

vista, vuelve a identificarlas (Zona 1a, 1b, 1c, ...) y localízalas en el dibujo de la microestructura.

En algunos casos, los granos se diferencian mejor con los polarizadores cruzados que sin ellos. Introduce el analizador en el camino óptico poniendo el botón correspondiente (situado encima de la platina) en la posición A. Gira la muestra para ver los granos más claramente.

Tras esta primera exploración microscópica, elige el objetivo más apropiado para estudiar con detenimiento cada una de las zonas identificadas. Cuando los granos sean muy pequeños hay que recurrir al objetivo de 40x, mientras que si son grandes se observarán mejor con el de 4x o el de 10x. Recuerda ajustar el condensador y volver a enfocar cada vez que se cambie el objetivo.

Un grano grande puede estar formado por una aglomeración de granos más pequeños, por lo que es conveniente estudiar todas las zonas a distintos aumentos. Cuando se tenga estudiada la microestructura de una zona, se pasa a estudiar la zona siguiente.

Para cada zona, además de localizarla en el dibujo de la microestructura, hay que identificar el número de fases o granos diferentes que la componen. Identifica los granos dentro de cada zona como Grano 1, 2, 3, ... por ejemplo.

Para cada grano o fase determina la forma (que quedará reflejada en un dibujo), el tamaño de sus dimensiones principales, el color bajo la luz polarizada, variaciones de color o luminosidad cuando se gira la muestra 360°, color y cambios de color o luminosidad cuando se gira con los polarizadores cruzados, y número de veces que se extingue la luz o cambia de color en una vuelta completa con los polarizadores cruzados.

Para medir el tamaño de los granos se utiliza la escala situada en el ocular derecho del microscopio. Esta escala está graduada teniendo en cuenta los aumentos del ocular de modo que cada división corresponde a 0.2 mm. Para determinar el tamaño real del grano habrá que tener en cuenta también los aumentos del objetivo utilizado en cada observación (el objetivo de 4x proporciona imágenes de la muestra ampliada 4 veces, el de 40x la amplía 40 veces). Si los límites del grano quedan mejor definidos con los polarizadores cruzados, utiliza este modo del microscopio para realizar las medidas de tamaño. A la vez que se determina el tamaño, estima el error que estás cometiendo en la medida teniendo en cuenta la anchura de la interfase del grano y la resolución en tamaños del microscopio a los aumentos correspondientes.

Ve confeccionando una tabla donde queden reflejados todos estos datos para cada grano. Debes estudiar al menos 6 granos de cada fase con distinto comportamiento óptico que encuentres. Una vez identificadas las fases cristalinas, cuenta aproximadamente los granos que aparecen de cada una de ellas para determinar su abundancia relativa en esa zona.

Identifica también las fases amorfas, en las que pueden estar embutidos los granos, y el tipo de interfase entre granos o entre los granos y la fase amorfa. Observa las fases amorfas a máximos aumentos para ver si contienen alguna fase cristalina de

tamaño muy pequeño. Estudia la abundancia de la fase amorfa respecto a las fases cristalinas viendo cual de ellas ocupa un área mayor.

Estudia la existencia de porosidad en el material, y si la muestra es porosa haz un estudio del tamaño y forma de los poros del modo análogo al de los granos.

8.6. Claves para el informe

- Dibujo del aspecto de la lámina delgada a simple vista, identificando las zonas de aspecto diferenciado.

- Dibujo ampliado de toda la lámina donde se represente la microestructura que se observa con el objetivo de 4x en cada una de las zonas anteriormente diferenciadas, e identificación de las nuevas zonas con diferentes microestructuras.

- Localización e identificación de las distintas fases que componen el material: Para las fases cristalinas, estudio individualizado de al menos 6 granos de cada fase donde se incluya un dibujo que refleje la forma del grano, medida del tamaño real del grano (una longitud característica si los granos son más o menos redondeados, o dos longitudes características si son alargados) y las propiedades ópticas con luz polarizada y con los polarizadores cruzados, indicando el número de ejes ópticos que tienen.

Para fases amorfas, identificación de la fase y su distribución en relación con las fases cristalinas.

- Tamaño medio de los granos de una fase dado como el valor medio de los 6 individuos estudiados, y como error el máximo error que se ha estimado para la medida del tamaño de estos 6 granos. Indica también la dispersión de los tamaños encontrados como parámetro característico de la anchura de la distribución de tamaños de la fase. Fíjate que en este caso, la dispersión o desviación estándar de los tamaños no corresponde a la incertidumbre del tamaño medio ya que se han medido distintos individuos de una muestra que contiene distintos tamaños de grano. Habría que determinar la abundancia de cada uno de los tamaños (granulometría) para caracterizar correctamente el sistema por microscopia (Ver práctica 5 para más información sobre la granulometría).

- Abundancia relativa de cada una de las fases identificadas según el número aproximado de granos que se observen o la extensión que ocupan.

- Descripción del tipo de interfases entre granos o entre los granos y alguna fase amorfa.

- Presencia de porosidad. Estudio de tamaño y forma de los poros en los casos en que la muestra sea porosa.

- Con la información sobre las propiedades ópticas que has recogido para cada fase cristalina y las directrices que se dan en el fundamento teórico, intenta identificar alguno de los minerales que forman el material de la lámina delgada.