

Orientacions sobre servei d'anàlisi del GMC

Estimat/ada soci/a:

Com ja sabeu, el GMC té un conveni amb la UB que permet l'accés als instruments dels Centres Científics i Tècnics de la Universitat (CCiTUB) en unes condicions molt avantatjoses. Les anàlisis que el GMC hi fa habitualment són: SEM-EDS, espectroscòpia Raman i difracció de raigs X (DRX). Recentment també s'ha establert un acord de col·laboració amb l'Institut Jaume Almera (CSIC) per a poder fer difracció de Raigs X amb els aparells d'aquest Institut.

Els socis del GMC poden accedir a aquests serveis a un cost inferior al que realment ha de pagar el GMC per l'ús dels aparells i la diferència l'assumeix el propi GMC. S'ha de considerar que el cost real encara seria força més alt si es tingués en compte el temps que s'ha de dedicar a preparar les mostres i al tractament i interpretació dels espectres.

Per aquesta raó, amb l'objectiu de racionalitzar i fer sostenible l'ús del servei d'anàlisi hem escrit alguns comentaris sobre la utilitat de les diferents tècniques i, molt especialment, com haurien de ser les mostres que es portessin a analitzar amb cada tècnica. L'objectiu d'aquestes ratlles és evitar despeses innecessàries i, també, la frustració que pugui resultar d'una anàlisi fallida degut a que la mostra és deficient o no s'adiu a la tècnica emprada.

Difracció de raigs X de pols

La tècnica funciona bé per a la immensa majoria de minerals, però no és convenient per als minerals amorfs. Com que la intensitat dels difractogrames depèn de la quantitat de mostra (i del temps d'adquisició de l'espectre en el difractòmetre), poder disposar d'una quantitat suficient, com ara la mida equivalent, o més gran, a la de mig gra d'arròs, facilita molt el poder obtenir un bon espectre i, per tant, la identificació.

La mínima quantitat necessària (que no significa la més convenient) equival a la mida d'uns quants grans de sucre; per tant, la DRX no és aplicable quan hi ha molt poca mostra (i.e., quantitats submil·limètriques).

La tècnica identifica tots els minerals presents a la mostra, però com que alguns donen lloc a pics més intensos i amb més senyals que altres és possible que els senyals del mineral que es vol identificar no es puguin veure clarament. Per tant, la mostra ha de ser el més homogènia possible i, quan s'extreguin o es rasquin crostes, s'han de triar els fragments al binocular per a garantir que, fins on sigui possible, hi predomini el mineral que es vol analitzar.

La identificació es fa comparant l'espectre de difracció amb els de les bases de dades, que en DRX són molt completes; molt sovint la identificació resulta directament de la comparació amb els patrons de difracció teòrics. Hi ha casos, però, en què s'obtenen diferents candidats que s'han de diferenciar amb informació extra sobre el mineral. En ocasions pot succeir que sigui necessària una anàlisi extra amb SEM-EDS.

Per tot això, l'usuari del servei haurà de facilitar els cristallets de la mostra ja extrets, en un tubet o una bosseta ben tancada. La mostra es recupera (en forma de pols) en cas de que s'haguessin de fer altres anàlisis o mesures.

Espectroscòpia (micro)Raman

La tècnica funciona bé per a la majoria de minerals, però els que són opacs o foscos donen, en general, espectres molt més dèbils. De vegades hi ha fluorescència i l'espectre Raman no es veu bé (o no es veu gens) ja que està emmascarat per senyals de fluorescència. Això és especialment important quan el mineral dona un espectre Raman dèbil.

L'aparell que es fa servir per a les anàlisis del GMC a la UB permet estudiar cristalls d'unes quantes micres, però com que la mostra s'ha de portar muntada de manera que no s'hagi de buscar o explorar el mineral que interessa dins del fragment, és absolutament necessari que en el que es porta a analitzar hi hagi fragments homogenis del mineral almenys de 0,2 mm. Com que el feix del làser és tan petit, la homogeneïtat de la mostra és un requisit imprescindible i per això la tècnica no és recomanable quan es volen analitzar crostes, que normalment són heterogènies, o materials terrosos. En qualsevol cas, el que es farà normalment és extreure un fragment (normalment menor d'1 mm) i la resta de la mostra es recuperarà.

En els espectres Raman els senyals estan ben definits i són estrets; això facilita la comparació amb els espectres de les bases de dades, que sovint permet la identificació del mineral. La base de dades que es fa servir generalment per a la identificació (RRUFF) té mancances, especialment pel que fa als minerals més rars. Si no es troba una bona coincidència amb cap mineral de la base de dades, la identificació només és possible amb informació complementària, especialment sobre la composició, que permeti fer una recerca directament a les fonts bibliogràfiques sobre un nombre reduït de candidats.

SEM-EDS

Així com la DRX i l'espectroscòpia Raman permeten comparar els espectres amb els de les bases de dades i, sovint es pot identificar directament el mineral o restringir la identificació a un petit nombre de candidats, l'anàlisi SEM-EDS proporciona la composició elemental (i la proporció dels elements d'una manera aproximada). Sovint, això és suficient per a una identificació correcta fent una recerca a Mindat, especialment si es coneixen altres propietats del mineral. Hi ha grups de minerals, però, on conèixer la composició no és suficient i cal recórrer, a més, a altres tècniques.

L'anàlisi SEM-EDS es pot fer amb una quantitat de mostra molt petita; a efectes de manipulació és convenient disposar de fragments homogenis al menys de 0,2 mm. La mostra que es faciliti es trencarà per extreure'n un fragment d'aquesta mida.

En alguns casos un element n'emascara d'altres (les interferències més habituals són entre As i Mg; U i K, Pb i S.); els elements de nombre atòmic més baix no es veuen (H, Li, Be i B) o es veuen malament (C). En aquests casos s'ha de recórrer a anàlisis complementàries amb altres tècniques.

IMPORTANT: Com haurien de ser les mostres per a cada tècnica?

En primer lloc, cal tenir en compte una evidència: si la mostra és bona (prou gran i homogènia) s'obtenen millors espectres i, per tant, és molt més probable poder fer una identificació correcta. És comprensible que no es porti a analitzar la millor peça de la qual es disposi, però si la que s'hi porta és la pitjor, és possible que no es pugui identificar el mineral, amb la frustració i el malbaratament de temps, esforços i diners de l'usuari i del GMC que això suposa.

En Raman i SEM-EDS el fragment necessari és tan petit que es pot considerar que l'anàlisi no és destructiva. En casos molt especials es pot evitar trencar la mostra, però hi ha requeriments seriosos pel que fa a la mida màxima de les mostres que es poden posar a l'aparell i a la posició dels cristalls dins la mostra; per tant, això només es podrà fer en casos molt excepcionals que s'haurien de consultar prèviament (pedres precioses o materials d'una vàlua especial).

D'una forma general, i amb tantes excepcions com es vulgui, es poden donar algunes orientacions pel que fa al tipus d'anàlisi per a diferents mostres. Si fos necessari, en cas que vulgueu saber la nostra opinió sobre la conveniència d'una tècnica o una altra abans d'analitzar una mostra, la donarem ben de gust.

Si hi ha prou mostra l'opció més efectiva és DRX (excepte materials amorfs); la segona opció, si la mostra té cristalls que no siguin opacs és l'espectroscòpia Raman.

Si la mostra és terrosa o clarament heterogènia (crostes, materials meteoritzats i similars) l'única opció és la DRX.

Si no hi ha prou mostra per a fer DRX:

- Silicats, sulfats, carbonats, arsenats (en general quan hi ha oxoanions....): la primera opció és Raman; de vegades no n'hi ha prou i s'ha de fer també SEM-EDS.
- Òxids, sulfurs, elements: la primera opció és SEM-EDS; de vegades l'espectre Raman pot ser útil o necessari.

Esperem que tots aquests aclariments serveixin per a treure de dubtes a aquelles persones que vulguin fer anàlisis i per a facilitar la feina als qui les fan.

Us recordem que si les anàlisis que feu acaben en un article per a la revista o per a Infominer, els diners que costen les assumirà el Grup, prèvia consulta per si el tema es considera interessant.

Per a consultar els preus de cada tipus d'anàlisi us podeu dirigir al nostre correu habitual (gmc@minercat.com) o bé a l'intranet del GMC, on se us informarà de les tarifes.

Salutacions

Servei d'Anàlisi del GMC

Octubre 2020