



UNIVERSITAT DE BARCELONA



Escola Tècnica Superior d'Enginyers
de Camins, Canals i Ports de Barcelona

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA

TREBALL FI DE CARRERA

Títol

Influència de la mineralogia en la durabilitat
de les roques toves: aplicació a talussos
de Gipúzkoa

Autor/a

Jordi Agelet Cano

Tutor/a

Esperança Tauler Ferré / Joan Martínez-Bofill

Departament

Departament de Cristal·lografia i Mineralogia de la Universitat de Barcelona

Intensificació

Data

30 de Juliol de 2011

RESUM

Aquest treball neix amb la intenció d'afegir un granet de sorra a un projecte d'investigació sobre la degradació de talussos de carretera situats en dos municipis del País Basc dut a terme per Joan Martínez-Bofill en col·laboració amb el Departament de Cristal·lografia i Mineralogia de la Universitat de Barcelona, el Departament d'Enginyeria del Terreny de la Universitat Politècnica de Catalunya i la Diputació Foral de Gipúzkoa.

L'aportació fonamental al projecte és bàsicament la realització d'un estudi amb detall de la microtextura i la mineralogia de mostres extretes de sondeigs a peu de talús per mirar d'aprofundir en les causes de les patologies de degradabilitat que presenten els materials aflorants. Per fer-ho s'ha plantejat l'ús de la microscòpia electrònica d'escombrat (BSE-SEM/EDS) amb anàlisi d'energies dispersives i s'ha intentat justificar l'ús d'aquesta tecnologia en projectes d'aquest tipus, per a adquirir un grau de coneixement del terreny més profund i detallat del que permet la tradicional microscòpia òptica.

Els resultats obtinguts d'aquestes anàlisis microtexturals s'han correlacionat amb els resultats obtinguts mitjançant els estudis d'ús habitual en aquest tipus de projectes i han servit per a establir una complementació mútua molt útil de cara a futures investigacions.

ABSTRACT

The aim of this work is to make a contribution to a research project that deals with the deterioration of road slopes located in two municipalities of the Basque Country. Said research project is carried out by Joan Martinez-Bofill, in collaboration with the Department of crystallography and Mineralogy of the University of Barcelona, the Department of Geotechnical Engineering of the Polytechnic University of Catalonia and the Provincial Government of Gipuzkoa.

The main contribution to the project is basically a detailed microtextural and mineralogical study of samples taken from on-site surveys to try to explore in greater depth the causes leading to outcropping materials pathologies. To do so we have considered the use of scanning electron microscopy (BSE-SEM/EDS) with energy-dispersive spectroscopy, and sought to justify the use of this technology in this type of projects, in order to acquire a deeper knowledge and detail of the terrain than that allowed by traditional optical microscopy.

The results of these microtextural analyses have been correlated with results of studies commonly used in projects of this kind, and they have helped to establish a degree of mutual complementation that will be useful for future research.

AGRAÏMENTS

Vull agrair l'arribada a bon port d'aquest treball, primerament, als meus tutors, Esperança Tauler i Joan Martínez-Bofill, i de retruc, a l'Albert Soler, per donar-me l'oportunitat de realitzar aquest treball, d'estar en contacte amb la tecnologia de la microscòpia electrònica i d'haver adquirit uns coneixements que no posseïa, i per haver estat capaç de dedicar-me llargues hores del seu preuadíssim temps.

També haig d'esmentar la col·laboració inestimable dels Serveis Científico-Tècnics de la U.B. i al Departament de Cristal·lografia i Mineralogia de la Facultat de Geologia.

Per altra banda, vull agrair tot el suport que he rebut per part de la meva família, dels meus pares Antoni i Berta, del meu germà Toni i de la meva cunyada, Sònia. Sense ells no estaria ara escrivint aquestes paraules.

Altrament, no puc oblidar l'ajuda dels meus amics, per haver estat empenyent tants anys, encara que no en siguin suficientment conscients. A en Jordi Soldevila, per les llargues converses que m'ha regalat i pels seus consells. A en Darío Parres i en Ricard Carles Prat pel seu suport moral i per ser uns mestres en treure ferro a les situacions difícils per les que he passat. A en Jofre Céspedes i a en Jaume Baiges per haver-me escoltat i haver-me aconsellat bé. A en Bernardo Muñoz, Eduard Salvadó, Isaac Montero... a tots vosaltres, mil gràcies.

Finalment, dedico aquest treball a l'Angèlica Ripa, que m'ha hagut d'aguantar durant gairebé deu anys amb tot el que això implicava. Gràcies per la teva paciència i pel teu amor.

ÍNDIX

1. INTRODUCCIÓ I OBJECTIUS	p. 5
2. MARC GEOLÒGIC DE LA ZONA DE TREBALL	
2.1 Situació geogràfica	p. 6
2.2 Context geològic	p. 7
3. TÈCNiques ANALÍTIQUES UTILITZADES	
3.1 Fluorescència de raigs-X (XRF)	p. 12
3.2 Calcimetria de Bernard	p. 13
3.3 Anàlisi tèrmica	p. 13
3.3.1 Anàlisi tèrmica diferencial (ATD)	p. 13
3.3.2 Anàlisi termogravimètrica (TG)	p. 14
3.3.3 Tipus d'aparell i condicions de mesura	p. 14
3.4 Porosimetria d'adsorció de nitrogen	p. 15
3.5 Slake Durability Test (SDT)	p. 15
3.6 Difracció de raigs-X (DRX)	p. 16
3.6.1 Difracció de raigs-X de pols cristal·lina	p. 16
3.6.1.1 Introducció i funcionament del mètode	p. 16
3.6.1.2 Mètode de Rietveld: ajust del perfil de DRX	p. 19
3.6.2 Difracció de raigs-X pel mètode d'agregats orientats	p. 20
3.6.3 Tipus d'aparell i condicions de mesura	p. 21
3.7 Anàlisi textural	p. 22
3.7.1 Microscopi petrogràfic	p. 22
3.7.2 Microscopi electrònic d'escombrat (BSE-SEM-EDS)	p. 22
4. TALUSSOS DE LA VESSANT D'ORMAIZTEGI	
4.1 Descripció dels talussos d'Ormaiztegi	p. 29
4.2 Fluorescència de raigs-X (XRF)	p. 33
4.3 Calcimetria de Bernard	p. 34
4.4 Porosimetria d'adsorció de nitrogen: porositat efectiva	p. 35
4.5 Difracció de Raig-X (DRX)	p. 35
4.5.1 Mètode de pols cristal·lina i ajust pel mètode de Rietveld	p. 35
4.5.2 Mètode dels agregats orientats	p. 39
4.5.2.1 Mostra OM-18	p. 40
4.5.2.2 Mostra OM-10	p. 41
4.5.2.3 Mostra OM-2	p. 42
4.5.2.4 Altres mostres	p. 43

4.6 Assaigs de durabilitat: Slake Durability Test (SDT)	p. 44
4.7 Anàlisi tèrmica diferencial (ATD) i anàlisi termogravimètrica (TG)	p. 48
4.8 Estudis texturals	p. 51
4.8.1 Descripció a visu	p. 51
4.8.2 Estudi microtextural: esquelet detrític	p. 52
4.8.3 Estudi microtextural: matriu fil·losilicatada	p. 56
4.8.4 Estudi microtextural: ciment carbonatat	p. 59
4.8.5 Estudi microtextural: minerals accessoris	p. 60
5. TALUSSOS DE LA VESSANT D'IDIAZÀBAL	
5.1 Descripció dels talussos d'Idiazàbal	p. 63
5.2 Fluorescència de raigs-X (XRF)	p. 67
5.3 Calcimetria de Bernard	p. 68
5.4 Porosimetria d'adsorció de nitrogen: porositat efectiva	p. 69
5.5. Difracció de Raig-X (DRX)	p. 69
5.5.1 Mètode de pols cristal·lina i ajust pel mètode de Rietveld	p. 69
5.5.2 Mètode dels agregats orientats	p. 73
5.5.2.1 Mostra IM-3	p. 73
5.5.2.2 Mostra IM-6	p. 74
5.5.2.3 Mostra IM-13	p. 75
5.6 Assaigs de durabilitat: Slake Durability Test (SDT)	p. 76
5.7 Anàlisi tèrmica diferencial (ATD) i anàlisi termogravimètrica (TG)	p. 79
5.8 Estudis texturals	p. 82
5.8.1 Descripció a visu	p. 82
5.8.2 Estudi microtextural: esquelet detrític	p. 83
5.8.3 Estudi microtextural: matriu fil·losilicatada	p. 86
5.8.4 Estudi microtextural: ciment carbonatat	p. 88
5.8.5 Estudi microtextural: minerals accessoris	p. 91
6. DISCUSSIÓ DELS RESULTATS	
7. CONCLUSIONS FINALS	
8. REFERÈNCIES BIBLIOGRÀFIQUES	
9. ANNEXOS	
9.1 Espectres de difracció pel mètode de pols i ajust pel mètode de Rietveld	p. 103
9.2 Espectres de difracció pel mètode dels agregats orientats	p. 111
9.3 Imatges de microscopi petrogràfic	p. 118
9.4 Imatges de microscopi electrònic d'escombrat (BSE-SEM/EDS)	p. 124

1. INTRODUCCIÓ I OBJECTIUS

Els talussos excavats a les carreteres i vies que creuen roques argiloses o toves experimenten processos de degradació de forma més o menys ràpida. Aquest fet té una incidència econòmica en les tasques de manteniment de la xarxa viària i també sobre la seguretat de la mateixa.

Les roques argiloses són el tipus més comú de roques sedimentàries. Aquest tipus de roques poden ser anomenades de maneres molt diverses com argil·lites, limolites o margues, i representen prop de dos terços de la columna estratigràfica (Blatt, 1982). Aquest treball sorgeix arran de l'observació de patologies en talussos de carretera excavats en roques argiloses o roques toves.

En la nostra geografia es presenten amb freqüència alternant amb bancs de gresos i calcàries. Les argil·lites i limolites poden tenir continguts variables de fracció sorra i de carbonat de calci, de magnesi i ferro. Per aquest motiu, hi ha una gradació amb els gresos ("wackes", grauvaques, arcoses i gresos) i amb les calcàries (lutites calcàries, margues i calcàries argiloses). No existeix, però, una classificació completa i coherent que relacioni les argil·lites, limolites, fangolites i margues entre si, tenint en compte la fracció sorra i el ciment, ni que les relacioni amb les calcàries i gresos (Martinez-Bofill et al., 2008).

La manca de consens i de criteris ben establerts és encara més evident en la classificació de les roques toves i evolutives, que contenen fraccions importants de minerals argilosos.

L'objectiu d'aquest treball és identificar les característiques mineralògiques i texturals que condicionen l'alterabilitat de les roques argiloses en els talussos de dos municipis del País Basc. La caracterització mineralògica i textural s'ha realitzat en 25 mostres mitjançant difracció de raigs-X, fluorescència de raigs-X, calcimetria de Bernard, porosimetria, anàlisi tèrmic, microscòpia òptica i electrònica i assaig de durabilitat (Slake Durability Test). Els resultats aquí exposats formen part del "Proyecto de investigación sobre la degradación de los taludes en rocas blandas. Aplicación a los desmontes entre los PK 413,065 y 414,650 de la N-I y entre los PK 3,700 y 4,710 de la GI-632", en els municipis d'Idiazábal i Ormaiztegi, finançat per la Diputació Foral de Gipúzkoa. Aquests talussos estan situats a la zona climàtica denominada vessant atlàntic del País Basc.

2. MARC GEOLÒGIC DE LA ZONA DE TREBALL

2.1. Situació geogràfica

Les mostres utilitzades en aquest estudi pertanyen a dues zones localitzades al País Basc (fig. 2.1.1). S'han realitzat 25 sondeigs amb extracció de testimoni dels quals 13 pertanyen a diferents punts de talussos de la carretera N-1 (desmunts situats entre els PK 413,065 y 414,650), a les immediacions de la població d'Idiazábal (fig. 2.1.2), i 12 pertanyen a talussos de l'autovia GI-632 (desmunts entre els PK 3,700 y 4,710), al terme municipal d'Ormaiztegui (fig. 2.1.3). La campanya de sondeigs es va dur a terme el 18 de maig de 2009. La N-1 és una carretera radial que uneix Madrid amb Lasarte-Oria, travessant Aranda de Duero, Lerma, Burgos, Miranda de Ebro i Vitoria. Anteriorment continuava per Sant Sebastià i finalitzava a Irún i a la frontera amb França. En el present treball s'han seleccionat 6 mostres d'un conjunt de 25, en base a la seva representativitat petrogràfica i textural, així com pels resultats obtinguts a les proves i assaigs a que han estat sotmeses.



Figura 2.1.1. Situació geogràfica. Diputació Foral de Guipúscoa (modificat de Google Maps).



Figura 2.1.2. Carretera N-1 al seu pas per la població d'Idiazábal. Modificat de Google Maps.



Figura 2.1.3. Autovia GI-632 al seu pas per la població d'Ormaiztegui. Modificat de Google Maps.

2.2. Context geològic

La zona d'estudi es troba en les prolongacions occidentals del Massís Pirinenc i la part corresponent a l'extrem oriental de la Serralada Cantàbrica (fig. 2.2.1). Tots els sondejos han estat realitzats en materials detrítics corresponents al període comprès entre l'Albià Superior (Cretàcic Inferior) fins al Cenomanià Inferior (Cretàcic Superior), consistents en limolites micàcies, de color gris blavós o negres, generalment massives, amb intercalacions freqüents de gresos. Aquest període es troba àmpliament representat en aquesta àrea tot i que l'elevat nombre d'estructures i plegaments impedeix conèixer amb precisió la potència d'aquesta formació. No obstant s'estima en uns 1000 m.

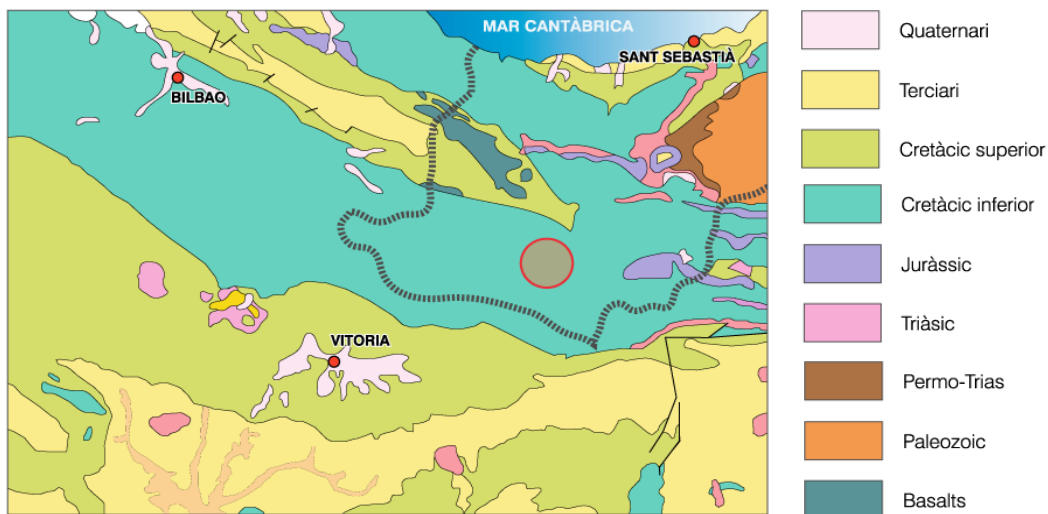


Figura 2.2.1. Mapa geològic regional corresponent a la província de Guipúscoa. Escala: 1:1.000.000. Modificat i vectoritzat de la fulla 88/23-06 de la sèrie MAGNA-50 (IGME).

La columna estratigràfica de la fulla 88-IV elaborada per l'EVE (Fig. 2.2.2) es pot observar, els materials que afecten directament als sondejos corresponen únicament a les limolites micàcies, gris blavoses a negres, generalment massives amb intercalacions de gresos pertanyents al període Albià Superior (Cretàcic Inferior)-Cenomanià Inferior (Cretàcic Superior) (14) àmpliament representats tant al mapa geològic (fig. 2.2.3) com al tall A-A' (fig. 2.2.4).

Aquesta sèrie és de caràcter regressiu, amb oscil·lacions locals transgressivo-regressives, constituïda bàsicament per materials detrítics, amb alternança de nivells d'argil·lites llimoses, amb limolites i passades de gresos, pràcticament sense presència de fòssils, de manera que la datació s'ha dut a terme gràcies a les capes suprajacents i infrajacents d'aquesta sèrie. El gruix d'aquests estrats és variable i estan compresos entre els pocs centímetres i prop d'un metre.

La part inferior d'aquesta sèrie (aproximadament 100 m.) està formada per una alternança de gresos de la classe sub-arcosa potàssica, de matriu argilosa-sericítica, amb zircó, turmalina i abundants òxids de ferro, amb nivells de micrites argiloses i llimoses, amb certa presència de fòssils.

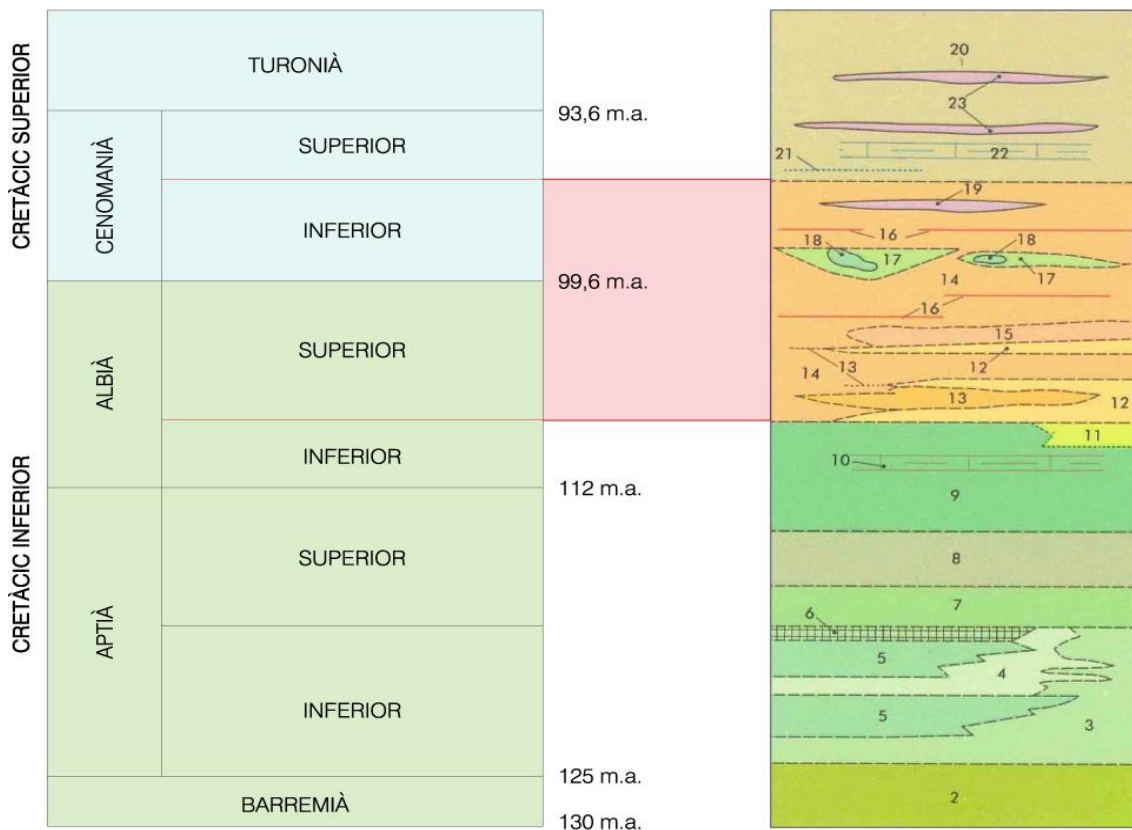


Fig. 2.2.2. Columna estratigràfica modificada de la fulla 88-IV elaborada per l'EVE.

- | | |
|---|--|
| 23. Sill bàsic. | 11. Turbidites calcàries i bretxes calcàries. |
| 22. Margocalcàries i calcàries margoses. | 10. Calcàries, calcàries margoses i margocalcàries noduloses. |
| 21. Alternança de calcàries arenoses i margues. | 9. Alternança de margocalcàries i margues grises. |
| 20. Margues grises, esquistoses, amb intercalacions de calcàries arenoses, margocalcàries i calcàries en nivells centi-decimètrics. | 8. Alternança de gresos silícics i limolites. |
| 19. Sill bàsic. | 7. Margues massives. |
| 18. Olistòlits de calcàries. | 6. Siderita i calcàries siderititzades. |
| 17. Bretxes olistostròmiques. Material desplomat i ressedimentat. | 5. Limolites micàcies. |
| 16. Alternança de gresos en bancs primis i lutites. Nivells poc potents i continus. | 4. Calcàries bioclàstiques grises, estratificades. |
| 15. Limolites calcàries i margues massives, amb nòduls i septàries. | 3. Calcàries amb rudistes i coralls, amb estratificació massiva. |
| 14. Limolites (calcàries a la meitat oriental) micàcies, gris-blavoses a negres, generalment massives. Intercalacions de gresos. | 2. Limolites arenoses i gresos micàcics |
| 13. Alternança de gresos i lutites. | |
| 12. Gresos silícics estratificats. Paquets de major continuïtat lateral. | |

A mesura que s'ascendeix en la sèrie s'arriba als materials presents a les zones de sondejors, amb un augment del contingut en terrígens, passant a alternances de bancs de gresos (quarsoarenites) de matriu argilosa-micrítica, amb abundant moscovita i impregnacions ferruginoses i nivells d'argil·lites llimoses, desapareixent els bancs micrítics. Tot aquest conjunt és azoic pràcticament en la seva totalitat.

En el tram més superior de la sèrie, en el que hi ha un augment dels nivells argilosos i micrítics argilosos en relació als gresos i les limolites, hi torna a haver més presència de fòssils. És precisament en aquest tram on hi comencen a aparèixer colades de roca volcànica en forma de basalts d'intrusió tabular entre estrats de roca sedimentària (sills), sense influència aparent en la zona d'estudi on s'hi han dut a terme els sondejors.

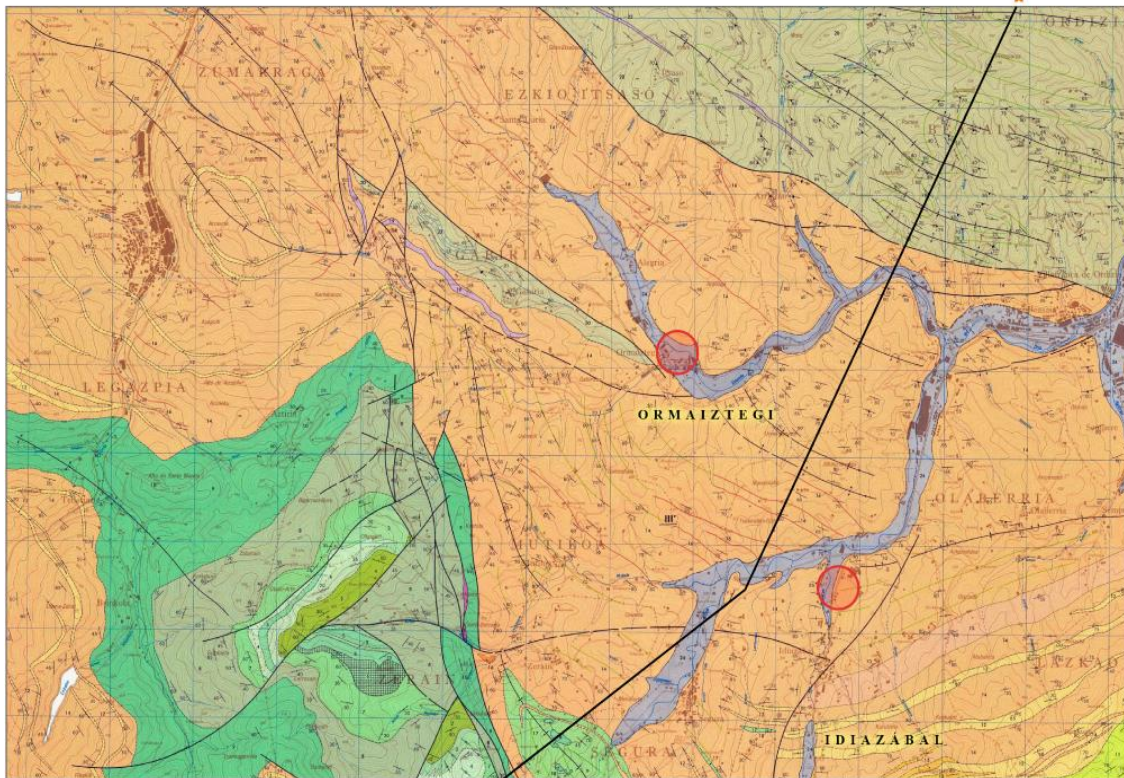


Figura 2.2.3. Mapa geològic corresponent a la fulla 88-IV del mapa confeccionat per l'Ente Vasco de la Energía (EVE). Escala: 1:25.000. Els cercles vermells assenyalen les zones on s'ha dut a terme la campanya de sondejors.

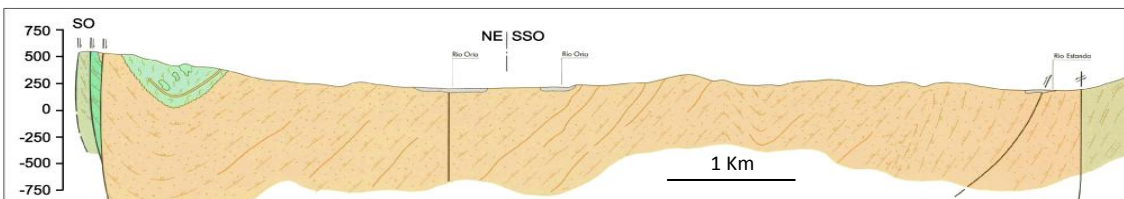


Fig. 2.2.4. Tall geològic bidireccional segons A - A' confeccionat per l'Ente Vasco de la Energía (EVE), que passa entre Idiazabal i Ormaiztegi, les dues localitats on s'ubiquen els sondejors.

Al NE, en una gran extensió, i al W d'Ormaiztegi afloren els materials del Cenomanià Superior i del Turonià, consistents en margues grises amb intercalacions de calcàries (20) en contacte discordant amb els materials anteriors.

Al SW afloren els materials més antics corresponents a l'Albià inferior, Aptià i Barremià, formats a grans trets per calcàries, margues, gresos i limolites.

Aflorament d'Ormaiztegi

El tram investigat de la Variant de Ormaiztegi (PK 3700 a PK 4710 de la GI-632) se situa entre les localitats de Ormaiztegi i Beasain, dins de la conca del riu Estanda, afluent de l'Oria. Des del punt de vista geològic la zona s'enquadra dins de l'àmbit denominat "Arc Basc", caracteritzat pel predomini de materials del període Cretàcic, si bé està representat per materials que van des del Paleozoic superior fins al Cretàcic superior.

L'interval cronostratigràfic que aflora a la zona investigada comprèn des dels períodes aptià i Albiense del Cretàcic Inferior, representat per materials de naturalesa en general detrítica, fins a la base del Cretàcic superior (Cenomanià) més carbonatada i flyschoide.

Les formacions de roca que afloren a la zona investigada són d'edat Cretàcic inferior-superior (Albiense superior-Cenomanià inferior, i pertanyen al denominat "Complex Supraurgonià".

Aquests materials supraurgonians corresponen al "Flysch negre", de clar caràcter regressiu, que es dipositen constituint una banda de direcció NO-SE o EW.

Es tracta d'una alternança de limolites i argil·lites que contenen intercalacions de gresos. Les proporcions dels diferents materials varien, predominant les limolites sobre els gresos en alguns punts i viceversa. Concretament, a la zona estudiada les intercalacions gresoses no són predominants, i gairebé sempre escasses.

Les limolites i argil·lites presenten coloracions negres i grises i s'observa en elles una esquistositat de fractura ben marcada.

Les limolites són silícies, de color gris fosc, i de vegades contenen nòduls ferruginosos (limonita) de forma ovoide. Quan el mineral de ferro està en proporció elevada adquireixen un to vermellós, i quan la meteorització ha estat intensa prenen un aspecte terrós amb to bru vermellós.

Pel que fa a les gresos, són de color terrós i grisós, disposant-se en bancs centimètrics a decmètrics, que en rares ocasions sobrepassen els 50 centímetres de potència. Presenten a més estratificació creuada i estructures sedimentàries característiques de mitjans energètics. Aquestes gresos, augmenten de grandària de gra cap a mur, presentant-se en ocasions com microconglomerats.

Altres materials dignes de ressenyar són les àmplies acumulacions de sòls al·luvials, dipositats en les marges dels rius que travessen la zona (Estanda i Euzi, principalment) i rierols secundaris, així com dipòsits col·luvials, en zones de vessant. Aquestes terrasses al·luvials tenen un gruix generalment comprès entre tres i cinc metres, presentat un nivell de grava i còdols rodats, que de vegades se situa sota un altre nivell de naturalesa més argilosa.

Els sòls col·luvials, dipositats en zones de tàlveg i peu de vessant, tenen en general una composició argilosa, amb quantitats variables de sorra i grava, aquestes últimes anguloses.

Aflorament d'Idiazàbal

Des d'un punt de vista morfològic tot el traçat es desenvolupa a mitja vessant pel marge esquerre de la vall del riu Ursua que neix a Etxegarate i baixa fins Idiazàbal per unir-se amb l'Oria. Els vessants són en general de fort pendent i estan coberts de prats i arbrat.

A part d'excavar en roca, el traçat de la variant discorre sobre sòls col·luvials que omplen petits tàlvegs travessats per la traçada, així com sobre els sòls al·luvials o terrasses del riu Ursua.

L'àrea d'estudi es troba situada al flanc nord de l'Anticlinal de Zegama Etxegarate i més concretament, en l'anomenada unitat d'Oiz.

La unitat d'Oiz es presenta com un antiformal de direcció aproximada N120° E; llur nucli està constituït pels materials més antics del Complex Urgonià, mentre que en els flancs apareixen els materials del complex Albià-Cenomanià. El flanc sud enllaça amb la zona de nucli per contactes una mica tectonitzats, però més o menys normals, mentre que el flanc nord presenta contactes clarament mecànics.

És sobre els materials del complex Albià-Cenomanià, corresponents al flanc nord de l'anticlinal, sobre els quals es desenvolupa el traçat de la variant en qüestió. En tota l'àrea d'estudi, el massís rocós està constituït per les limolites i argil·lites gris fosc, amb intercalacions ocasionals de gresos.

Els afloraments d'aquests materials són molt abundants al llarg de tot el traçat, no només per l'escàs recobriment de sòls existent sobre els vessants, sinó especialment pels desmunts de la carretera actual, que són l'objecte d'aquest estudi.

Es tracta de materials estratificats en capes centimètriques i ocasionalment mètriques, constituïts per limolites, argil·lites i gresos, en proporcions tals que els gresos no superen en general el 20% del total.

Les argil·lites en estat sa presenten coloracions grises fosques, i inclouen amb freqüència nòduls ferruginosos de mida variable. Quan hi ha alteració el color canvia a marró groguenc amb zones ocres.

Les limolites presenten en estat sa color gris fosc, textura foliada i abundant mica, i quan és meteoritzada el color canvia a marró grisenc. Els gresos són de ciment calcari i color gris en estat sa, amb coloracions marró vermelloses a groguenques en estat meteoritzat.

Es tracta doncs de roques compostes fonamentalment per partícules de mida llim o argila i amb una proporció normalment escassa de sorra fina.

3. TÈCNiques ANALÍTIQUES UTILITZADES

3.1. Fluorescència de raigs-X

Segons Melgarejo et al. (2010), es tracta d'un assaig no destructiu mitjançant el qual es bombardeja la mostra amb raigs-X i aquesta emet, com a conseqüència, altres raigs-X característics dels àtoms de la substància analitzada. Aquesta reemissió de radiació s'anomena fluorescència. El procés físic que s'hi duu a terme consisteix bàsicament en un feix de raigs-X incident que afecta els electrons més propers al nucli dels àtoms de la mostra. La seva proximitat al nucli fa precisament que siguin els que posseeixen menys energia, de manera que són els primers en resultar afectats per l'impacte del feix. Aquests electrons adquireixen llavors més energia, cosa que els empeny a canviar d'orbital electrònic o inclús a ser expulsats de l'àtom (fig. 3.1.1).

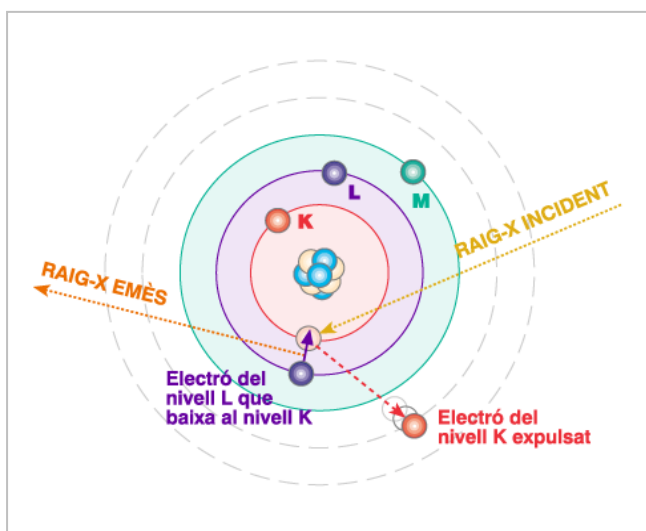


Figura 3.1.1. Esquema bàsic de la configuració dels orbitals electrònics d'un àtom i com funciona el procés de reemissió de raigs-X secundaris.

L'electró que canvia d'òrbita deixa una vacant que és immediatament reomplerta per un electró de la capa superior, de manera que aquest ha de perdre energia pel fet de baixar a una òrbita més propera al nucli (menys energètica). Aquesta pèrdua d'energia es tradueix en l'emissió d'un raig-X característic de l'àtom afectat. Aquest fenomen es produeix en cascada i, així, es van buidant vacants i reomplint-se des de nivells superiors de forma successiva.

Tot aquest procés, dut a terme a la resta d'àtoms de la mostra, porta a l'enregistrament d'un espectre característic de raigs-X que determina la composició de la mostra, tant pel que fa als elements com pel que fa a la quantitat. És un procés similar al que té lloc en l'EDS/EDX del microscopi electrònic, però en aquest cas la mostra es bombardeja amb raigs-X enlloc d'electrons. La font d'emissions pot ser un tub de raigs-X o la radiació d'un isòtop. Aquesta font és important que emeti raigs-X en una direcció perfectament correcta per tal que aquests raigs no siguin percebuts pel detector de fluorescència. El sistema de detecció i processament identifica l'energia del senyal emesa per la mostra i compta el nombre de senyals que succeeixen en una energia determinada, de manera que en determina els elements i les concentracions.

Per la realització d'aquest treball l'anàlisi de fluorescència s'ha realitzat amb un espectròmetre Panalytical (Philips) model PW2400 amb un tub de raigs-X de Rh a 60 KeV, 125 mA i 3000 W.

3.2. Calcimetria de Bernard

Aquest assaig s'ha realitzat seguint el mètode normalitzat NLT-116. S'utilitza per determinar el contingut en carbonat en una roca mitjançant el volum de CO₂ després atacant amb àcid clorhídric (HCl) una mostra finament convertida en pols, segons la reacció:

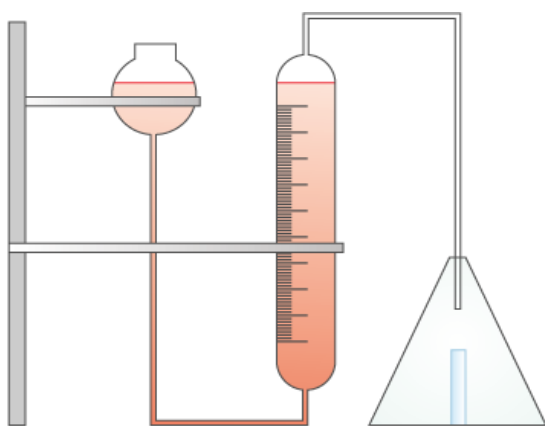


Figura 3.2.2. Esquema bàsic d'un calcímetre de Bernard.

Per dur a terme el procés s'empra un calcímetre de Bernard, que consisteix en un matràs Erlenmeyer amb un tub vertical a dins més una columna graduada unida al matràs i un dipòsit amb aigua saturada en NaCl o petroli, és a dir, líquids on no es dissolgui el CO₂ que es desprèn durant l'atac amb HCl. El volum del líquid que s'ha desplaçat correspon al CO₂ (fig. 3.2.2). L'assaig és vàlid tant per calcita (CaCO₃) com per dolomita (CaMg(CO₃)₂) i ankerita (CaFe(CO₃)₂) degut a que no reaccionen ràpidament amb HCl en forma de fragments minerals però si que ho fan convertits en pols fina.

3.3. Anàlisi Tèrmica

3.3.1. Anàlisi Tèrmica Diferencial

Aquest anàlisi permet estudiar els canvis que es produeixen en una mostra en funció de la temperatura. El procediment és el següent: s'escalfa sota condicions idèntiques una mostra i una substància tèrmicament inert, que serveix com a material de referència. Contínuament s'enregistra la temperatura del forn que les conté i la diferència de temperatures entre la mostra i aquesta material inert. La diferència de temperatura (ΔT) s'enregistra amb un termoparell diferencial, un situat a la mostra i un altre al material de referència. Tots dos s'escalfen simultàniament amb un mateix programa d'escalfament partint d'una diferència de temperatures igual a zero a l'inici del procés. Si la mostra presenta transformacions o si té lloc una reacció de descomposició amb absorció de calor el gradient tèrmic de la mostra canviarà ($\Delta T \neq 0^\circ$) respecte el material inert (que s'escalfarà constant i linealment segons la temperatura del forn). Aquesta variació s'enregistra com una força electromotriu desviadora respecte la línia base (on $\Delta T = 0^\circ$), mostrant la naturalesa del procés tèrmic que s'hi duu a terme. Així, segons si els processos són endotèrmics o exotèrmics es produeixen desviacions positives o negatives del gradient tèrmic respecte la línia base (MacKenzie, 1957). És un mètode sensible per detectar

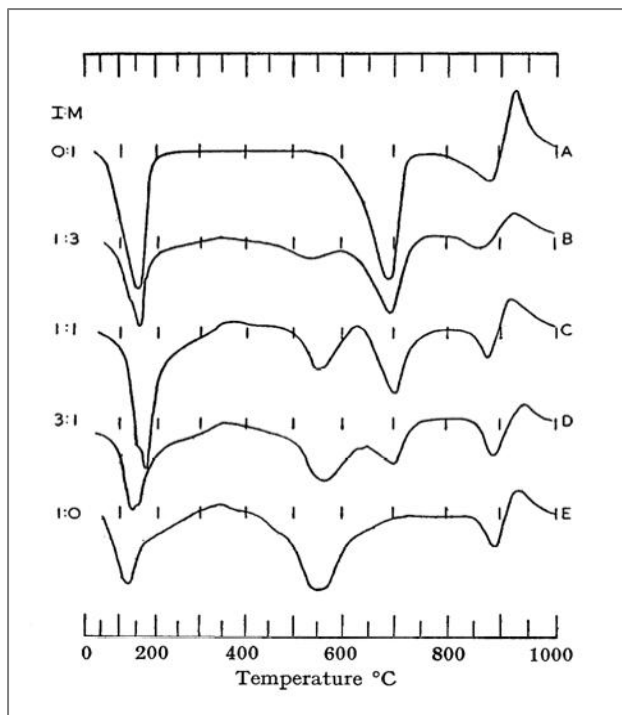


Figura 3.3.1.1. Corbes ATD de diferents proporcions d'interestratificats il·lita-esmectita (montmorillonita). Corba A: només montmorillonita, corba B: triple de montmorillonita que d'il·lita, corba C: mateixa proporció dels dos minerals, corba D: triple d'il·lita que de montmorillonita, corba E: només il·lita (MacKenzie, 1957)

variacions tèrmiques molt petites i capaç d'enregistrar transformacions molt lentes que se succeeixen a rangs de temperatures molt amplis. En la figura 3.3.1.1 es presenta un exemple de corbes ATD resultat d'escalfar diferents proporcions d'interestratificats il·lita/esmectita.

3.3.2. Anàlisi Termogravimètrica

Mètode semblant a l'Anàlisi Tèrmica Diferencial amb la diferència que el que es mesura en aquest cas són els canvis de massa de la substància analitzada en funció de la temperatura en constant augment a la qual és sotmesa en un forn. Quan la matèria és escalfada a diferents temperatures hi ha transformacions, algunes de les quals es tradueixen en canvis en la massa de la mostra. Analitzant les variacions de massa

com una funció de la temperatura ($m=f(T)$) es poden extreure conclusions respecte aquestes transformacions de la mostra. Representant aquestes dades en un gràfic, amb la temperatura a l'eix de les abscisses i la massa a l'eix d'ordenades, s'obté la corba termogravimètrica. A través d'aquesta corba es pot veure com la massa de la mostra varia sota la influència de l'energia tèrmica (fig. 3.3.2.1).

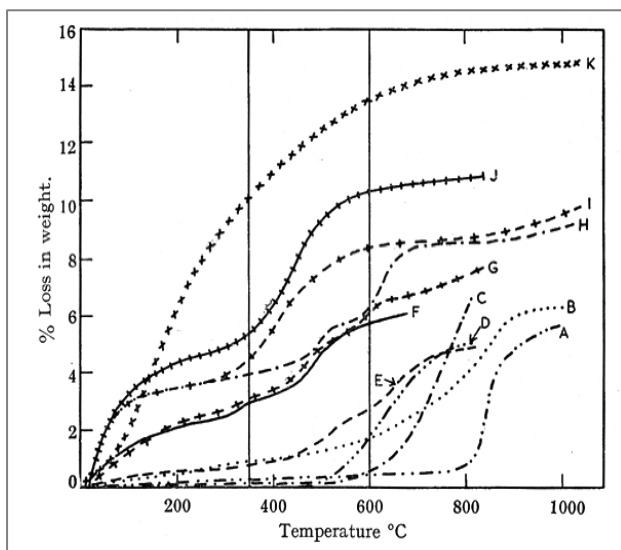


Figura 3.3.2.1. Corbes TG d'alguns miques d'argila i relacionats; A-talc (Tijola, Espanya), B-moscovita (Goshen, Massa-chusetts, EE.UU.), C-sericita (Prince Rupert, British Columbia, Canada), D-pirofilita (Carolina del Nord, EE.UU.), E-moscovita (de garbell 100), F-glaucanita (Lyons Warf, Maryland, EE.UU.), G-moscovita, H-il·lita (Ballater, Aberdeenshire, Escòcia), I-illite (Fithian, Illinois, EE.UU.), J-illite (Gal·les del Sud), K-moscovita (Goshen, Massachusetts, EE.UU.).

Analitzant les variacions de massa com una funció de la temperatura ($m=f(T)$) es poden extreure conclusions respecte aquestes transformacions de la mostra. Representant aquestes dades en un gràfic, amb la temperatura a l'eix de les abscisses i la massa a l'eix d'ordenades, s'obté la corba termogravimètrica. A través d'aquesta corba es pot veure com la massa de la mostra varia sota la influència de l'energia tèrmica (fig. 3.3.2.1).

3.3.3. Tipus d'aparell i condicions de mesura

Les anàlisis s'han realitzat amb un aparell Netzsch STA 409 C/CD pertanyent al Departament de Cristal·lografia de la Facultat de Geologia de la Universitat de Barcelona, utilitzant aproximadament uns 80 mg de mostra triturada en un morter d'agata fins a una mida de partícula inferior a les 100 μm en un cresol d'òxid d'alumini. El rang de temperatures ha estat entre 22°C i 1000°C, amb velocitat d'escalfament de 5°C

per minut. La pols d'alúmina (Al_2O_3 , Perkin-Elmer 0419-0197) s'ha utilitzat com a material de referència inert.

3.4. Porosimetria d'adsorció de nitrogen

Segons Benavente, D. (2002), aquesta tècnica permet obtenir la porositat d'una mostra, obtenint-ne l'àrea superficial de la roca i la distribució de mides de porus entre 0.3 nm i 300 nm. La adsorció té lloc degut a que el nitrogen i la superfície del sòlid no es troben en equilibri, que s'assoleix per l'acumulació de molècules de gas a la superfície de la mostra.

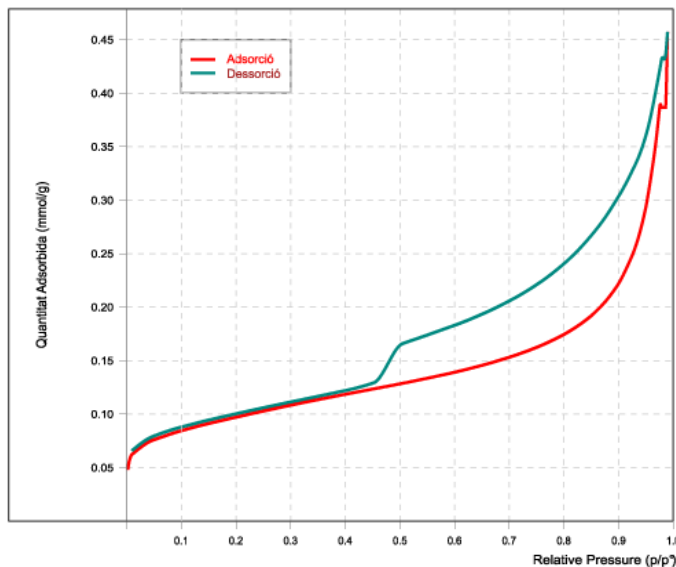


Figura 3.4.1. Corba d'adsorció – desorció.

Degut a aquesta adsorció es forma una capa de nitrogen adsorbida sobre el sòlid. Aquest procés continua fins que la capa es troba en equilibri termodinàmic amb el gas en contacte amb aquesta capa. Tots els gasos per sota de les seves temperatures crítiques tendeixen a adsorbir-se per forces de Van der Waals entre les molècules de gas i la superfície sòlida, procés anomenat adsorció física, en que no es produeix cap enllaç químic entre el gas i la superfície sòlida (adsorció química). Les isoterms d'adsor-

ció s'obtenen fent variar la pressió relativa (p/p_0) del gas a una temperatura constant i enregistrant la quantitat (en volum) de gas adsorbit pel sòlid. Quan es tenen pressions relatives baixes és quan es forma la primera capa de nitrogen (monocapa) adsorbit sobre la superfície sòlida. A mesura que es va augmentant la pressió relativa es van formant altres capes de gas damunt la capa preexistent (multicapes) i la posterior condensació capil·lar. L'augment de la pressió relativa provoca el col·lapse de les dues multicapes de la superfície, produint-se la condensació capil·lar. El gràfic que se'n obté és la corba d'adsorció (p/p_0 a les abscisses, mmol/g a les ordenades), que acaba quan s'ha assolit la saturació, és a dir, quan $(p/p_0)=1$ (fig. 3.4.1).

3.5. Slake Durability Test (SDT)

El Slake Durability Test (SDT) és l'assaig de referència més acceptat i amb més consens per mesurar la durabilitat de les roques. Aquest assaig va ser dissenyat per Franklin & Chandra (1972) i actualment és l'assaig estàndard de la International Society for Rock Mechanics per mesurar la durabilitat a l'ensorrament de les roques de gra fi (ISRM, 1981). El procediment d'assaig es descriu detalladament en la norma ASTM D4644 (1987), i en la ISRM (1981). A l'estat espanyol la norma de referència és la NLT-251/91.

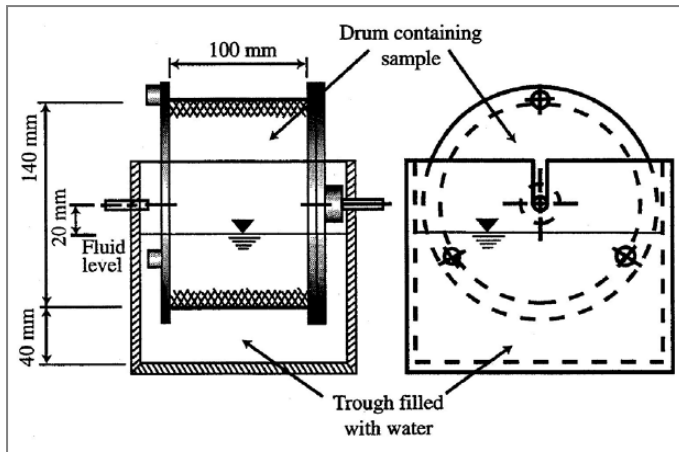


Figura 3.5.1. Esquema bàsic d'un aparell de Slake Durability Test (ISRM, 1979).

Classificació segons el SDT		
	Durabilitat	% Retingut després d'un cycle de 10 min.
1r cycle	Durabilitat molt alta	>99
	Durabilitat alta	98-99
	Durabilitat mitjana-alta	95-98
	Durabilitat mitjana	85-95
	Durabilitat baixa	60-85
	Durabilitat molt baixa	<60
2n cycle	Durabilitat molt alta	>98
	Durabilitat alta	95-98
	Durabilitat mitjana-alta	85-95
	Durabilitat mitjana	60-85
	Durabilitat baixa	30-60
	Durabilitat molt baixa	<30

Figura 3.5.2. Quadre de valors de durabilitat i classificació (Goodman, 1989).

sotmesa a cicles de gel-desgel i amb mostra sotmesa a cicles d'humitat-assecament. El resultat és l'Índex de Durabilitat (ID) per a cada cycle (fig. 3.5.2):

$$I_{D(1-5)} = \frac{\text{Pes sec després de 1 - 5 cycles}}{\text{Pes inicial de la mostra}}$$

3.6. Difracció de raigs-X

3.6.1. Mètode de pols cristal·lina

3.6.1.1. Introducció i funcionament del mètode

Melgarejo et al. (2010) expliquen que la distribució regular en l'espai dels components del mineral es descriu mitjançant les xarxes cristal·lines, que posen de manifest la repetició periòdica de la cel·la del mineral. La cel·la és doncs una unitat, en forma de paral·lelepípede, que repetida idènticament omple tot l'espai del cristall. La descripció de

És un assaig que permet conèixer el grau de durabilitat de la roca, és a dir, l'alterabilitat, la resistència a la disgregació, al canvi de les propietats degut a exfoliació, hidratació, fluència, dissolució, oxidació, abrasió i altres processos deguts fonamentalment a la meteorització, en especial en els casos en que s'ha produït un desmunt o una excavació i la roca queda exposada en un interval de temps molt curt. La mesura de la resistència es duu a terme assajant 10 fragments de roca, de 40 a 60 g, que se sotmeten a asseccament en una estufa a 105°C i posteriorment es dipositen en un tambor rotatiu (ASTM D 4644) la paret cilíndrica del qual constitueix una malla de 2 mm. Aquest tambor es disposa semi-submergit en aigua dins un dipòsit de metacrilat, girant a 200 rpm durant 10 minuts (fig. 3.5.1). Un cop acabat el cycle es seca la mostra i es mesura el percentatge de pèrdua de pes. Aquest procés es pot dur a terme fins a 5 cops i en tres modalitats: amb mostra de roca intacta, amb mostra

la cel·la proporciona tota la informació sobre l'estructura cristal·lina del mineral. Hi ha dos nivells de descripció de la cel·la: **a)** els paràmetres del paral·lelepípede $a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$, **b)** les coordenades dels àtoms a la cel·la i **c)** la simetria cristal·lina de la cel·la. Cada mineral es caracteritza, en primer lloc pels seus paràmetres de cel·la però pot passar que dos minerals diferents tinguin paràmetres de cel·la gairebé idèntics. En aquests casos, per distingir-los, cal tenir en compte el segon nivell, és a dir, quins àtoms (composició) hi ha a la cel·la i com es disposen (estructura). Com veurem, la difracció de pols cristal·lí ens informa sobre aquests dos nivells, i per tant ens permet distingir perfectament minerals amb xarxes similars.

Les xarxes periòdiques cristal·lines estan formades per plans reticulars regularment espaiats. Una xarxa cristal·lina conté plànols reticulars en orientacions diverses, que es denoten mitjançant tres enters h, k, l . L'espaiat que correspon a cada successió de plans paral·lels hkl s'indica mitjançant el símbol d_{hkl} . La llei de Bragg de la difracció permet obtenir per a cada mineral els valors dels seus espaiats (per exemple $d_{100}, d_{200}, d_{001}, d_{573}$, etc) i d'aquesta manera permetre la seva identificació. La llei de Bragg estableix que els raigs X es reflecteixen sobre els plans reticulars dels cristalls segons un angle (angle θ) que depèn del espaiat d_{hkl} :

Llei de Bragg: $n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta$, on λ és la longitud d'ona dels raigs-X (fig. 3.6.1.1.1).

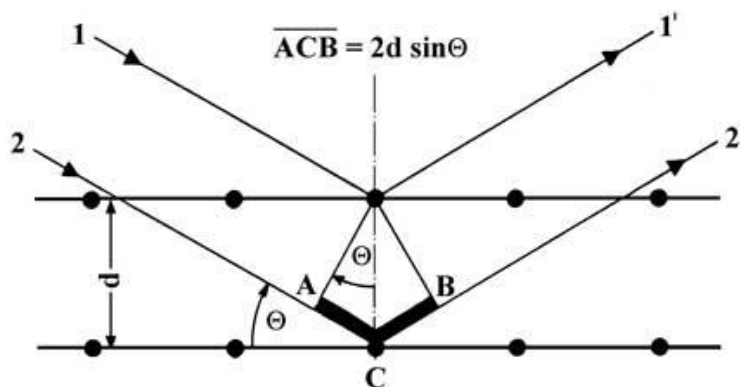


Figura 3.6.1.1.1. Esquema bàsic del funcionament de la llei de Bragg (Melgarejo et al., 2010)

Cada mineral està caracteritzat per una sèrie de valors de d_{hkl} . Aquests valors són coneguts i tabulats en una base de dades. D'aquesta manera, mitjançant els valors obtinguts en l'experiència de difracció, i consultant la base de dades, podem identificar el mineral. Pot passar que dos minerals diferents tinguin paràmetres de cel·la gairebé idèntics i, en aquest cas, els espaiats d_{hkl} seran gairebé iguals. Així, cal tenir en compte un altre resultat de la difracció: la intensitat amb la que cada pla reticular reflecteix els raigs-X. La intensitat depèn dels àtoms de la cel·la, i de la seva distribució. En resum, els espaiats reticulars dels minerals depenen dels paràmetres de la xarxa, mentre que la intensitat dels raigs-X reflectits pels plans reticulars depèn de l'estructura. La identificació de minerals mitjançant difracció s'utilitza, en primera instància, els valors dels espaiats i, en segona instància, les intensitats reflectides.

Així, en teoria, el mètode d'identificació consisteix en: **a)** Obtenir els angles θ de les reflexions, **b)** Mesurar la intensitat reflectida i **c)** calcular, mitjançant la llei de Bragg, els

espaiats reticulars. La llista dels espaiats, ordenats en ordre decreixent (per tant en ordre creixent de l'angle θ), amb la corresponent intensitat reflectida és la base de la identificació de minerals mitjançant la difracció.

El mètode de pols cristal·lí permet obtenir una llista de espaiats i intensitats de la forma més ràpida i senzilla. La mostra del mineral o de roca a identificar es polvoritza amb cura, i la pols es disposa en un portamostres (en general, alguns mm^3 són suficients) i el resultat de la polvorització és l'obtenció d'un nombre molt elevat de petits cristalls, per exemple 10^9 cristalls. Cada cristallet pot reflectir els raigs-X si està en l'orientació adequada respecte del feix de raigs-X. El nombre tan elevat de cristalls a la mostra garanteix que tots els plans reticulars tindran ocasió de produir reflexions de Bragg, perquè, per a cada pla reticular d_{hkl} sempre hi haurà un cert nombre de cristalls en l'orientació adequada respecte del feix de raigs-X. Típicament, la pols es pot disposar formant una superfície plana de 1-2 cm^2 , o alternativament, omplint un capil·lar de vidre no absorbent, amb un diàmetre interior d'uns 0,5 mm.

L'instrument per a la mesura del difractograma és el difractòmetre de pols. Consisteix en una font productora de raigs-X, un portamostres muntat sobre un goniòmetre giratori i un detector. El difractograma és un gràfic que en abscesses indica l'angle de difracció i en ordenades la intensitat corresponent. Els màxims o pics d'intensitat corresponen a reflexions de Bragg. Obtingut el difractograma (fig. 3.6.1.1.2), i extrets les dades de difracció de la mostra problema, la identificació consisteix a trobar a la base de dades, el mineral el difractograma correspon amb el problema. Atès que la base de dades de difracció de pols consta de molts milers d'entrades, cal utilitzar un mètode sistemàtic que condueixi amb seguretat a la solució del problema. Des de 1936 existeix un mètode manual d'identificació (Mètode Hanawalt), molt eficient. No obstant això, actualment s'utilitza programari especialitzat que porta a terme aquesta tasca de forma totalment automàtica i amb extrema rapidesa. Un exemple és el programa Panalytical HighScore Plus 2.1, utilitzat en aquest treball.

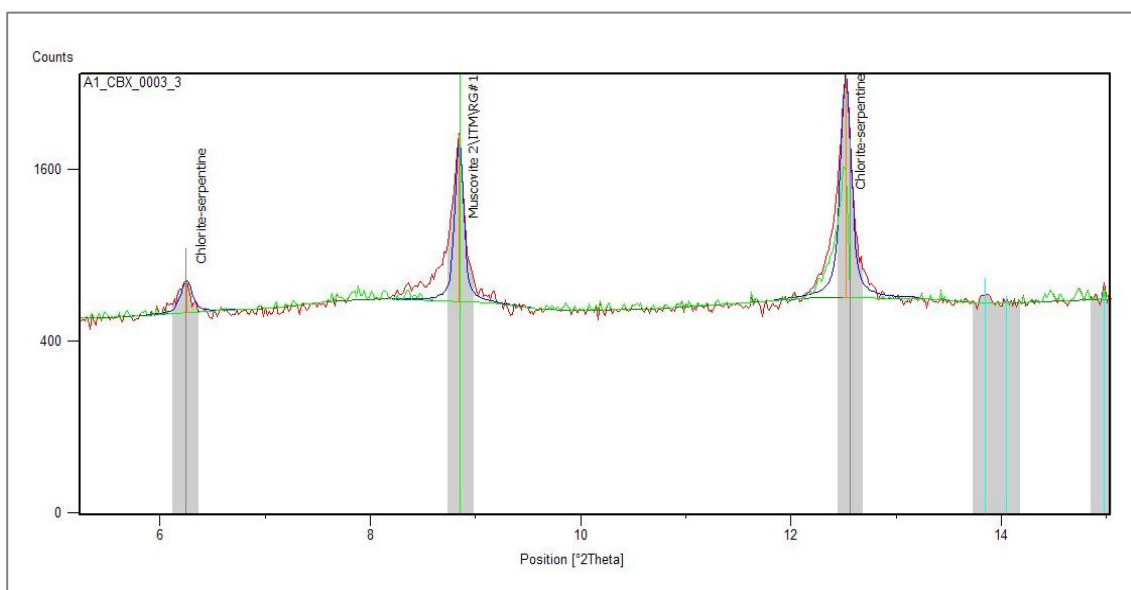


Figura 3.6.1.1.2. Espectre de difracció de raigs-X de la mostra IM-6 de Guipúscoa fins a un angle de $2\theta=15^\circ$. La corba vermella correspon al perfil observat pel difractòmetre de pols. La corba blava correspon al perfil calculat mitjançant el software Panalytical Highscore. La corba verda correspon al residu. En aquest espectre de difracció s'hi ha identificat clorita i moscovita.

És evident que la mostra problema pot ser una barreja de dos, tres o molts minerals. En aquests casos, el difractograma experimental (diffractograma multi fàsic) és la superposició dels difractogrames individuals de cada mineral per separat. Per tant, en una barreja complexa de molts minerals, el difractograma presentarà igualment una complexitat gran. En el difractograma multi fàsic hi ha la possibilitat de quantificar el percentatge de cada mineral en la barreja: en efecte, el mineral més abundant produirà intensitats de difracció majors i l'altura relativa dels pics de difracció permet obtenir la quantitat de cada fase. En aquest mètode es poden detectar minerals amb menys d'un 1% en pes, però en alguns casos especials que permeten separació (minerals densos, minerals magnètics) el límit de detecció sobre la barreja original (abans de procedir a la separació) pot ser molt menor (per exemple 0,01%).

La difracció de pols ha estat àmpliament utilitzada, a nivell qualitatiu, per identificar minerals en una mescla. No obstant, en els últims anys s'han millorat substancialment les aplicacions quantitatives a partir del mètode de Rietveld. Aquesta potent eina, amb el suport de programari adequat, com el programa TOPAS v.2.1, possibilita el refinament d'estructures cristal·lines a partir del diagrama de pols. Però, a més, si es coneixen les dades estructurals dels minerals d'una mescla, es poden arribar a establir les composicions químiques dels components (en el cas que cada un d'ells formi part d'una sèrie isomòrfica) i les proporcions de cada un dels minerals en la mescla.

3.6.1.2. Mètode de Rietveld: ajust del perfil de DRX

Salvador Galí et al. (2010) exposen que el refinament d'una estructura cristal·lina pel mètode de Rietveld (Young, 1995) consisteix en minimitzar la diferència entre un difractograma experimental, obtingut mitjançant el difractòmetre de pols, i un difractograma calculat, obtingut amb el software corresponent (en el cas d'aquest treball, el programa TOPAS 2.1), utilitzant un model estructural aproximat i uns paràmetres que permetin distribuir les intensitats de les diferents reflexions del difractograma. Aquest mètode no utilitza les intensitats integrades de pics de difracció, sinó que empra tot el difractograma de pols i resol, almenys en part, el problema del solapament de pics, com per exemple, el que succeeix amb la moscovita i la il·lita, en el cas de les mostres de Gipúzkoa. A més, aquest mètode permet extreure la màxima informació existent en el difractograma. La funció que cal minimitzar, S_y , es dona en la següent equació:

$$S_y = \sum_i w_i |y_i(0) - y_i(c)|^2$$

on $y_i(0)$ i $y_i(c)$ són la intensitat observada i calculada respectivament del i -èssim punt del conjunt de dades i w_i és el pes assignat a cada punt.

Són necessaris dos tipus de paràmetres per a obtenir les intensitats calculades. Per una banda es necessiten els paràmetres que permeten calcular les intensitats de les diferents reflexions (paràmetres de xarxa, grup espacial, posicions atòmiques, factors d'agitació tèrmics (iso o anisotròpics), factors d'ocupació per a cada una de les fases presents en la mostra. Aquest conjunt de paràmetres, sense incloure els valors de la cel·la unitat, se solen englobar sota un conjunt denominat "paràmetres atòmics". Per altra banda, hi ha un grup de paràmetres que

afecten a tot el difractograma i que permeten distribuir les intensitats de les reflexions en cada un dels punts del difractograma on afecten. Aquest conjunt de variables denominades “paràmetres globals” són:

1. Factor d'escala del difractograma
2. Paràmetres que permeten descriure el fons (*background*)
3. Desplaçament del zero
4. Paràmetres que descriuen la forma dels pics
5. Factors d'escala de cada fase per a mesclades de compostos cristal·lins
6. Coeficients que corregeixen els efectes d'orientació preferent
7. Coeficients que corregeixen el fenomen d'extinció
8. Paràmetres que corregeixen la absorció en superfícies rugoses
9. Valors de la cel·la unitat

Durant el refinament, els paràmetres atòmics i els globals s'optimitzen en un procediment de mínims quadrats fins a obtenir el millor ajustament possible. Aquest procediment es duu a terme igualment amb software especialitzat, com el programa FullProf o el programa TOPAS v.2.1 (fig. 3.6.1.2.1)

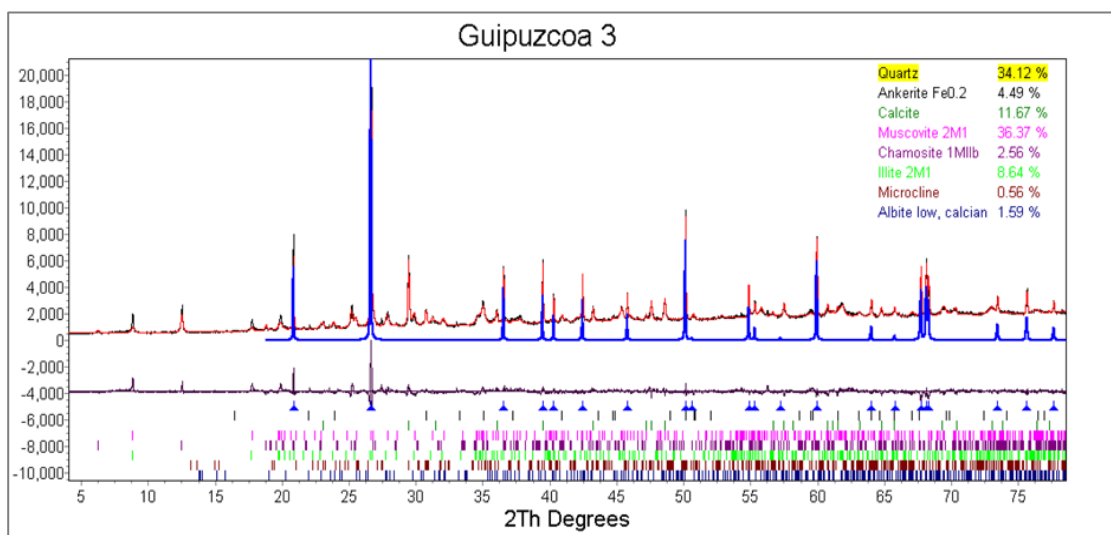


Figura 3.6.1.2.1. Quantificació de fases mitjançant el programa TOPAS v.2.1. La corba blava és el diagrama calculat del quars mentre que la corba vermella i la negra (superposades) corresponen al diagrama calculat i experimental respectivament de totes les fases. Les marques inferiors indiquen la possible posició de pic de cada fase mineral.

3.6.2. Difracció de raigs-X de pols cristal·lina pel mètode dels agregats orientats

L'objecte de la preparació de l'agregat orientat està específicament indicada per a reforçar les reflexions basals, que són les que permeten diferenciar els diferents fil·losilicats entre si, així com eliminar les reflexions dels minerals no laminars. Per a això es prenen 5 mg per cm² de vidre utilitzat per realitzar l'agregat i es prepara una suspensió amb 2,5 ml d'aigua destil·lada. Els agregats orientats es preparen amb l'ajuda d'una pipeta, deixant caure gota a gota i perpendicularment la solució sobre els vidres prèviament siglats. A continuació es deixa evaporar l'aigua a temperatura ambient fins obtenir un agregat homogeni. En general, per a la identificació dels minerals de l'argila és

necessari usar tractaments que permetin diferenciar entre els fil·losilicats que tenen el mateix espaiat basal. Els agregats orientats s'han sotmès als següents tractaments:

-Saturació amb etilenglicol: s'introdueix l'agregat orientat en una atmosfera saturada en etilenglicol durant 48 hores a una temperatura de 60°C (Moore, 1989). Aquest tractament s'utilitza per detectar la presència de minerals expansibles com les esmectites o els interestratificats il·lita-esmectita, que mitjançant aquest tractament adquireixen un major espaiat reticular de les seves làmines.

-Tractament tèrmicament a 550°C: s'escalfa l'agregat orientat en un forn a 550°C durant 2 hores (Martín Vivaldi i Rodríguez Gallego, 1961). S'utilitza per assegurar la presència de caolinita i veure el comportament dels minerals expansibles i, específicament, la clorita.

Un cop acabada la preparació de les mostres, es procedeix a la seva difracció, i l'interval d'exploració en aquest cas de 2° a 35° (2 Φ). Entre 2° i 13° apareixen les principals reflexions basals dels fil·losilicats.

Mitjançant el potent software Panalytical HighScore Plus 2.0 es poden analitzar i interpretar els difractograms de raigs-X (fig. 3.6.2.1)

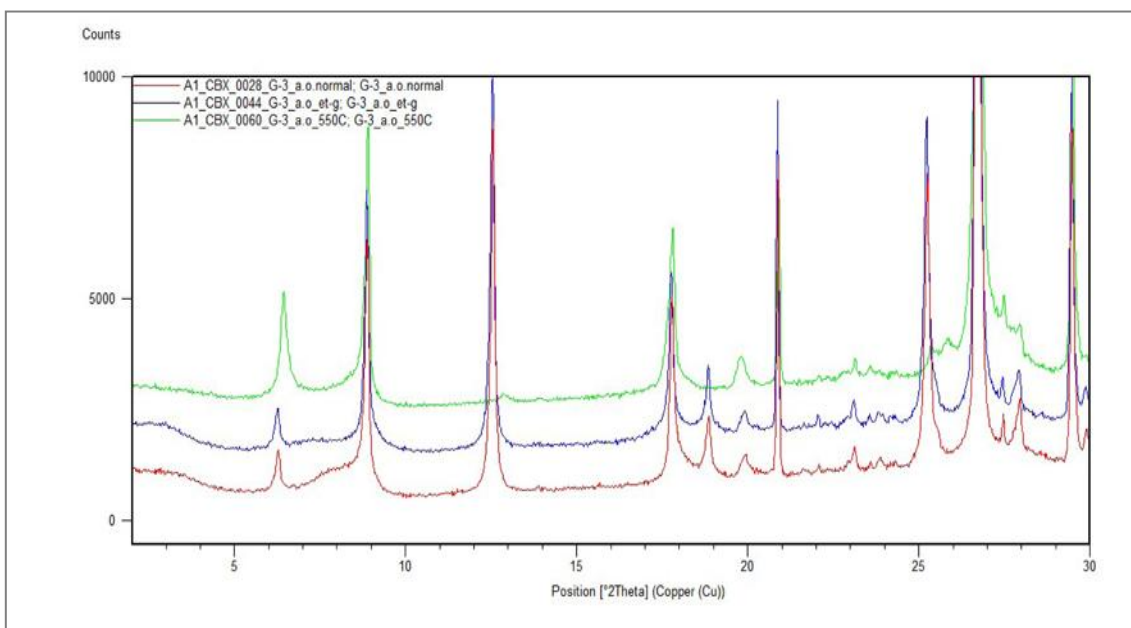


Figura 3.6.2.1. Diffractograma de raigs-X d'agregats orientats d'una de la mostra IM-4 representat amb el software comercial Panalytical Highscore Plus 2.0. Les corbes amb els diferents tractaments es troben superposades per a la seva comparació. En verd, tractament tèrmic a 550°C. En blau, saturació en etilenglicol. En vermell, la mostra sense tractar.

3.6.3. Tipus d'aparell i condicions de mesura

La difracció de raigs-X es va dur a terme amb un difractòmetre Panalytical X'Pert PRO MPD ALFA 1 amb radiació incident monocromàtica Cu K α 1 radiació $\lambda^\circ = 1,54060 \text{ \AA}$, a 45 Kv i 40 mA, equipat amb un detector PS amb una amplitud de 3° (posicions inicial i final 2 θ de 4°-80°). Tres conjunts de dades s'han obtingut amb diferents condicions: **a**) una mida de pas de 0,0170° (2 θ) i un temps d'exploració de 300 segons i franja de divergència fixa de 0,25°, **b**) la mida de pas de 0,0170° (2 θ) i temps d'exploració de 50 segons i i franja de

divergència variable i **c)** Agregats orientats: temperatura ambient, (posició inicial i final 2θ de 2° - 80°), escalfament fins a 550°C (posició inicial i final de 2θ 2° - 30°) i saturat amb etilenglicol, (posició inicial i final de 2θ 2° - 30°), mesurat en les mateixes condicions que b).

3.7. Anàlisi textural

3.7.1. Microscopi petrogràfic

El microscopi petrogràfic s'utilitza per a examinar i identificar els minerals transparents en làmina prima, basant-se en les seves propietats òptiques, i és igualment útil per a la interpretació de la textura de les roques.

Les diferents associacions minerals, així com les relacions texturals entre aquests minerals han estat estudiades en làmines primes polides utilitzant microscòpia de llum transmesa i reflectida. L'equip usat ha estat un microscopi òptic de polarització Nikon Eclipse LV100 POL del Departament de Cristal·lografia, Mineralogia i Dipòsits Minerals de la Facultat de Geologia de la Universitat de Barcelona (fig. 3.7.1.1).

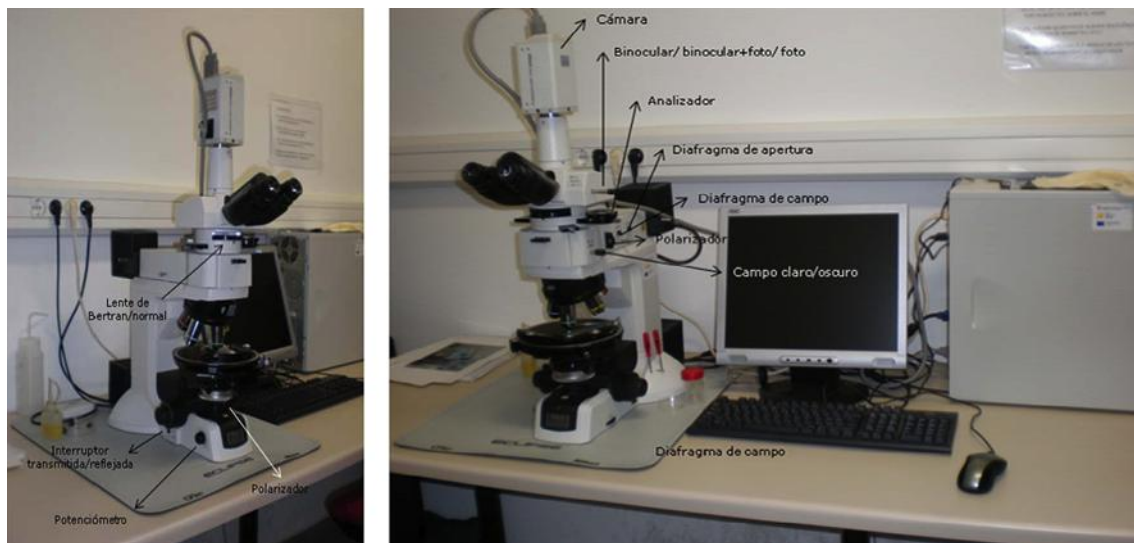


Figura 3.7.1.1. Microscopi òptic Nikon utilitzat en l'estudi textural de les mostres en làmina prima.

3.7.2. Microscopi electrònic d'escombrat amb analitzador d'energies (SEM-EDS)

Tal i com exposen Melgarejo et al. (2010), el microscopi electrònic d'escombrat (Scanning Electron Microscope, SEM) està especialment indicat en aquells casos, dins el context de l'estudi petrogràfic de roques, en què el mida de gra és massa fi per a una correcta identificació mitjançant el tradicional microscopi òptic. Mides inferiors a la mida llim ($62\ \mu\text{m}$ i inferiors) són molt difícils o impossibles d'observar inclús utilitzant objectius de gran augment, de manera que cal recórrer a tècniques d'observació directes més sofisticades. El microscopi electrònic d'escombrat permet la obtenció d'una imatge de la mostra mitjançant l'escombrat d'aquesta amb un feix d'electrons. Aquesta imatge es genera gràcies a la interacció entre els electrons incidents i la mostra analitzada, prèviament

polida, estabilitzada i tancada en una cambra al buit més estricte, per tal d'evitar la dispersió dels electrons degut a les molècules d'aire. La imatge s'emet a través d'un monitor connectat al microscopi i un potent software de control (xT Microscope Control) permet la calibratge i manipulació, tant de l'aparell, com de la imatge mateixa.

El microscopi electrònic es compon de diferents elements bàsics: un canó d'electrons amb un filament emissor, lents magnètiques que dirigeixen i focalitzen el feix sobre la mostra, sistema d'escombrat, un portamostres mòbil amb gir universal i sistemes d'obtenció de la imatge i d'anàlisi (fig. 3.7.2.1).

Si la mostra no és estrictament conductora, és necessari que, per tal d'obtenir els millors resultats en l'observació, aquesta es recobreixi amb una pel·lícula de material conductor, generalment carboni, tot i que també pot emprar-se or o alumini.

Les interaccions entre els electrons incidents i la mostra originen l'emissió d'electrons secundaris, d'electrons retrodispersats i de raigs-X característics dels elements presents a la mostra. Aquests últims permeten una anàlisi química qualitativa i, en alguns casos,

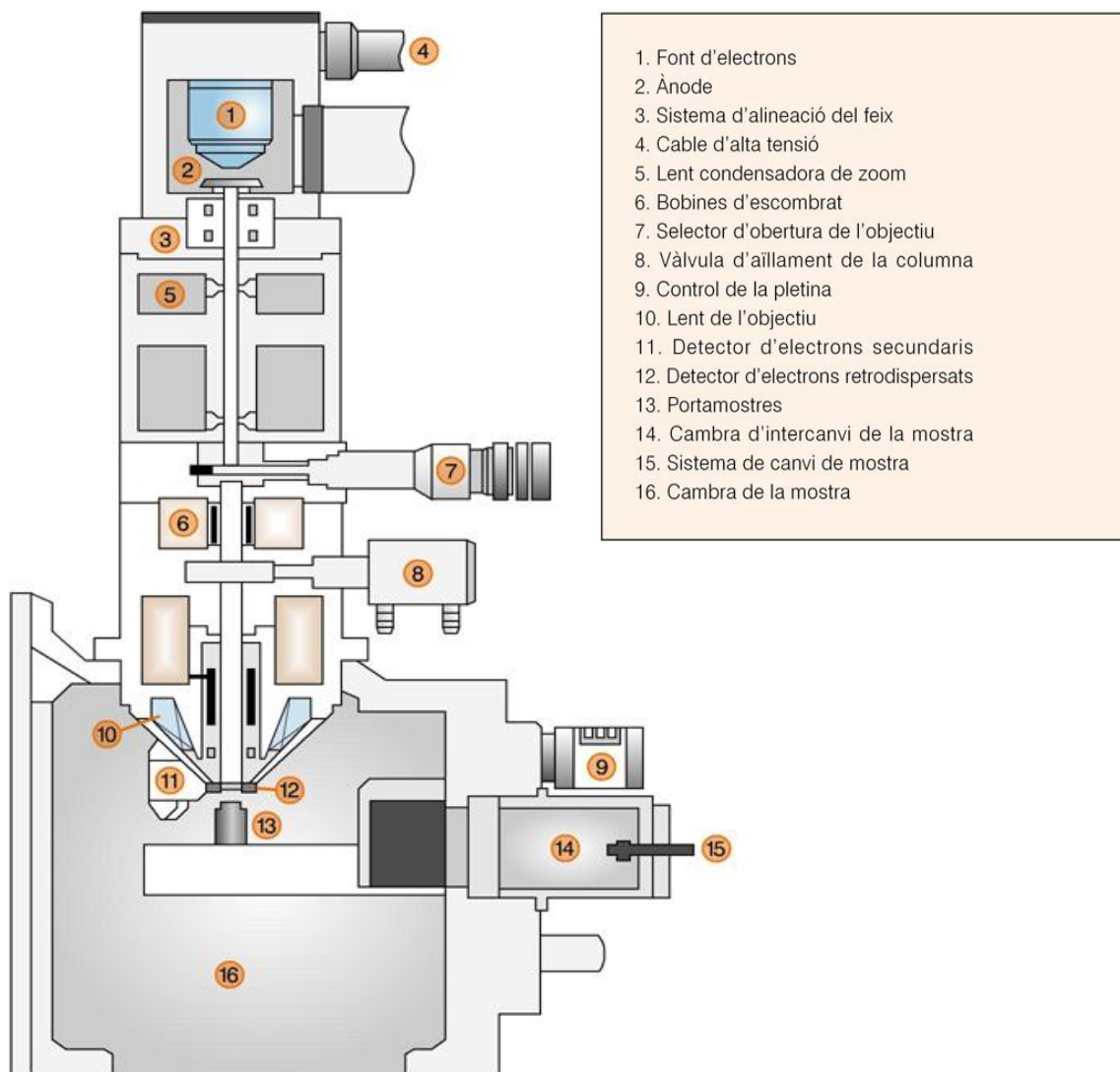


Figura 3.7.2.1. Esquema bàsic d'un microscopi electrònic SEM-EDS (Modificat i vectoritzat de Melgarejo et al., 2010).

semi-quantitativa. Els detectors que conté el SEM amplifiquen la senyal emesa per la superfície de la mostra quan és escombrada per un feix molt fi d'electrons. Aquesta senyal, un cop amplificada, és visualitzada en un monitor TFT d'ordinador convencional o en un televisor.

Les interaccions entre els electrons incidents i els àtoms de la mostra es classifiquen segons si són elàstiques, inelàstiques i emissió de radiació de frenat. Les primeres modifiquen la trajectòria dels electrons incidents, mentre que les segones provoquen una pèrdua d'energia. Els electrons secundaris (*secondary electrons, SE*) són electrons de la mostra que són emesos durant les col·lisions inelàstiques i són de baixa energia (desenes d'eV). D'aquests només poden escapar de la mostra els generats durant l'entrada dels electrons incidents o els generats durant la sortida en els primers nanòmetres per sota de la superfície. La resta són absorbits per la mostra. Els electrons retrodispersats (*back-scattered electrons, BSE*) són aquells del feix incident que són reflectits per la mostra

després de recórrer una trajectòria en zig-zag d'entrada i sortida per la mateixa superfície, fruit d'experimentar múltiples col·lisions elàstiques i inelàstiques en el seu interior (fig. 3.7.2.2), col·lisions que donen com a resultat els electrons secundaris.

Els electrons secundaris tenen, per conveni, una energia menor de 50 eV. El nombre d'electrons secundaris que es produeix durant el bombardeig de la mostra varia amb l'angle d'incidència del feix sobre la mostra, de manera que la seva utilitat principal és l'observació de la topografia en quant que les superfícies més perpendiculars al feix incident tindran més reflectivitat que les superfícies amb cert angle (fig. 3.7.2.3).

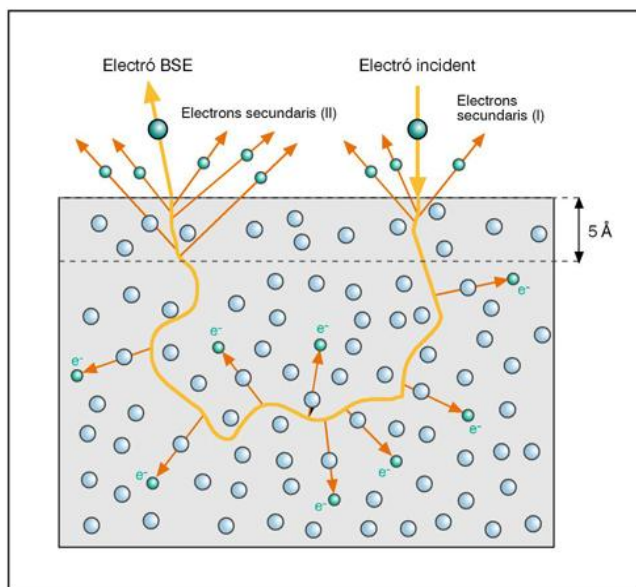


Figura 3.7.2.2. Interacció dels electrons incidents amb els àtoms de la mostra i producció d'electrons secundaris. Per sota dels 5 Å els electrons emesos pels àtoms degut a la interacció amb els electrons incidents són absorbits per la mostra. Per sobre d'aquest llindar són expulsats a l'exterior (electrons secundaris) i captats pels detectors del SEM. Els electrons retrodispersats, en canvi, són aquells electrons incidents que, després del seu recorregut per l'interior de la mostra (produint electrons secundaris durant el trajecte) acaben sortint a l'exterior reflectits (Modificat i vectoritzat de Melgarejo et al., 2010).

Els electrons retrodispersats, per contra, depenen en gran mesura del nombre atòmic de la substància analitzada, de manera que, materials amb un elevat Z presentaran una reflectivitat elevada (colors blancs o grisos molt clars) i materials amb un baix Z presentaran menys reflectivitat electrònica (colors grisos a gris fosc i negre), de manera que, en petrografia, es pot obtenir una primera aproximació a la química del mineral analitzat basada en l'escala de grisos obtinguda (fig. 3.7.2.4). Això permet, per exemple, veure molt bé zonacions intercrystal·lines, incús les que són de caràcter progressiu o obtenir seqüències de cristal·lització a microescala, però, per sobre de tot, les imatges

d'electrons retrodispersats són molt útils per a localitzar minerals amb elements pesants, com per exemple òxids i sulfurs metàl·lics.

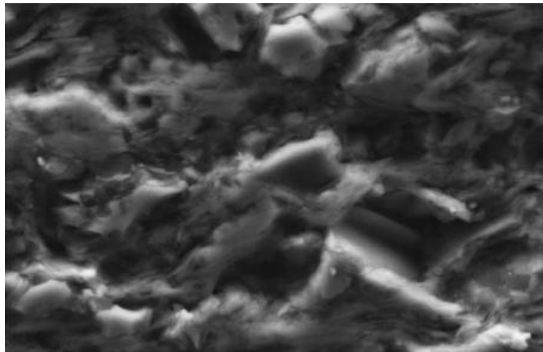


Figura 3.7.2.3. Imatge produïda mitjançant el detector d'electrons secundaris, donant sensació de relleu. Mostra m-4.

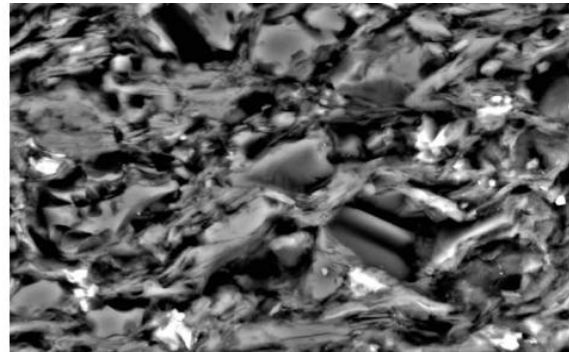


Figura 3.7.2.4. La mateixa imatge de la figura 3 produïda mitjançant el detector d'electrons retrodispersats, sense relleu, on l'escala de grisos és un indicador del pes atòmic dels compostos analitzats. Mostra m-4.

Durant les col·lisions inelàstiques els electrons incidents poden arrencar electrons de les capes més profundes dels àtoms, sempre i quan l'energia de l'electró que incideix sigui superior al llindar d'ionització de la capa atòmica afectada. Quan un àtom té una vacant en una capa interna es produeix un salt energètic d'un electró d'una capa superior per omplir aquest buit, que, alhora, deixarà una vacant en aquesta capa superior. Aquesta nova vacant serà reomplerta per un electró d'una capa superior i així successivament. En cada salt, es produeix una emissió de raigs-X característics de cada element químic, que té una energia equivalent a la diferència energètica entre els dos nivells atòmics en que s'ha produït el salt, de manera que cada substància emet una seqüència de raigs-X característics de la seva composició.

El SEM incorpora un detector de raigs-X que precisament s'encarrega d'analitzar aquests espectres característics anomenat EDS (*Energy Dispersive Spectrometer*) o EDX (*Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy*) que identifica les energies dels raigs-X emesos per la mostra. D'aquest amanaera es permet saber quins elements químics hi ha en un punt concret de la mostra, generant un gràfic de pics d'intensitat energètica (fig. 3.7.2.5).

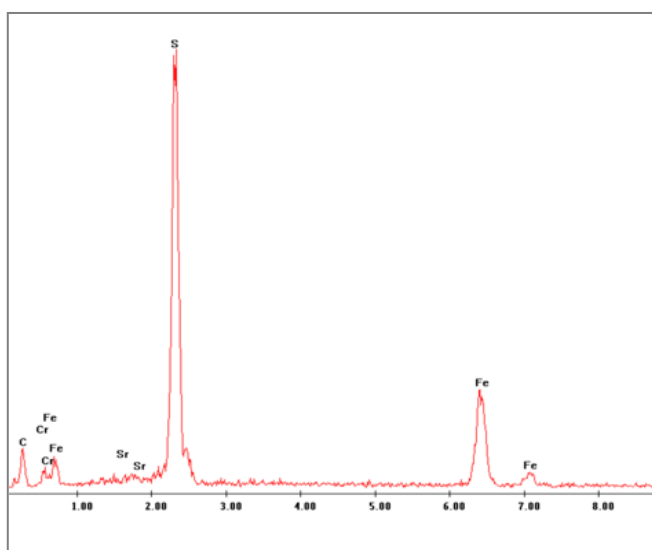


Figura 3.7.2.5. Espectre de difracció mitjançant EDS d'un agregat de cristalls de pirita.

Això permet establir una anàlisi química qualitativa de tots aquells punts de la mostra que són rellevants, i és d'especial importància en petrografia en tant que la identificació visual basada en la morfologia sovint no permet arribar a resultats concloents. Com que el feix d'electrons que excita la mostra pot ésser molt fi (menys d'1 μm), l'ús de l'EDS permet identificar els elements presents en volums de la mostra inferior a 3 μm^3 . No obstant, és inevitable que amb freqüència l'analitzador detecti energies de substàncies adjacents al punt d'interès, especialment en casos on el cristall o el gra és molt petit (de pocs μm).

També cal assenyalar que la intensitat dels raigs-X produïts per cada element depèn de la quantitat que n'hi hagi a la mostra. Així, per una banda tenim un espectre característic en que la posició de cada pic indica l'energia característica d'un element concret i l'alçada d'aquest pic indica la quantitat d'aquest element (donat que n'és directament proporcional), de manera que obtenim, en una mateixa anàlisi, resultats tant qualitius com quantitius dels elements químics presents en el punt d'interès.

En quant a la preparació de la mostra, la correcta visualització en làmina prima al SEM implica l'ús del polit metal·logràfic per a l'obtenció d'una superfície el més perfectament plana possible i per mantenir inalterada la integritat dels minerals en secció, de manera que els cristalls romanguin uniformes i no presentin trencaments pels plans d'exfoliació i altres fenòmens de degradació fruit de processos de polit menys precisos i curosos.

Per al polit metal·logràfic s'utilitza una polidora metal·logràfica (fig. 3.7.2.6) o desbastadora durant els últims estadis del procés (norma ASTM E-112). En primer lloc es desbasta uniformement la superfície de la mostra amb paper de vidre humit cada cop més fi fins arribar al paper amb menor mida de gra. La finalitat és aconseguir una superfície plana, sense rastres de marques de les eines i en que totes les marques de l'esmerilat segueixin la mateixa direcció. Es pot esmerilar en sec a condició de no produir canvis estructurals per l'escalfament de la mostra, evitant a tota costa pressions elevades

que escalfin o distorsionin la superfície d'estudi. Un cop finalitzat aquest procés la mostra es renta i es seca. A continuació es repeteix el procés amb esmerilats de grans cada cop més fins procurant sempre que les marques segueixin la mateixa direcció, és a dir, fent moviments lineals i no pas rotatoris. però en cada etapa cal que aquests moviments formin un angle de 90° amb les marques produïdes en l'anterior etapa. El procés s'acaba amb el més fi dels esmerils, deixant marques molt fines en tota la superfície i en una sola direcció. Posteriorment, quan el paper de



Figura 3.7.2.6. Polidora metal·logràfica SMARTLAM 1.0.

vidre més fi ha complert la seva funció, el que es busca és una superfície plana sense imperfeccions ni ratllades obtinguda mitjançant una roda giratòria humida coberta amb una tela circular especial carregada amb partícules abrasives curosamment seleccionades. Normalment s'utilitzen òxids metàl·lics com a abrasius, en especial alumina (òxid

d'alumini, Al_2O_3) o pols de diamant industrial de mida molt fina, així com silici col·loïdal, amb granulometries que van des de els 25 μm fins a 0,1 μm . En un primer pas la mostra es subjecta, o bé amb la mà, o bé amb un capçal automàtic per a polir diverses mostres alhora, en una posició sobre el disc, sense girar la mostra, de manera que s'eliminen la majoria de les ratlles anteriors produïdes pel desbastament. Després es fa girar amb lentitud en sentit contrari al de rotació de la roda, fins que només es veuen les marques de l'alúmina. La rotació de la mostra redueix a un mínim el perill de formació de ranures.

Un cop la mostra ha estat sotmesa al polit metal·logràfic cal aplicar-li un recobriment d'algun material que la faci conductora i alhora sigui el més transparent possible als raigs-X. Aquest material és, idòniament, el carboni (grafit estructuralment parlant). Esquemàticament, el procediment per a dur a terme el recobriment consisteix en dos

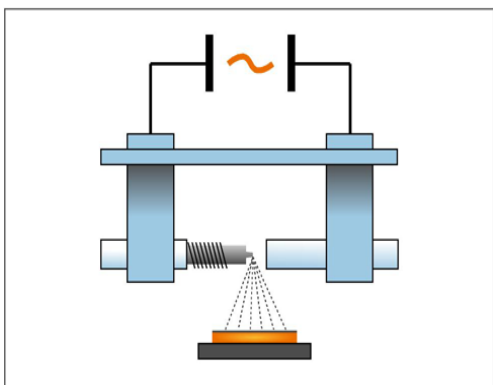


Figura 3.7.2.7. Funcionament esquemàtic del recobriment amb carboni de la mostra.

elèctrodes connectats a una font de corrent altern de baix voltatge i alta intensitat entre els que s'intercala una barra de carboni acabada en una punta esmolada (fig. 3.7.2.7).

En passar el corrent la punta de la barra es va evaporant, de manera que ruixa la mostra amb una fina capa de carboni. La punta va acohlada a una molla que la manté en tot moment en contacte amb l'altre elèctrode. Tot el conjunt es tanca al buit amb la finalitat de que la deposició de la pel·lícula de carboni sigui el més òptima possible. Un cop acabat el

polit metal·logràfic es pot procedir a l'estudi de la mostra. Per a fer-ho s'ha utilitzat un SEM model ESEM Quanta 200 FEI, XTE 325/D8395 pertanyent als Serveis Científico-Tècnics de la Universitat de Barcelona (fig. 3.7.2.8). S'introdueix a la cambra de la mostra i es fa el buit mitjançant el software de control del SEM (fig. 3.7.2.9). Un cop fet el buit ja es pot activar el feix d'electrons (en aquest cas a 20.00 kV) amb la qual cosa la imatge ja apareix immediatament en pantalla.



Figura 3.7.2.8. Microscopi d'escombrat electrònic (SEM) model ESEM Quanta 200 FEI, XTE 325/D8395 dels Serveis Científico-Tècnics de la Universitat de Barcelona. La cambra de la mostra és oberta. Disposa de tres monitors. Un d'ells per a la gestió dels arxius generats, l'altre per al software de control xT i per a la visualització de les imatges i un tercer monitor per al espectres d'EDS.

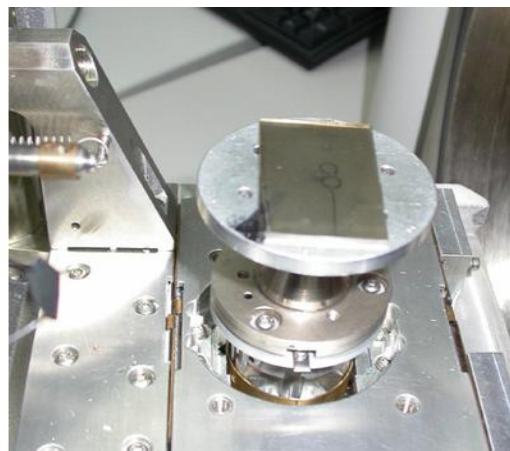


Figura 3.7.2.9. Mostra a analitzar en forma de làmina prima dipositada sobre el portamostres, a punt d'entrar dins la cambra de buit.

En conclusió, el microscopi electrònic d'escombrat esdevé una eina de gran utilitat per a la descripció mineralògica i textural de roques, especialment d'aquelles de gra molt fi, on el microscopi òptic petrogràfic, degut a les seves limitacions, no hi arriba amb precisió. Per tant, el SEM és un complement molt valuós a l'ús del microscopi petrogràfic, que ens permet obtenir una descripció molt més acurada de la mostra. Quan el SEM incorpora EDS llavors es pot obtenir una informació addicional molt valuosa sobre la composició química de les diferents fases minerals que constitueixen la roca.

4. TALUSSOS DE LA VESSANT D'ORMAIZTEGI

4.1. Descripció dels talussos

Segons els estudis previs de la Diputació Foral de Gipúzkoa (2009), en els desmunts investigats pertanyents a aquest tram de la GI-632 (PK 3.700 a PK 4.710), l'estructura general, presenta una estratificació amb direccions segons NE-SO a EO, i cabussaments al voltant de 60-80º generalment cap al Sud, amb freqüents canvis en el sentit de cabussament de l'estratificació, passant a capbussar cap al Nord.

Desmunt PK 3.700 A PK 3.900

L'estratificació es disposa lleugerament obliqua a molt obliqua pel que fa al orientació del desmunt. El massís rocós està afectat per una esquistositat de fractura, sub-paral·lela pel que fa als plans d'estratificació, que resulten mesurables en els estrats de gres.

Desmunt PK 4.100 A PK 4.400

En aquest sector l'estratificació es disposa predominantment molt obliqua o transversal pel que fa al orientació del desmunt. El massís rocós està afectat per algunes zones replegades i falles d'escassa continuïtat.

Desmunt PK 4.400 A PK 4.710

L'estratificació de la roca es disposa molt obliqua a transversal pel que fa al orientació del desmunt. El massís rocós està afectat per algunes zones replegades i falles de desenvolupament decamètriques. Les inestabilitats observades en els desmunts del tram d'Ormaiztegi tenen una gènesi estructural, corresponent a caigudes de falques originades per la intersecció de les principals famílies de juntes que afecten el massís rocós, així com a mecanismes de bolcada d'estrats, principalment. No obstant això, altres vegades les inestabilitats observades corresponen a desprendiments de blocs de roca originats pel descalçament i caiguda d'estrats de gresos o roca competent quan s'ha generat el buidatge o degradació de les argil·lites o limolites subjacents.

Desmunt PK 3.700 A PK 3.900

Les inestabilitats s'observen principalment en el tram comprès entre PK 3.700 a 3.900 (fig. 4.1.1), on el desmunt presenta clars símptomes de degradació, amb abundant material després acumulat a la cuneta de peu, que és retirat de forma regular per el Servei de Conservació de carreteres de la DFG. Entre el PK 3.708-3.830 el talús ha estat tractat amb una capa de formigó projectat reforçat amb acer dràmix i ancoratges de barra (bulons), havent-se revegetat els dos terços superiors del desmunt. Entre el PK 3.708-3.717 hi ha un despreniment en una zona de bulonat, sota una torre elèctrica.

Des del PK 3.830 fins al final (PK 3.900), hi ha ocasionals bulons i drens. No hi ha formigó projectat. En aquest talús la formigó projectat presenta freqüents trencaments. Gran part dels bulons apareixen actualment malmesos.

Desmunt PK 4100 A PK 4400

El desmunt apareix ancorat amb bulons, amb signes d'intensa degradació, havent-se generat una regressió generalitzada del talús i un elevat volum de material retingut a la cuneta (fig. 4.1.2).

Des del PK 4100-4130, el desmunt no ha estat estabilitzat. S'han acumulat gran quantitat d'arrossegalls de morfologia "estel·losa" en el seu peu.

En el tram comprès entre els PK 4.130-4.320, el talús ha estat tractat amb ancoratges de barra actius (bulons). A causa de la degradació de la roca, els daus de formigó d'aquests bulons apareixen moltes vegades desenganxats de la superfície del desmunt. A l'alçada del PK 4.195, en la coronació del talús, hi ha ancoratges que han quedat fora de servei.

Entre el PK 4.235 a 4.255 hi ha una cicatriu d'una antiga caiguda en tot el talús. Des del PK 4.320 al final d'aquest desmunt, hi ha una important acumulació de fragments.

Desmunt PK 4.500 A PK 4.710

El desmunt apareix parcialment cobert amb formigó projectat i ancorat, amb signes de lleugera degradació.

Fins al PK 4.495 hi ha una planxa de formigó projectat descalçada, amb esquerra horitzontal en el terç inferior. A la part superior del talús hi ha bulons en dues files en el terç superior.

A partir del PK 4.504 fins al PK 4.544 només hi ha una línia de bulons en la coronació del desmunt coronació (quart superior). Tota la part inferior presenta caigudes i no hi ha formigó projectat. S'observa la capa de formigó projectat buida. La cuneta apareix plena dels fragments procedents del talús. Els ancoratges i el formigó s'observen malmesos.

Des del PK 4.544 fins al PK 4.560 hi ha dues línies de pern amb formigó projectat. S'aprecien bulons en mal estat. Des del PK 4.560 a PK 4.625 en la parts superior del desmunt existeix formigó projectat i bulons. Pestells solts al mig del talús, gran part d'ells penjant. La cuneta apareix reblida. Hi ha una mica de vegetació en la meitat del talús.

Al PK 4.582 hi ha un punt d'humitat i alguns drens amb mànega.

Entre el PK 4.625-4.650 desapareix el formigó projectat. Pestells solts.

Des del PK 4.650-4.683 hi ha formigó projectat amb bulons. En aquesta zona s'hi han instal·lat drens. Des del PK 4.683-4.712, s'ha tractat el talús amb formigó projectat, malla de triple torsió, bulons i escorrentius. El desmunt apareix ancorat amb bulons, amb signes d'intensa degradació, produint-se una regressió generalitzada del talús i un elevat volum de material retingut a la cuneta (fig. 4.1.3).



Figura 4.1.1. Talús comprès entre el PK 3.750 i el PK 3.800. La marca circular correspon al sondeig OM-2, realitzat en un tram argilític, d'on s'ha extret posteriorment la mostra OM-2, de la qual se'n ha fet un estudi textural (veure apartat 4.8).



Figura 4.1.2. Talús comprès entre el PK 4.250 i el PK 4.300. La marca circular correspon al sondeig OM-10, realitzat en un tram de limolita nodular, d'on s'ha extret posteriorment la mostra OM-10, de la qual se'n ha fet un estudi textural (veure apartat 4.8).



Figura 4.1.3. Talús comprès entre el PK 4.700 i el PK 4.650. La marca circular correspon al sondeig OM-18, realitzat damunt d'una barra de gres, d'on s'ha extret posteriorment la mostra OM-18, de la qual se'n ha fet un estudi textural (veure apartat 4.8).

Sondeigs utilitzats en aquest treball:

1) Sondeig OM-2, realitzat en un punt del talús nord-est de l'autovia GI-632, al PK 3.777 (figura 4.1.4), 2) Sondeig OM-10, realitzat en un punt del talús nord-est de l'autovia GI-632, al PK 4.268 (figura 4.1.5), 3) Sondeig OM-18, realitzat en un punt del talús est de l'autovia GI-632, al PK 4.654 (figura 4.1.6).



Figura 4.1.4. Punt de sondeig OM-2.

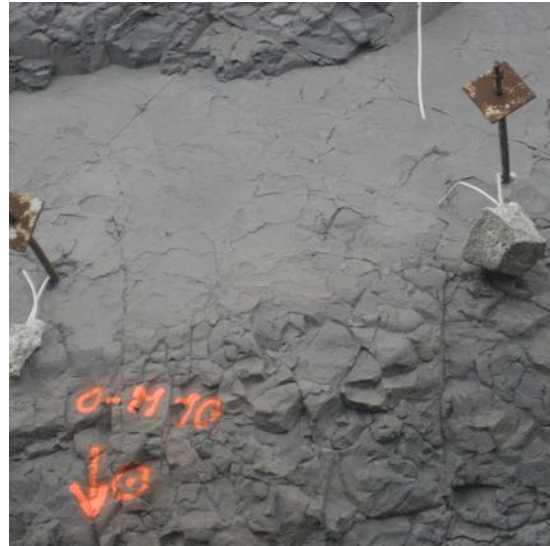


Figura 4.1.5. Punt de sondeig OM-10.



Figura 4.1.6. Punt de sondeig OM-18.

La mostra OM-2 ha estat triada pel grau baix de durabilitat i la seva intensa degradació i trencament en fragments prismàtics petits. La mostra OM-10 s'ha triat pel tipus de degradació soferta, en quant a que tot i tenir un aspecte més massiu presenta disjuncions esferoïdals i caigudes lístriques. La mostra OM-18 és representativa de les diferents barres de gres quarsític que abunden en aquesta sèrie i que posseeixen propietats mecàniques molt més bones que la resta de materials limolítcs i argil·lítcs.

4.2. Fluorescència de Raig-X

Segons els estudis previs de Martínez-Bofill et al. (2009), mitjançant fluorescència de raigs-X (XRF) s'ha determinat el contingut en elements majoritaris (Fe_2O_3 , MnO , TiO_2 , CaO , K_2O , P_2O_5 , SiO_2 , Al_2O_3 , MgO i Na_2O , fig. 4.2.1) de les mostres. Els resultats obtinguts indiquen que presenten una gran homogeneïtat química, i per tant possiblement també mineralògica, independentment del talús de procedència, a excepció de les mostres OM-5 i OM-18, que presenten resultats diferents. Aquesta homogeneïtat es determina amb la representació dels continguts en CaO , SiO_2 i $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{MgO}$ que indiquen una aproximació als continguts en carbonats, quars i fil·losilicats, respectivament (fig. 4.2.2), posats de manifest en la composició global de la roca per mitjà d'un diagrama ternari $\text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{MgO}$ (fig. 4.2.3).

Sondeig	Fe_2O_3	MnO	TiO_2	CaO	K_2O	P_2O_5	SiO_2	Al_2O_3	MgO	Na_2O
OM-2	5,10	0,03	0,68	8,24	2,91	0,11	51,70	16,80	1,34	0,80
OM-4	5,68	0,04	0,73	5,48	3,43	0,10	52,64	18,59	1,40	0,78
OM-5	6,12	0,05	0,60	13,21	2,41	0,10	45,88	13,59	1,59	0,59
OM-6	5,53	0,05	0,72	7,43	3,22	0,10	53,60	15,83	1,34	0,66
OM-8	4,97	0,07	0,72	6,85	3,30	0,10	54,50	16,49	1,36	0,85
OM-9	5,91	0,04	0,71	8,16	3,38	0,11	48,80	17,71	1,48	0,80
OM-10	6,44	0,03	0,70	7,76	3,10	0,12	50,58	17,50	1,21	0,79
OM-12	5,66	0,03	0,75	4,49	3,30	0,11	56,68	18,14	1,28	0,82
OM-13	5,77	0,03	0,71	6,76	3,26	0,10	51,78	17,71	1,37	0,78
OM-15	6,15	0,05	0,77	3,06	3,56	0,11	56,90	19,61	1,45	0,69
OM-18	4,84	0,04	0,88	4,32	1,65	0,09	68,91	10,90	0,93	1,15
OM-19	5,95	0,03	0,73	3,79	3,39	0,11	54,75	18,64	1,42	0,86

Figura 4.2.1. Taula de resultats dels continguts d'elements majoritaris en les mostres de la variant d'Ormaiztegi. Font: Martínez-Bofill et al., (2009).

Sondeig	CaO	SiO_2	Al+Fe+Mg	Total	Sondeig	SiO_2	CaO	Al+Fe+Mg	Total
OM-2	8,24	51,70	23,23	83,17	OM-2	62,2	9,9	27,9	100,00
OM-4	5,48	52,64	25,67	83,78	OM-4	62,8	6,5	30,6	100,00
OM-5	13,21	45,88	21,29	80,38	OM-5	57,1	16,4	26,5	100,00
OM-6	7,43	53,60	22,70	83,73	OM-6	64,0	8,9	27,1	100,00
OM-8	6,85	54,50	22,82	84,16	OM-8	64,8	8,1	27,1	100,00
OM-9	8,16	48,80	25,10	82,05	OM-9	59,5	9,9	30,6	100,00
OM-10	7,76	50,58	25,15	83,49	OM-10	60,6	9,3	30,1	100,00
OM-12	4,49	56,68	25,07	86,23	OM-12	65,7	5,2	29,1	100,00
OM-13	6,76	51,78	24,84	83,37	OM-13	62,1	8,1	29,8	100,00
OM-15	3,06	56,90	27,20	87,16	OM-15	65,3	3,5	31,2	100,00
OM-18	4,32	68,91	16,67	89,89	OM-18	76,7	4,8	18,5	100,00
OM-19	3,79	54,75	26,00	84,54	OM-19	64,8	4,5	30,8	100,00

Figura 4.2.2. Taules de resultats dels continguts en CaO , SiO_2 i $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{MgO}$, sense i amb ajustament. Font: Martínez-Bofill et al., (2009)

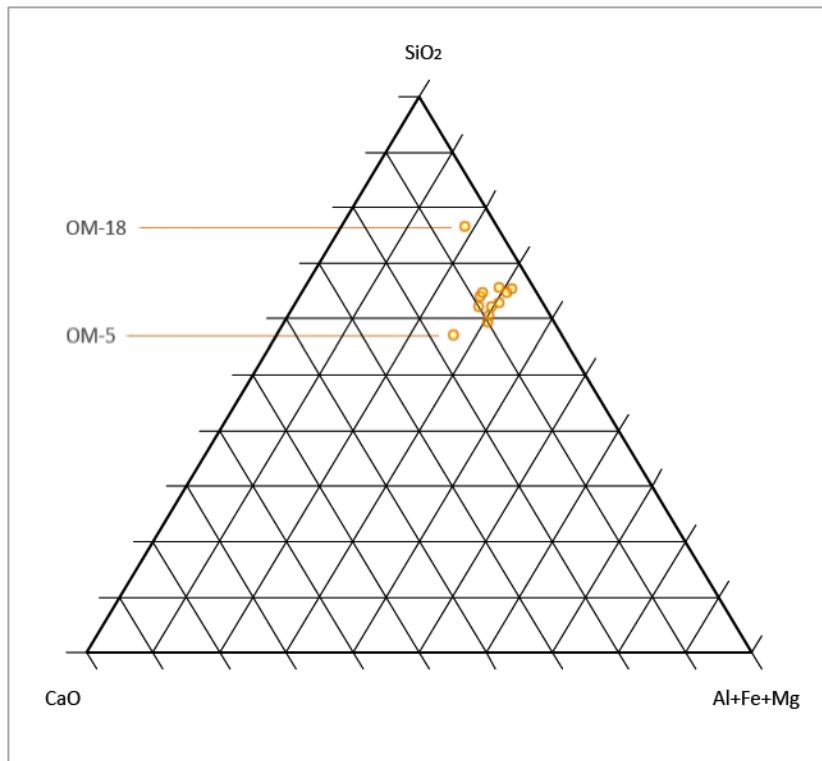


Figura 4.2.3. Composició química de les mostres analitzades mitjançant fluorescència de raigs-X corresponents als talussos de la vessant d'Ormaiztegi.

A la vista dels resultats queda de manifest que totes les mostres presenten, en general, una baixa proporció de carbonats. Totes les mostres cauen del cantó del SiO₂ i del conjunt Al₂O₃ + Fe₂O₃ + MgO.

4.3. Calcimetria de Bernard: contingut en carbonat

Els resultats obtinguts mitjançant la calcimetria de Bernard indiquen un màxim de concentració de carbonat a la mostra OM-5, amb un 31,07% i un mínim de 6,75% a la mostra OM-19. Aquesta concentració segueix una evolució decreixent des del sondeig OM-2 al sondeig OM-19, (fig. 4.3.1).

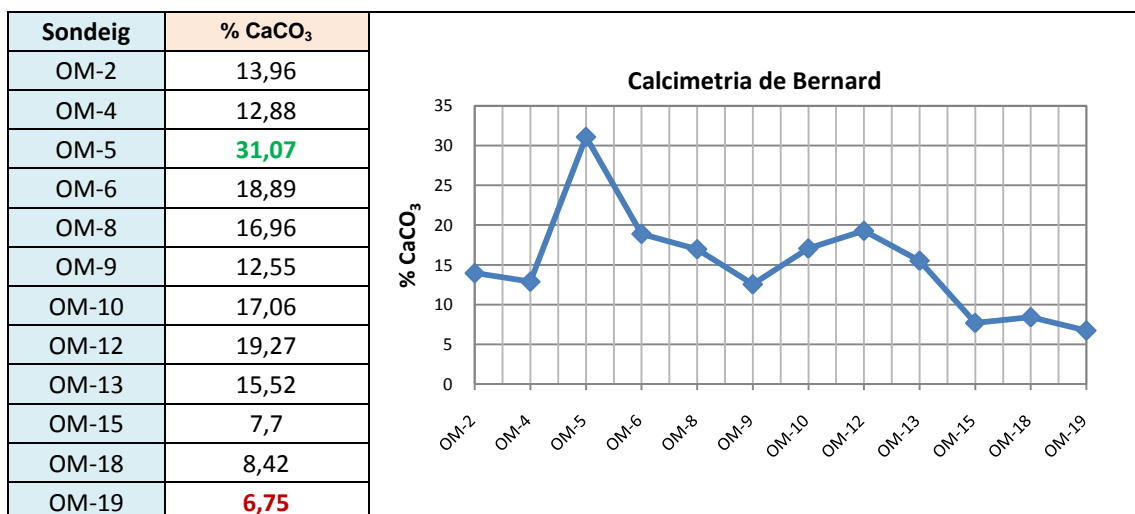


Figura 4.3.1. Taula de resultats i gràfic evolutiu de les concentracions de CaCO₃ en les mostres de la vessant d'Ormaiztegi. Font: Martínez-Bofill et al., (2009)

La major part de les mostres tenen un contingut de carbonat comprès entre el 6 i el 30% aproximadament, de manera que aquestes cal que siguin denominades i tractades com a materials terrígens o detrítics, donat que en cap cas s'arriba al 50% de CaCO_3 .

4.4. Porosimetria d'adsorció de nitrogen: porositat efectiva

L'estudi de la porositat de les mostres mitjançant porosimetria d'adsorció de nitrogen indica que la porositat efectiva de la major part de les mostres és, en general, molt baixa, amb valors compresos entre el 0,28% i 0,85%. Només en dues mostres s'ha obtingut un valor de porositat més elevat, de 2,13% (mostra OM-19) i 2,14% (mostra OM-9). La mostra menys porosa correspon a la OM-10 (fig. 4.4.1).

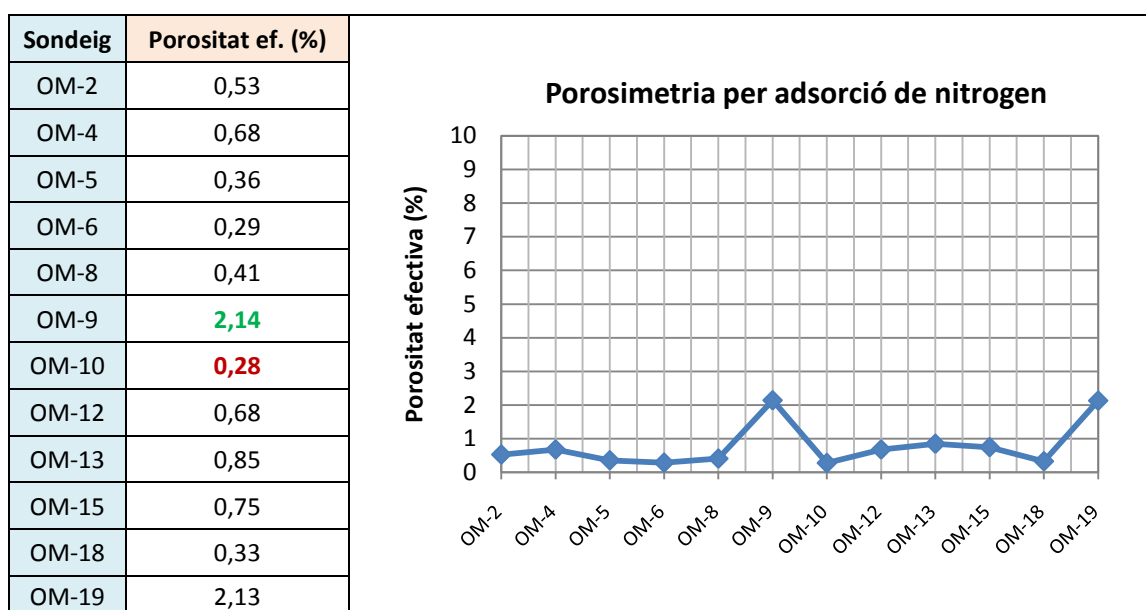


Figura 4.5.1. Porositat efectiva per adsorció de nitrogen de les mostres analitzades de la vessant d'Ormaiztegi. Font: Martínez-Bofill et al., (2009)

4.5. Difracció de Raig-X

4.5.1. Mètode de pols cristal·lina i ajust pel mètode de Rietveld

Segons els estudis previs de Martínez-Bofill et al. (2009), les principals fases minerals que componen les mostres són quars, calcita, ankerita, il·lita, moscovita, clorita, microclina i andesina. Tanmateix la caracterització mineralògica mitjançant microscòpia petrogràfica, també ha permès posar de manifest la presència de continguts menors de sulfurs i concretament de pirita en forma de framboids en algunes mostres. La quantificació del contingut d'aquestes fases minerals s'ha dut a terme mitjançant la difracció de raigs-X pel mètode de pols cristal·lina i realitzant un posterior ajustament del perfil mitjançant el mètode de Rietveld. Els resultats obtinguts han permès agrupar les diferents fases minerals en funció del paper que aquestes juguen en l'estructura. S'han diferenciat els següents tres grups: esquelet detrític, ciment carbonatat i matriu argilosa.

Esquelet detrític: l'esquelet de la roca sedimentària està format per partícules de minerals o fragments de roques i esquelets fòssils. Quan una roca té dos rangs ben diferenciats de mida de gra, els clasts seran els de major granulometria. Aquests es componen generalment de quars (component esquelètic més abundant en les roques siliciclàstiques per la seva abundància i resistència a l'abració i a l'alteració química), calcita detrítica, feldspats, fragments lítics i miques. Constitueix la carcassa de la roca sedimentària.

Matriu: s'utilitza el terme matriu per caracteritzar totes aquelles partícules d'origen clàstic, de mida inferior als grans minerals que conformen l'esquelet detrític de la roca i que omplen els espais intergranulars. La seva composició pot ser diversa, però normalment està formada per fil·losilicats de granulometries fines o molt fines, sovint únicament identificables amb microscòpia electrònica.

Ciment: s'anomena ciment a tots aquells minerals que es formen per precipitació química durant el procés diagenètic, mitjançant fluids saturats que circulen per la porositat del sediment. El ciment s'encarrega d'unir els clasts detrítics que conformen l'esquelet de la roca sedimentària, proporcionant resistència i compactivitat. Sol ser carbonatat (calcita, ankerita, dolomita...), de quars o bé d'òxids de ferro.

Dins de la fracció esquelet s'han sumat els continguts de quars i feldspats (microclina i albita), ja que aquests minerals són clarament d'origen detrític i constitueixen la fracció clàstica de la mostra (fig. 4.5.1.1). En la fracció ciment carbonatat s'hi han sumat les proporcions corresponents a calcita i ankerita (fig. 4.5.1.2). Finalment en la matriu argilosa s'han considerat tots els fil·losilicats presents en la mostra, els minerals del grup de les argiles juntament amb la moscovita (fig. 4.5.1.3), tot i que aquesta és d'origen detrític. En les següents taules s'ha remarcat en vermell els valors mínims i en verd els màxims.

Sondeig	% Quars	% Microclina	% Albita	Σ Feldspats
OM-2	36,11	0,72	0,9	1,62
OM-4	34,37	0,96	0,6	1,56
OM-5	35,67	0,38	0,42	0,8
OM-6	40,01	0,44	1,42	1,86
OM-8	38,57	0,44	2,45	2,89
OM-9	31,38	1,35	1,66	3,01
OM-10	35,5	0,63	0,93	1,56
OM-12	40,45	0,2	2,37	2,57
OM-13	35	0,71	1,15	1,86
OM-15	40,11	0,03	1,59	1,62
OM-18	59,01	0	5,3	5,3
OM-19	37,53	0,73	1,57	2,3

Figura 4.5.1.1. Fases minerals pertanyents a l'esquelet detrític: quars + feldspats (microclina i albita).
Font: Martínez-Bofill et al., (2009)

Sondeig	% Calcita	% Ankerita	Σ Carbonats	% Pirita
OM-2	10,66	9,73	20,39	0,14
OM-4	4,91	11,69	16,6	0,58
OM-5	20,38	13,78	34,16	0
OM-6	8,63	10,07	18,7	0,34
OM-8	7,73	10,11	17,84	0,34
OM-9	10,65	11,5	22,15	0,44
OM-10	13,71	4,66	18,37	0,53
OM-12	7,1	5,23	12,33	0,38
OM-13	8,7	9,11	17,81	0,59
OM-15	2,78	6,61	9,39	0,29
OM-18	5,96	6,52	12,48	0,6
OM-19	2,54	9,58	12,12	0,37

Figura 4.5.1.2. Carbonats (calcita + ankerita) presents a les mostres analitzades + minerals accessoris (pirita). Font: Martínez-Bofill et al., (2009)

Sondeig	% Moscovita	% Il·lita	% Chamosita	Σ Fil·losilicats
OM-2	27,02	14,73	0	41,75
OM-4	32,72	14,17	0	46,89
OM-5	19,15	9,91	0,32	29,38
OM-6	28,97	10,11	0,01	39,09
OM-8	27,72	12,64	0	40,36
OM-9	30,04	12,93	0,05	43,02
OM-10	30,04	13,78	0,24	44,06
OM-12	30,97	13,02	0,29	44,28
OM-13	32,03	12,71	0	44,74
OM-15	32,82	15,59	0,17	48,58
OM-18	13,74	8,79	0,08	22,61
OM-19	32,91	14,69	0,09	47,69

Figura 4.5.1.3. Fil·losilicats pertanyents a la matriu argilosa (moscovita + il·lita + chamosita). Font: Martínez-Bofill et al., (2009)

Valors percentuals dels grups estructurals (fig. 4.5.1.4):

Sondeig	% Esquelet	% Matriu	% Ciment	% Accessoris
OM-2	37,73	41,75	20,39	0,14
OM-4	35,93	46,89	16,6	0,58
OM-5	36,47	29,38	34,16	0
OM-6	41,87	39,09	18,7	0,34
OM-8	41,46	40,36	17,84	0,34
OM-9	34,39	43,02	22,15	0,44
OM-10	37,06	44,06	18,37	0,53
OM-12	43,02	44,28	12,33	0,38
OM-13	36,86	44,74	17,81	0,59
OM-15	41,73	48,58	9,39	0,29
OM-18	64,31	22,61	12,48	0,6
OM-19	39,83	47,69	12,12	0,37

Figura 4.5.1.4. Proporcions d'esquelet detrític (quars + feldspats), matriu fil·losilicatada (moscovita + il·lita + chamosita), ciment carbonatat (calcita + ankerita) i accessoris (pirita). Font: Martínez-Bofill et al., (2009)

Totes les mostres, a excepció de dues, tenen un contingut important de matriu fil·losilicatada, amb valors que ronden el 40-50%. La fracció esquelètica oscil·la entorn a valors similars (35-45%) mentre que el ciment carbonàtic ho fa amb valors compresos entre 10 i 20%. La mostra OM-5 conté una proporció més baixa de matriu de fil·losilicats (29,38%) i una major proporció de ciment carbonàtic que la resta (34,16%) mentre que la mostra OM-18 presenta uns valors elevats d'esquelet detrític (64,31%) i una baixa proporció de matriu argilosa (22,61%). Aquests valors s'han representat en el següent diagrama ternari de grups estructurals (fig. 4.5.1.5):

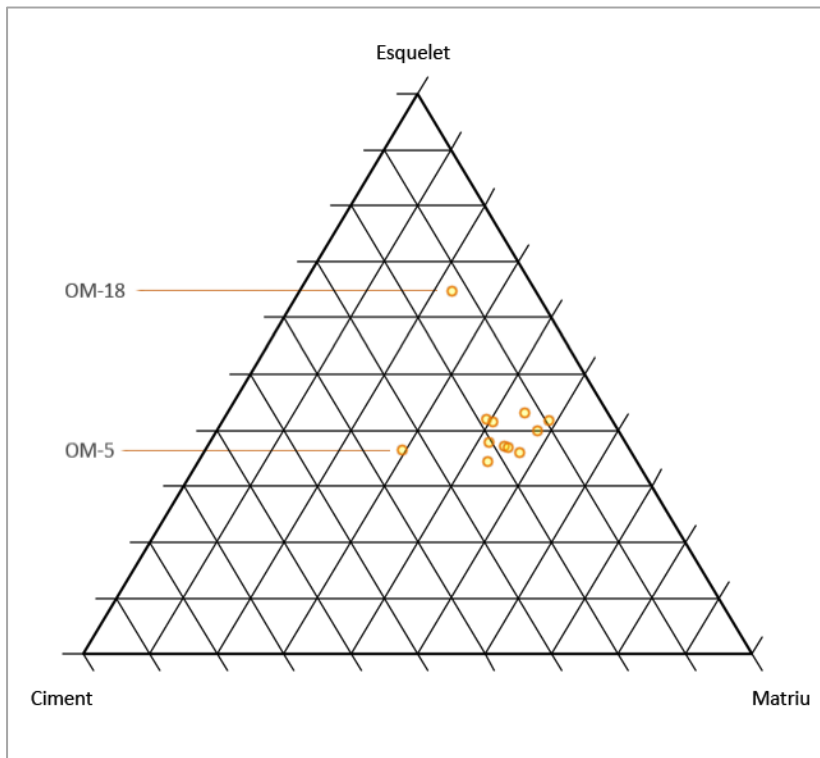


Figura 4.5.1.5. Diagrama de composició ternari de les mostres en funció de l'esquelet, ciment carbonat i matriu de fil·losilicats.

Les mostres tenen entre si una distribució de components molt semblant. Tot i aquesta homogeneïtat, queda patent una certa tendència a valors cada cop més distants entre matriu i ciment, a favor de la matriu de fil·losilicats. Per contra, els valors quantitius d'esquelet detrític no mostren cap tendència clara (fig. 4.5.1.6).

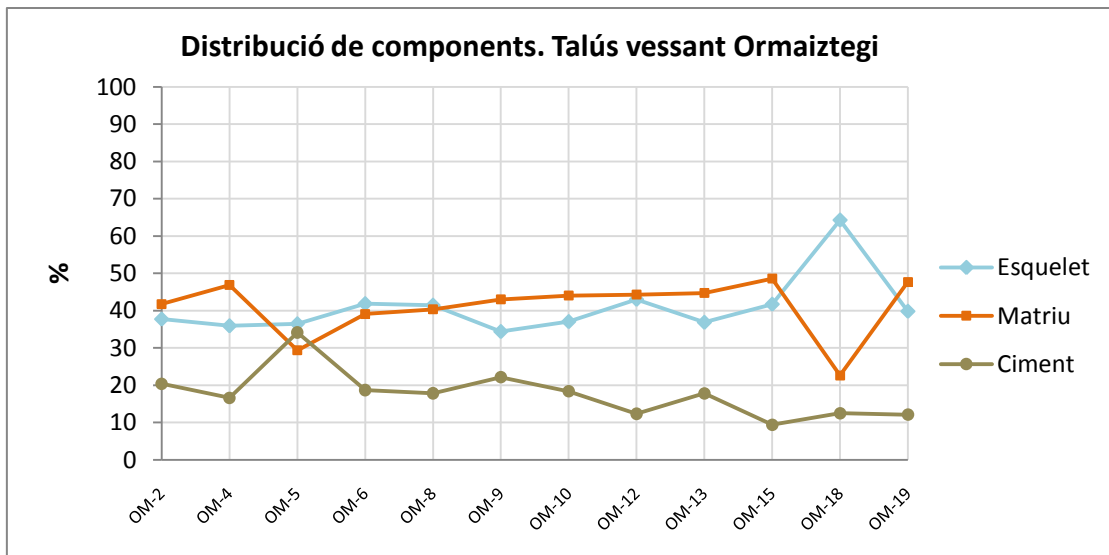


Figura 4.5.1.6. Gràfic evolutiu dels components estructurals de les mostres analitzades.

En general, i de forma molt homogènia, hi ha una quantitat de moscovita superior a la d'il·lita (aproximadament el doble), a excepció de les mostres OM-5 i OM-18, que presenten valors molt baixos de moscovita i lleugerament inferiors d'il·lita, coincidint amb valors baixos de la matriu fil·losilicatada en aquestes dues mostres. Com també es pot apreciar en el gràfic, els valors quantitius dels fil·losilicats són coherents amb els valors obtinguts a la fluorescència de raigs-X per als elements $Al_2O_3 + Fe_2O_3 + MgO$ (fig. 4.5.1.7).

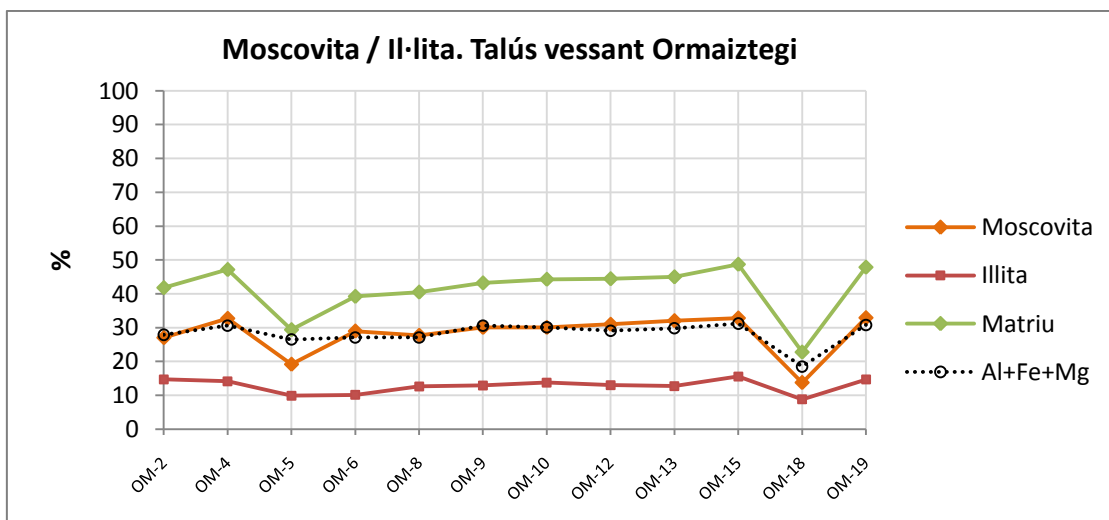


Figura 4.5.1.7. Gràfic evolutiu de les proporcions d'il·lita i de moscovita a les mostres analitzades.

4.5.2. Difracció de raigs-X pel mètode dels agregats orientats

L'anàlisi de difracció de raig-X pel mètode dels agregats orientats es centra en l'estudi dels minerals d'argila i més concretament en la detecció de possibles interestratificats il·lita/esmectita, però també s'hi inclouen altres fases minerals presents, com ara el quars i la calcita. L'anàlisi s'ha dut a terme mitjançant el software Panalytical Highscore Plus 2.0, únicament identificant els pics més importants mitjançant els patrons habituals documentats

corresponents als minerals d'argila més importants i etiquetant els espais reticulars resultants. És un mètode purament qualitatiu per a la identificació de fil·losilicats.

4.5.2.1. Mostra OM-18

Aquesta mostra correspon a un gres quarstític de poca potència, amb una suma total dels fil·losilicats de 22.61% en pes. Com es pot veure, sense aplicar cap tractament s'identifiquen màxims de difracció de clorita fèrrica o chamosita (posicions sobre els 6,3°, 12,5°, 18,7° i 25,5° aproximadament, amb espais reticulars de 14,05057 [Å], 7,037440 [Å], 4,698570 [Å] i 3,525150 [Å] respectivament), màxims corresponents a il·lita i moscovita (posicions sobre els 8,8°, 17,8° i 26,5° aproximadament, amb espais de 9,935410 [Å], 4,982780 [Å] i 3,339190 [Å] respectivament) i dues petites reflexions que pertanyen a un interestratificat il·lita/esmectita (posicions aproximades a 8° i 18,6° aproximadament, amb un espaiat reticular pel primer pic de 11,19563 [Å] i un altre d'indeterminable pel segon, fig. 4.5.2.1.1).

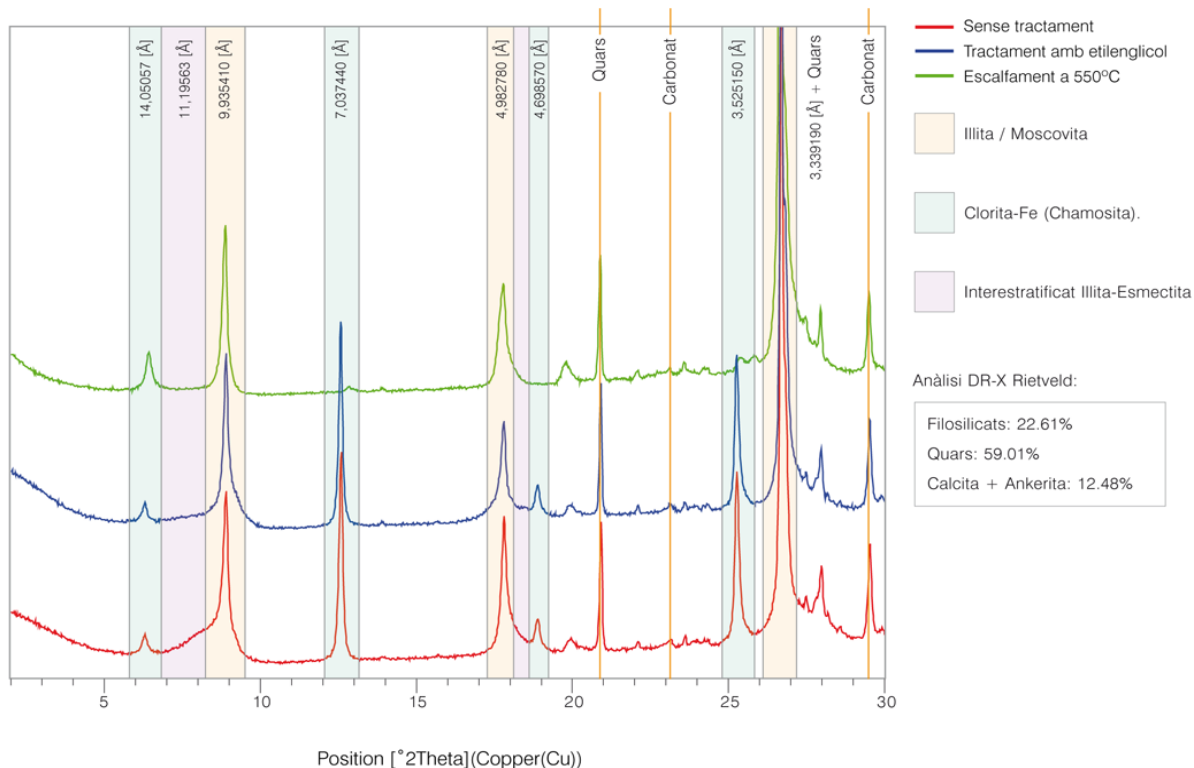


Figura 4.5.2.1.1. Superposició dels tres espectres de difracció pel mètode d'agregats orientats de la mostra OM-18. A la part superior s'indiquen els espais reticulars corresponents als màxims de difracció que corresponen a la mostra sense tractaments.

Escalfant la mostra a 550°C el que s'observa és un augment d'intensitat del primer màxim de difracció de la clorita i un lleuger desplaçament, la disminució dràstica del segon i la destrucció del tercer màxim. Els pics corresponents a il·lita i moscovita no pateixen transformacions mentre que les reflexions identificades com a l'interestratificat I/S desapareixen. Tractant la mostra amb etilenglicol veiem com els màxims de difracció tant de la clorita com de la il·lita/moscovita no sofreixen cap canvi i la primera reflexió pertanyent a l'interestratificat I/S pateix un augment de l'espaiat reticular.

4.5.2.2. Mostra OM-10

Aquesta mostra, corresponent a una limolita, és més representativa de tota la unitat litoestratigràfica a la qual pertany el talús de la variant d'Ormaiztegi, donat que la immensa majoria d'aquests materials pertanyents als períodes Albí Superior - Cenomanià Inferior (Cretàcic) són limolites i argil-lites micàcies, mentre que els gresos com els de la mostra OM-18 són intercalacions de poca potència i molt localitzats. No obstant, les diferències responen a criteris granulomètrics i de distribució de les fases minerals, més que no pas a la composició d'aquestes fases, que és pràcticament idèntica. Com a conseqüència, no es troben diferències significatives entre ambdues mostres analitzant els espectres de difracció pel mètode d'agregats orientats (fig. 4.5.2.2.1).

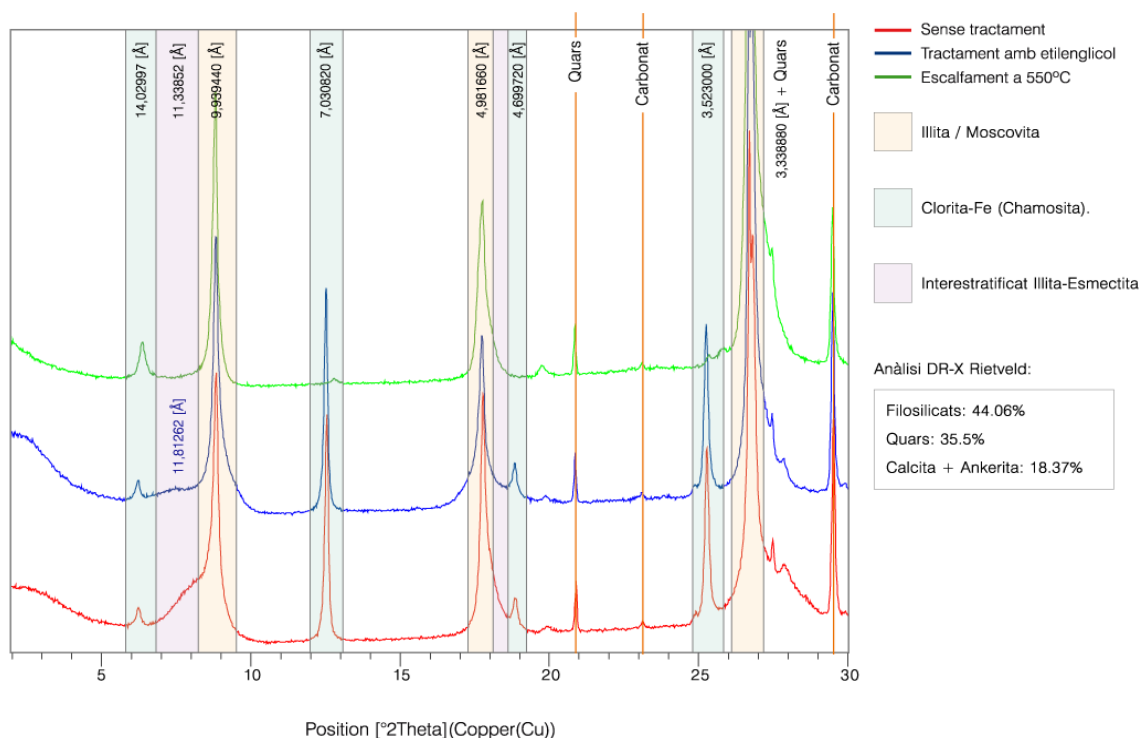


Figura 4.5.2.2.1. Superposició dels tres espectres de difracció pel mètode d'agregats orientats de la mostra OM-10). A la part superior s'indiquen els espais reticulars corresponents als màxims de difracció que corresponen a la mostra sense tractaments.

En aquest cas la suma total dels fil·losilicats corresponents a la mostra és de 44.06% en pes. S'identifiquen màxims de difracció de chamosita en les mateixes posicions, amb espais reticulars de 14,02997 [Å], 7,030820 [Å], 4,699720 [Å] i 3,523000 [Å] respectivament), màxims corresponents a il·lita i moscovita amb espais de 9,939440 [Å], 4,981660 [Å] i 3,338880 [Å] respectivament) i dues petites reflexions que pertanyen a un interstratificat I/S amb un espai reticular pel primer pic de 11,33852 [Å] (que expandeix a 11,81262 [Å] glicolant la mostra), i un altre d'indeterminable pel segon. El resultat d'aplicar els tractaments d'escalfament a 550°C i etilenglicol és exactament el mateix que en la mostra OM-18, amb algunes diferències pel que fa a les intensitats dels màxims de difracció, les quals, en el cas dels fil·losilicats i del ciment carbonàtic, augmenten en la mostra OM-10 respecte la OM-24, en coherència amb la major proporció de matriu fil·losilicatada i disminueixen en el cas del quars, donat la menor proporció de fracció detrítica siliciclàstica.

4.5.2.3. Mostra OM-2

Aquesta mostra correspon a una argil·lita i es caracteritza per la quasi total absència de clorita. Només apareix una petita reflexió situada a l'habitual $2\theta = 12,5^\circ$ aproximadament, que queda totalment destruïda quan s'escalfa la mostra a 550°C . La resta de màxims esperables a les posicions $6,3^\circ$, $18,7^\circ$ i $25,5^\circ$ no apareixen (fig. 4.5.2.3.1). Aquesta absència de clorita ha estat comprovada amb altres anàlisis, com l'ajust pel mètode de Rietveld sobre la difracció de raigs-X en mostra de pols (tot i que en el cas de la clorita, degut a la seva escassetat global, no resulta una dada fiable). Aquest mateix ajust de Rietveld, però, ha permès calcular que la mostra OM-2 té un 41,75% de fil·losilicats, un 36,11% de quars (fracció detrítica siliciclàstica) i un 20,39% de ciment carbonàtic (repartit entre calcita i ankerita). Els pics d'intensitat compartits entre il·lita i moscovita se situen a les posicions habituals, amb espais reticulars de $9,934470 \text{ \AA}$, $4,977700 \text{ \AA}$ i $3,338940 \text{ \AA}$ i no pateixen canvis en sotmetre la mostra als tractaments d'escalfament i de glicolat. En canvi, l'interestratificat I/S queda perfectament representat a les posicions abans vistes, 8° i $18,6^\circ$ amb espais de $11,13236 \text{ \AA}$ (que augmenta a $12,07432 \text{ \AA}$ glicolant la mostra) i $4,833660 \text{ \AA}$ respectivament, i en una nova posició ($9,5^\circ$ aproximadament) amb espaiat de $9,12291 \text{ \AA}$ que només apareix tractant la mostra amb etilenglicol (imperceptible en les altres dues mostres).

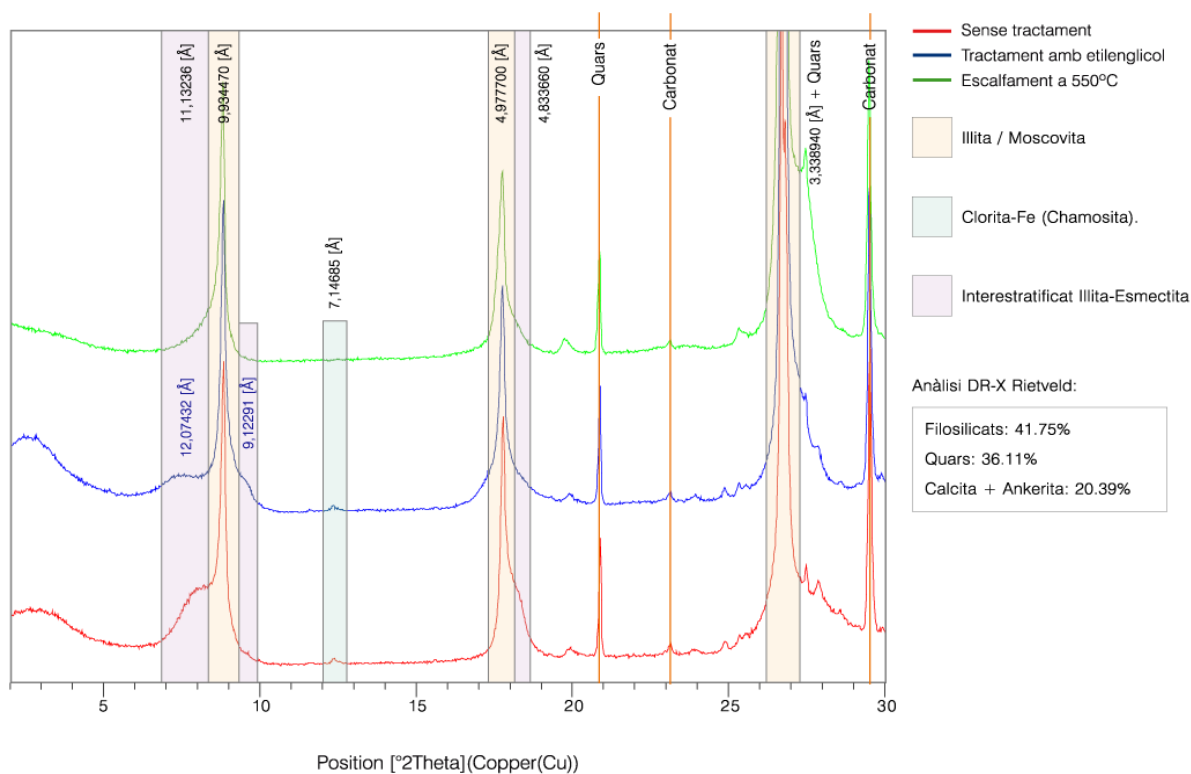


Figura 4.5.2.3.1. Superposició dels tres espectres de difracció pel mètode d'agregats orientats de la mostra OM-2. A la part superior s'indiquen els espais reticulars corresponents als màxims de difracció que corresponen a la mostra sense tractaments.

4.5.2.4. Altres mostres

Altres mostres analitzades que no contenen clorita són la OM-4, OM-6, OM-8 i OM-13, que presenten espectres de difracció molt semblants a la mostra OM-2. En canvi les mostres OM-15 i OM-22 no semblen contenir l'interestratificat I/S donat que no hi apareixen les reflexions o, si més no, són pràcticament inexistent (fig. 4.5.2.4.1).

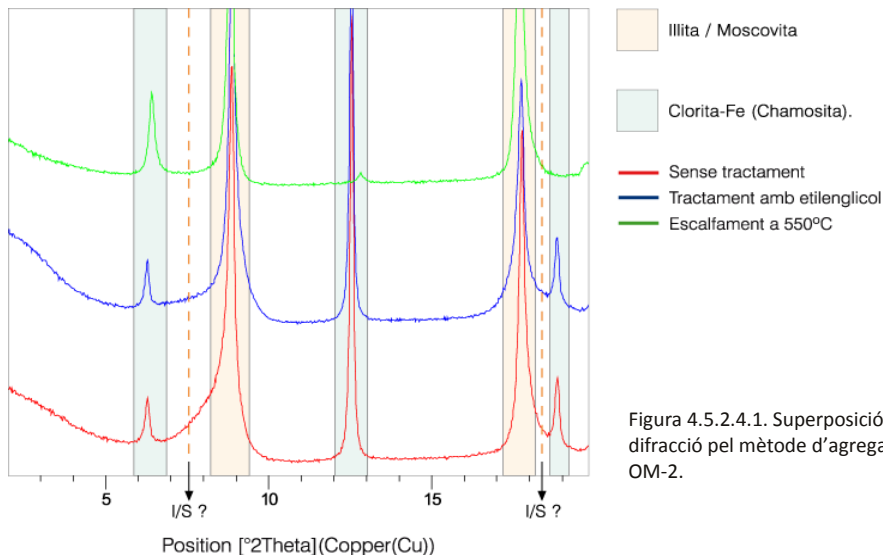


Figura 4.5.2.4.1. Superposició dels tres espectres de difracció pel mètode d'agregats orientats de la mostra OM-2.

En definitiva, totes les mostres analitzades pertanyents al talús de la variant d'Ormaiztegi presenten espectres de difracció de raigs-X molt semblants degut a que les fases minerals que s'hi troben són pràcticament idèntiques. Pel que fa als minerals d'argila hi ha hagut variacions importants en el contingut de clorita fèrrica en 4 de les 12 mostres analitzades, en les quals aquesta fase és pràcticament inexistent. L'interestratificat I/S és present en la totalitat de mostres, excepte dues, en les quals l'espectre de difracció d'agregats orientats no ha mostrat indicis detectables per aquest mètode. Pel que fa a la il·lita/moscovita, és present en totes les mostres, degut a que totes presenten una matriu fil·losilicatada composta d'aquestes dues fases minerals (més, 8 dels 12 casos, l'interestratificat I/S). Il·lita i moscovita comparteixen màxims de difracció i aquests només han sofert modificacions d'intensitat, generalment concordants amb la major o menor proporció de matriu en cada mostra. Per aquesta raó, la mostra OM-18, que és un gres amb poca matriu fil·losilicatada, presenta màxims de difracció molt menys intensos que la resta de mostres analitzades.

Per altra banda, el mètode dels agregats orientats, malgrat reforçar les reflexions basals (per la qual cosa és especial per a la caracterització de fil·losilcats) no té problemes per detectar altres fases minerals presents en totes les mostres, com ara quars i carbonats (calcita + ankerita). Aquestes fases també han sofert variacions d'intensitat en els seus màxims de difracció concordants amb les proporcions de fracció detrítica siliciclàstica, ciment carbonàtic i matriu fil·losilicatada descrites en l'anàlisi per ajust de difracció de raig-X pel mètode d'agregats de pols desorientats. Així, la mostra OM-18 (gres quarsític) presenta màxims de difracció corresponents a la il·lita/moscovita i de carbonats menys intensos a la resta de mostres i un augment significatiu dels pics corresponents al quars.

4.6. Assaigs de durabilitat: Slake Durability Test (SDT)

Els resultats obtinguts mitjançant aquest assaig de durabilitat en el segon cicle posen de manifest una notable homogeneïtat en totes les mostres (fig. 4.6.1) en quant que totes elles es poden qualificar com a pertanyents a materials de durabilitat alta o molt alta (veure figura 3.5.2, quadre de valors de durabilitat i classificació).

Sondeig	Id0	Id1	Id2	Id3	Id4	Id5
OM-2	100,0	94,5	91,4	88,1	85,4	82,6
OM-4	100,0	98,3	97,2	96,3	95,6	95,2
OM-5	100,0	95,0	91,8	89,5	86,6	84,0
OM-6	100,0	98,7	97,9	97,0	96,2	95,7
OM-8	100,0	98,4	97,2	96,0	94,6	93,8
OM-9	100,0	98,5	97,5	96,2	94,7	93,9
OM-10	100,0	96,4	94,4	92,4	90,4	88,7
OM-12	100,0	98,4	97,8	97,2	96,4	95,7
OM-13	100,0	97,5	95,9	94,2	93,1	92,0
OM-15	100,0	98,0	96,3	94,4	93,1	91,7
OM-18	100,0	99,4	99,3	99,0	98,7	98,6
OM-19	100,0	98,4	97,6	95,9	94,3	93,3

Figura 4.6.1. Resultats dels assaigs de durabilitat en mostra intacta per a 5 cicles. Font: Martínez-Bofill et al., (2009)

Tots els valors obtinguts en el segon cicle superen el 90% (entre 91,4 i 99,3% de retenció) la qual cosa situa teòricament aquests materials en la zona de durabilitat de mitjana-alta fins a molt alta. Per tal d'aprofundir més en les diferències de durabilitat entre les mostres analitzades s'han arribat a realitzar fins a 5 cicles, que permet augmentar les diferències de durabilitat entre les mostres i poder discriminar millor el seu comportament (fig. 4.6.2). La mostra OM-18, amb menys matriu argilosa, és aparentment, més durable, mentre que la mostra OM-2 ha resultat ser la menys durable. Complementàriament, s'ha utilitzat una modificació de la taula de valors de durabilitat (fig. 4.6.3) proposada per Franklin & Chanda (1972) que s'ajusta a aquest nou criteri d'assaig (Martínez-Bofill et al., 2010).

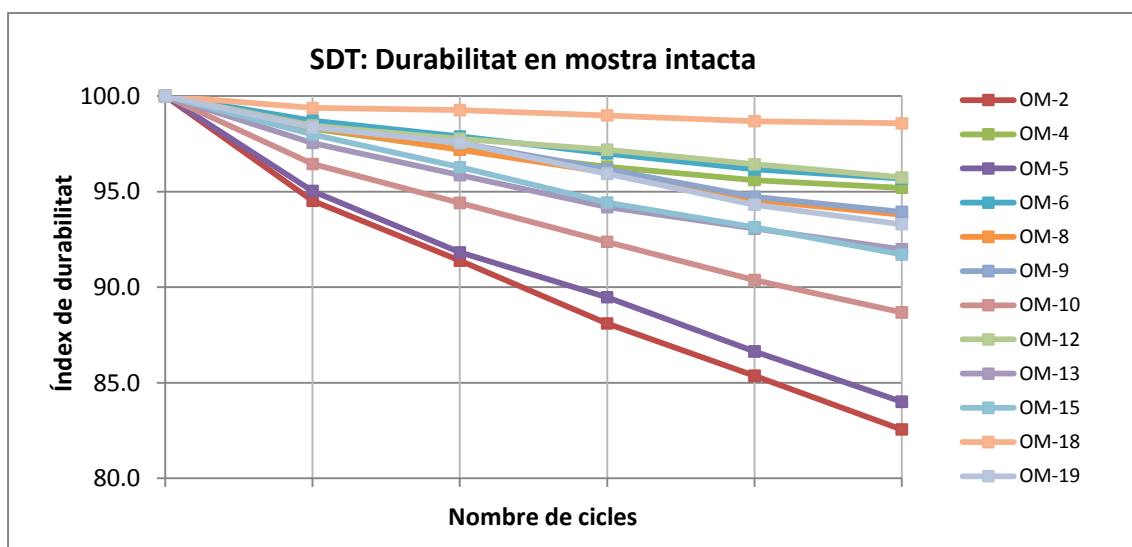


Figura 4.6.2. Gràfic amb els resultats dels assaigs de durabilitat en mostra intacta per a 5 cicles.

Categoria de durabilitat	Id5	Valoració
1	100-90	Molt alta
2	90-80	Alta
3	80-70	Mitjana
4	70-50	Baixa
5	<50	Molt baixa

Figura 4.6.3. Durabilitat de les roques toves segons el nou criteri basat en els resultats de 5 cicles (Id5) de l'assaig de desintegració (SDT) corregit (Martínez-Bofill et al., 2010)

Tanmateix, els resultats de durabilitat no es corresponen amb el grau de degradació observat en els talussos. Les mostres es fissuren i es disgreguen, però en fragments superiors als 2 mm, que és el mida de la malla del tambor rotatori. La pèrdua de massa inferior a 2 mm que determina l'índex Id2 o Id5 no representa de manera suficient el procés de degradació de la roca. Com que els fragments tenen un mida major que el de l'obertura del tamís no computen com a fracció descomposta, de manera que mostres que experimenten un comportament diferent acaben per donar a lloc a un mateix valor de durabilitat. Per aquest motiu ha estat necessari un refinament i una reinterpretació dels valors obtinguts en l'assaig de durabilitat. S'ha fet una correcció utilitzant la fracció granulomètrica de 10 i 12,5 mm, la qual cosa permet una predicció del comportament de la roca argilosa molt més ajustada a la realitat.

$$Id5_{corregit} = \frac{Id5 \times (100 - \% \text{ passa tamís } 10,0 \text{ ó } 12,5)}{100}$$

Un cop fetes aquestes modificacions s'han reinterpretat els resultats de les mostres de la vessant d'Ormaiztegi, primerament en mostra intacta (fig. 4.6.4, fig. 4.6.5).

Sondeig	Id5	Id5 corregida (10 mm)	Id5 corregida (12,5 mm)
OM-2	82,6	77,9	70
OM-4	95,2	92,9	92,3
OM-5	84	58,2	45,4
OM-6	95,7	93,4	91,4
OM-8	93,8	82,6	69,7
OM-9	93,9	84,4	77
OM-10	88,7	77,7	72,7
OM-12	95,7	91,3	87,8
OM-13	92	81	69,6
OM-15	91,7	50,8	40
OM-18	98,6	98,6	98,6
OM-19	93,3	80,8	54,6

Figura 4.6.4. Valors de durabilitat Id5 amb mostres intactes corregits segons el percentatge de fracció que passa pel tamís UNE 10 mm i 12,5 mm. Font: Martínez-Bofill et al., (2009)

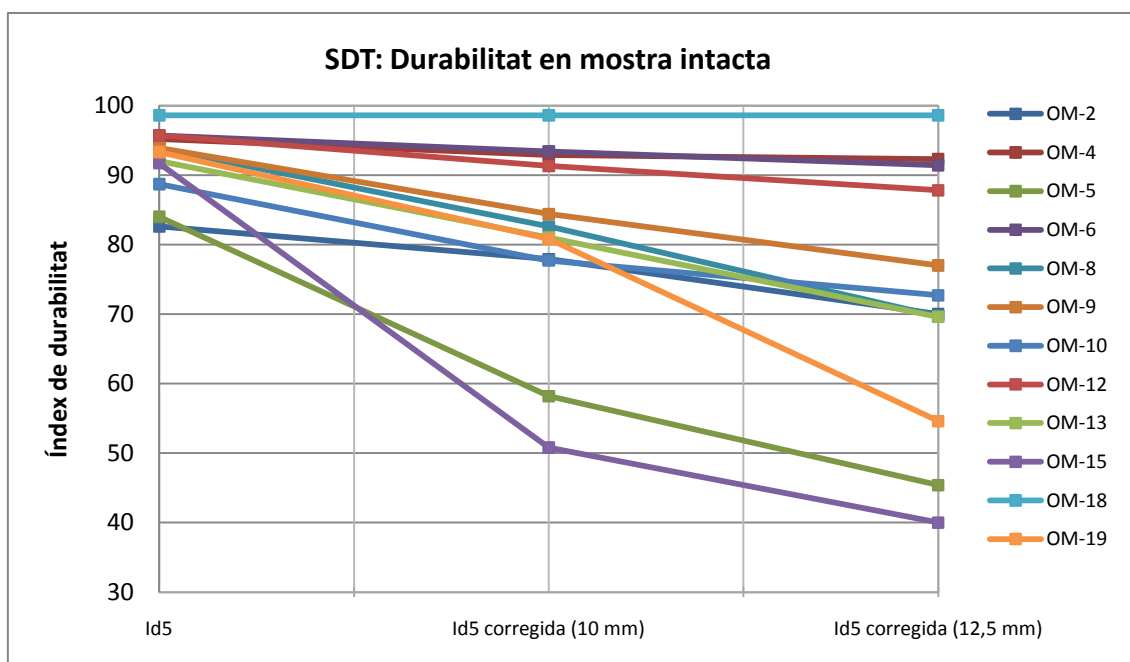


Figura 4.6.5. Gràfic amb els resultats dels assaigs de durabilitat en mostra intacta per a 5 cicles, sense la correcció de tamisat, amb correcció per a tamís UNE 10 mm i amb correcció per a tamís UNE 12,5 mm.

Les correccions realitzades amb els nous criteris granulomètrics separen molt millor els comportaments de cada mostra respecte al criteri original. D'aquesta manera, la mostra OM-18, la que presenta una major proporció de quars i molt poca matriu fil·losilicatada, segueix mantenint intacta la seva integritat essent qualificada com a pertanyent a materials de durabilitat molt alta, mentre que, en l'altre extrem, les mostres OM-19, OM-15 i OM-5 són les que presenten una durabilitat més baixa, arribant a un índex del 40% (durabilitat molt baixa).

Per tal d'incidir encara més en aquestes diferències de comportament s'ha repetit el mateix procés però aquest cop sotmetent les mostres a cicles d'envelliment mitjançant processos de gel-desgel, obtenint els següents resultats (fig. 4.6.6, fig. 4.6.7).

Sondeig	Id5	Id5 corregida (10 mm)	Id5 corregida (12,5 mm)
OM-2	52,6	39,8	23,3
OM-4	84,3	38,1	12,6
OM-5	57,5	31,2	15,9
OM-6	93,9	82,3	68
OM-8	90,8	66,9	49,3
OM-9	90,1	79,8	70,1
OM-10	81,6	72,1	64
OM-12	93,2	80,3	74,4
OM-13	85,1	76,8	65
OM-15	88,6	66,6	57,4
OM-18	98,7	98,7	98,7
OM-19	89,7	63,8	37,6

Figura 4.6.6. Valors de durabilitat Id5 amb mostres sotmeses a cicles d'envelliment gel-desgel corregits segons el percentatge de fracció que passa pel tamís UNE 10 mm i 12,5 mm. Font: Martínez-Bofill et al., (2009).

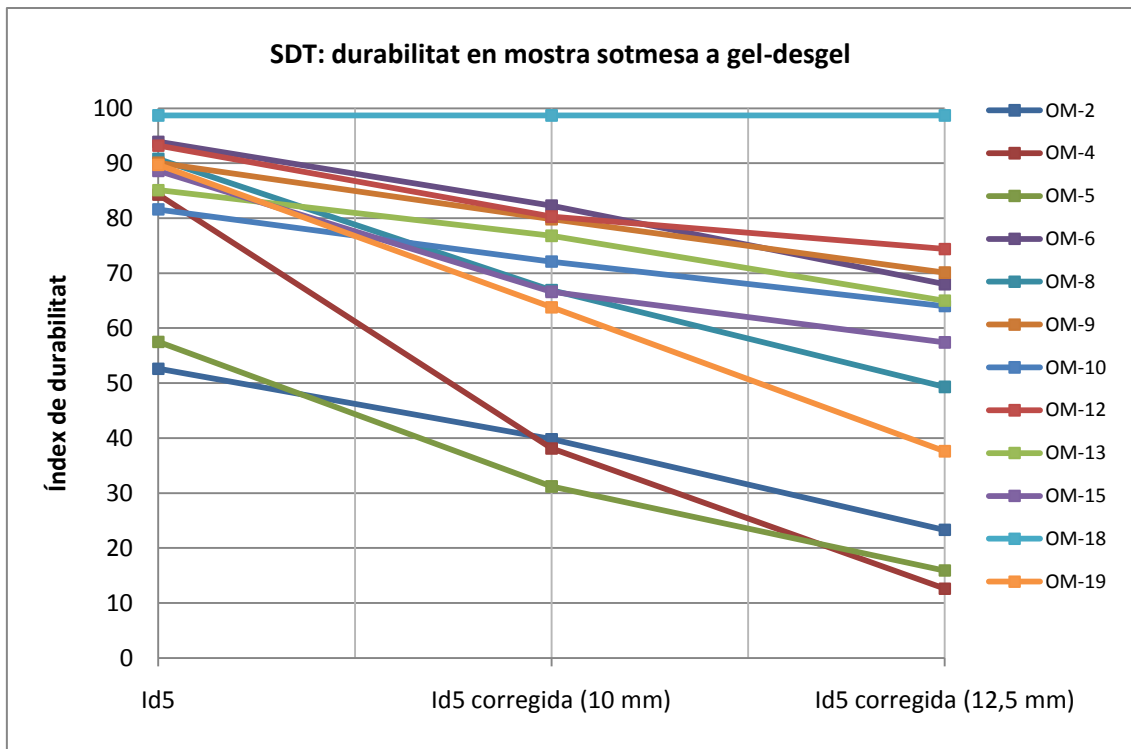


Figura 4.6.7. Gràfic amb els resultats dels assaigs de durabilitat en mostra sotmesa a cicles d'envelliment gel-desgel per a 5 cicles, sense la correcció de tamisat, amb correcció per a tamís UNE 10 mm i amb correcció per a tamís UNE 12,5 mm.

En aquest cas, la mostra del sondeig OM-18, que corresponen als gresos quarzítics segueix mantenint el mateix índex de durabilitat (molt alta) d'un 98,7%. Les mostres que han sofert una major degradació han estat les corresponents als sondeigs OM-4, OM-5 i OM-2.

4.7. Anàlisi Tèrmica Diferencial i Anàlisi Termogravimètrica

Les corbes obtingudes per Anàlisi Tèrmica Diferencial i gravimètric (ATD-ATG) són molt similars en totes les mostres i presenten un màxim exotèrmic entre 162 i 179 °C, que correspon a H₂O absorbida o aigua de porus amb molt poca pèrdua de pes. En gairebé totes les mostres s'observen dos màxims endotèrmics al voltant de 490 °C (en algunes mostres) i de 590 °C, que corresponen a la pèrdua de grups hidroxils de la il·lita, interestratificats il·lita-esmectita i moscovita, confirmant la presència d'aquestes fases minerals en les mostres (fig. 4.7.1.) Només les mostres corresponents als sondeigs OM-5 i OM-18 presenten resultats substancialment diferents (figs. 4.7.2 i 4.7.3).

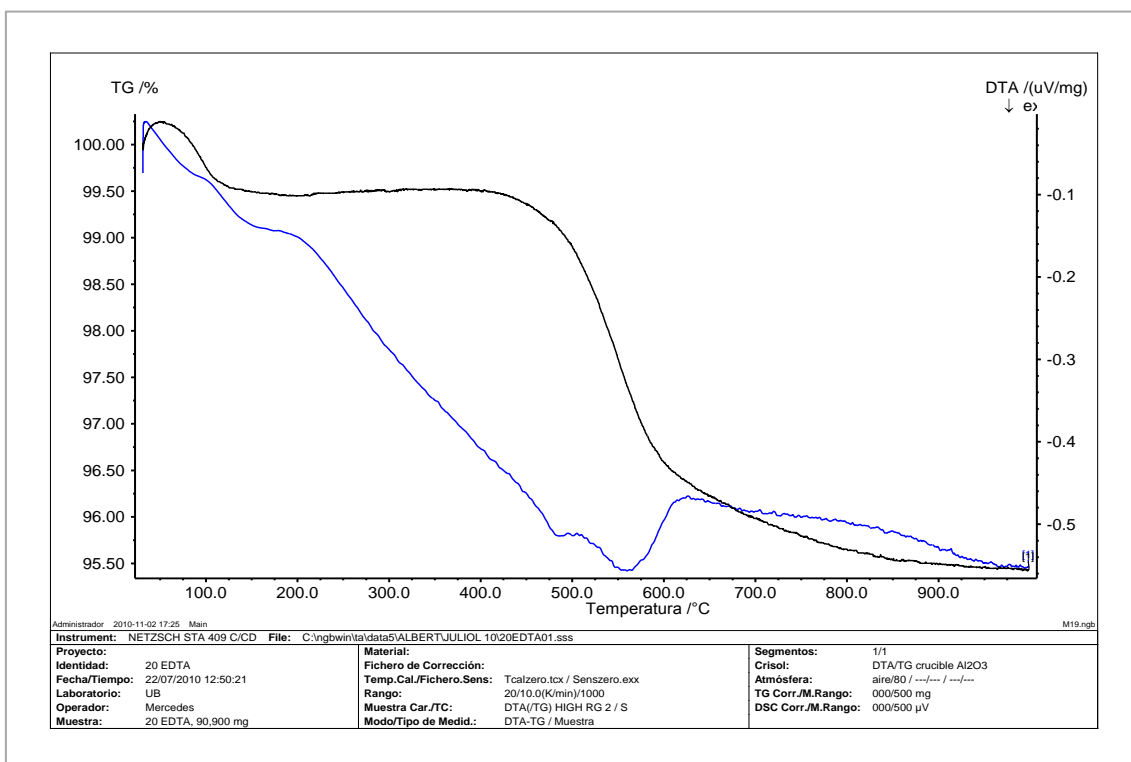


Figura 4.7.1. Superposició de la corba termogravimètrica (negre), la corba d'anàlisi tèrmica (blau) corresponent a la mostra OM-10. El primer màxim exotèrmic corresponent a l'H₂O absorbida se situa als 176.9 °C, mentre que els dos màxims corresponents a la pèrdua de grups hidroxils dels fil·losilicats se situen als 492.5 °C i 593.3 °C. Aquest resultat és molt similar a la resta de mostres de la vessant d'Ormaiztegui a excepció de les mostres OM-5 i OM-18.

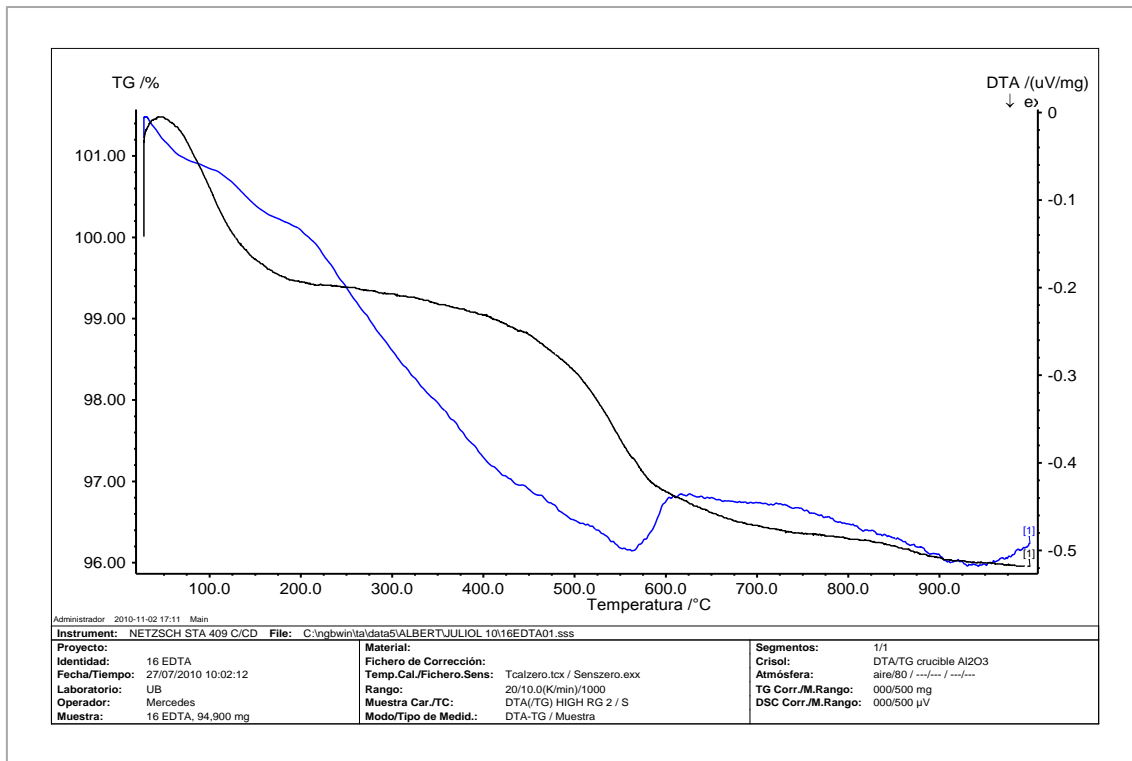


Figura 4.7.2. Superposició de la corba termogravimètrica (negre), la corba d'anàlisi tèrmica (blau) corresponent a la mostra OM-5. El primer màxim exotèrmic corresponent a l'H₂O absorbida se situa als 184.3 °C, mentre que només apareix un màxim exotèrmic destacat corresponent a la pèrdua de grups hidroxils dels fil·losilicats situat als i 593.0 °C.

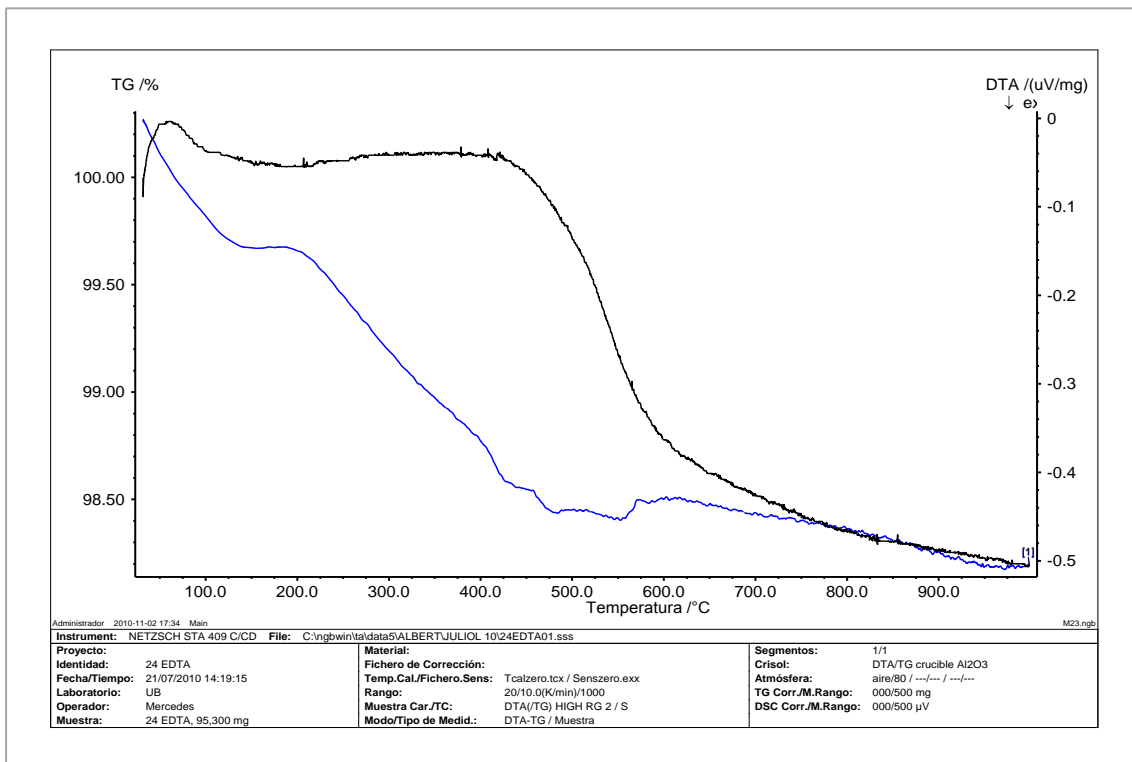


Figura 4.7.3. Superposició de la corba termogravimètrica (negre), la corba d'anàlisi tèrmica (blau) corresponent a la mostra OM-18. El primer màxim endotèrmic corresponent a l'H₂O absorbida se situa als 166.3 °C, mentre que apareix un màxim exotèrmic a 568.4°C, corresponent a la pèrdua de grups hidroxils dels fil·losilicats i un màxim endotèrmic a 460.3 °C.

Pel que fa a les pèrdues de pes de les mostres tractades tèrmicament s'han obtingut els següents resultats (fig. 4.7.4). Com es pot veure, la mostra corresponent al sondeig OM-18 és la que menys pèrdua de pes ha sofert en tot el procés, mentre que la mostra del sondeig OM-5 és la que ha perdut més pes en el procés de 90-200 °C.

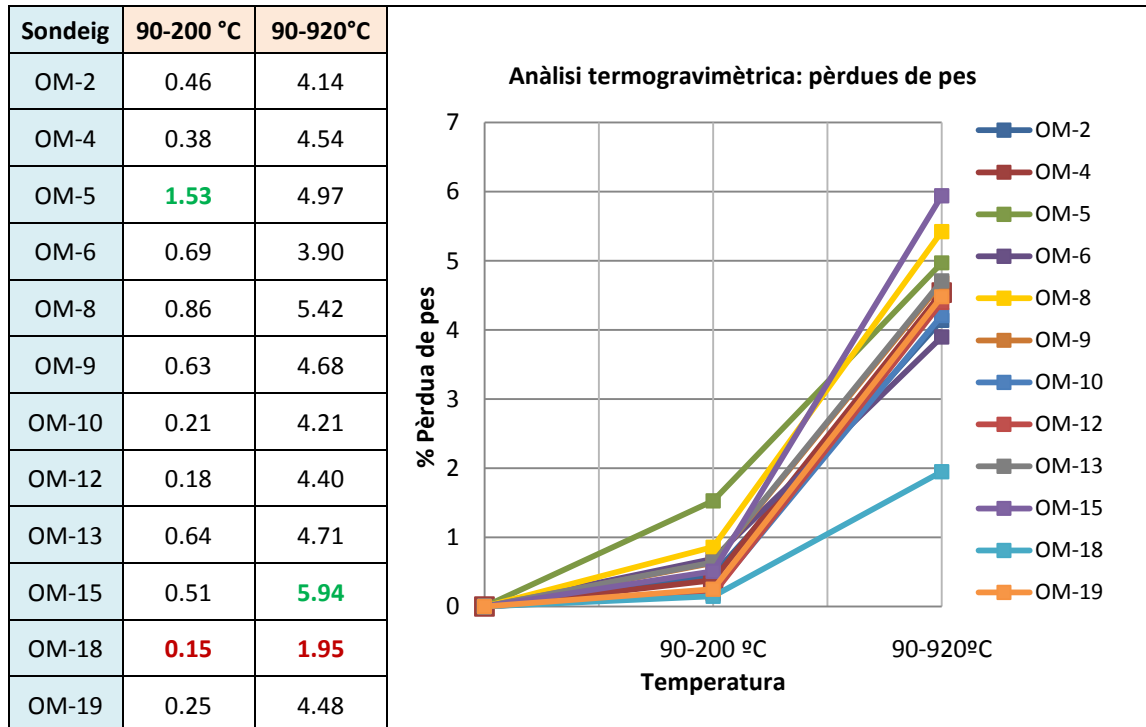


Figura 4.7.4. Gràfic de pèrdues de pes corresponents a les mostres analitzades i tractades tèrmicament fins a 900 °C. Els resultats s'han obtingut amb dos intervals, el primer de 90 a 200 °C i el segon de 200 °C a 900 °C.

La pèrdua de pes de la mostra OM-5 a l'interval 90-200 °C (1,53%) pot explicar-se per una major proporció d'H₂O absorbida que s'ha perdut durant el tractament tèrmic. La mostra OM-18 és la que menys pèrdua de pes ha sofert en la totalitat del procés (1,95%, a diferència de la resta de mostres, que presenten pèrdues entre un 4% i un 6% aproximadament) degut a la poca proporció de matriu fil·losilicatada i a que conté la quantitat més elevada de quars de totes les mostres analitzades.

4.8. Estudis texturals

L'estudi de microscopi petrogràfic i microscopi electrònic de les mostres de la vessant d'Ormaiztegi s'ha dut a terme utilitzant les mostres OM-2, OM-10 i OM-18. En un primer anàlisi es van fer servir rèpliques per a la observació directa al microscopi electrònic d'escombrat però es comprovà que l'excessiva abrasió produïda pel poliment mecànic malmetia en excés els minerals de la mostra, que es trencaven molt sovint pels plans d'exfoliació i la imatge no resultava prou determinant per a una correcta descripció textural. Així, es va fer una segona campanya d'observacions utilitzant làmina prima amb polit metalogràfic, la qual cosa proporcionà imatges més definides i es conservà la integritat dels cristalls de les diferents fases minerals.

4.8.1. Descripció a visu

En general, totes les mostres de la vessant d'Ormaiztegi presenten un aspecte força semblant degut a que no hi ha diferències significatives a nivell litològic en quant que totes les mostres són limolites i argil·lites, a excepció de la mostra OM-18, que es pot classificar com a gres quarsític. Les mostres OM-2 i OM-10 presenten foliació més o menys visible i fractures de descompressió aproximadament solidàries amb la orientació preferent dels grans, d'obertura variable, des de fraccions de mil·límetre fins a 1-2 mm. La coloració és gris-blavosa, de fosc a moderadament clar, sovint amb bandejats molt fins de color gris clar a blanquinós. La mostra OM-18 en canvi, presenta una textura més gresosa, sense cap orientació preferent i amb un



Figura 4.8.1.1. Rèpliques de les mostres OM-2, OM-10 i OM-18, corresponents a una argil·lita, una limolita i un gres quarsític, respectivament.

mida de gra visible a simple vista (fig. 4.8.1.1). En làmina prima les mostres OM-2 i OM-10 presenten un aspecte igualment massiu i fracturat, amb una clara orientació preferent dels grans, que no es poden observar a simple vista. No obstant presenten una coloració molt més fosca que en rèplica i els mateixos bandejats lenticulars de color més clar. Presenten igualment fractures de descompressió formant angles molt petits respecte la direcció de foliació. La mostra OM-18, en canvi, presenta un aspecte molt diferent. El mida de gra és clarament visible i la coloració és gris-clar, amb freqüents bandejats més clars i grans de color gris fosc de morfologia allargada (fig. 4.8.1.2).

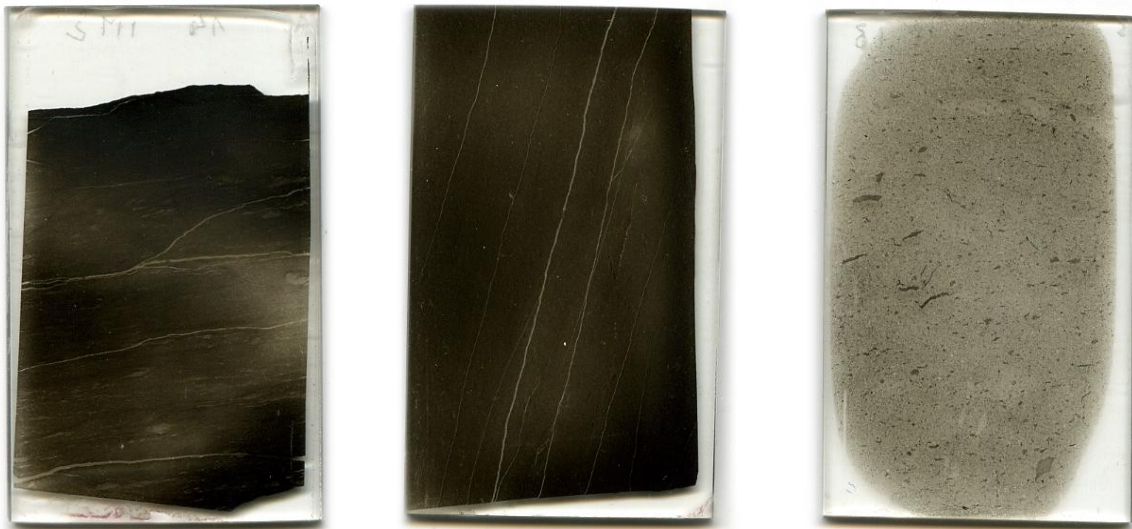


Figura 4.8.1.2. Làmines primes realitzades a partir de les mostres OM-2, OM-10 i OM-18.

4.8.2. Estudi mirotextural: esquelet detrític

Com ja s'ha descrit mitjançant les tècniques de difracció de raigs-X, l'esquelet detrític d'aquestes mostres està compost principalment per grans de quars i una petita proporció de feldspats (albita i microclina).

En general, els grans de quars presenten mides que van des dels pocs μm fins a desenes de μm , arribant a mides de sorra fina en el cas de la mostra OM-18. La selecció, segons el criteri de R. R. Compton, 1962, és moderada en el cas de les argil·lites-limolites (valors de la desviació estàndard de 0.5 a 0.7) i pobra en el cas del gres quarsític (valors de 0.7 a 2.0). El grau d'arrodoniment segons la classificació de Pettijohn et al., 1973, és de sub-angular a angular i els contactes entre els grans (quan es produeixen) són puntuals (o biconvexes) o bé suturats.

Altrament, els grans de quars presenten sovint estructures de dissolució i fractures. Les mostres OM-2 i OM-10 tenen suport tipus matriu-suportat (fig. 4.8.2.1 i fig. 4.8.2.2), de manera que els grans de quars no sempre es troben en contacte entre ells i la matriu i el ciment ocupen la major part de l'espai intergranular. La mostra OM-18, que és un gres quarsític, presenta suport tipus clast-suportat i tots els grans de quars es troben íntimament contactats, deixant molt poc espai intergranular (fig. 4.8.2.3 i fig. 4.8.2.4).

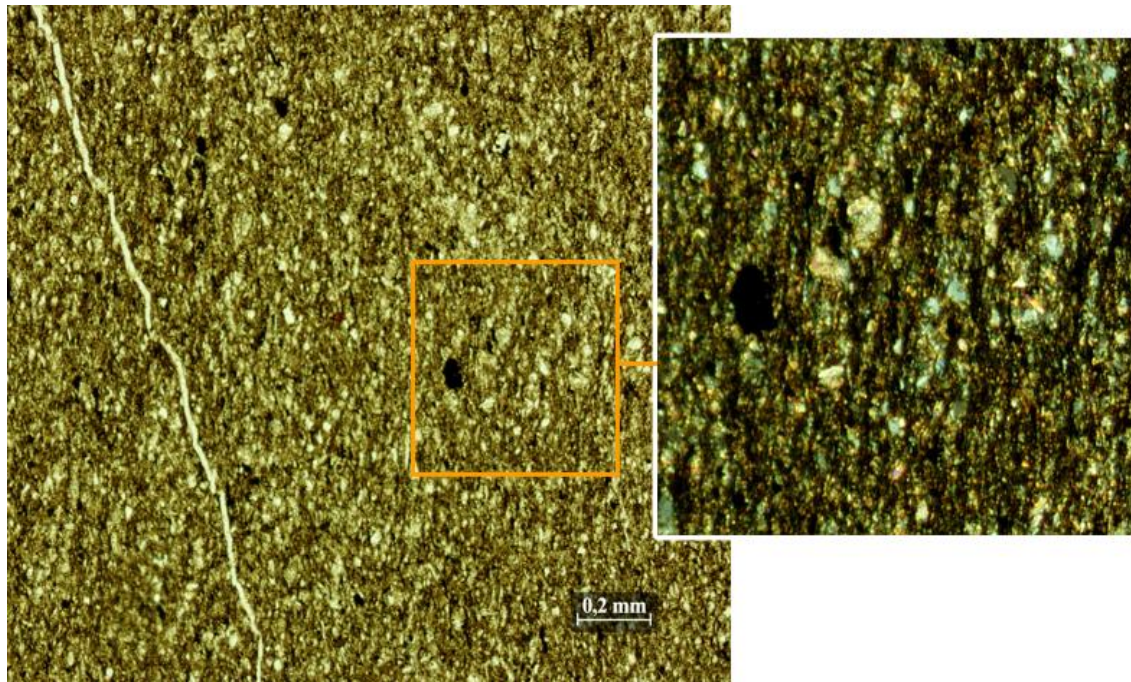


Figura 4.8.2.1. Vista general en nicols paral·lels i nicols encreuats (ampliació dreta) de la mostra OM-10, on es veu clarament el caràcter matriu-suportat de la fàbrica i la orientació preferent dels grans argilosos. Els grans més clars corresponen a l'esquelet detrític siliciclàstic, mentre que els que presenten coloracions marró fosc corresponen a la matriu fil·losilicatada.

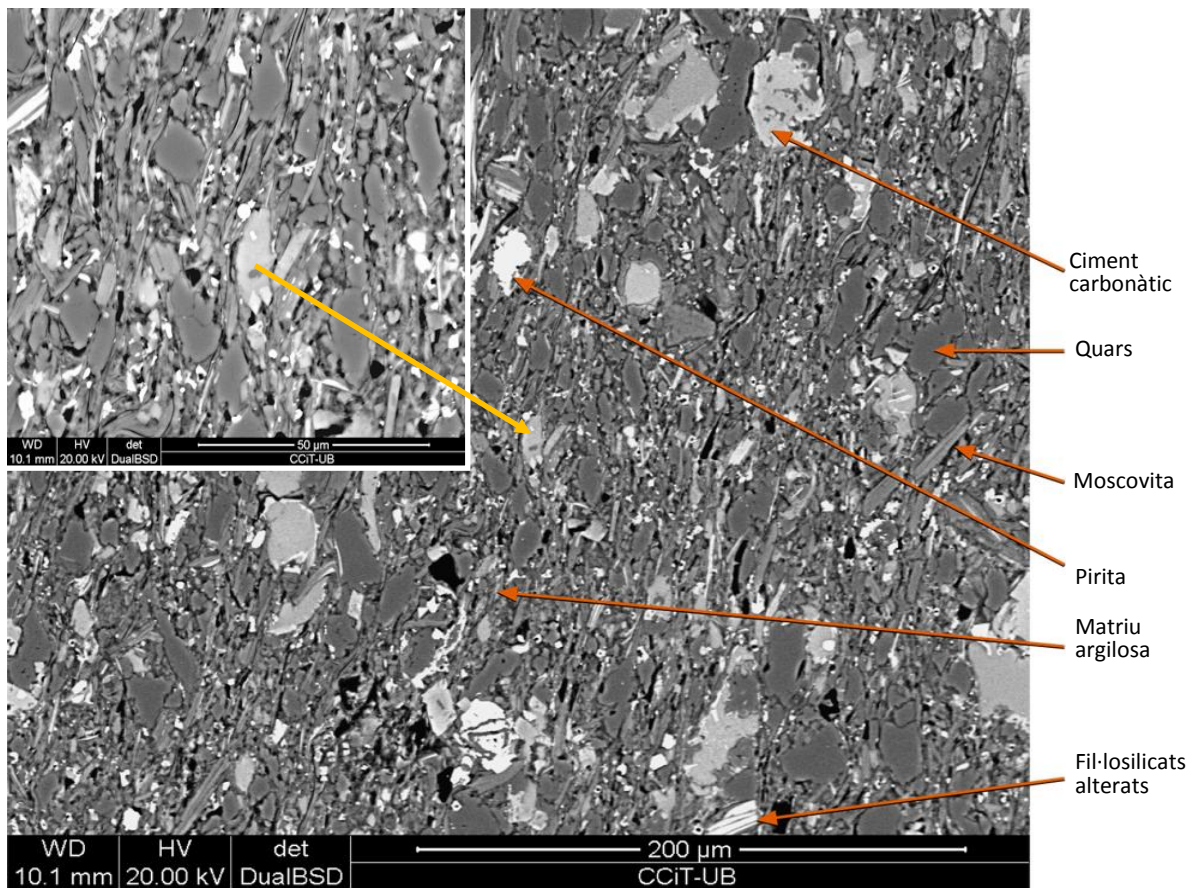


Figura 4.8.2.2. Imatge de BSE-SEM general de la mostra OM-10 on es veu perfectament la fàbrica matriu-suportada de grans detrítics de quars (zones de color gris fosc) i la seva morfologia angular a sub-angulara. Aquesta mostra presenta una orientació preferent dels seus minerals argilosos sub-vertical. Totes les mostres de la vessant d'Ormaiztegi, a excepció de la OM-18, presenten un aspecte molt similar a aquest.

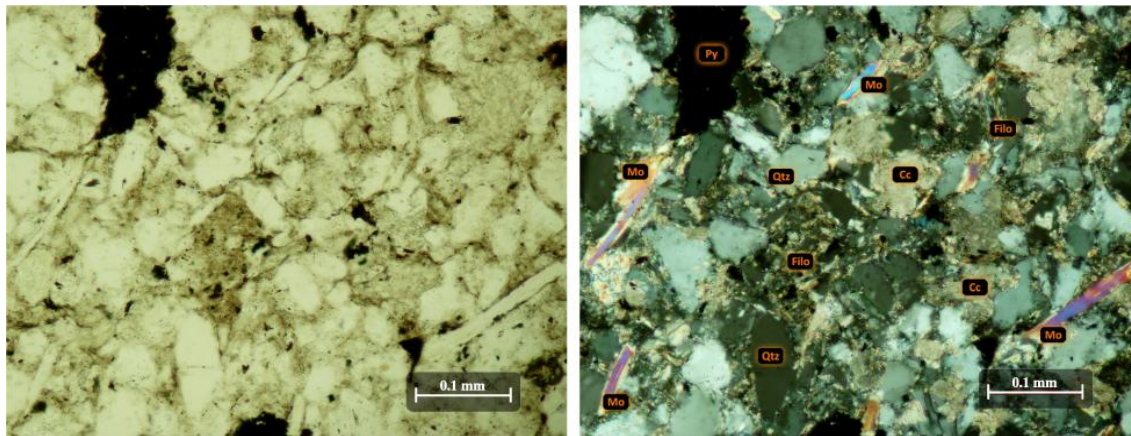


Figura 4.8.2.3. Imatge amb nicols paral·lels i nicols encreuats de la mostra OM-18. En nicols encreuats, els grans sub-angulosos de color gris clar i gris fosc corresponen a quars (Qtz), mentre que els cristalls tabulars de colors blau-vermell-violeta corresponen a moscovita (Mo). Els cristalls de color marró clar constitueixen el ciment carbonàtic (Cc), mentre que els grans de color negre són minerals opacs, entre pirita (Py) i òxids.

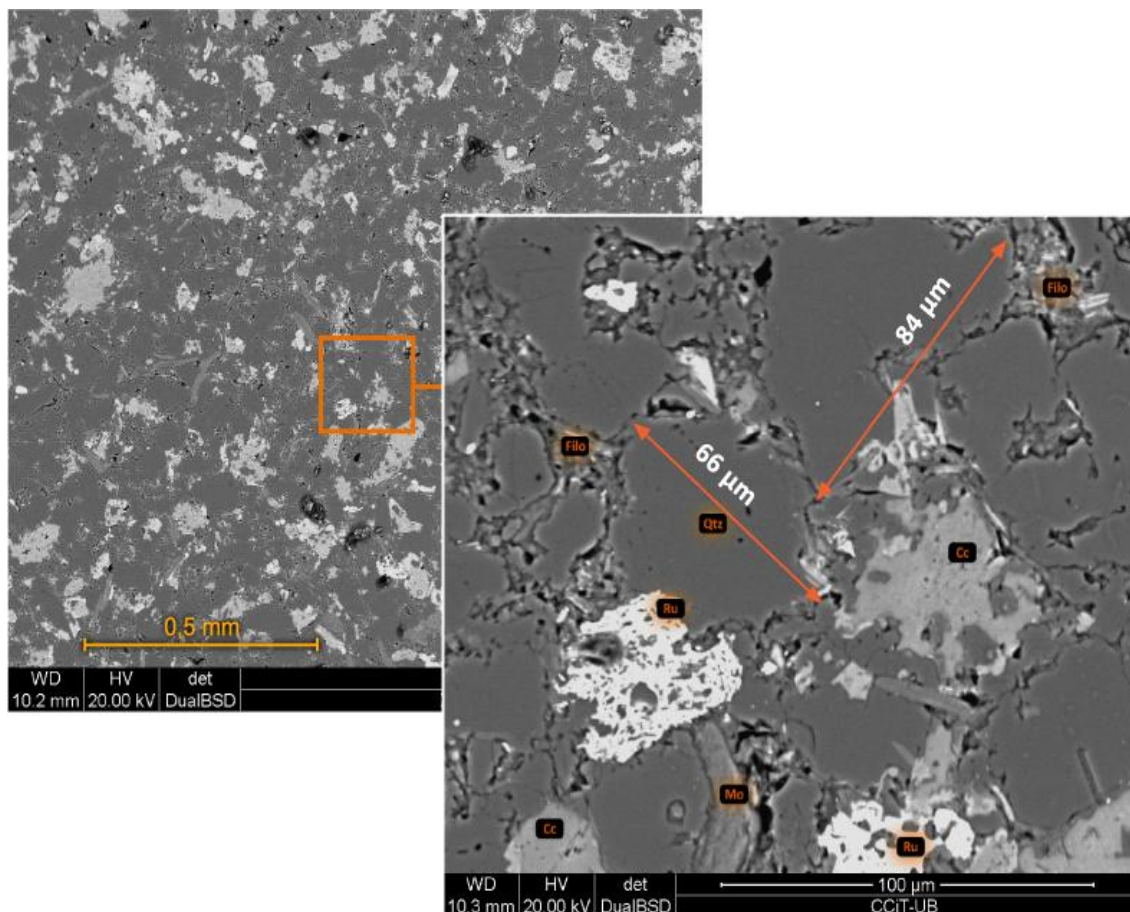


Figura 4.8.2.4. Imatge de BSE-SEM de la mostra OM-18 (gres quarzític). Es veu amb claredat la fàbrica clast-suportat de la mostra, amb els grans de quars (Qtz) angulosos i sub-angulosos perfectament units entre ells per mitjà de contactes biconvexos i suturats, deixant poc espai intergranular. El mida dels grans supera en molts casos la sorra fina (>62 µm). En la imatge també es pot observar ciment carbonàtic (Cc), cristalls de moscovita (Mo) d'hàbitus tabular, macles de rútil (Ru) i una matriu argilosa de gra molt fi ocupant l'espai intergranular (Filo).

Les imatges basades en rèplica tenen una qualitat inferior a l'hora de fer una descripció textural qualitativa de la mostra però en canvi ens deixen veure informació que, gràcies al relleu, no es veuria en làmina prima, com per exemple, les estructures de dissolució d'aquests grans de quars (fig. 4.8.2.5).

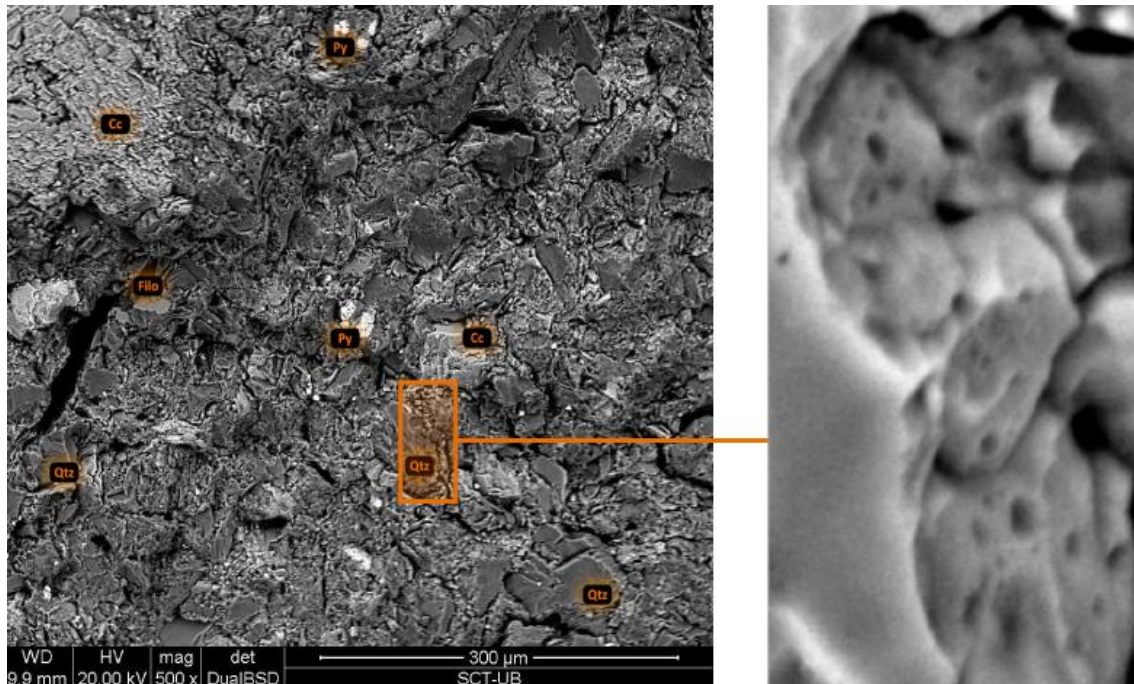


Figura 4.8.2.5. Imatge de BSE-SEM basada en rèplica de la mostra OM-18. El marcat relleu que ens permeten aquest tipus d'imatges de rèplica és imprescindible per a poder observar les estructures de dissolució del quars (ampliació dreta). En aquesta imatge es veu l'esquelet silisiclàstic de quars (Qtz), ciment esparític de carbonats (Cc), petits fil-lo-silicats formant la matriu i alguns cristalls de piritita (Py).

Un altre dels components de l'esquelet detrític d'aquests materials són els feldspats, variants microclina i albita, tot i que en quantitats molt petites, entre un 1 i un 5% aproximadament en totes les mostres de la vessant d'Ormaiztegi (fig. 4.8.2.6).

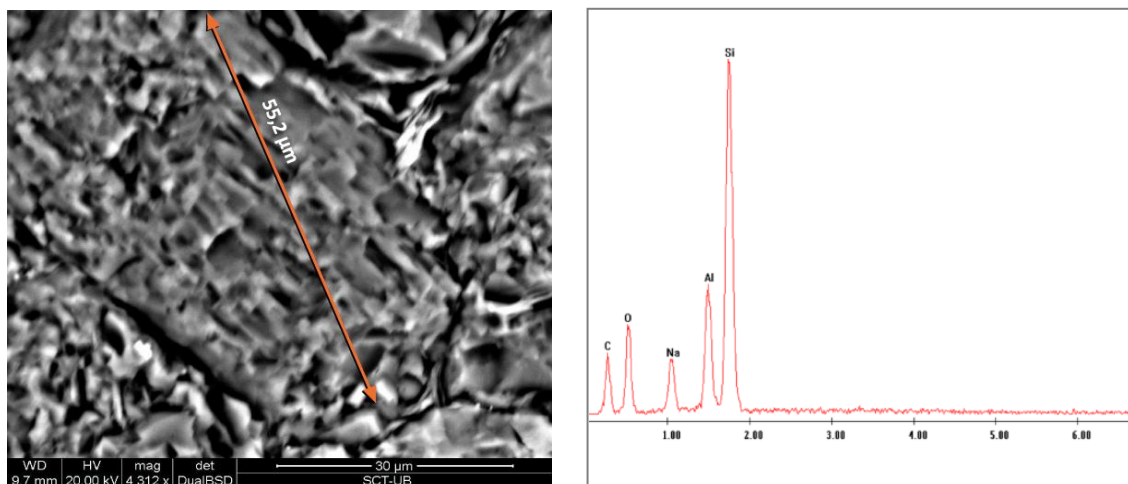


Figura 4.8.2.6. Imatge de BSE-SEM d'una plagiòclasi detrítica que presenta abrasió mecànica pel polit de la rèplica que li confereix aquesta morfologia estriada. L'espectre de l'EDS indica la seva composició d'Al, Si i Na com a elements principals, i l'absència de Ca, amb la qual cosa es tracta d'una albita (0-10% Ca).

En general, les mostres presenten sovint bandejats de coloracions més clares. En el cas de les argil·lites i les limolites, aquests bandejats impliquen un lleuger augment de la granulometria dels clasts de quars i un increment de la proporció de ciment carbonàtic, de forma que esdevenen uns bandejats lenticulars i finits de caràcter gresós, texturalment semblants a la mostra OM-18 (fig. 4.8.2.7 i fig. 4.8.2.8).

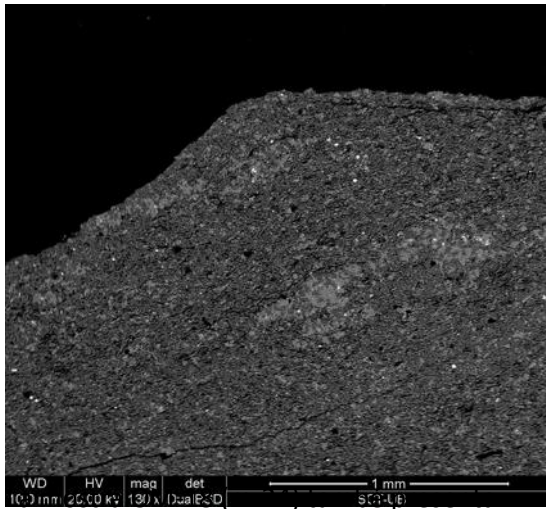


Figura 4.8.2.7. Imatge de BSE-SEM basada en rèplica de la mostra OM-2 on es veuen aquests bandejats lenticulars on hi predominen el quars detrític i una gran proporció de ciment carbonatí.

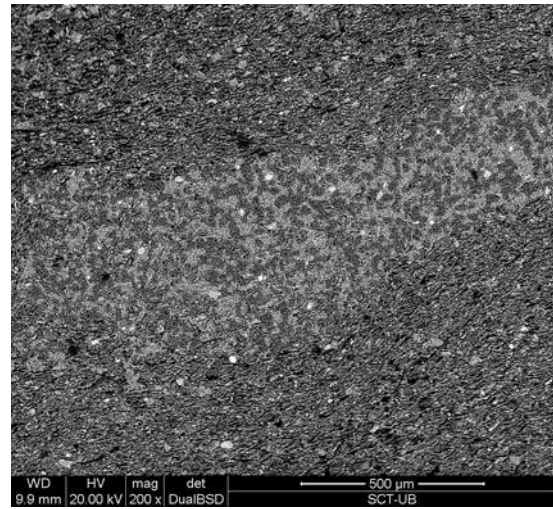


Figura 4.8.2.8. Imatge de BSE-SEM basada en rèplica de la mostra OM-10 on es veu un bandejat lenticular. Quasi tot del bandejat és únicament de quars i carbonat, amb alguns cristalls de pirita i molt poca matriu.

alguns bandejats on hi ha un augment de la proporció de ciment carbonatat però també destaquen zones lenticulars de mida mil·limètric on s'hi concentren fil·losilicats amb certa orientació preferent (fig. 4.8.2.9) i on el mida de gra del quars és significativament inferior, passant de sorra fina a mida llim-argila.

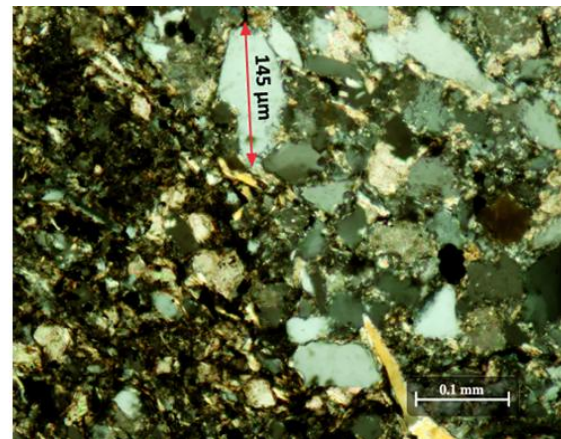
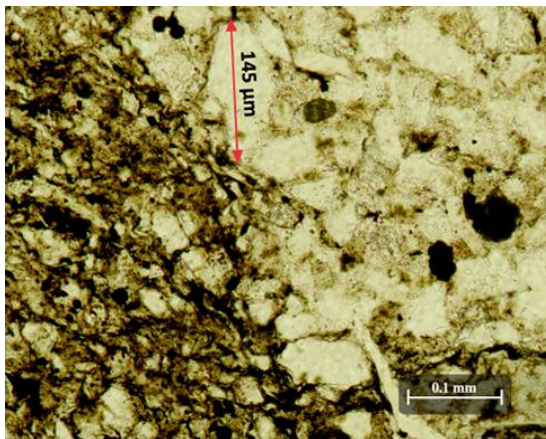


Figura 4.8.2.9. Imatges de microscopi òptic on es veu el contacte entre la zona limolítica, que presenta una certa orientació preferent dels fil·losilicats i la zona de gres quarzític, amb molt poca matriu i mida de mida de gra major. Imatges amb nicols paral·lels (esquerra) i nicols encreuats (dreta).

4.8.3. Estudi microtextural: matriu fil·losilicatada

En general totes les mostres presenten una matriu de fil·losilicats composta majoritàriament per cristalls d'hàbitus tabular de moscovita, i, en mides de gra més petita, una proporció important d'il·lita amb quantitats petites d'un interstratificat il·lita-esmectita i una petita fracció de cristalls de clorita en algunes mostres, com ja s'ha vist en els resultats dels anàlisis de difracció de raigs-X pel mètode de pols. Aquest fet queda plenament contrastat en les observacions dutes a terme amb microscopi electrònic d'escombrat i amb els resultats que ha proporcionat l'analitzador d'energies dispersives (EDS). Aquests cristalls de fil·losilicats de la matriu tenen mides molt variables, des de mides superiors a les 62 µm (mida de sorra fina) en el cas d'alguns cristalls de moscovita, sobretot en la mostra OM-18, fins a mides inferiors a 1

µm, en agregats de petits cristalls tabulars fortament imbricats i deformats, d'il·lita i interestratificats il·lita-esmectita (fig. 4.8.3.1, fig. 4.8.3.2 i fig 4.8.3.3).

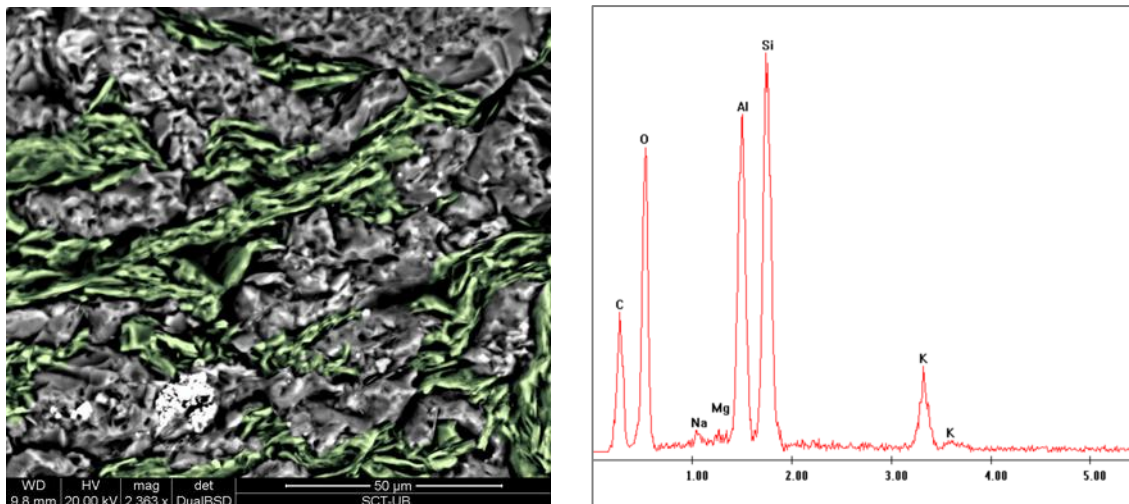


Figura 4.8.3.1. Imatge de BSE-SEM basada en rèplica on es veuen cristalls tabulars de fil·losilicats (acolorits en verd per a la seva correcta discriminació) disposats aleatòriament entre grans detrítics de quars semi-dissolts i alguns òxids (petit agregat de cristalls a la part inferior de la imatge de color blanc). L'anàlisi en un punt amb l'EDS indica que es tracta de moscovita.

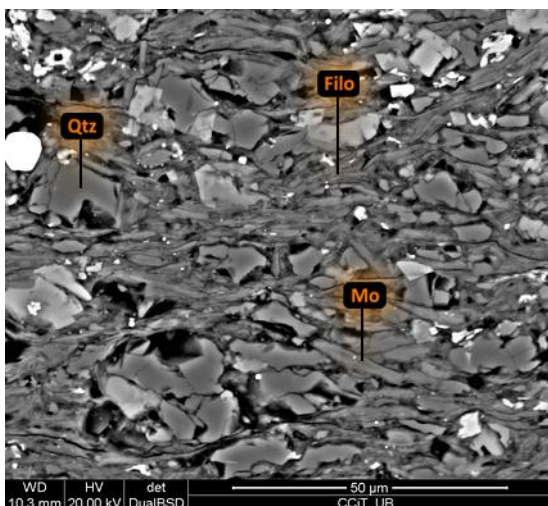


Figura 4.8.3.2. Imatge de BSE-SEM de la mostra OM-2. Matriu de fil·losilicats amb orientació dels cristalls tabulars. Els més idiomòrfics i de mides majors corresponen a moscovita (Mo), mentre que els més petits, formant agregats amb molta imbricació (Filo) són il·lites i interestratificats il·lita-esmectita.

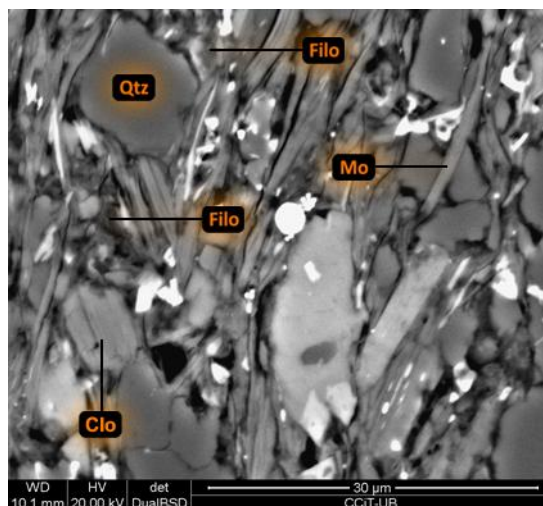


Figura 4.8.3.3. Imatge de BSE-SEM de la mostra OM-10. Matriu de fil·losilicats amb cristalls tabulars de moscovita (Mo), agregats de mida molt fi d'il·lita i interestratificat il·lita-esmectita (Filo) i algun cristall de clorita fèrrica (Clo) o chamosita.

La major part de la matriu de les mostres de la vessant d'Ormaiztegi presenten una clara orientació preferent dels seus cristalls, però amb certa tendència a presentar un empaquetament floculat, especialment les il·lites i interestratificats I/S de mida més petit. Aquest fet és molt evident en els bandejats carbonàtics de les argil·lites i les limolites, on els fil·losilicats es troben totalment desordenats. En la mostra OM-18 (gres quarsític), la poca matriu que ocupa l'espai intergranular és molt semblant en quant a composició que la resta de mostres argil·lito-limolítiques però en aquest cas no presenta cap orientació dels grans.

Per altra banda, els cristalls tabulars dels fil·losilicats que conformen la matriu es troben en moltes ocasions parcialment alterats per la circulació de fluids hidrotermals rics en ferro, que

penetren per les obertures que sovint presenten els plans d'exfoliació i alhora formen pel·lícules d'òxids-hidròxids de ferro. Aquest fet provoca l'aparició de bandejats d'alta reflectivitat en un mateix gra segons l'exfoliació basal (colors gris clars a blanc, fig. 4.8.3.4)

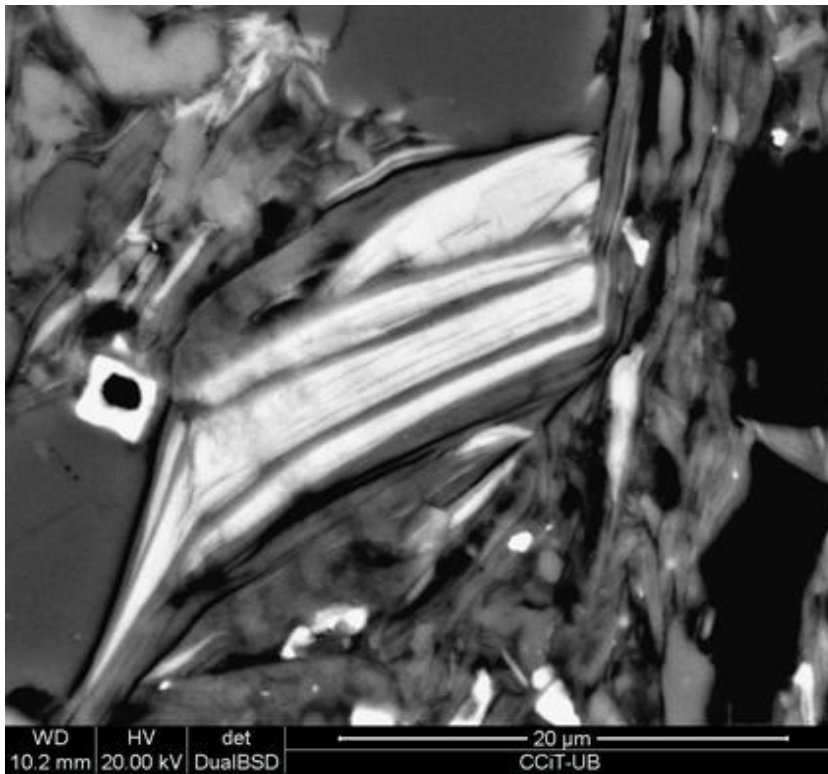


Figura 4.8.3.4. Imatge de BSE-SEM de la mostra OM-10. Cristalls tabulars d'il-lita parcialment alterats.

A la figura 4.8.3.5 s'hi observa un agregat de cristalls de interestratificat il-lita-esmectita amb l'espectre EDS corresponent, a la figura 4.8.3.6.

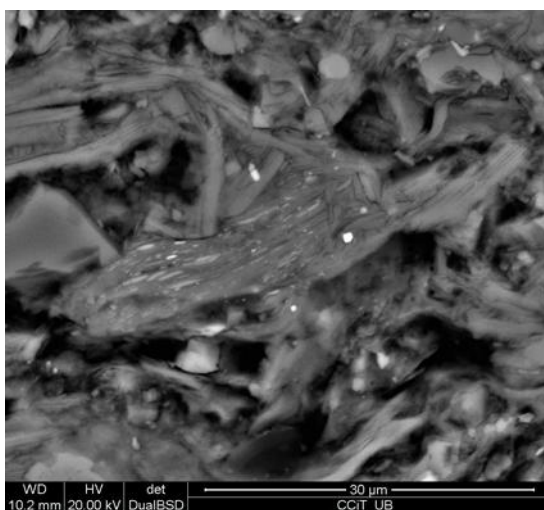


Figura 4.8.3.5. Imatge de BSE-SEM basada el làmina prima de la mostra OM-2 (m-14) on es veuen agregats de mida molt fi d'il-lita i il-lita-esmectita.

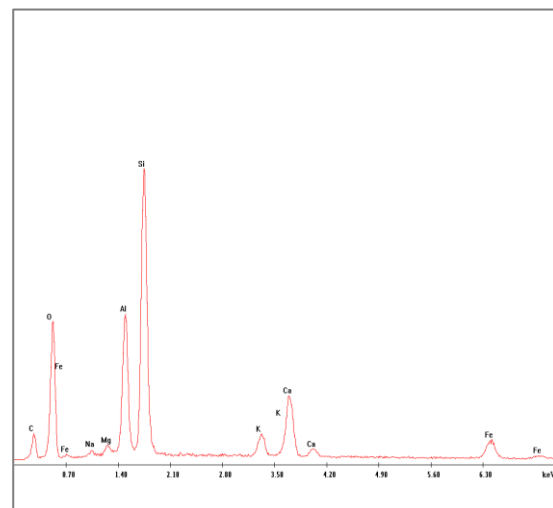


Figura 4.8.3.6. Espectre EDS extret d'un interestratificat il-lita-esmectita. Els elements propis d'aquest mineral són Si, Al, O, Na, Ca i Fe.

4.8.4. Estudi microtextural: ciment carbonatat

El ciment de les mostres de la vessant d'Ormaiztegi està format bàsicament per calcita en mosaic esparític ocupant la porositat primària intergranular i que en ocasions penetra els grans de quars detrític i de fil·losilicats i empeny els cristalls tabulars de fil·losilicats, deformant-los. Quan no es produeix penetració les vores dels cristalls són irregulars i s'adapten als contorns dels grans detrítics. Si es produeix penetració les vores són rectes i s'observa bé l'exfoliació romboèdrica de la calcita. La circulació de fluids hidrotermals rics en ferro sovint provoca la ankerització de la calcita preexistent causant zonacions i transformacions idiomòrfiques del ciment que aparentment aguditzen la penetració dels grans de la fracció detrítica (fig. 4.8.4.1 i fig. 4.8.4.2).

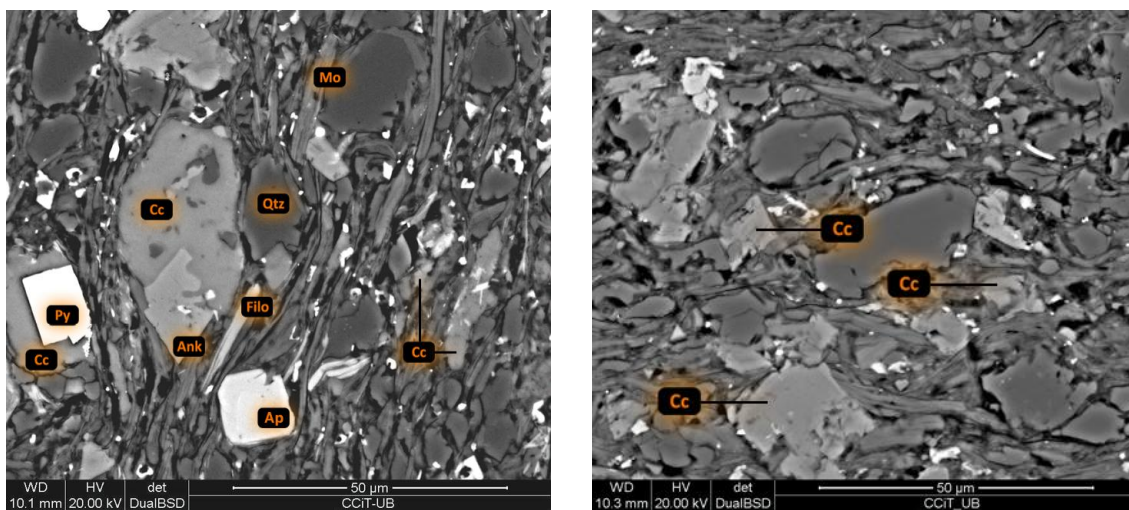


Figura 4.8.4.1 (esquerra). Imatge de BSE-SEM de la mostra OM-10. A la part central es veu ciment de calcita formant un agregat esparític de morfologia hipidiomòrfica i ben adaptat als contorns dels grans adjacents. A la part inferior d'aquesta calcita, ankerització del carbonat càlcic, amb algunes vores rectes i la exfoliació romboèdrica clarament visible. La zona ankerítica presenta una reflectivitat electrònica més alta que la zona calcítica, degut al contingut en ferro de la seva estructura. En aquesta imatge també es veuen altres zones carbonatades, de mida molt divers, des d'agregats de 20-30 µm fins a petits cristalls micrítics entre les làmines de fil·losilicat. Els cristalls de reflectivitat blanca corresponen a pirita (Py) i apatita (Ap). Figura 5.8.4.2 (dreta). Imatge de BSE-SEM de la mostra OM-2 on es veuen diferents agregats de calcita, alguns de forma idiomorfa, mostrant l'exfoliació romboèdrica, de mides molt dispers i distribució molt irregular.

La identificació de l'ankerita ha estat possible gràcies a l'analitzador d'energies dispersives (EDS) i a la diferència de reflectivitat electrònica entre les zones calcítiques i ankerítiques, en quant que l'ankerita presenta una reflectivitat més elevada degut al contingut en ferro dins la seva estructura, tot i que no sempre resulta un criteri fiable (fig. 4.8.4.3).

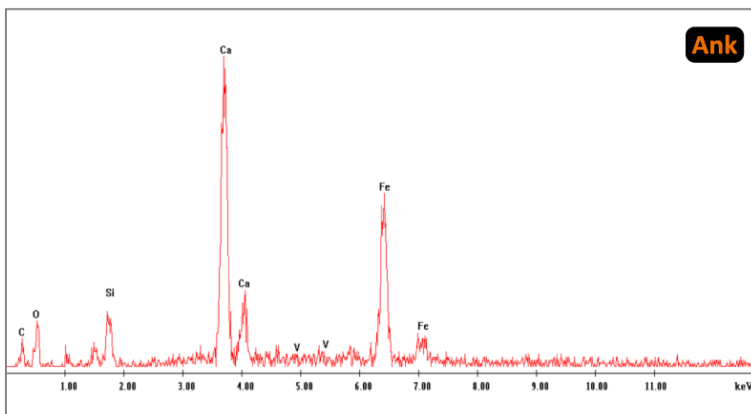


Figura 4.8.4.3. Espectre EDS d'una ankerita (Elements: Ca, Fe. El Si és degut a contaminació del quars adjacent).

A les figures 4.8.4.4 i 4.8.4.5 s'hi observen ciment d'ankerita envoltant un gra de quars i contacte no adaptatiu amb fil·losilicats.

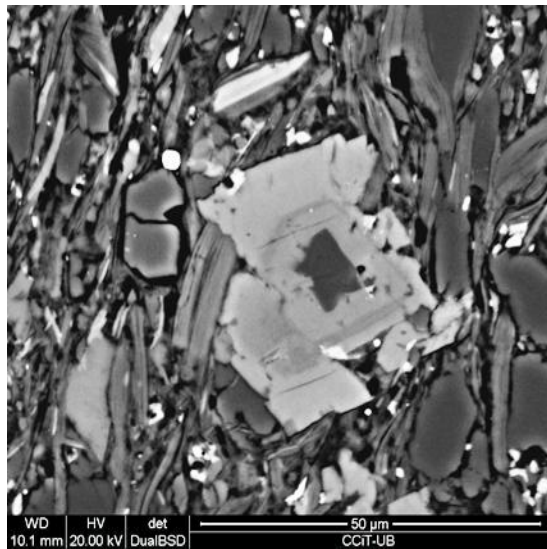


Figura 4.8.4.4. Imatge de BSE-SEM de la mostra OM-10. A la zona central, ciment esparític d'ankerita, amb una marcada zonació, de morfologia idiomòrfica i amb vores rectes, marcant l'exfoliació romboèdrica característica. Al centre apareix una petita secció de quars detrític. El ciment ankerític sembla corroure i travessar alguns cristalls adjacents de fil·losilicats.

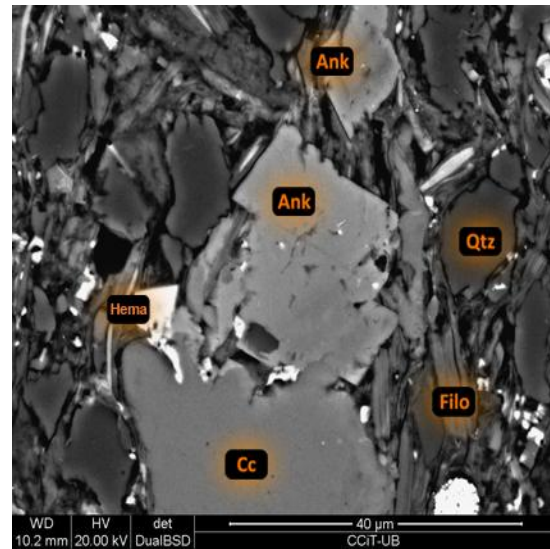


Figura 4.8.4.5. Imatge de BSE-SEM de la mostra OM-10. El que semblen dues generacions de carbonat omplen gran part de la imatge. A la zona inferior, ciment de calcita (Cc), menys reflectant i de forma al·lotriomòrfica. A la zona central i unit a la zona calcítica, ciment esparític d'ankerita (Ank) en contacte puntual amb fil·losilicats.

En general, en aquestes mostres s'observen dues generacions de ciment carbonàtic: una primera generació de ciment de calcita, més hipidiomòrfic, amb contactes més adaptatius amb l'esquelet siliclàstic i la matriu argilosa i una segona generació de ciment d'ankerita, format per una posterior ankeritització del ciment calcític, formant cristalls molt més idiomòrfics i sense contactes adaptatius.

4.8.5. Estudi microtextural: minerals accessoris

Pirita: Hi ha abundància de pirita d'origen autigènic en tota la mostra, repartida uniformement, en un percentatge que podríem estimar visualment en menys d'un 1% aproximadament, excepte en zones molt puntuals de porositat més elevada on s'hi concentra en forma d'agregats lenticulars (poliframboids de pirita, fig. 4.8.5.1). Les formes i disposicions que adopta aquesta pirita són tres:

1. **Framboids de pirita:** agregats esferoïdals de petits cristalls equigranulars sub-ehuèdrics de pirita. Aquests agregats poden ser molt irregulars fins a tenir formes perfectament esfèriques i de mides que van des de les poques μm fins a mides de desenes de μm . La morfologia dominant dels seus cristalls és de piritoedres o sub-esfèrica, amb mides que oscil·len entre 0,2-0,3 i 1-1,2 μm (fig. 4.8.5.2).
2. **Agregats de macrocristalls:** agregats de cristalls amb mides entre 3 i 12 μm , amb morfologies de sub-ehuèdriques a euhèdriques, sovint amb formes perfectament octaèdriques i piritoèdriques.

3. Cristalls discrets: cristalls sols o en agregats de pocs individus, localitzats en petits porus intergranulars, amb varietat de mides i formes (fig. 4.8.5.3).

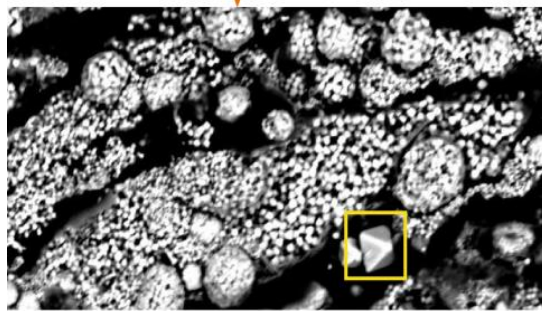
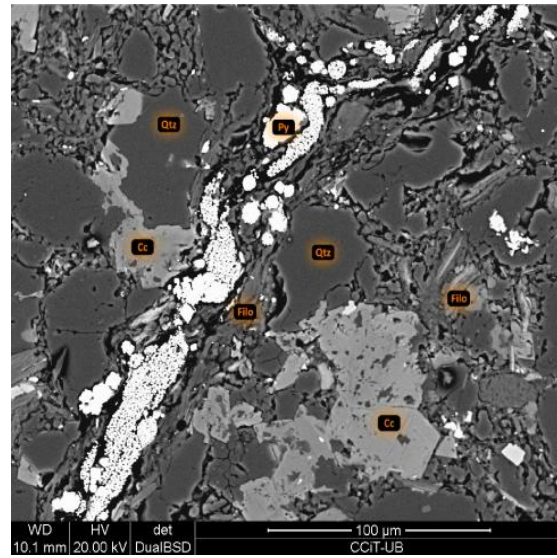
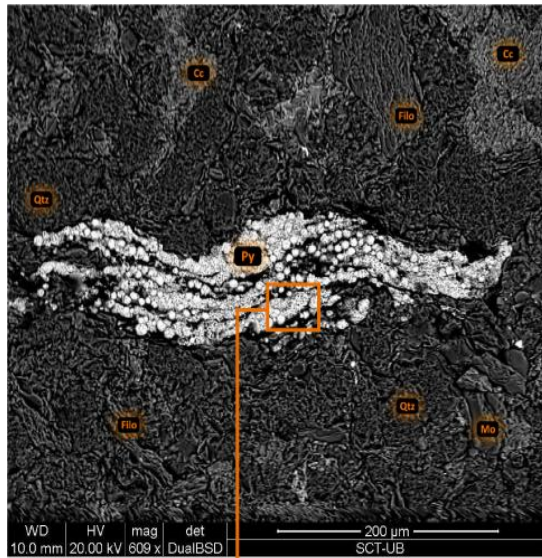


Figura 4.8.5.1. Imatge de BSE-SEM on es pot veure una gran concentració de framboids de pirita i macrocristalls de pirita ocupant una cavitat lenticular de centenars de µm. Mostra: OM-18.

Figura 4.8.5.2 (sobre). Imatge de BSE-SEM de la rèplica on destaca un agregat de framboids o poliframboid en forma de "clusters" ocupant una gran cavitat d'uns 0,4 mm aprox. Augmentant la imatge es pot observar un gran cristall octaèdric perfectament euهدral, amb les arestes ben visibles. Mostra: OM-18.

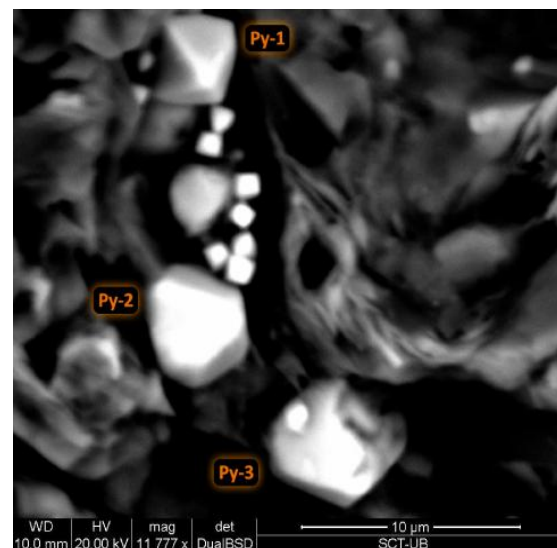


Figura 4.8.5.3 (dreta). Imatge de BSE-SEM de la rèplica on s'hi observen macrocristalls de pirita, euهدrals (Py-1, octaèdre) i sub-euهدrals (Py-2, Py-3, piritodres) i microcristalls de poc menys d'1 µm. Mostra: OM-18.

Rútil: En menor quantitat que la pirita es troba amb freqüència rútil, probablement de neoformació, donat que els cristalls han crescut adaptant-se als contorns dels components detrítics, en espais buits intergranulars. Presenta una gran reflectivitat electrònica i es dona en dues formes:

1. Agregats de cristalls aciculars en macla de colze: amb mides variables, que van des de les poques µm fins a desenes de µm (fig. 4.8.5.4).

2. Cristalls aciculars i prismàtics discrets: de mida molt petita, en l'espai intergranular.

Altres: s'han trobat igualment traces d'altres minerals accessoris com ara hematites, associada normalment a les grans agrupacions de framboids de pirita, en forma de petits cristalls hipidiomòrfics i cristalls d'apatita de morfologia euhedral, probablement d'origen detrític.

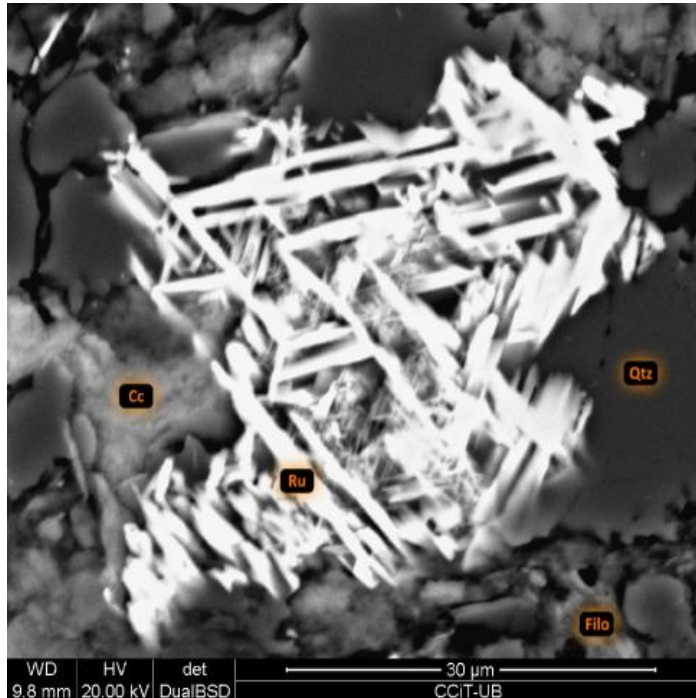


Figura 4.8.5.4. Imatge de BSE-SEM centrada en un agregat de cristalls aciculars de rútil (Ru) en formant macles en colze, encaixat entre grans detrítics de quars (Qtz), ciment de calcita (Cc) i matriu fil·losilicatada. Els cristalls ténen mides molt variables, des de gruixos d'escala nanomètrica fins a gruixos de poques µm. Mostra: OM-18.

5. TALUSSOS DE LA VESSANT D'IDIAZÀBAL

5.1. Descripció dels talussos

Segons els estudis previs de la Diputació Foral de Gipúzkoa (2009), els trets estructurals que caracteritzen el massís rocós es van configurar durant la Orogènia Alpina. En línies generals, l'estructura del massís rocós en els desmunts estudiats roman sensiblement constant, amb direccions de cabussament NE-SW i cabussaments cap al NW i SE amb valors elevats, entre 65° i 80°, observant alguns plecs anticlinals i sinclinals, diverses falles i nombrosos replecs al llarg del traçat.

L'estratificació en argil·lites i limolites es confon amb una acusada esquistositat de fractura i únicament en nivells de gres la presa de les dades d'estratificació és fiable. En general l'estratificació s'orienta amb direcció transversal o obliqua a la dels talussos, excepte en els 300 m situats a l'inici en què es disposa sub-paral·lela i amb forts cabussaments cap l'interior del talús, el que ha propiciat fenòmens de bolcada d'estrats o *toppling*. S'han distingit zones de desmunt intensament fracturades per falles i els seus corresponents plecs d'arrosseigament i replegaments, que han afectat l'estabilitat dels talussos, particularment entre el PK 413,750 (fig. 5.1.1) i el PK 413,900 (trams 11 a 13) o a l'altura del PK 414,000 (tram 16) i del PK 414,500 (trams 24-25).

D'altra banda, la variació del sentit de cabussament va canviant a nord o sud a causa de l'existència de plecs amb flancs generalment verticalitzats, com ara els distingits entre els PK 414,050 i PK 414,200 (trams 17 i 18) o a l'altura del PK 414,450 (trams 23 i 24). La direcció de les falles principals coincideix amb l'estructura general sensiblement EW, essent de cabussament proper a la vertical i de traçat rectilini (fig. 5.1.2). També hi ha falles obliqües al traçat en direcció NE-SW o NW-SE si bé són menys freqüents i de menor entitat que les anteriors.

Tant les limolites com les argil·lites presenten una acusada esquistositat de fractura que determina els principals plans de discontinuïtat del massís, i l'estratificació visible només en els paquets de gresos intercalats en les formacions anteriors. Pel que fa a les juntes, es poden distingir en general quatre famílies, dues d'elles sub-paral·leles al talús i cabussant cap a la excavació 25°-35° o 70° i dues més obliqües cabussant entre 30° i 70°. Totes elles alliberen possibles blocs o falques inestables (normalment combinats amb l'estratificació), que han obligat a estabilitzar els talussos.

La continuïtat de les juntes varia entre 3 i 10 m en les obliqües i 10 m, o més, en les sub-paral·leles al talús. El traçat pot ser rectilini o sensiblement sinuós en ambdós casos.

Al llarg de tot el tram estudiat s'han reconegut una sèrie d'inestabilitats que obeeixen a diferents causes i que en gran mesura es van originar durant l'excavació dels talussos per causes estructurals o per la baixa qualitat del massís rocós.

D'altra banda, l'acusada tendència a la degradació d'aquesta roca exposada a la intempèrie ha propiciat inestabilitats en els talussos per buidat o erosió diferencial, que

han anat empitjorant amb el pas del temps en augmentar el gruix de l'horitzó alterat, el qual pot superar els 2-3 metres en determinades zones.

Els fenòmens observats que obeeixen a causes estructurals són fonamentalment el descalçament de blocs per juntes sub-paral·leles al talús que cabussen 25º-35º cap a la excavació, i el descalçament de falques per intersecció de juntes transversals i/o l'estratificació.

Per aquest motiu va ser bulonat el talús sobre bigues metàl·liques o sobre gunita i/o dau de repartiment durant l'obra. Lògicament en zones molt tectonitzades, per existència d'encreuament de falles i replecs associats, la roca es troba molt fracturada i meteoritzada, i en aquests punts es van produir importants caigudes durant l'obra que van obligar a posar esculleres i reforços de gunita amb bulons. Aquest és el cas dels trams 11 i 12 (PK 413,800) o del tram 16 (PK 414,000) o del tram 25 (PK 414,500. fig. 5.1.3). D'altra banda, s'ha observat un fenomen de bolcada d'estrats o *toppling* en els trams 2 i 3, encara que en la base del desmunt es reconeix roca "in situ" i no sembla comprometre l'estabilitat actual dels talussos.

Pel que fa a les inestabilitats originades per la degradació del massís rocós amb el pas del temps (han transcorregut deu anys des que es van excavar els talussos), s'han observat nombrosos descalçaments en els daus de repartiment dels bulons per buidatge de la base de suport, quedant extraploms i voladissos inestables.

També s'ha originat buidat per sota del recobriment de gunita, amb o sense l'acer dràmix, sobre la qual es van recolzar les bigues metàl·liques de repartiment o els propis daus de morter, quedant escarpaments que posen en perill l'estabilitat del talús i comprometen o anul·len l'eficàcia de l'estabilització aplicada al seu dia, augmentant el risc que es produeixin caigudes per causes estructurals.

L'erosió diferencial entre estrats i el buidatge irregular provoquen caigudes i caigudes de pedres (falques o blocs) de diferent entitat originant enormes acumulacions de materials en les cunetes al peu dels talussos, dificultant el manteniment dels mateixos.



Figura 5.1.1. Talús comprès entre el PK 413,750 i el PK 413,800. La marca circular correspon al sondeig IM-13, realitzat en un tram argilític, d'on s'ha extret posteriorment la mostra IM-13, de la qual se'n ha fet un estudi textural (veure apartat 5.8).



P.K.414,350

P.K.414,375

P.K.414,400

Figura 5.1.2. Talús comprès entre el PK 414,350 i el PK 414,400. La marca circular correspon al sondeig IM-6, realitzat en un tram argilític, d'on s'ha extret posteriorment la mostra IM-6, de la qual se'n ha fet un estudi textural (veure apartat 5.8).



P.K.414,500

P.K.414,525

P.K.414,550

Figura 5.1.3. Talús comprès entre el PK 414,500 i el PK 414,550. La marca circular correspon al sondeig IM-3, realitzat en un tram limolític, d'on s'ha extret posteriorment la mostra IM-3, de la qual se'n ha fet un estudi textural (veure apartat 5.8).

Sondeigs utilitzats en aquest treball:

1) Sondeig IM-3, realitzat en un punt del talús oest de la carretera N-I, al PK 414,532 (figura 5.1.4), 2) Sondeig IM-6, realitzat en un punt del talús oest de la carretera N-I, al PK 414,379 (figura 5.1.5), 3) Sondeig IM-13, realitzat en un punt del talús oest de la carretera N-I, al PK 414,752 (figura 5.1.6).

Els talussos escollits responen a diferents motius. Les mostres IM-3 i IM-6 han estat triades pel baix grau de durabilitat que presentaven els desmunts als quals pertanyen i la seva intensa degradació i trencament en fragments prismàtics petits ("chips"). La mostra IM-13 ha estat escollida per la seva poca resistència mostrada en un primer assaig de laboratori (assaig de durabilitat SDT).



Figura 5.1.4. Punt de sondeig IM-3.



Figura 5.1.5. Punt de sondeig IM-6.



Figura 5.1.6. Punt de sondeig IM-13.

5.2. Fluorescència de Raig-X: composició química

Segons els estudis previs de Martínez-Bofill et al. (2009), mitjançant fluorescència de raigs-X (XRF) s'ha determinat el contingut en elements majoritaris (Fe_2O_3 , MnO , TiO_2 , CaO , K_2O , P_2O_5 , SiO_2 , Al_2O_3 , MgO i Na_2O , fig. 5.2.1). Els resultats obtinguts indiquen que les mostres estudiades presenten una gran homogeneïtat química, i per tant possiblement també mineralògica, independentment del talús de procedència, a excepció de les mostres IM-15 (m-10) i IM-17 (m-12), que presenten resultats un tant diferents. Aquesta homogeneïtat es determina amb la representació dels continguts en CaO , SiO_2 i $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{MgO}$ que indiquen una aproximació als continguts en carbonats, quars i fil·losilicats, respectivament (fig. 5.2.2), posats de manifest en la composició global de la roca per mitjà d'un diagrama ternari $\text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{MgO}$ (fig. 5.2.3).

Sondeig	Fe_2O_3	MnO	TiO_2	CaO	K_2O	P_2O_5	SiO_2	Al_2O_3	MgO	Na_2O
IM-2	6,47	0,04	0,70	8,35	3,43	0,11	47,96	19,21	1,35	0,63
IM-3	6,63	0,05	0,72	8,32	3,25	0,12	47,93	18,75	1,39	0,61
IM-5	6,02	0,03	0,71	6,86	3,32	0,10	52,33	18,62	1,46	0,66
IM-6	7,06	0,05	0,74	7,31	3,16	0,11	50,59	17,91	1,35	0,59
IM-8	5,65	0,04	0,78	5,23	3,32	0,11	54,74	19,08	1,41	0,63
IM-9	5,81	0,03	0,70	6,87	3,36	0,11	51,56	19,06	1,35	0,67
IM-11	6,58	0,04	0,76	5,38	3,09	0,11	53,92	18,34	1,44	0,67
IM-12	6,21	0,03	0,70	7,32	3,31	0,11	50,12	19,16	1,43	0,65
IM-13	8,64	0,06	0,66	6,54	3,02	0,14	49,69	17,63	1,46	0,55
IM-15	5,21	0,04	0,68	8,49	2,54	0,11	55,53	14,61	1,30	0,62
IM-16	6,10	0,03	0,70	6,25	3,40	0,10	51,15	19,38	1,42	0,81
IM-17	4,37	0,03	0,68	7,79	1,72	0,10	63,40	10,92	0,92	0,74
IM-18	5,26	0,03	0,77	4,37	3,62	0,08	55,20	20,25	1,30	0,74

Figura 5.2.1. Taula de resultats dels continguts d'elements majoritaris en les mostres de la variant d'Idiazabal. Font: Martínez-Bofill et al., (2009)

Sondeig	CaO	SiO_2	Al+Fe+Mg	Total	Sondeig	SiO_2	CaO	Al+Fe+Mg	Total
IM-2	8,35	47,96	27,03	83,33	IM-2	57,6	10	32,4	100
IM-3	8,32	47,93	26,76	83	IM-3	57,7	10	32,2	100
IM-5	6,86	52,33	26,1	85,29	IM-5	61,4	8	30,6	100
IM-6	7,31	50,59	26,32	84,22	IM-6	60,1	8,7	31,2	100
IM-8	5,23	54,74	26,14	86,1	IM-8	63,6	6,1	30,4	100
IM-9	6,87	51,56	26,21	84,64	IM-9	60,9	8,1	31	100
IM-11	5,38	53,92	26,36	85,65	IM-11	63	6,3	30,8	100
IM-12	7,32	50,12	26,8	84,24	IM-12	59,5	8,7	31,8	100
IM-13	6,54	49,69	27,73	83,96	IM-13	59,2	7,8	33	100
IM-15	8,49	55,53	21,11	85,13	IM-15	65,2	10	24,8	100
IM-16	6,25	51,15	26,9	84,3	IM-16	60,7	7,4	31,9	100
IM-17	7,79	63,4	16,2	87,39	IM-17	72,5	8,9	18,5	100
IM-18	4,37	55,2	26,81	86,38	IM-18	63,9	5,1	31	100

Figura 5.2.2. Taules de resultats dels continguts en CaO , SiO_2 i $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{MgO}$, sense i amb ajustament. Font: Martínez-Bofill et al., (2009)

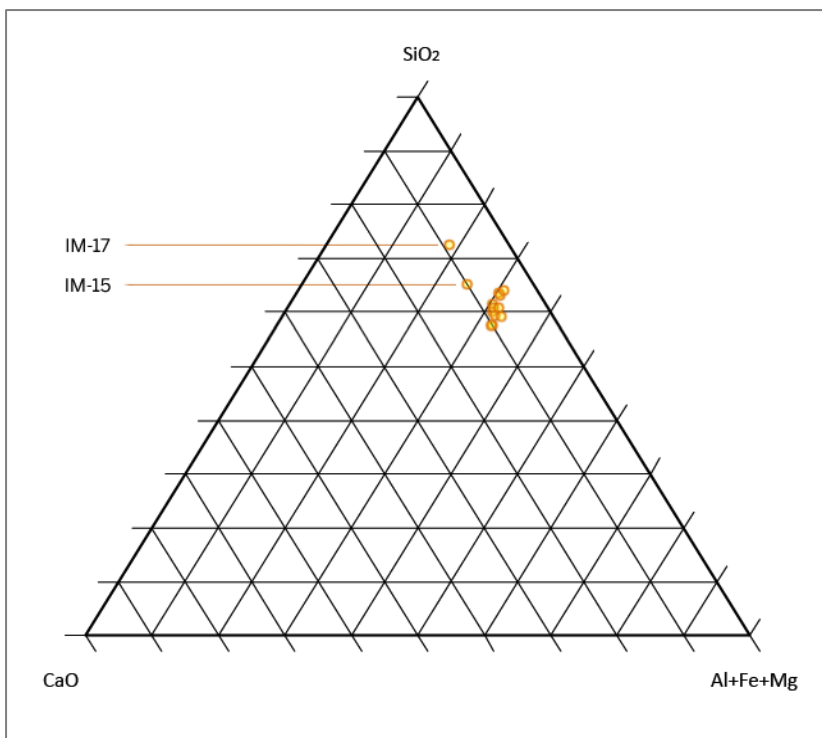


Figura 5.2.3. Composició química de les mostres analitzades mitjançant fluorescència de raigs-X corresponents als talussos de la vessant d'Ormaiztegi.

En la línia dels resultats de les mostres d'Ormaiztegi, totes les mostres de la vessant Idiazàbal presenten, en general, una baixa proporció de carbonats i elevades proporcions de SiO₂ i del conjunt Al₂O₃ + Fe₂O₃ + MgO.

5.3. Calcimetria de Bernard: contingut en carbonat

Els resultats obtinguts mitjançant la calcimetria de Bernard indiquen un màxim de concentració de carbonat a la mostra IM-15, amb un 20,19% i un mínim de 8,42% a la mostra IM-18. No s'aprecia cap tendència clara en l'evolució dels continguts de carbonat al llarg de la vessant d'Idiazàbal. Totes les mostres es troben en un rang de valors molt similar, a excepció de la mostra IM-18 (fig. 5.3.1). La major part d'aquestes mostres tenen un contingut de carbonat comprès

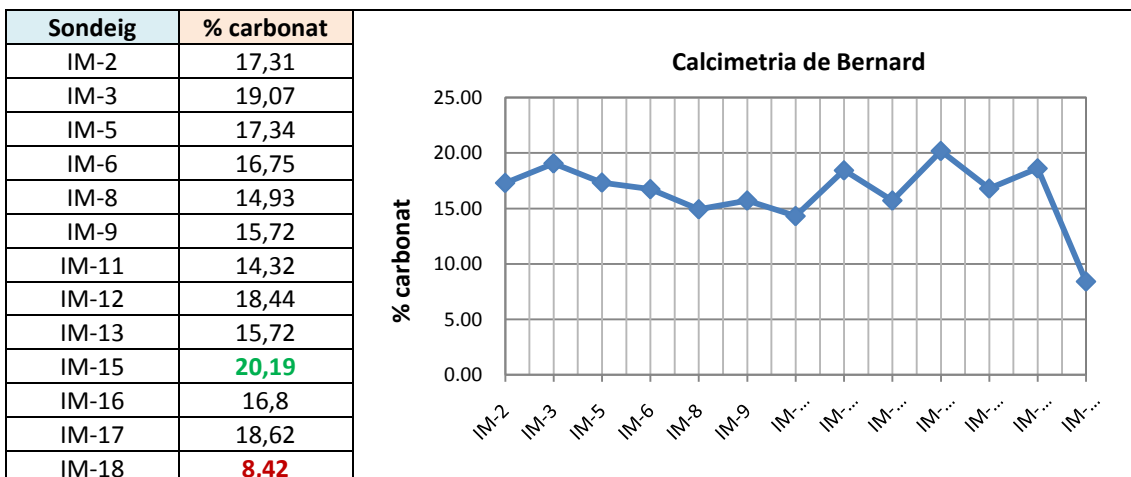


Figura 5.3.1. Taula de resultats i gràfic evolutiu de les concentracions de carbonat en les mostres de la vessant d'Idiazàbal. Font: Martínez-Bofill et al., (2009)

entre el 8 i el 20% aproximadament, de manera que aquestes cal que siguin denominades i tractades com a materials terrígens o detrítics, donat que en aquest cas tampoc no s'arriba al 50% de carbonat.

5.4. Porosimetria d'adsorció de nitrogen: porositat efectiva

L'estudi de la porositat de les mostres mitjançant porosimetria d'adsorció de nitrogen indica que la porositat efectiva de la major part de les mostres també és, molt reduïda, amb valors compresos entre el 0,29% i 0,73%. La mostra menys porosa correspon a la mostra del sondeig IM-17 (0,29%), mentre que la més porosa correspon a la mostra del sondeig IM-18 (0,73%), com es pot veure en el gràfic d'evolució (fig. 5.4.1).

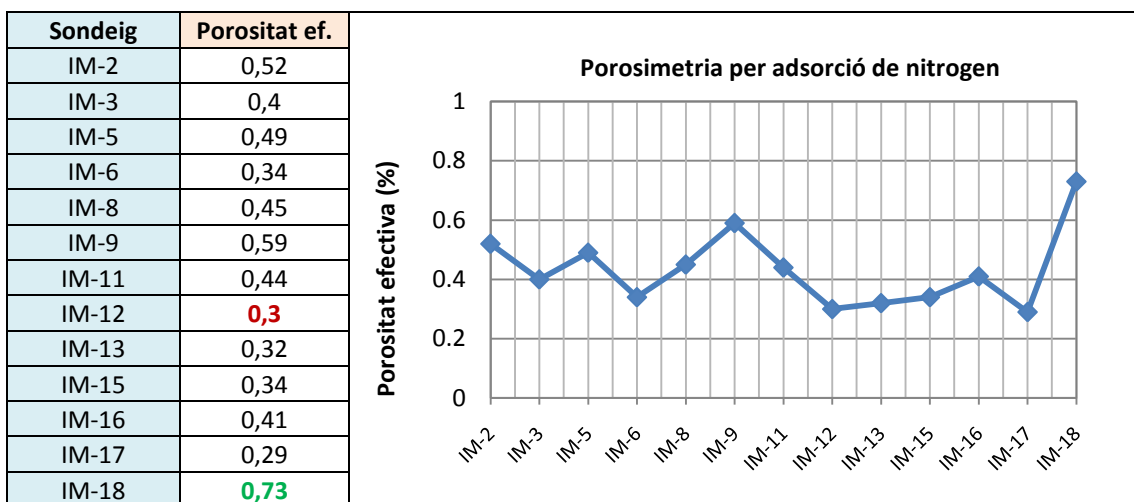


Figura 5.4.1. Porositat efectiva per adsorció de nitrogen de les mostres analitzades de la vessant d'Ormaiztegi. Font: Martínez-Bofill et al., (2009)

5.5. Difracció de Raig-X

5.5.1. Mètode de pols cristal·lina i ajust pel mètode de Rietveld

Segons els estudis previs de Martínez-Bofill et al. (2009), les principals fases minerals que componen les mostres: quars, calcita, ankerita, il·lita, moscovita, clorita, microclina i andesina. Presència de continguts menors de sulfurs i concretament de pirita framboidal, en algunes mostres. La quantificació del contingut d'aquestes fases minerals s'ha dut a terme mitjançant el mètode de Rietveld. Els resultats obtinguts s'han agrupat de la mateixa manera que els resultats obtinguts de les mostres d'Ormaiztegi. S'han diferenciat els següents tres grups: esquelet detrític, ciment carbonatat i matriu argilosa. Dins de la fracció esquelet s'han sumat els continguts de quars, microclina i andesina (fig. 5.5.1.1). En la fracció ciment carbonatat s'han sumat les proporcions corresponents a calcita i ankerita (fig. 5.5.1.2). Finalment en la matriu argilosa s'han considerat els fil·losilicats moscovita, il·lita i chamosita (fig. 5.5.1.3). La majoria de mostres, independentment del talús estudiat, presenten una gran homogeneïtat.

Sondeig	Quars	Microclina	Albita	Σ Feldspats
IM-2	30,23	1	0,85	1,85
IM-3	32,5	0,58	0,01	0,59
IM-5	35,92	0,61	1,64	2,25
IM-6	36,37	0,68	0,8	1,48
IM-8	37,24	0,64	1,52	2,16
IM-9	34,08	0,52	1,75	2,27
IM-11	38,44	0,45	1,29	1,74
IM-12	32,17	1,24	1,55	2,79
IM-13	37,24	0,1	0,2	0,3
IM-15	43,36	0	1,84	1,84
IM-16	34,08	0,62	2,11	2,73
IM-17	55,35	0	2,43	2,43
IM-18	35,62	0,16	1,85	2,01

Figura 5.5.1.1. Fases minerals pertanyents a l'esquelet detrític: quars + feldspats (microclina i albita). Font: Martínez-Bofill et al., (2009)

Sondeig	Calcita	Ankerita	Σ Carbonats	Pirita
IM-2	16,59	3,65	20,24	0
IM-3	16	3,67	19,67	0,38
IM-5	11,88	4,59	16,47	0,51
IM-6	13,44	3,79	17,23	0,21
IM-8	7,68	6,77	14,45	0,36
IM-9	13,92	2,82	16,74	0,75
IM-11	8,94	5,59	14,53	0,37
IM-12	14,23	3,74	17,97	0,38
IM-13	12,05	5,06	17,11	0,66
IM-15	15,01	5,14	20,15	0,28
IM-16	11,69	3,56	15,25	0,33
IM-17	13,3	3,56	16,86	1,17
IM-18	7,86	2,46	10,32	0,2

Figura 5.5.1.2. Carbonats (calcita + ankerita) presents a les mostres analitzades + minerals accessoris (pirita). Font: Martínez-Bofill et al., (2009)

Sondeig	Moscovita	Il·lita	Chamosita	Σ Fil·losilicats
IM-2	19,88	27,31	0,49	47,68
IM-3	11,61	34,49	0,75	46,85
IM-5	13,74	30,31	0,81	44,86
IM-6	19,86	24,35	0,51	44,72
IM-8	18,74	26,53	0,51	45,78
IM-9	29,4	16,12	0,64	46,16
IM-11	28,15	16,04	0,74	44,93
IM-12	18,43	27,61	0,65	46,69
IM-13	27,89	16,18	0,61	44,68
IM-15	19,71	14,13	0,54	34,38
IM-16	28,77	18,14	0,7	47,61
IM-17	12,87	9,39	1,93	24,19
IM-18	33,78	15,47	2,61	51,86

Figura 5.5.1.3. Fil·losilicats pertanyents a la matriu argilosa (moscovita + il·lita + chamosita).

Valors percentuals dels grups estructurals (fig. 5.5.1.4):

Sondeig	Esquelet	Matriu	Ciment	Accessoris
IM-2	32,08	47,68	20,24	0
IM-3	33,09	46,85	19,67	0,38
IM-5	38,17	44,86	16,47	0,51
IM-6	37,85	44,72	17,23	0,21
IM-8	39,4	45,78	14,45	0,36
IM-9	36,35	46,16	16,74	0,75
IM-11	40,18	44,93	14,53	0,37
IM-12	34,96	46,69	17,97	0,38
IM-13	37,54	44,68	17,11	0,66
IM-15	45,2	34,38	20,15	0,28
IM-16	36,81	47,61	15,25	0,33
IM-17	57,78	24,19	16,86	1,17
IM-18	37,63	51,86	10,32	0,2

Figura 5.5.1.4. Proporcions d'esquelet detrític (quars + feldspats), matriu fil-losilicatada (moscovita + il·lita + chamosita), ciment carbonatà (calcita + ankerita) i accessoris (pirita). Font: Martínez-Bofill et al., (2009)

Totes les mostres, a excepció de la IM-15 i la IM-17, tenen un contingut important de matriu fil-losilicatada, amb valors que varien entre 45-50%. La fracció esquelètica oscil·la entorn a valors similars (32-45%) mentre que el ciment carbonàtic ho fa amb valors compresos entre 10 i 20%. La mostra IM-17 conté una proporció baixa de matriu de fil-losilicats (24,19%) mentre que presenta uns valors elevats d'esquelet detrític (57,78%). La mostra IM-18 presenta una elevada proporció de matriu fil-losilicatada (51,85%). Aquests valors s'han plasmat en el següent diagrama ternari (fig. 5.5.1.5):

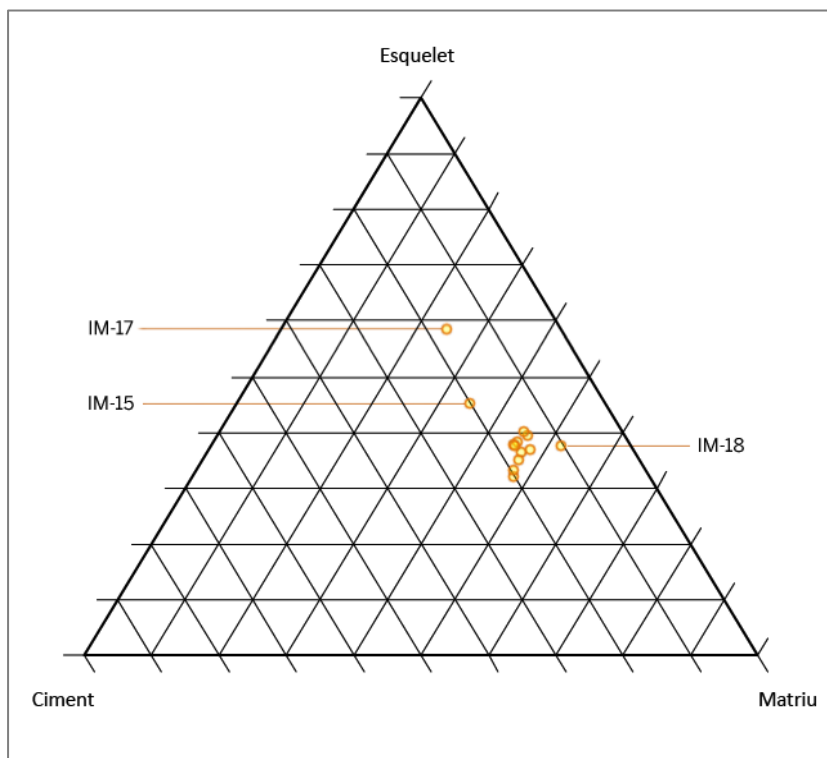


Figura 5.5.1.5. Composició de les mostres estudiades a partir de la quantificació mitjançant el mètode de Rietveld.

Evolució dels components estructurals (fig. 5.5.1.6):

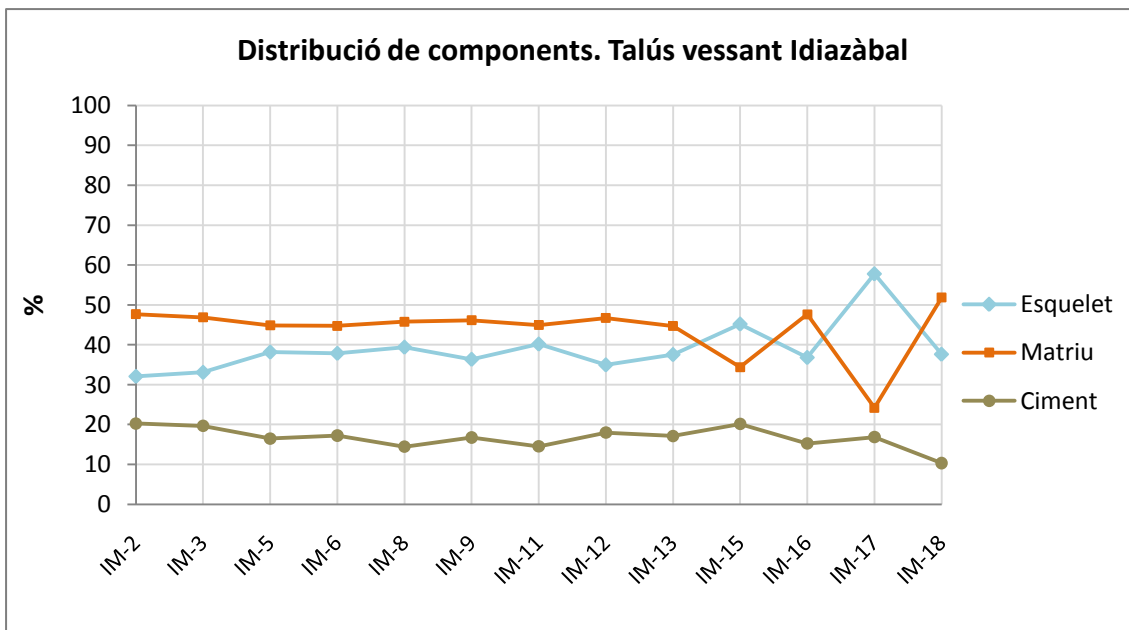


Figura 5.5.1.6. Gràfic evolutiu dels components estructurals de les mostres analitzades.

Les mostres tenen entre si una distribució de components molt semblant, en què la proporció de matriu supera la d'esquelet i la de ciment, a excepció de les mostres dels sondejos IM-15 i IM-17. A la mostra IM-15 la proporció de l'esquelet detrític supera la de matriu de fil·losilicats. A la IM-17 l'esquelet detrític presenta una valors molt per sobre de la resta alhora que hi ha una forta disminució de la quantitat de matriu, així com poc ciment carbonàtic. Tot i la homogeneïtat aparent del conjunt de mostres de la vessant Idiazàbal, sembla que s'intueix una lleugera evolució creixent de la proporció d'esquelet detrític. La matriu i el ciment, en canvi, no semblen mostrar una tendència clara.

Relació de proporcionalitat il·lita-moscovita (fig. 5.5.1.7):

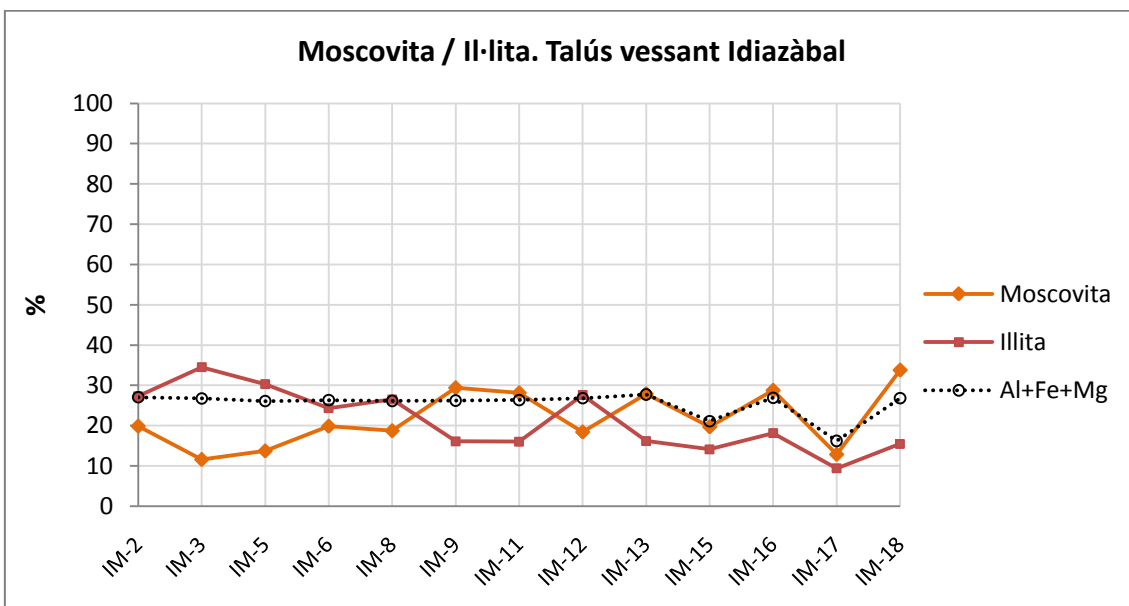


Figura 5.5.1.7. Gràfic evolutiu de les proporcions d'il·lita i de moscovita a les mostres analitzades.

Com es pot comprovar en l'anterior gràfic, hi ha certa alternança de proporcionalitat entre moscovita i il·lita al llarg dels diferents punts de sondeig del talús, de manera que del punt de sondeig IM-2 al IM-8 la proporció d'il·lita supera la de moscovita tot i que en tendència a que la diferència vagi decreixent. Entre els punts IM-9 i IM-11 la proporció de moscovita és superior. En el punt IM-12 la proporció d'il·lita torna a ser superior i a partir del punt IM-13 la proporció de moscovita supera la il·lita, sense marcar una tendència evolutiva. Recordem que a les mostres de la vessant Ormaiztegi la proporció de moscovita era sempre superior. S'ha afegit a la figura la variació del contingut de $Al_2O_3 + Fe_2O_3 + MgO$ per comprovar la relació amb el contingut fil·losilicats.

5.5.2. Mètode dels agregats orientats

5.5.2.1. Mostra IM-3

Aquesta és la mostra que presenta més il·lita de totes les analitzades (34,49%) i la que presenta menys moscovita (11,61%), amb una suma total dels fil·losilicats de 46.85% en pes. Com es pot veure, sense aplicar cap tractament s'identifiquen màxims de difracció de clorita fèrrica o chamosita (posicions sobre els 6,3-6,5°, 12,5°, 19° i 25,4° aproximadament, amb intensitats espaiats reticulars de 14,06538 [Å], 7,04114 [Å], 4,70082 [Å] i 3,52574 [Å] respectivament), màxims corresponents a il·lita i moscovita (posicions sobre els 8,8°, 17,7° i 26,7° aproximadament, amb intensitats de 9,950320 [Å], 4,98459 [Å] i 3,34031 [Å] respectivament) i dues petites reflexions que pertanyen a un interestratificat il·lita/esmectita (posicions aproximades a 7,6° i 18,6° aproximadament, amb un espaiat reticular pel primer pic de 11,59917 [Å] i un altre d'indeterminable pel segon, fig. 5.5.2.1.1).

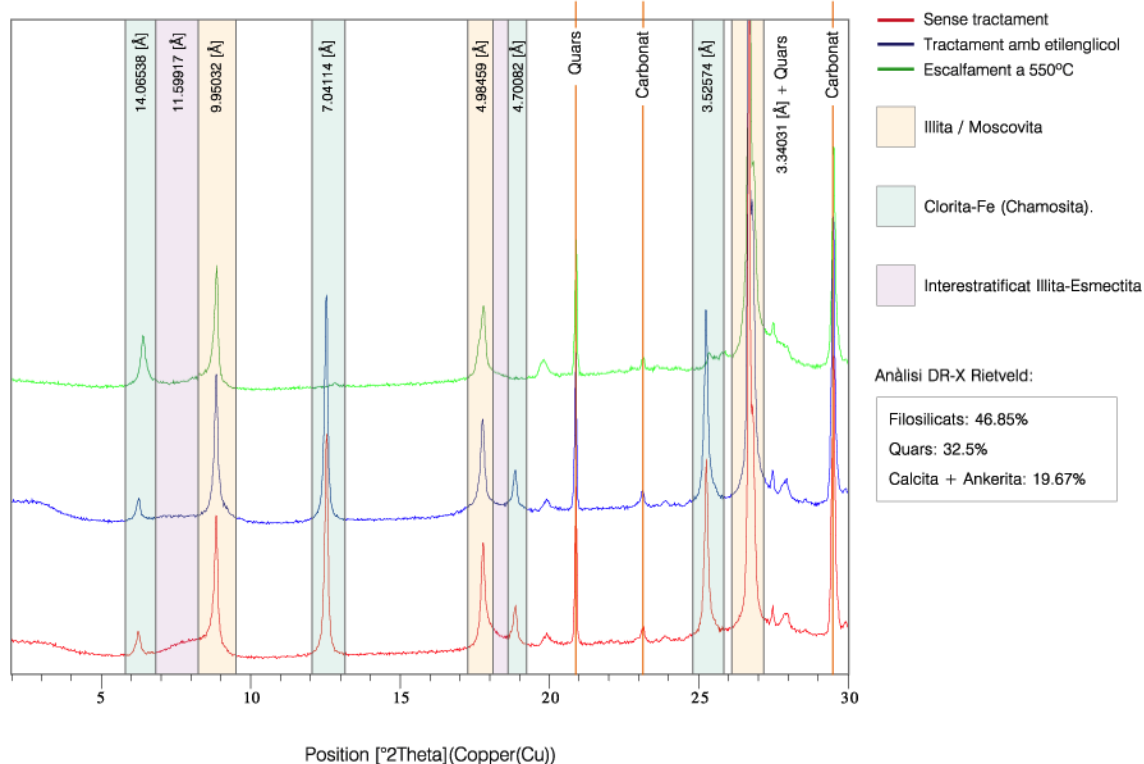


Figura 5.5.2.1.1. Superposició dels tres espectres de difracció pel mètode d'agregats orientats de la mostra IM-3. A la part superior s'indiquen els espaiats reticulars corresponents als màxims de difracció que corresponen a la mostra sense tractaments.

Escalfant la mostra a 550°C el que s'observa és un augment d'intensitat del primer màxim de difracció de la clorita i un lleuger desplaçament, la disminució dràstica del segon i la destrucció del tercer màxim. Els pics corresponents a il·lita i moscovita no pateixen transformacions mentre que les reflexions identificades com a l'interestratificat I/S desapareixen. Tractant la mostra amb etilenglicol veiem com els màxims de difracció tant de la clorita com de la il·lita/moscovita no sofreixen cap canvi i la primera reflexió pertanyent a l'interestratificat I/S pateix un augment de l'espaiat reticular.

5.5.2.2. Mostra IM-6

Aquesta mostra, corresponent a un dels trams limolítics, és la que presenta una proporció de moscovita i d'il·lita més semblant de tota la vessant Idiazàbal (19,86 i 24,35% respectivament). El resultat de la difracció de raigs-X pel mètode d'agregats orientats no presenta gaire diferències respecte l'anterior mostra (fig. 5.5.2.2.1). En aquest cas la suma total dels fil·losilicats corresponents és de 44.72% en pes. S'identifiquen màxims de difracció de chamosita en les mateixes posicions, amb espaiats reticulars de 14,13392 [Å], 7,05776 [Å], 4,70896 [Å] i 3,530030 [Å] respectivament), màxims corresponents a il·lita i moscovita amb intensitats de 9,98031 [Å], 4,98842 [Å] i 3,53003 [Å] respectivament) i dues petites reflexions que pertanyen a un interestratificat I/S amb un espaiat reticular pel primer pic de 11,70568 [Å] (que expandeix lleugerament glicolant la mostra), i un altre d'indeterminable pel segon. El resultat d'aplicar els tractaments d'escalfament a 550°C i etilenglicol és exactament el mateix que en la mostra IM-3, amb algunes diferències pel que fa a les intensitats dels màxims de difracció. Per exemple, es pot observar que en la mostra IM-6 la intensitat dels màxims de difracció de la clorita fèrrica és menor que en l'anterior mostra.

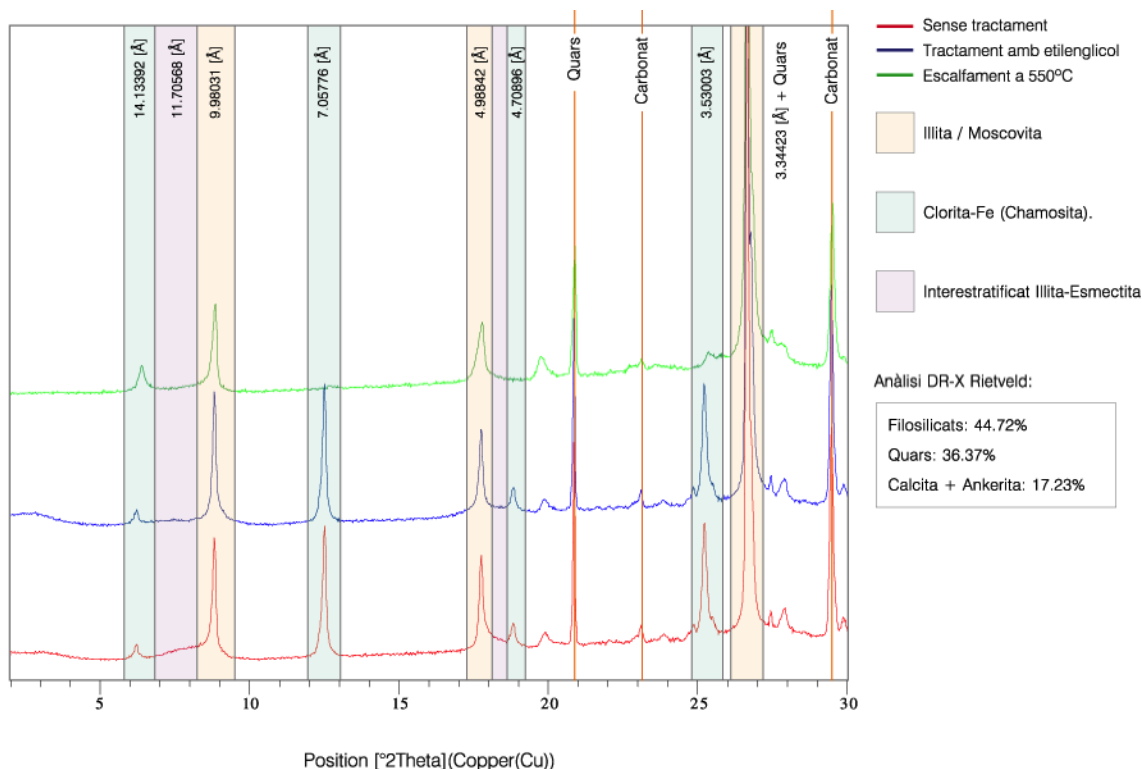


Figura 5.5.2.2.1. Superposició dels tres espectres de difracció pel mètode d'agregats orientats de la mostra IM-6. A la part superior s'indiquen els espaiats reticulars corresponents als màxims de difracció que corresponen a la mostra sense tractaments.

5.5.2.3. Mostra IM-13

Aquesta mostra correspon un altre tram limolític i el seu espectre de difracció es caracteritza per tenir uns màxims de difracció corresponents a la clorita fèrrica més elevats que la resta. Els pics corresponents a la moscovita/il·lita també tenen més intensitat per quan es tracta d'uns materials amb abundant moscovita (27,89%). Per altra banda, presenta una primera reflexió d'interestratificat I/S molt més bona que les dues mostres anteriors (fig. 5.5.2.3.1). El mètode d'ajust de Rietveld, ha permès calcular que la mostra IM-13 té un 44.68% de fil·losilcats, un 37.24% de quars (fracció detrítica siliciclàstica) i un 17,11% de ciment carbonàtic (repartit entre calcita i ankerita). Els pics d'intensitat compartits entre il·lita i moscovita se situen a les posicions habituals, amb espaiats reticulars de 9,94519 [Å], 4,98073 [Å] i 3,33984 [Å] i no pateixen canvis en sotmetre la mostra als tractaments d'escalfament i de glicolat. En canvi, l'interestratificat I/S queda perfectament representat amb espaiats de 11,61018 [Å] (que augmenta a 11,79610 [Å] glicolant la mostra) i un altre d'indeterminable pel segon.

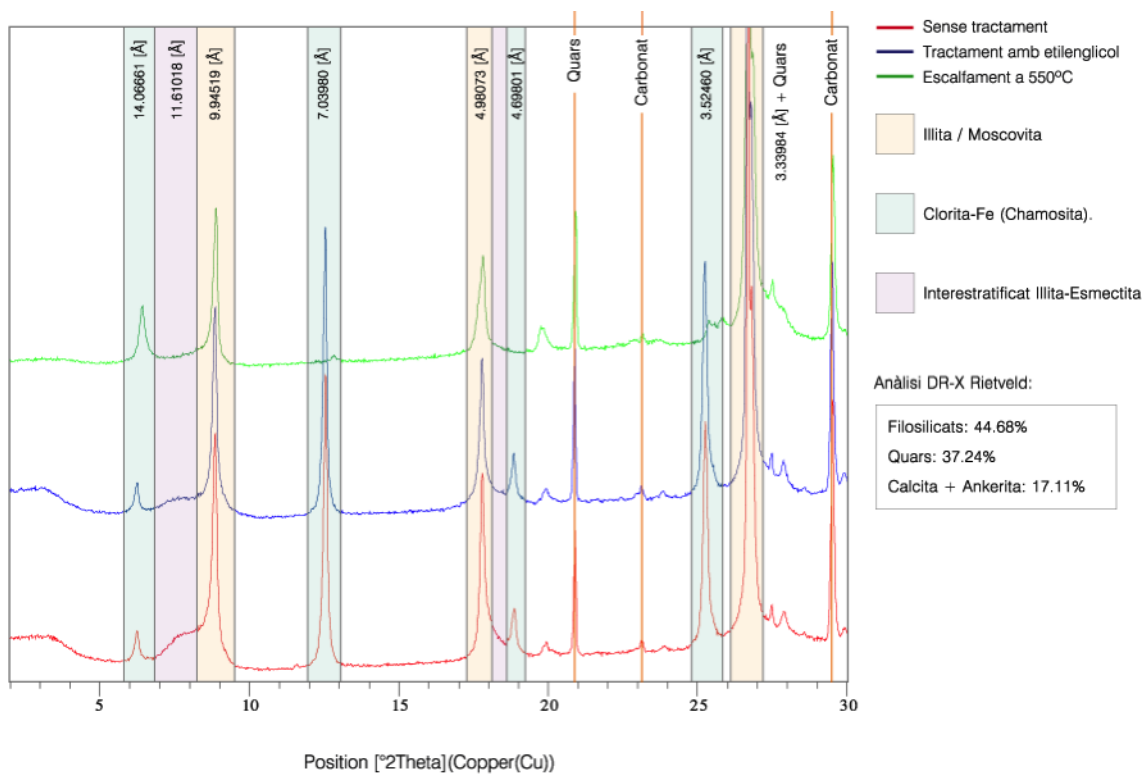


Figura 5.5.2.3.1. Superposició dels tres espectres de difracció pel mètode d'agregats orientats de la mostra IM-13. A la part superior s'indiquen els espaiats reticulars corresponents als màxims de difracció que corresponen a la mostra sense tractaments.

Les mostres analitzades pertanyents al talús de la variant d'Idiazabal presenten, de la mateixa manera que succeïa amb la vessant Ormaiztegi, espectres de difracció de raigs-X molt semblants per la composició mineralògica quasi idèntica entre elles. L'interestratificat I/S, en major o menor proporció, és present en la totalitat de mostres. Pel que fa a la il·lita/moscovita, és present en totes les mostres, degut a que totes presenten una matriu fil·losilcatada composta d'aquestes dues fases minerals. Il·lita i moscovita comparteixen màxims de difracció i aquests només han sofert modificacions d'intensitat, generalment concordants amb la major o menor proporció de matriu en cada mostra. Altres fases minerals detectades en totes les mostres, malgrat no ser minerals d'argila, són el quars i els carbonats (calcita + ankerita).

5.6. Assaigs de durabilitat: Slake Durability Test (SDT)

Els resultats obtinguts mitjançant aquest assaig de durabilitat en el segon cicle posen de manifest una notable homogeneïtat en totes les mostres en quant que totes elles es poden qualificar com a pertanyents a materials de durabilitat alta o molt alta (fig. 5.6.1). Tant sols la mostra IM-13, ha donat símptomes de degradabilitat més elevada, en obtenir un índex de 77,8 en el cinquè cicle, la qual cosa la situa en el rang de durabilitat mitjana. En les mostres de la vessant Ormaiztegui cap d'elles havia assolit un Id5 inferior a 80.

MUESTRA	Id0	Id1	Id2	Id3	Id4	Id5
IM-2	100	98,1	97,3	96,1	95,1	94,1
IM-3	100	98,4	97,5	96,2	94,8	94,1
IM-5	100	98,3	95,8	94,1	92,4	90,6
IM-6	100	97,8	96,9	95,6	94,6	93,5
IM-8	100	97,8	96,2	94,4	93,2	91,9
IM-9	100	94,7	92,9	90,4	88,7	86,7
IM-11	100	94,3	92	90,6	89,1	88,1
IM-12	100	97,4	95,5	93,9	92,5	91,7
IM-13	100	97,7	92,7	88,2	82,8	77,8
IM-15	100	98,5	98	97,6	97,2	96,7
IM-16	100	98,2	97,4	96,6	96	95,3
IM-17	100	99,1	98,9	98,6	98,4	98,2
IM-18	100	97,3	94,3	90,6	87,6	84,8

Figura 5.6.1. Resultats dels assaigs de durabilitat en mostra intacta per a 5 cicles. Font: Martínez-Bofill et al., (2009)

Com es pot apreciar, tots els valors obtinguts en el segon cicle superen el 90% (entre 92 i 98,9% de retenció) la qual cosa situa teòricament aquests materials en la zona de durabilitat de mitjana-alta fins a molt alta en aquest cicle. Per tal d'aprofundir més en les diferències de durabilitat entre les mostres analitzades s'han arribat a realitzar fins a 5 cicles, obtenint uns resultats molt semblants als anteriors, però amb les diferències entre totes les mostres mínimament aguditzades (fig. 5.6.2). La mostra IM-17 (amb menys matriu argilosa) és la, aparentment, més durable, mentre que la mostra IM-13 ha resultat ser la menys durable.

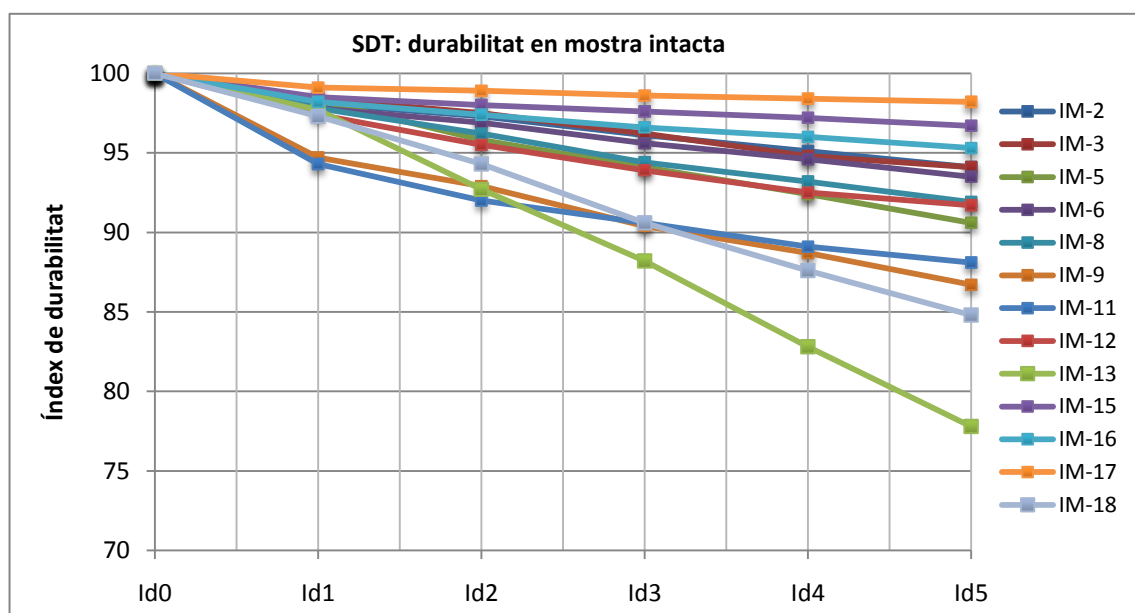


Figura 5.6.2. Gràfic amb els resultats dels assaigs de durabilitat en mostra intacta per a 5 cicles.

Com succeïa amb les mostres de la vessant Ormaiztegi, aquests resultats no reflecteixen el grau de degradació que en realitat pateixen aquests talussos, degut altre cop a que els materials es disgreguen en fragments superiors als 2 mm que permet el tamís de l'aparell. Per aquest motiu ha estat necessari un refinament i una reinterpretació dels valors obtinguts en l'assaig de durabilitat. S'ha fet una correcció utilitzant la fracció granulomètrica de 10 i 12,5 mm, la qual cosa permet una predicció del comportament de la roca argilosa molt més ajustada a la realitat.

$$Id5_{corregit} = \frac{Id5 \times (100 - \% \text{ passa tamís } 10,0 \text{ ó } 12,5)}{100}$$

Per a la classificació de durabilitats s'ha utilitzat novament una modificació de la taula de valors de durabilitat (fig. 5.6.3) proposada per Franklin & Chandra (1972) que s'ajusta a aquest nou criteri d'assaig (Martínez-Bofill et al., 2010).

Categoria de durabilitat	Id5	Valoració
1	100-90	Molt alta
2	90-80	Alta
3	80-70	Mitjana
4	70-50	Baixa
5	<50	Molt baixa

Figura 5.6.3. Durabilitat de les roques toves segons el nou criteri basat en els resultats de 5 cicles (Id5) de l'assaig de desintegració (SDT) corregit (Martínez-Bofill et al., 2010)

Un cop fetes aquestes modificacions s'han reinterpretat els resultats de les mostres de la vessant Idiazàbal, primerament en mostra intacta (fig. 5.6.4, fig. 5.6.5).

Sondeig	Id5	Id5 corregida (10 mm)	Id5 corregida (12,5 mm)
IM-2	94,1	88,1	82,3
IM-3	94,1	87,1	82,5
IM-5	90,6	77	71,3
IM-6	93,5	93,5	92,2
IM-8	91,9	84,1	79,7
IM-9	86,7	73,5	70,1
IM-11	88,1	79,9	76,4
IM-12	91,7	83,3	76,3
IM-13	77,8	23,7	15,9
IM-15	96,7	96,2	95,8
IM-16	95,3	94,2	93,3
IM-17	98,2	98,2	98,2
IM-18	84,8	81,1	82,4

Figura 5.6.4. Valors de durabilitat Id5 amb mostres intactes corregits segons el percentatge de fracció que passa pel tamís UNE 10 mm i 12,5 mm. Font: Martínez-Bofill et al., (2009).

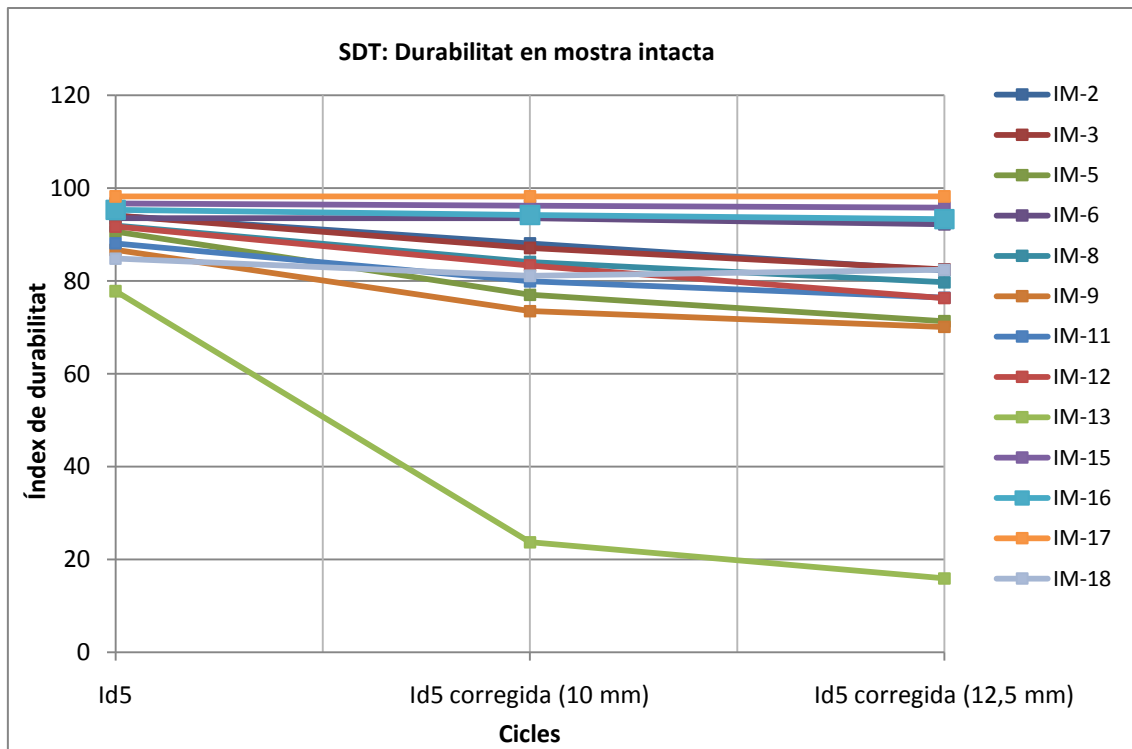


Figura 5.6.5. Gràfic amb els resultats dels assaigs de durabilitat en mostra intacta per a 5 cicles, sense la correcció de tamisat, amb correcció per a tamís UNE 10 mm i amb correcció per a tamís UNE 12,5 mm.

Les correccions realitzades amb els nous criteris granulomètrics separen molt millor els comportaments de cada mostra respecte al criteri original. D'aquesta manera, la mostra del sondeig IM-17, la que presenta una major proporció de quars i molt poca matriu fil·losilicatada, segueix mantenint intacta la seva integritat essent qualificada com a pertanyent a materials de durabilitat molt alta, mentre que, en l'altre extrem, la mostra del sondeig IM-13 és novament les que presenta una durabilitat més baixa, arribant a un índex inferior al 20% (durabilitat molt baixa).

Per tal d'incidir encara més en aquestes diferències de comportament s'ha repetit el mateix procés però aquest cop sotmetent les mostres a cicles d'envelliment mitjançant processos de gel-desgel, obtenint els següents resultats (fig. 5.6.6, fig. 5.6.7).

Sondeig	Id5	Id5 corregida (10 mm)	Id5 corregida (12,5 mm)
IM-2	82,5	68,1	59,5
IM-3	90,2	84,2	73,5
IM-5	80,9	48,4	17,9
IM-6	60,4	58,1	54
IM-8	79,8	68,6	61,7
IM-9	78,7	71,8	54,8
IM-11	62,6	34,3	21,2
IM-12	82,5	69	61,8
IM-13	72,1	11,4	0
IM-15	89,7	85,2	82,2
IM-16	67,3	50,5	43,3
IM-17	98,2	98,2	98,2
IM-18	6,7	0	0

Figura 5.6.6. Valors de durabilitat Id5 amb mostres sotmeses a cicles d'envelliment gel-desgel corregits segons el percentatge de fracció que passa pel tamís UNE 10 mm i 12,5 mm. Font: Martínez-Bofill et al., (2009).

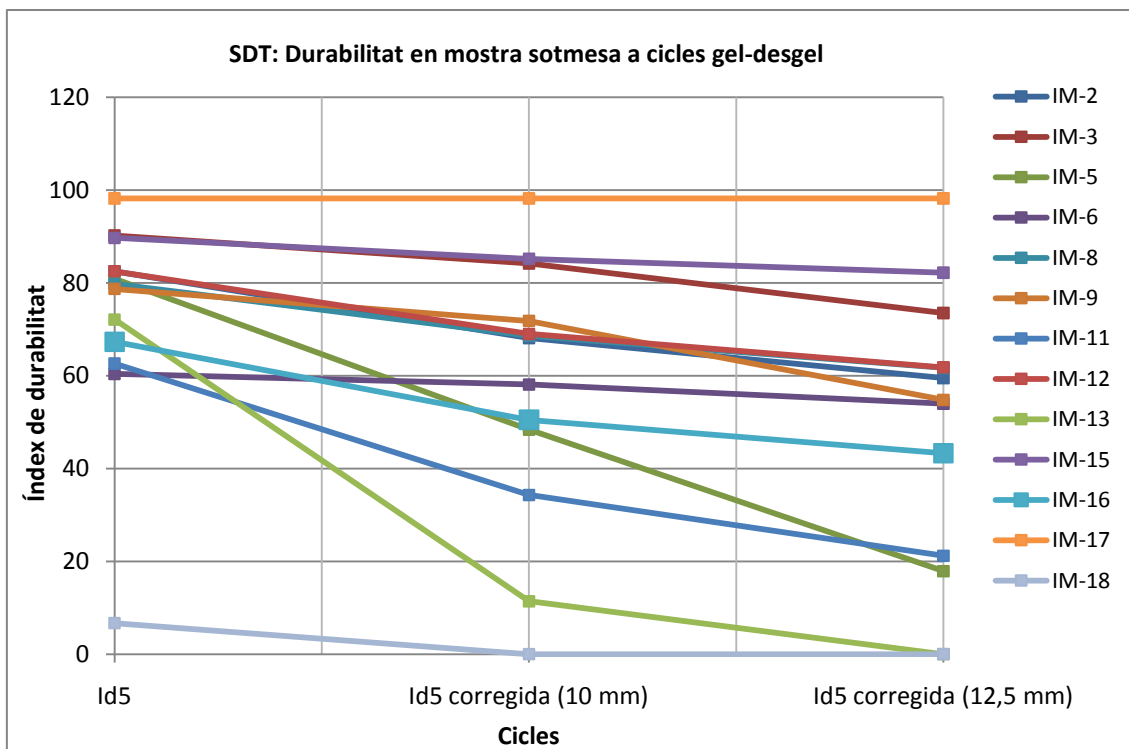


Figura 5.6.7. Gràfic amb els resultats dels assaigs de durabilitat en mostra sotmesa a cicles d'envelliment gel-desgel per a 5 cicles, sense la correcció de tamisat, amb correcció per a tamís UNE 10 mm i amb correcció per a tamís UNE 12,5 mm.

En aquest cas, la mostra del sondeig IM-17, que correspon a una zona de gres quarzític segueix mantenint el mateix índex de durabilitat (molt alta) d'un 98,2%. La resta de mostres presenten índex de durabilitat que van des de xifres lleugerament superiors al 80% fins a 0%, amb una distribució decreixent més o menys uniformement repartida.

5.7. Anàlisi Tèrmica Diferencial i Anàlisi Termogravimètrica

Les corbes obtingudes per Anàlisi Tèrmica Diferencial i gravimètric (ATD-ATG) són molt similars en totes les mostres i presenten un màxim exotèrmic entre 160 i 180 °C, que correspon a H₂O absorbida o aigua de porus amb molt poca pèrdua de pes. En gairebé totes les mostres s'observen dos màxims endotèrmics al voltant de 480-500 °C (en algunes mostres) i de 620 °C, que corresponen a la pèrdua de grups hidroxils de la il·lita, interestratificats il·lita-esmectita i moscovita, confirmant la presència d'aquestes fases minerals en les mostres (fig. 5.7.1.) Només les mostres corresponents als sondeigs IM-5, IM-6 i IM-8 presenten resultats lleugerament diferents (figs. 5.7.2 i 5.7.3).

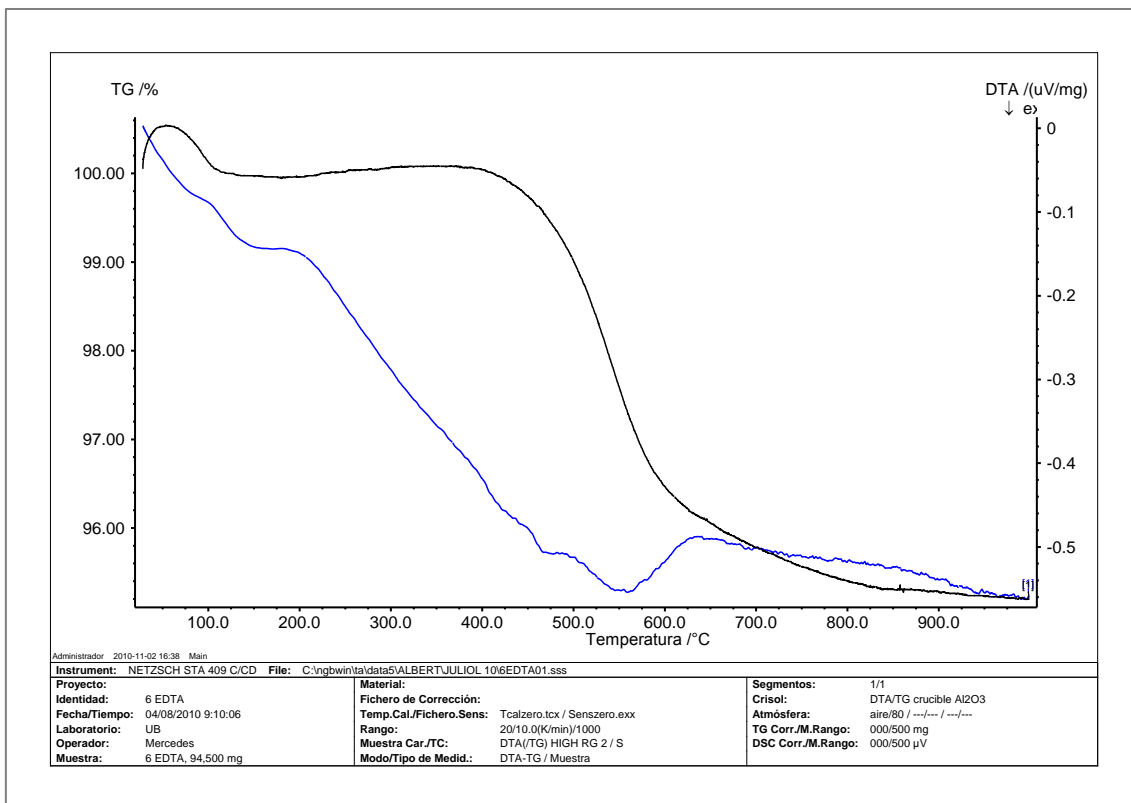


Figura 5.7.1. Superposició de la corba termogravimètrica (negre), la corba d’anàlisi tèrmica (blau) corresponent a la mostra del sondeig IM-9. El primer màxim exotèrmic corresponent a l’H₂O absorbida se situa als 175.7 °C, mentre que els dos màxims corresponents a la pèrdua de grups hidroxils dels fil·losilcats se situen als 480.1 °C i 586.2 °C. Aquest resultat és molt similar a la resta de mostres de la vessant d’Ildiazábal.

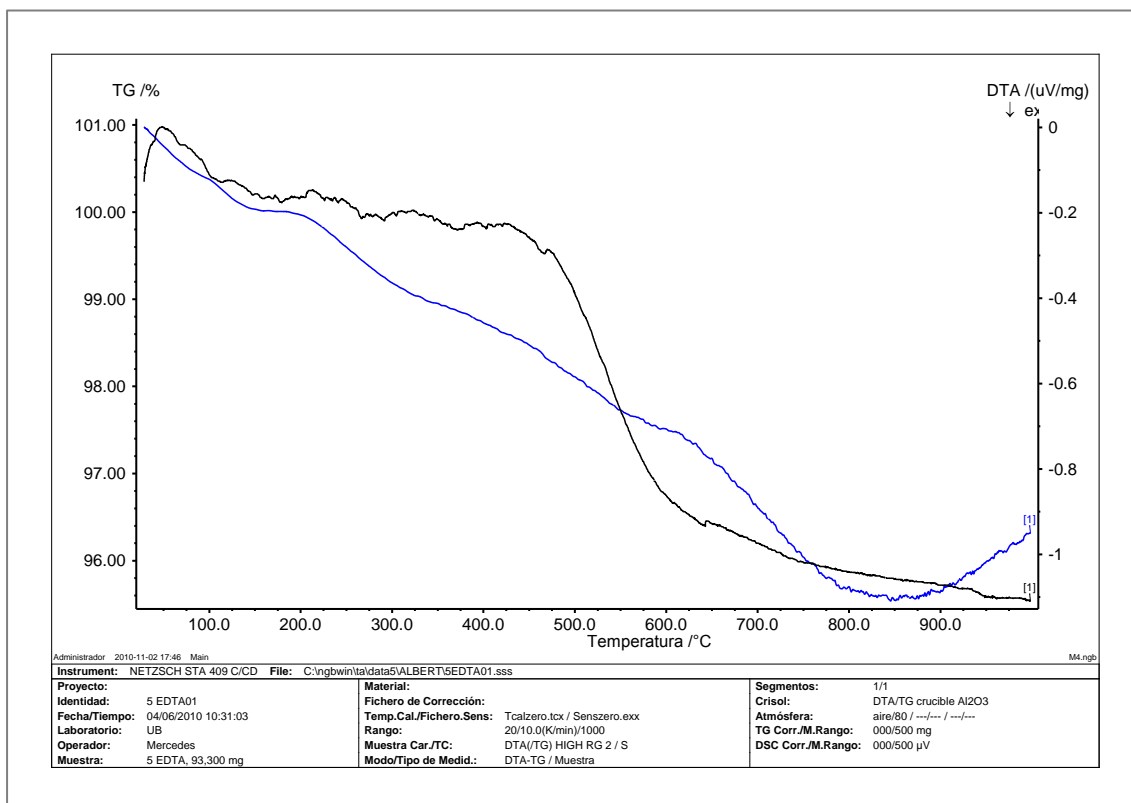


Figura 5.7.2. Superposició de la corba termogravimètrica (negre), la corba d’anàlisi tèrmica (blau) corresponent a la mostra del sondeig IM-8. El primer màxim exotèrmic corresponent a l’H₂O absorbida se situa als 162.6 °C, mentre que només apareix un màxim exotèrmic destacat corresponent a la pèrdua de grups hidroxils dels fil·losilcats situat als 595.8 °C. També cal destacar un màxim endotèrmic situat a 692.8 °C. Com es observa, la corba d’anàlisi tèrmica acaba de forma més abrupta que a la resta de mostres.

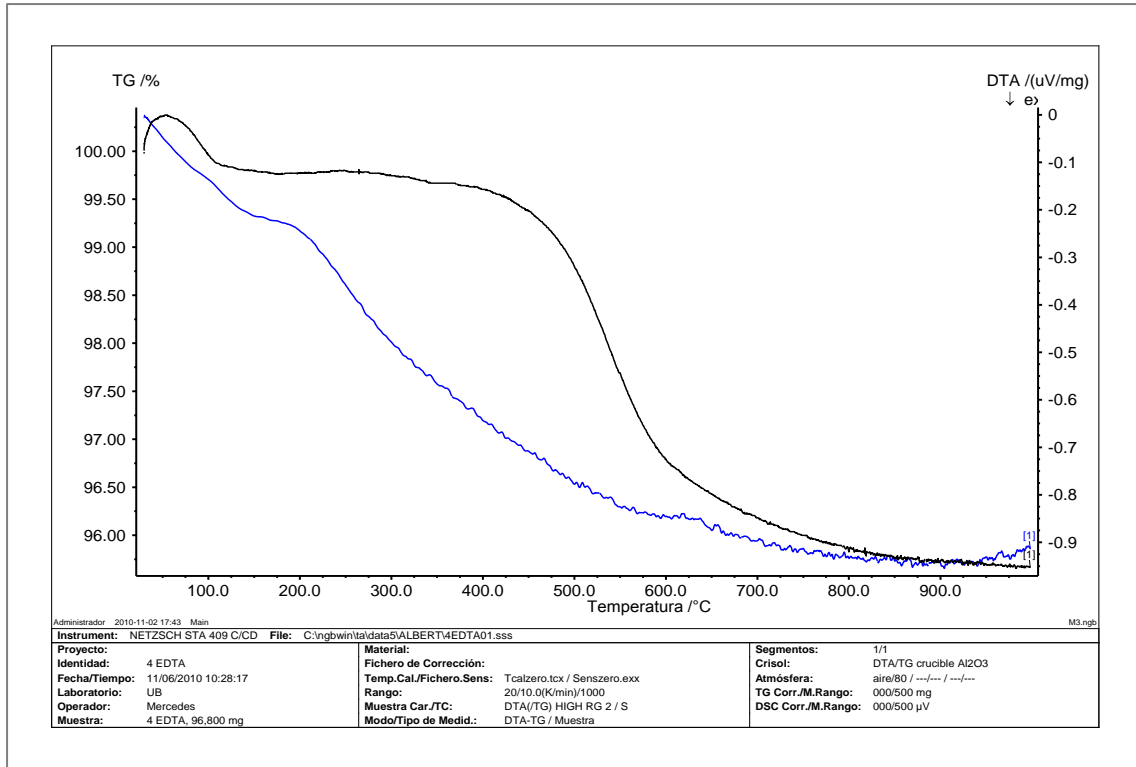


Figura 5.7.3. Superposició de la corba termogravimètrica (negre), la corba d'anàlisi tèrmica (blau) corresponent a la mostra del sondeig IM-6. El primer màxim endotèrmic corresponent a l'H₂O absorbida se situa als 175.7 °C, mentre que no apareixen altres màxims endotèrmics.

Pel que fa a les pèrdues de pes de les mostres tractades tèrmicament s'han obtingut els següents resultats (fig. 5.7.4). Com es pot veure, la mostra corresponent al sondeig IM-17 (gres quarzític) és la que menys pèrdua de pes (0,11%) ha sofert en el procés de 90-200°C, mentre que la mostra del sondeig IM-8 és la que ha perdut més pes (0,53%).

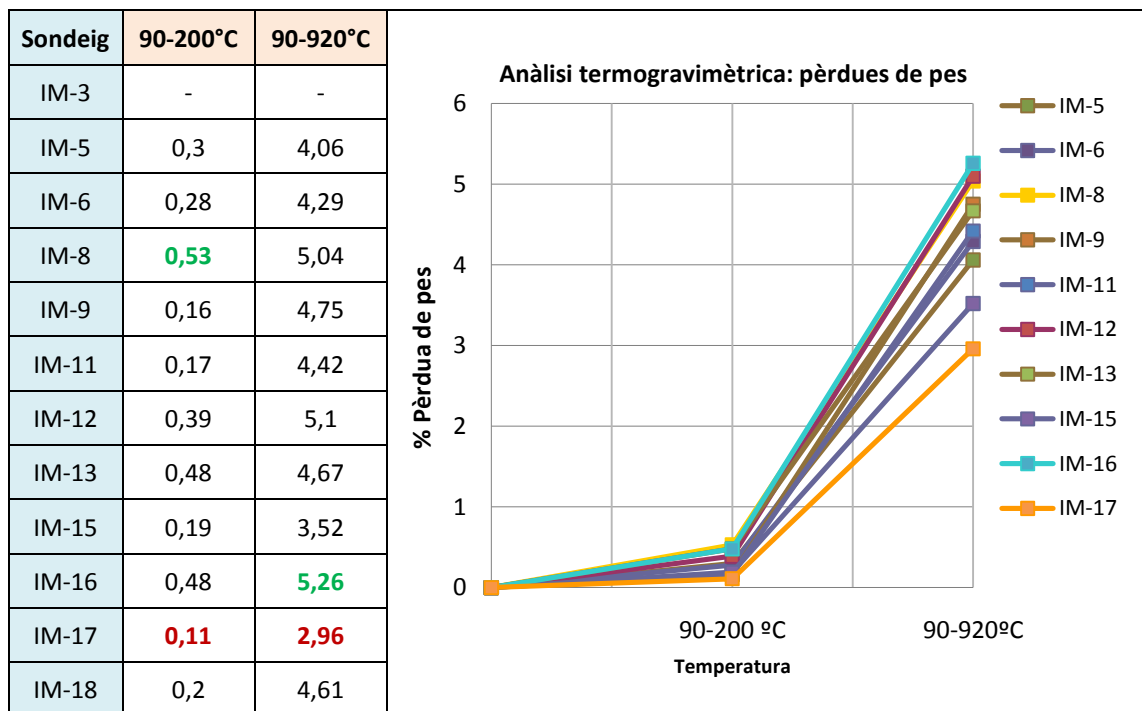


Figura 5.7.4. Gràfic de pèrdues de pes corresponents a les mostres analitzades i tractades tèrmicament fins a 900 °C. Els resultats s'han obtingut amb dos intervals, el primer de 90 a 200 °C i el segon de 200 °C a 900 °C.

Totes les mostres presenten unes pèrdues de pes molt baixes en l'interval de 90-200°C i de distribució força homogènia.

5.8. Estudis texturals

L'estudi de microscopi petrogràfic i microscopi electrònic de les mostres de la vessant d'Idiazabal s'ha dut a terme utilitzant les mostres corresponents als sondeigs IM-3, IM-6 i IM-13. En aquest cas només es va utilitzar rèplica amb la mostra IM-6, mentre que per a les mostres IM-3 i IM-13 s'utilitzà directament làmina prima amb polit metal·logràfic, la qual cosa proporcionarà imatges més definides i es conservà la integritat dels cristalls de les diferents fases minerals.

5.8.1. Descripció a visu

Les mostres de la vessant d'Idiazabal presenten moltes semblances visualment en quant a coloració i textura respecte les mostres d'Ormaiztegi. En aquest cas només es disposava de rèplica de la mostra IM-6 però no obstant s'han incòs dues més per la seva representativitat: la mostra IM-17, que presenta la quantitat més elevada de quars i la més baixa de fil·losilcats, per correspondre a un nivell de gres quarzític i la mostra IM-8 per la seva intensa fracturació (fig. 5.8.1.1).

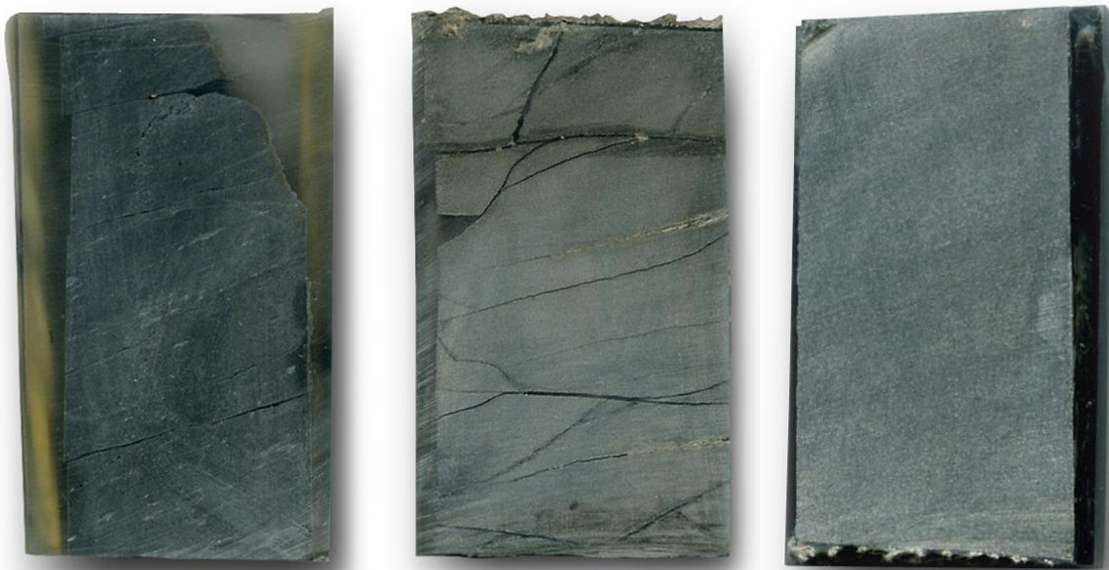


Figura 5.8.1.1. Rèpliques de les mostres IM-6, IM-8 i IM-17, corresponents a una limolita, una argil·lita i un gres quarzític, respectivament.

Com pot comprovar-se, totes presenten un aspecte semblant, amb coloracions gris-blavoses i una lleugera orientació preferent dels minerals. La mostra IM-6 té sovint petits bandejats lenticulars i finits de coloracions més clares. La mostra IM-8 presenta una intensa fracturació seguint angles solidaris amb la foliació o amb inclinacions suaus respecte la mateixa, de coloració més clara i de gra més fi. La mostra IM-17 té un aspecte molt més compacte i una mida de gra superior a la resta i presenta una textura força més homogènia així com una total absència de fractures.

Per realitzar l'estudi microtextural s'han utilitzat les mostres IM-6, IM-13 i IM-3. En làmina prima les mostres presenten un aspecte massiu i fracturat, amb una lleugera orientació preferent dels grans (excepte a la mostra IM-13). Presenten una coloració molt més fosca que en rèplica i els bandejats lenticulars de color més clar així com fractures de descompressió formant angles molt petits respecte la direcció de foliació. La mostra del sondeig IM-3 té una intensa fracturació amb obertures mil·limètriques i micromètriques. No es veu el mida de gra a simple vista. La mostra IM-13 (fotografia central) presenta una gran fractura de descompressió de varis mm que es va tancant cap a la dreta (fig. 5.8.1.2).

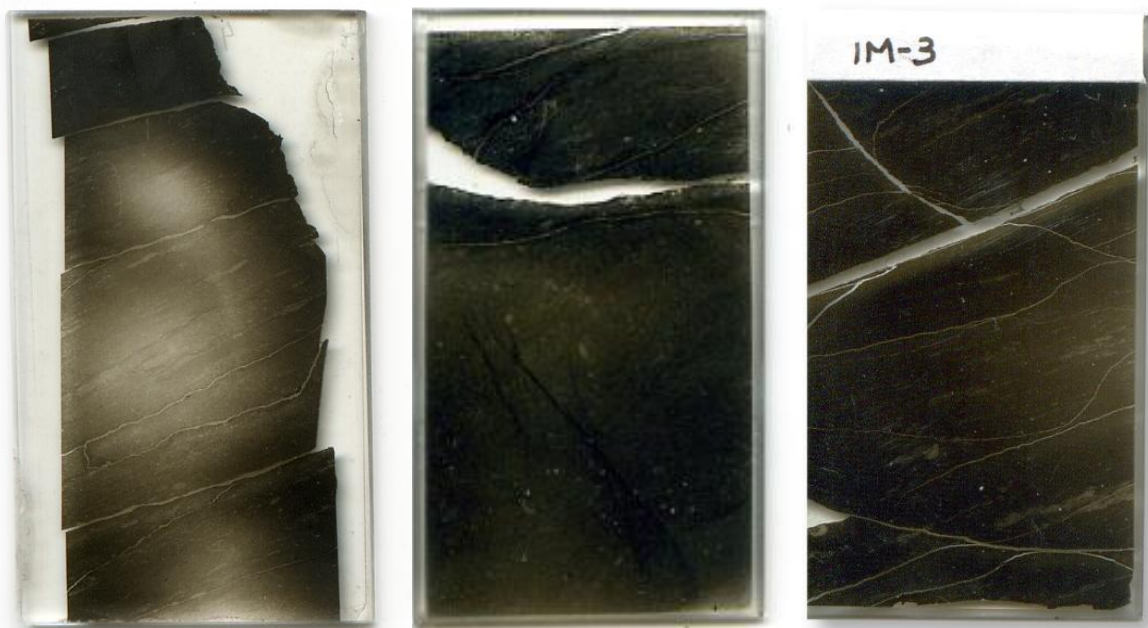


Figura 5.8.1.2. Làmines primes realitzades a partir de les mostres IM-6, IM-13 i IM-3.

4.8.2. Descripció microtextural: esquelet detrític

L'esquelet detrític d'aquestes mostres està compost principalment per grans de quars monocristal·lí i una petita proporció de feldspats (albita i microclina). Els grans de quars presenten mides que van des dels pocs μm fins a desenes de μm , sense arribar mai a mides de sorra fina (a excepció probablement de la mostra IM-17, no analitzada al SEM, pertanyent a un nivell gresós que deu ser molt semblant a la mostra OM-18 de la variant d'Ormaiztegui). La selecció, segons el criteri de R. R. Compton (1962), és moderada en el cas de les argil·lites-limolites (valors de la desviació estàndard de 0.5 a 0.7). El grau d'arrodoniment segons la classificació de Pettijohn et al. (1973), és de sub-angular a angular i els contactes entre els grans (quan es produeixen) són puntuals (o biconvexes) o bé suturats.

Les tres mostres presenten un bandejat de concentració de carbonats (fig. 5.8.2.1). La fàbrica és tipus matriu-suportat. Els grans de quars no sempre es troben en contacte entre ells i la matriu i el ciment ocupa la major part de l'espai intergranular (fig. 5.8.2.2 i fig. 5.8.2.3). Altrament, els grans de quars presenten sovint estructures de dissolució i fractures.

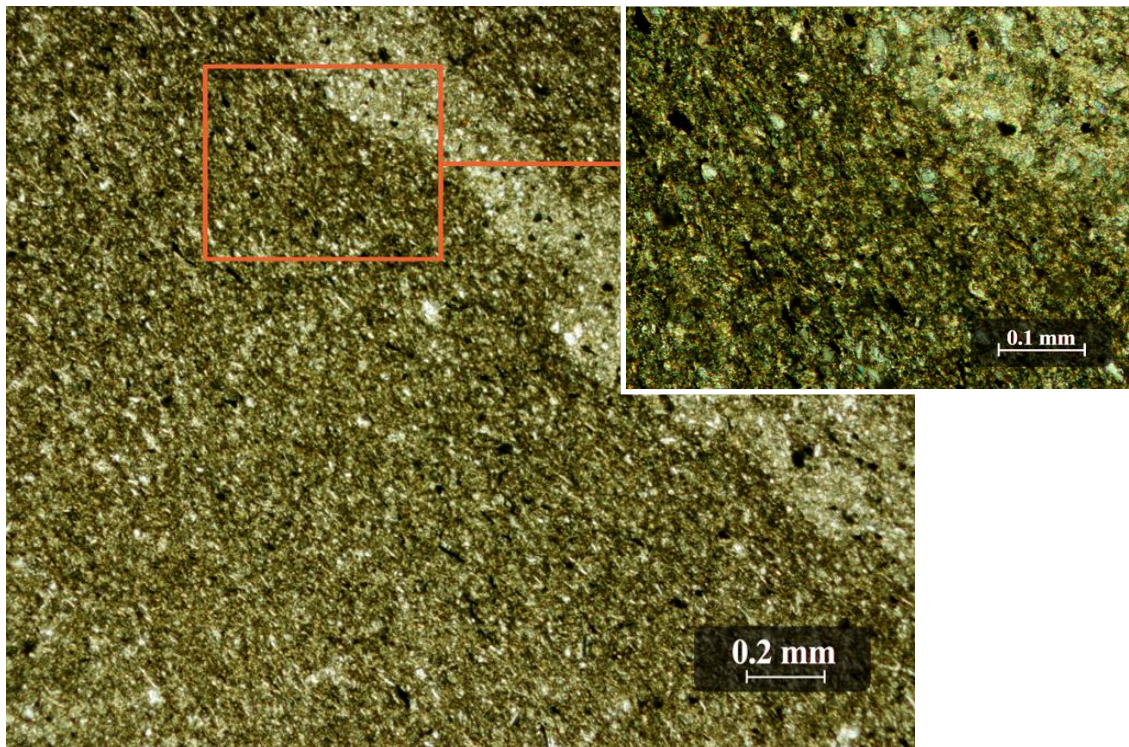


Figura 5.8.2.1. Vista general en nicols paral·lels i nicols encreuats (ampliació dreta) de la mostra IM-6, on es veu el bandejat i la orientació preferent dels grans argilosos. Els grans més clars corresponen a l'esquelet detrític siliciclàstic, mentre que els que presenten coloracions marró fosc corresponen a la matriu fil·losilicatada. A la part superior dreta destaca un bandejat de concentració de ciment carbonatat. Altrament hi ha abundància de minerals opacs.

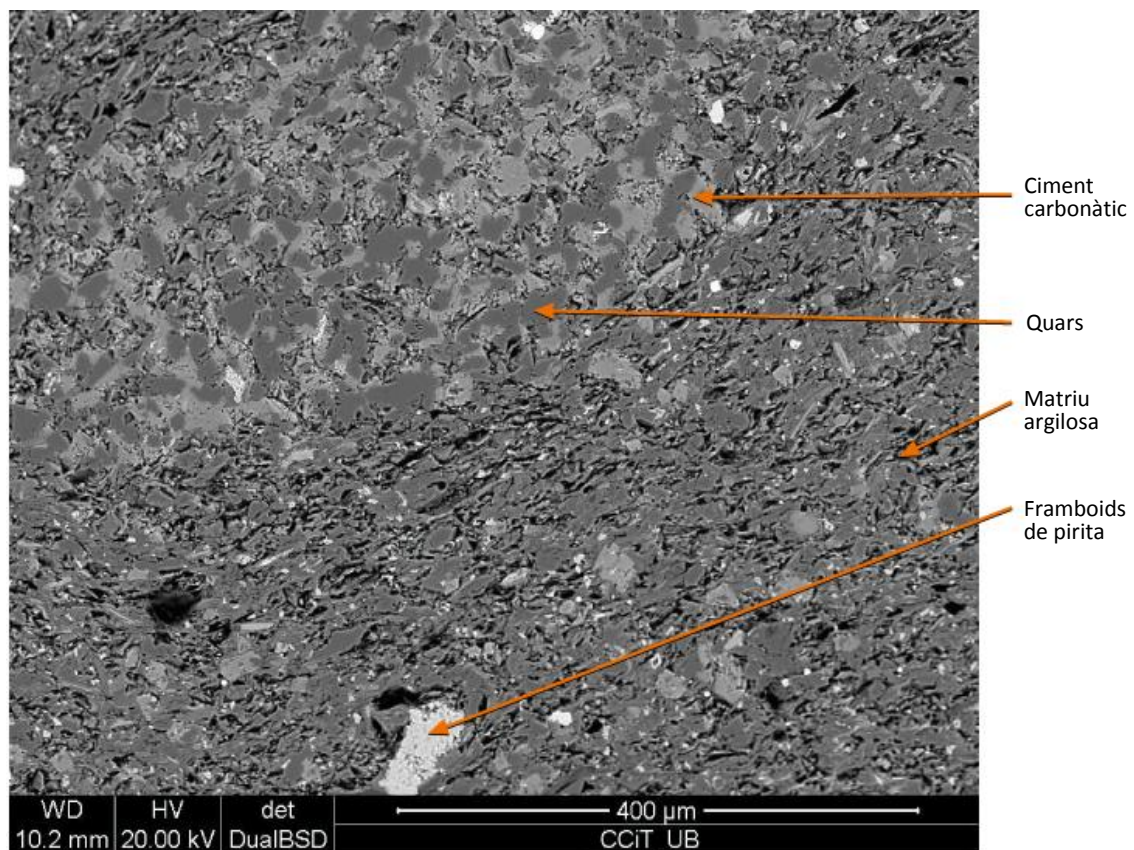


Figura 5.8.2.2. Imatge de BSE-SEM general de la mostra IM-6 on es veu perfectament la fàbrica matriu-suportada de grans detrítics de quars (zones de color gris fosc) i la seva morfologia angular a sub-angulara. Aquesta mostra presenta una orientació preferent dels seus minerals argilosos. A la part superior hi destaca un bandejat on s'hi concentra ciment carbonatat i on la matriu argilosa es redueix considerablement.

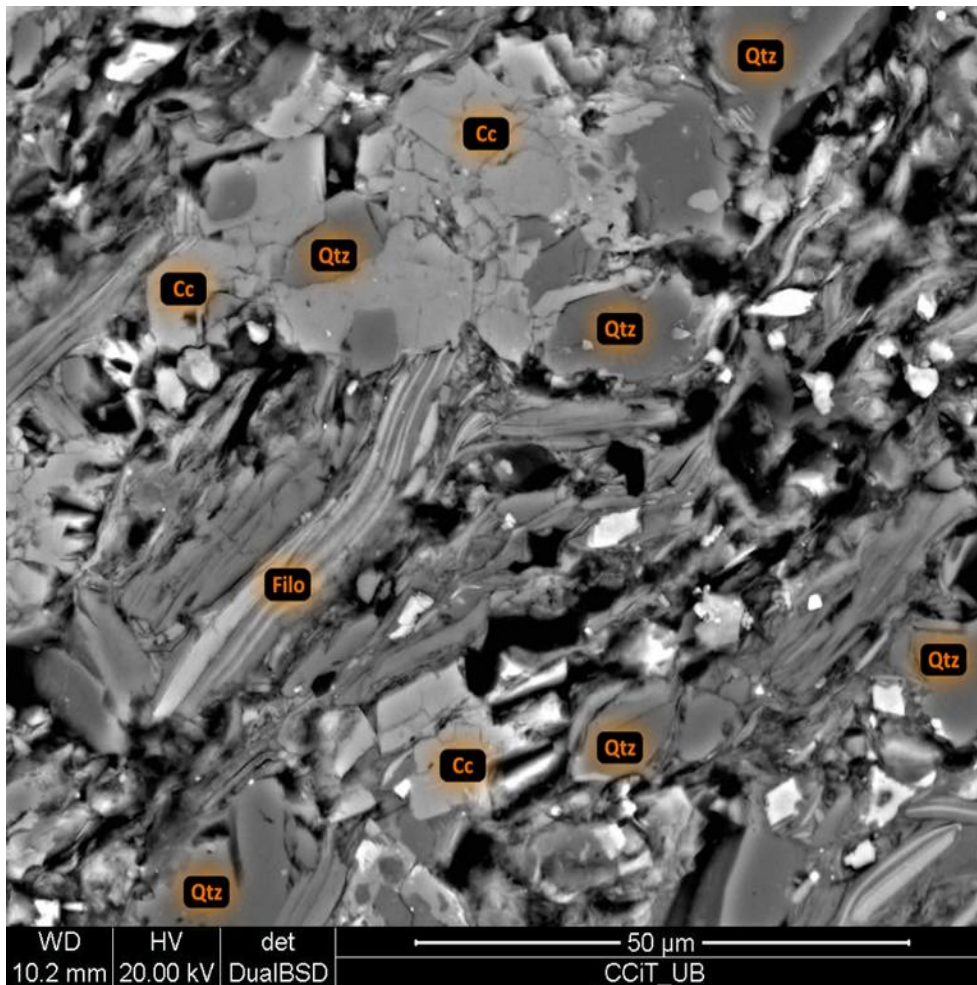


Figura 5.8.2.3. Imatge de BSE-SEM de detall de la mostra IM-6 on es veu perfectament la fàbrica matriu-suportada de grans detrítics de quars (zones de color gris fosc) sense contactes.

Com ja succeïa amb les mostres de la vessant d'Idiazàbal, l'anàlisi textural basat en rèpliques ha estat molt menys satisfactori que amb làmina prima degut a l'abradió mecànica que pateixen les superfícies de les mostres, disgregant els grans i arrencant-ne les parts més superficials pels plans d'exfoliació (fig. 5.8.2.4).

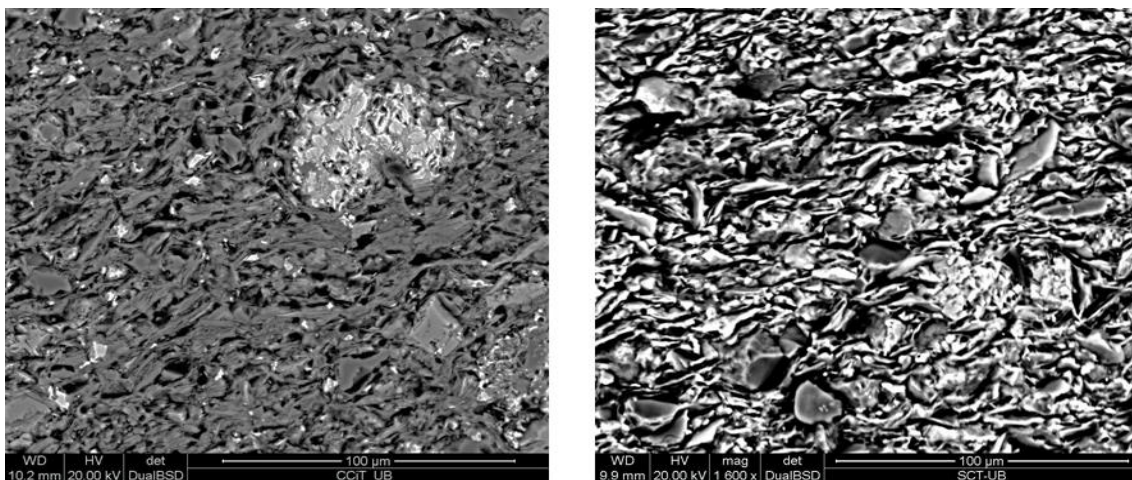


Figura 5.8.2.4. Imatge de BSE-SEM de la mostra IM-6 de dues zones semblants. La primera imatge està basada en làmina prima mentre que la segona està basada en rèplica. En ambdós casos, malgrat la diferència de qualitat d'imatge, es veu clarament el caràcter matriu-suportat d'aquesta mostra, amb els grans de quars sense contactar entre ells degut a que la matriu argilosa ocupa molt espai intergranular.

Malgrat que la majoria de mostres estan classificades com argil·lites i limolites en alguns casos apareixen cristalls de quars de mida sorra fina, superiors a 62 μm (fig. 5.8.2.5). En altres casos, tot hi haver considerat que la totalitat dels fil·losilicats pertanyen a la fracció matriu argilosa, poden aparèixer grans cristalls de moscovita amb mides superior a les 100 μm que haurien de ser considerats com a pertanyents a l'esquelet detrític. No obstant, cristalls de fil·losilicats d'aquests mides són extremadament escassos en aquestes mostres i impossibles de quantificar (fig. 5.8.2.6).

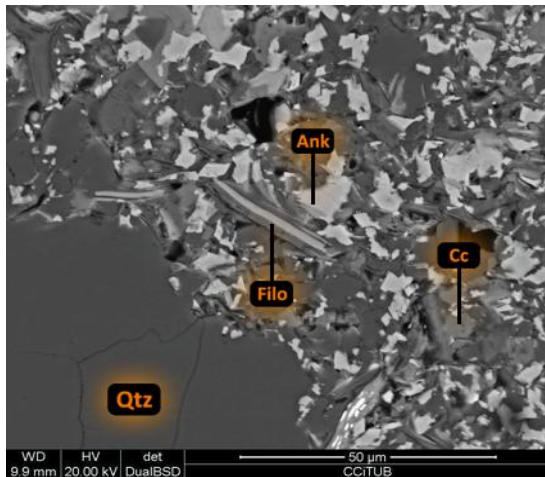


Figura 5.8.2.5. Imatge de BSE-SEM on es veu un gra de quars (Qtz) de mida superior a 62 μm a la part inferior esquerra. Mostra: IM-13. Els petits cristalls de pocs μm , d'alta reflectivitat i forma idiomòrfica són d'ankerita (Ank).

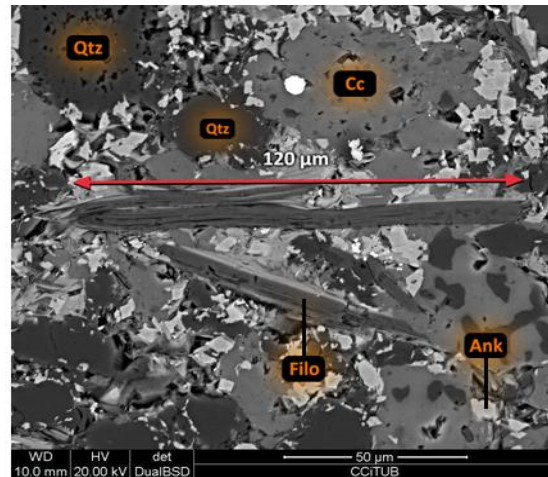


Figura 5.8.2.6. Imatge de BSE-SEM amb grans de quars de mala selecció. Centre: cristall de moscovita semi-alterada d'uns 120 μm de llargada, que podria ser considerat esquelet detrític. Mostra: IM-13.

5.8.3. Estudi microtextural: matriu fil·losilicatada

Totes les mostres presenten una matriu de composició molt similar, formada per cristalls d'hàbitus tabular de moscovita, i, en mides de gra més petita, il·lita i interestratificats il·lita-esmectita i una petita fracció de clorita. En general, la majoria de les mostres analitzades tenen una matriu amb orientació preferent dels seus components fil·losilicatats (fig. 5.8.3.1) tot i que amb cert grau de floculació i imbricació. No obstant hi ha excepcions, com la mostra IM-13, que tot i estar classificada com a argil·lita, no presenta cap foliació i tota la matriu argilosa es troba completament desordenada (fig. 5.8.3.2).

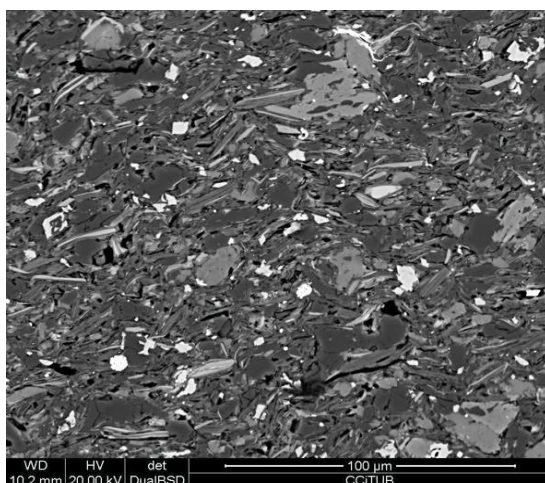


Figura 5.8.3.1. Imatge de BSE-SEM general de la mostra IM-6. La majoria de partícules presents pertanyen a la matriu de fil·losilicats, que presenten una orientació preferent, així com certa floculació i també un significatiu grau d'imbricació.

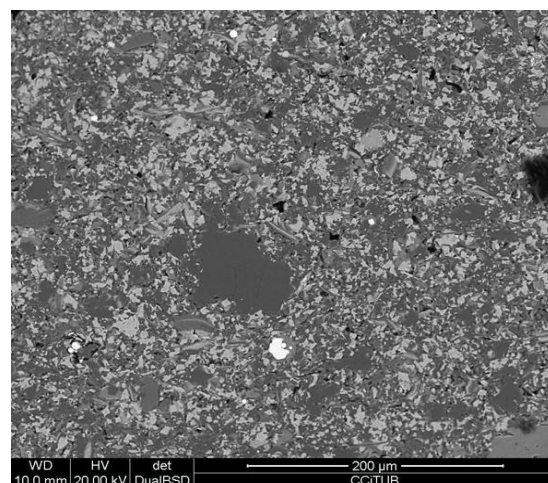


Figura 5.8.3.2. Imatge de BSE-SEM general de la mostra IM-13. En aquest cas, la matriu de fil·losilicats no es troba orientada.

La mostra IM-3 és la que presenta una proporció d'il·lita més elevada de totes les analitzades (34,49%), amb una baixa proporció de moscovita (11,61%). Els fil·losilicats, com ja succeïa en altres mostres d'Ormaiztegi, apareixen parcialment alterats per la circulació de fluids hidrotermals rics en ferro. Els cristalls tabulars d'il·lita i moscovita presenten en la majoria dels casos obertures pels plans d'exfoliació basal, permetent que penetrin els fluids hidrotermals que els alteren formant òxids-hidròxids de ferro, provocant l'aparició de bandejats d'alta reflectivitat electrònica. (fig. 5.8.3.3).

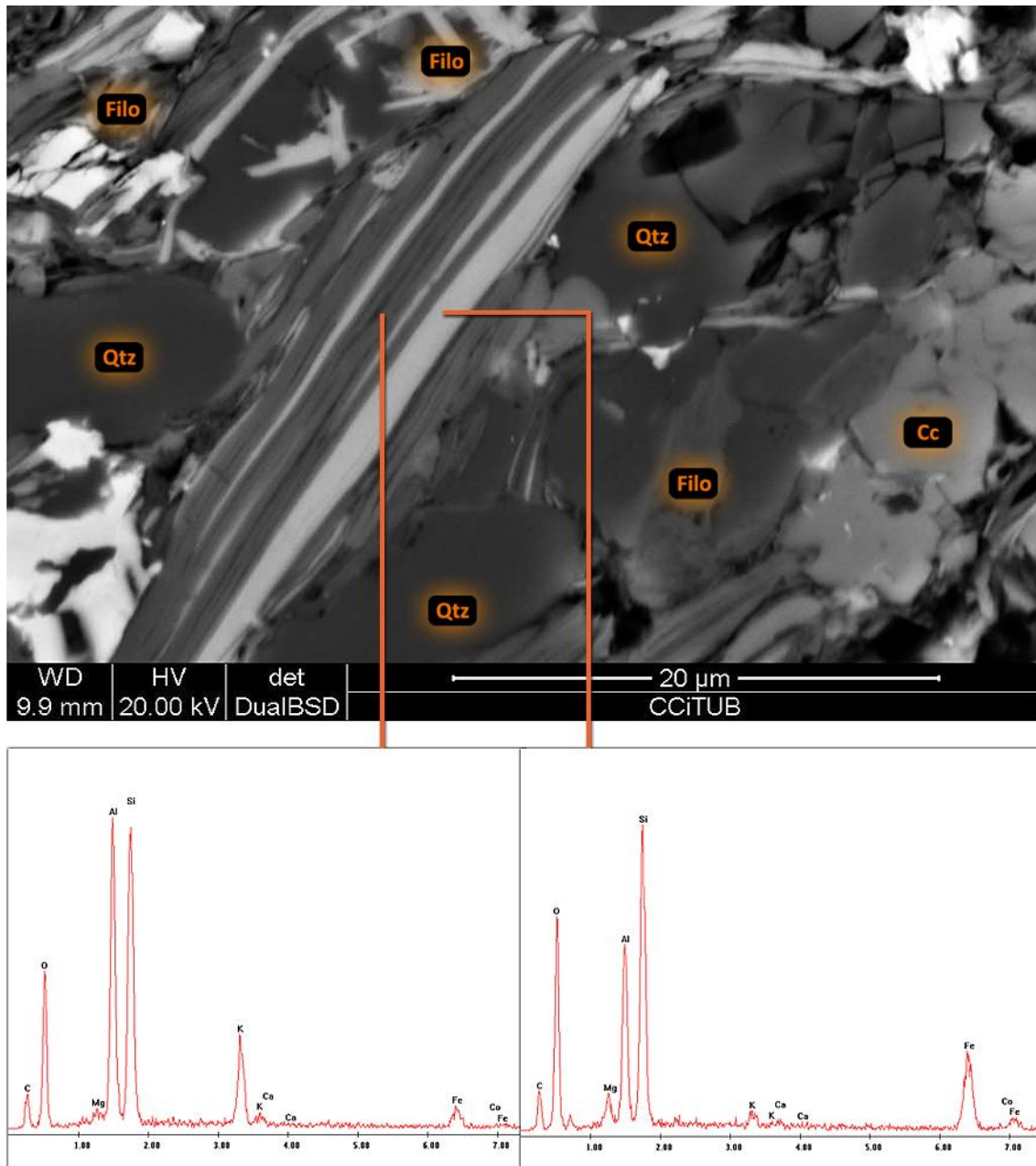


Figura 5.8.3.3. Imatge de BSE-SEM general de la mostra IM-3. Al centre, un cristall de moscovita d'uns 40 µm de llargada presenta obertures entre els plans d'exfoliació, la qual cosa ha permès la circulació de fluids rics en ferro que l'han alterat parcialment amb una pel·lícula de goethita. A sota, espectres EDS de dues zones diferents del bandejat. El primer reflecteix la composició d'un punt situat damunt la zona no alterada, mentre que el segon analitza un punt situat damunt la zona d'alta reflectivitat electrònica.

Entre els components de la matriu fil·losilicatada trobem també clorita fèrrica (chamosita) en proporcions molt baixes (fig. 5.8.3.4), probablement d'origen detrític. En la imatge també pot veure's com presenta obertures per alguns dels seus plans d'exfoliació.

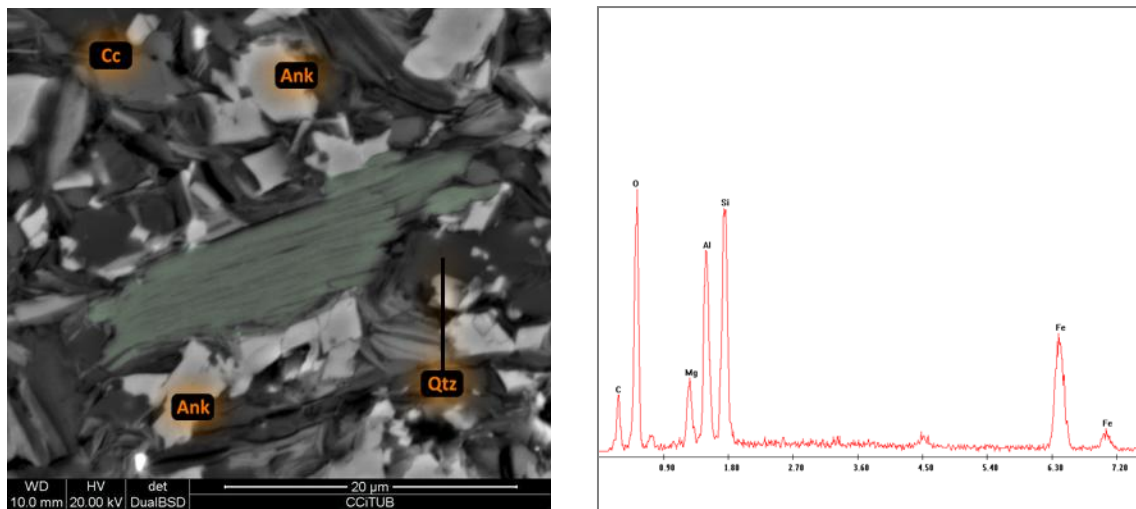


Figura 5.8.3.4. Imatge de BSE-SEM de la mostra IM-13 on es veu una partícula de clorita fèrrica (chamosita), envoltada per cristalls d'ankerita (Ank) i petits grans detrítics de quars (Qtz). La tinció verda és post-editada per a una millor diferenciació. A la dreta, l'espectre EDS típic d'una clorita, el pic de l'alumini (Al) per sota del de silici (Si), amb elevat ferro (Fe) i magnesi (Mg).

5.8.4. Estudi microtextural: ciment carbonatat

El ciment de les mostres de la vessant d'Idiazàbal està format bàsicament per calcita i ankerita en forma de mosaic esparític ocupant la porositat primària intergranular i que en ocasions penetra els grans de quars detrític i de fil·losilcats i empeny els cristalls tabulars de la matriu argilosa, deformant-los. Quan no es produeix penetració les vores dels cristalls són irregulars i s'adapten als contorns dels grans detrítics. Si es produeix penetració les vores són rectes i s'observa bé l'exfoliació romboèdrica de la calcita. També es dona en forma de petits cristalls de pocs μm o inclús inferiors a $1 \mu\text{m}$, repartits de forma més o menys uniforme entre els fil·losilcats de la matriu, o bé formant agregats de cristalls discrets de mida micrític o bé com a individus aïllats (fig. 5.8.4.1). La forma més efectiva de diferenciar una calcita d'una ankerita és per la seva reflectivitat electrònica. En l'ankerita aquesta és més intensa degut al seu contingut en ferro, que pot ser molt variable. En ocasions aquesta diferenciació resulta difícil degut a que sovint el contingut en ferro és baix i la reflectivitat és gairebé idèntica a la de la calcita i és llavors quan cal recórrer a l'EDS. Per altra banda, normalment l'ankerita sol ser, en aquests casos, un ciment de segona generació, produït gràcies a la calcita preexistent que ha sofert un procés d'ankeritització per la circulació de fluids rics en ferro. Aquest fet es tradueix en sobrecreixements més idiomòrfics i reflectants d'ankerita a partir de la calcita, transformacions parcials o substitucions totals de grans esparites que "empenyen" els fil·losilcats de la matriu a través dels seus contactes rectes, desplaçant-los i deformant-los. També pot trobar-se ankerita formant agregats de petits cristalls romboèdrics normalment associats a calcita hipidiomòrfica de primera generació. En algunes imatges es pot comprovar que l'ankerita creix entre les làmines obertes d'alguns fil·losilcats alterats i d'aquesta manera és possible afirmar amb bastanta seguretat que aquesta ankerita és o bé sincrònica o bé posterior a l'alteració dels fil·losilcats (fig. 5.8.4.2).

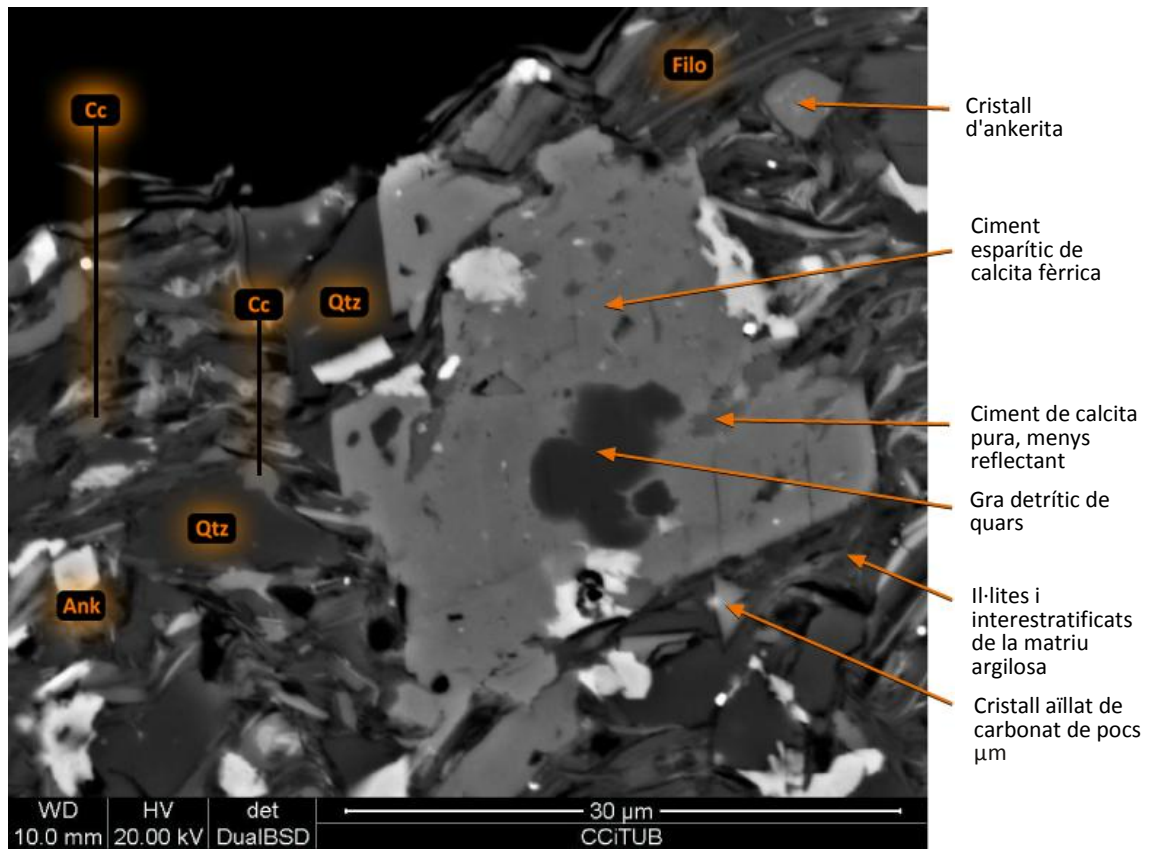


Figura 5.8.4.1. Imatge de BSE-SEM de la mostra IM-13 on es veu ciment esparític de carbonat, de vores rectes i exfoliació romboèdrica ben visible, envoltant un gra de quars. Aquest carbonat ha resultat ankerita amb molt poc Fe, transformada a partir de calcita pura de 1a generació (petites zones més fosques dins la esparita). Els cristalls més reflectants (colors blancs) són ankerites amb un alt contingut en ferro, que clarament són les últimes en formar-se.

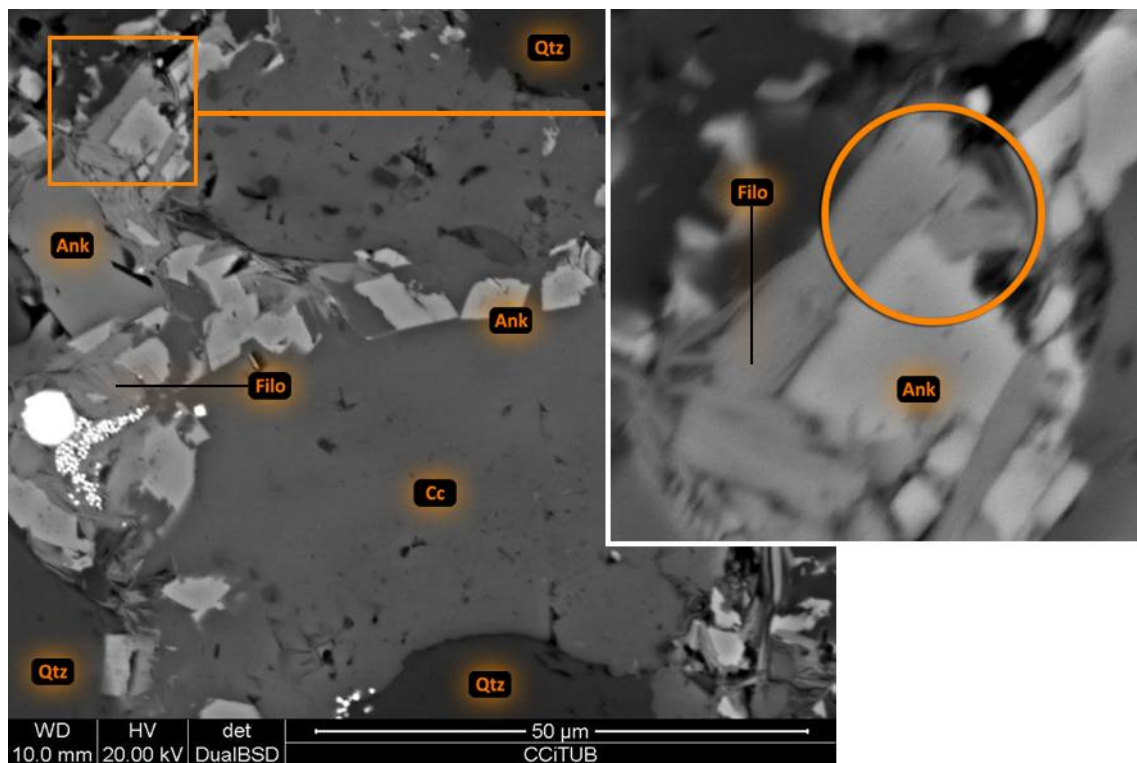


Figura 5.8.4.2. Imatge de BSE-SEM de la mostra IM-13. En aquest cas es veuen dues zones desenes de μm de ciment de calcita lleugerament fèrrica, de vores irregulars, totalment allotriomòrfica (Cc), envoltada de cristallets individuals romboèdrics d'ankerita molt fèrrica (Ank), que, com es pot comprovar a l'ampliació de la dreta, creixen dins les làmines obertes dels fil·losilicats alterats (Filo).

Les diferents generacions de carbonat s'han identificat composicionalment gràcies a l'analitzador d'energies dispersives (EDS) que incorpora el microscopi electrònic d'escombrat, obtenint-ne els respectius espectres de difracció (fig. 5.8.4.3).

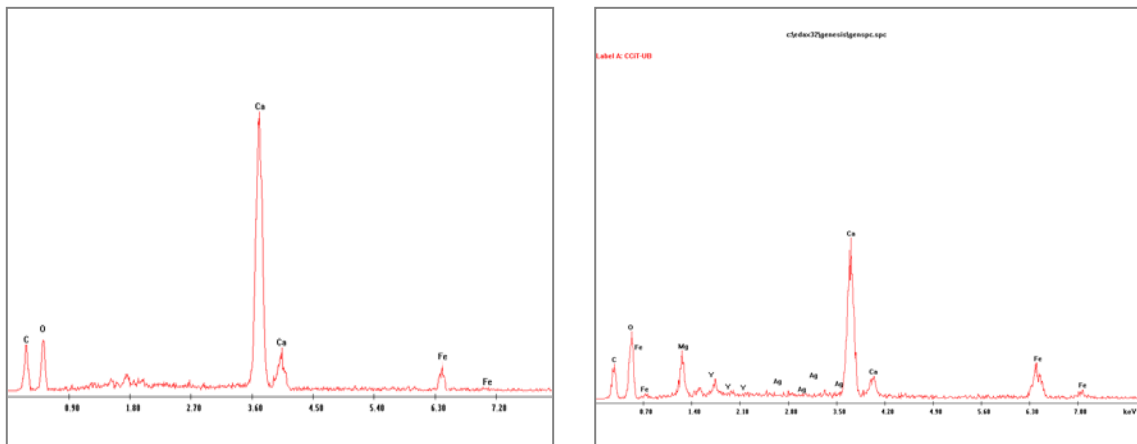


Figura 5.8.4.3. A l'esquerra, espectre de difracció d'una calcita amb molt poc contingut de ferro. A la dreta, espectre de difracció d'un petit cristall romboèdric d'ankerita amb un elevat contingut en ferro.

Com ja s'ha esmentat abans, sovint les mostres presenten bandejats lenticulars de coloracions més blanquinoses a nivell visual. En aquests bandejats s'hi concentra ciment esparític de carbonat i es redueix dràsticament la proporció de matriu argilosa. També es produeix un augment del mida dels grans detrítics de quars (fig. 5.8.4.4).

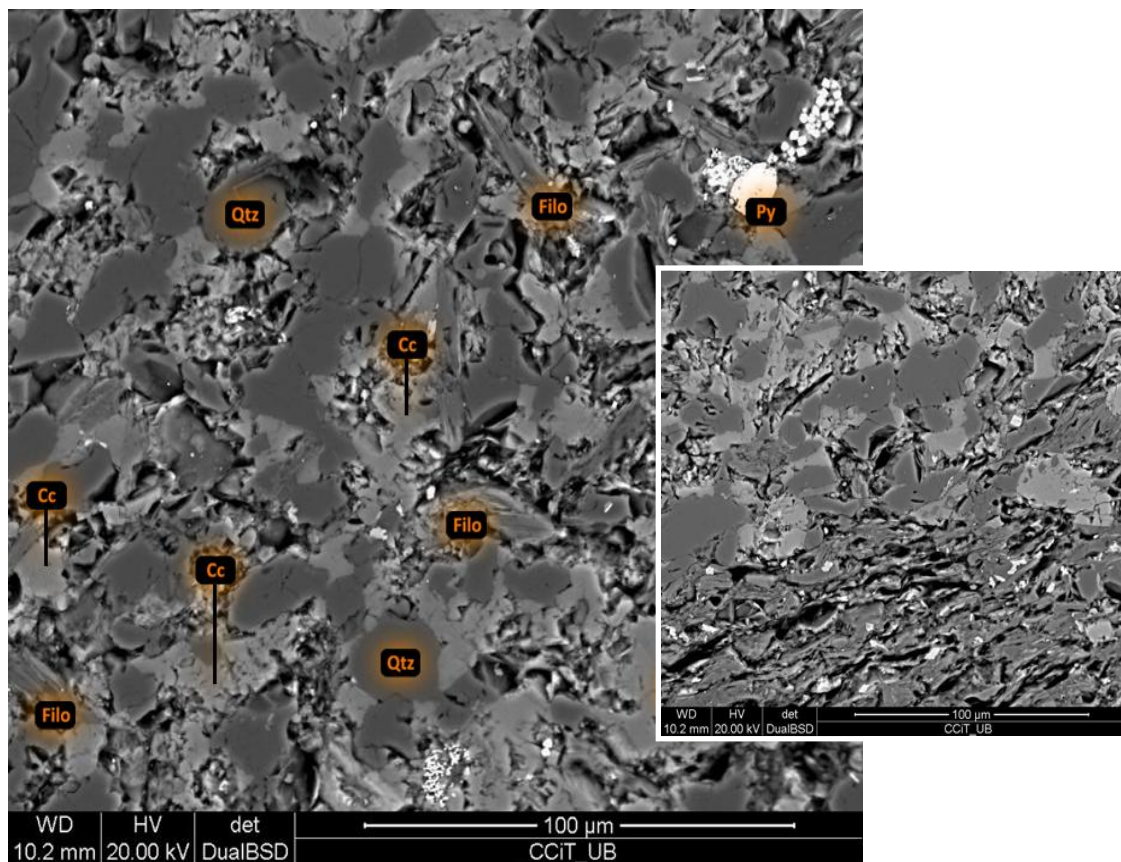


Figura 5.8.4.4. Imatge de BSE-SEM de la mostra IM-6. La fotografia de l'esquerra mostra una de les bandes de concentració de carbonats, en que el ciment duu a terme la seva funció de forma efectiva, unint bé tots els grans detrítics de quars (Qtz), mentre que la matriu argilosa es redueix dràsticament. A la imatge de la dreta es veu la zona de contacte entre la banda carbonatada i la resta de la mostra.

5.8.5. Descripció microtextural: minerals accessoris

Pirita: En les mostres analitzades de la variant d'Idiazàbal s'ha trobat pirita en forma de framboids, de petit mida, de l'ordre d'uns 20 µm com a màxim, i en menor quantitat que a les mostres d'Ormaiztegi. No s'han trobat agregats de poliframboids ni cristalls ehuedrals octaèdrics aïllats (fig. 5.8.5.1 i fig. 5.8.5.2).

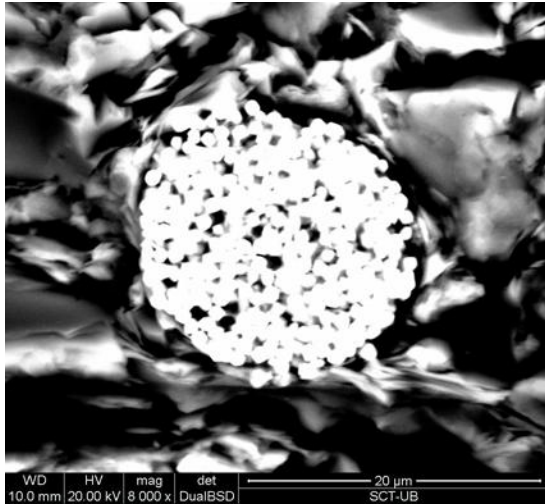


Figura 5.8.5.1. Imatge de BSE-SEM basada en rèplica de la mostra IM-6. Al centre hi ha un poliframboid de petits cristalls de pirita en forma de petits piritoedres. Tot el conjunt té un diàmetre de 18,44 µm i es troba envoltat de matriu argilosa.

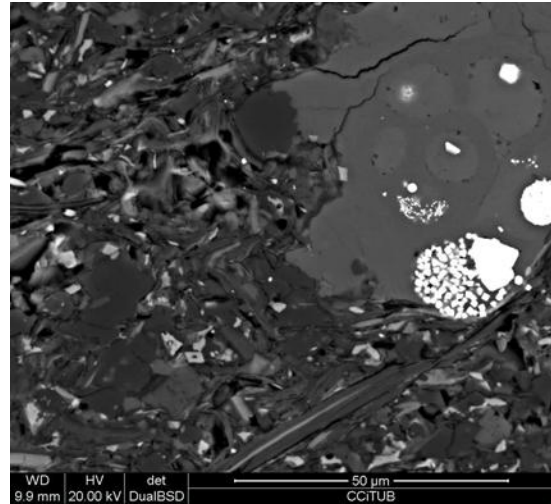


Figura 5.8.5.2. Imatge de BSE-SEM de la mostra IM-13. A la part dreta es veu una gran massa de ciment esparític de carbonat, que presenta fracturació. Aquesta envolta diversos framboids de pirita de mides variables.

Esfalerita: S'ha trobat algun petit agregat de cristalls fibrosos d'esfalerita (blenda) baixos en ferro, en la mostra IM-6 (fig. 5.8.5.3).

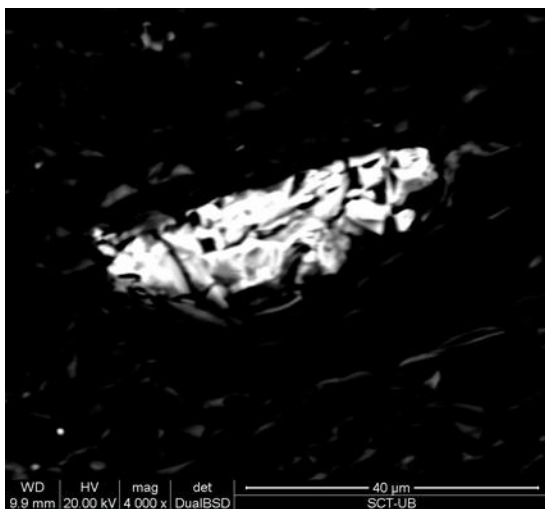


Figura 5.8.5.3. Imatge de BSE-SEM basada en rèplica de la mostra IM-6. Al centre, agregat de cristalls fibrosos d'esfalerita que presenten gran reflectivitat electrònica (la intensitat de la llum en la imatge ha estat fortament disminuïda per distingir-ne els cristalls).

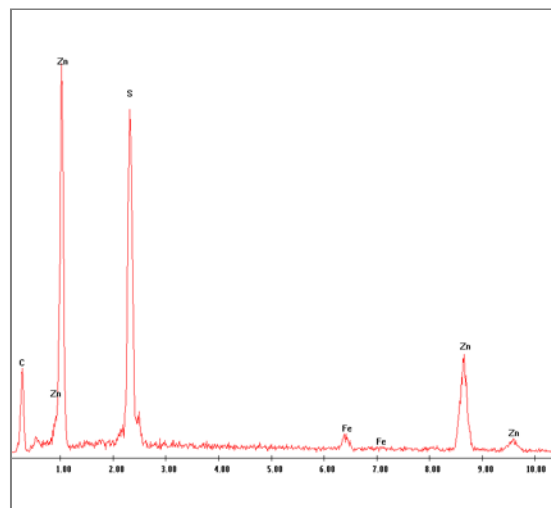


Figura 5.8.5.4. Espectre EDS dels cristalls d'esfalerita, confirmant la massiva presència de zinc (Zn) i una petita quantitat de ferro (Fe).

6. DISCUSSIÓ DELS RESULTATS

Les mostres presenten un grau d'alterabilitat moderat que es tradueix en la degradació dels talussos excavats en aquests materials. A partir dels assaigs de durabilitat realitzats, s'observa que les roques no es descomponen completament per donar argila o llim, sinó que es fissuren per donar fragments prismàtics i lloses. Per aquest motiu, el potencial d'enfonsament no es reflecteix en els resultats del segon cicle, Id2 (SDT), de les mostres intactes ja que només recullen la pèrdua de la fracció menor a 2 mm. Totes les mostres sense excepció tenen un Id2 per sobre del 90% i 15 d'elles, més de les dues terceres parts, un Id2 superior 95%. Segons el criteri del SDT, el més utilitzat com assaig de degradabilitat, ens trobem davant de mostres de durabilitat molt alta o alta, el que no es correspon amb la realitat. La capacitat predictiva del potencial de degradació mitjançant l'assaig SDT millora substancialment amb el procés d'envelliment forçat amb cicles de congelació i desgel. Els Id5 corregits de les mostres envellides mitjançant cicles de congelació i desgel donen lloc a una separació més evident dels comportaments comparat amb els resultats del Id2.

Influència dels grups estructurals

Hem representat en la gràfica de a figura 6.1 els resultats del Id5 contraposat als resultats del contingut en matriu. Les mostres amb més propensió a la degradació són les que combinen un elevat contingut de matriu argilosa amb percentatges de ciment i esquelet granular més baixos. La relació però, no és clara. Les mostres amb continguts de matriu del 45% o superior (per exemple IM-13, IM-18, IM-5, IM-16, OM-19) són clarament degradables, amb valors del Id5 corregit per sota del 60%.

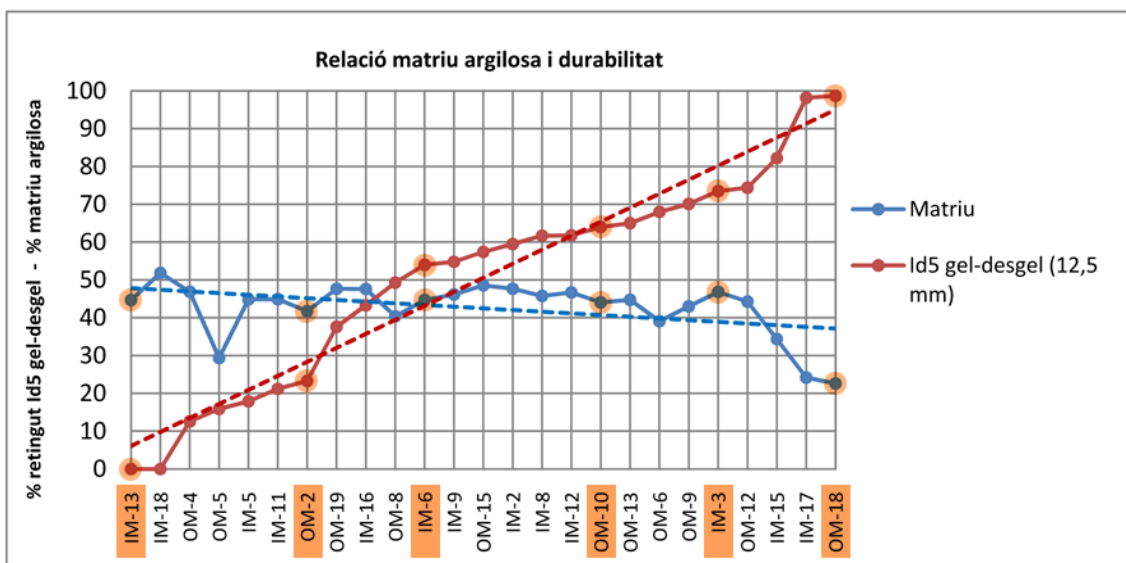


Figura 6.1. Relació entre la proporció de matriu argilosa de cada mostra i el seu índex de durabilitat obtingut amb cicles d'envelliment gel-desgel i aplicant el tamís de 12,5 mm. Remarcades amb color taronja, les mostres analitzades amb microscòpia òptica i amb BSE-SEM amb les que s'ha basat l'estudi microtextural.

La mostra amb un major potencial de degradació (Id5 corregit = 0) és la que té un contingut en argila superior al 50% (IM-18). La variabilitat és, però, molt alta i no permet establir correlacions (fig. 6.1), la dispersió de les dades no permet assegurar cap correlació i únicament tendències (fig. 6.2).

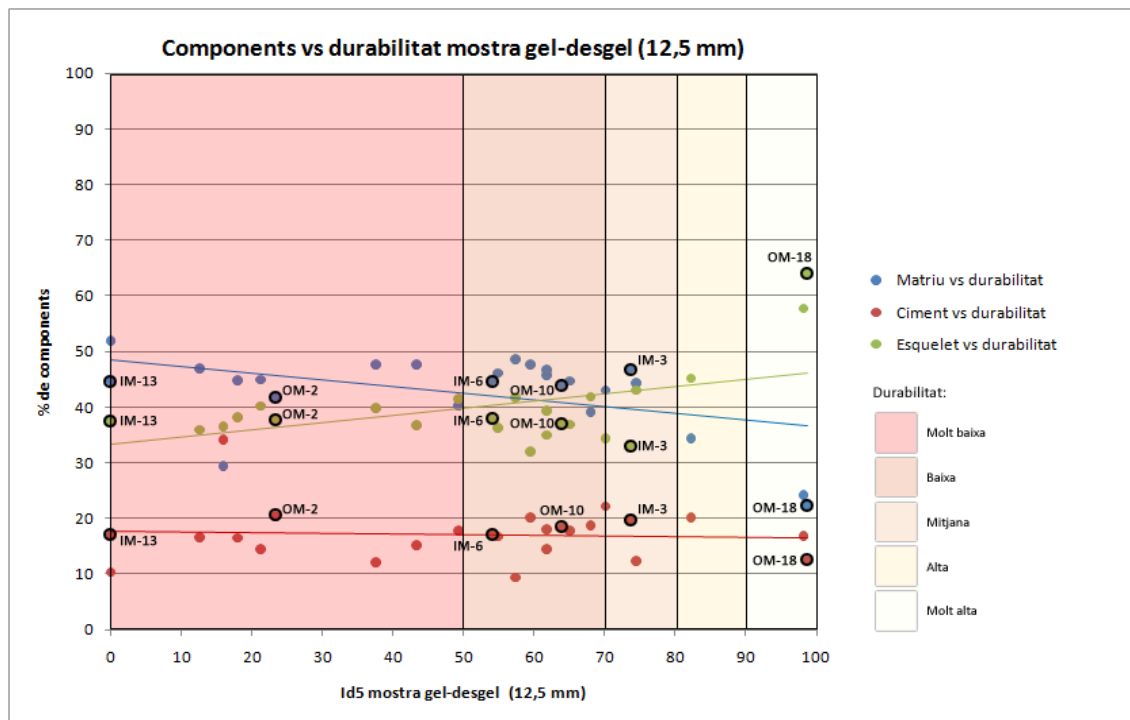


Figura 6.2. Relació entre les proporcions d'esquelet detrític, matriu i ciment i la durabilitat de les mostres en cicles d'envelliment gel-desgel aplicant el tamís de 12,5 mm.

Per exemple, les mostres corresponents a barres de gres (IM-17, OM-18) o més properes a les característiques d'un gres (IM-15) presenten uns resultats molt coherents, amb elevats índexs de durabilitat, degut al baix contingut en matriu i a l'elevada proporció d'esquelet detrític. En canvi, la mostra IM-3 (analitzada microtexturalment), que presenta una proporció de matriu argilosa propera al 50% té en canvi un alt índex de durabilitat (Id5 = 73,5%). O, en l'altre extrem, la mostra OM-5, que té un contingut en matriu molt inferior a la majoria d'argil·lites-limolites presenta en canvi un índex de durabilitat molt baix (Id5 = 15,9%).

D'altra banda, com es pot veure en la figura 6.2, les dades del contingut en esquelet detrític presenten una tendència lleugera que permet igualment afirmar que un major contingut de grans detrítics de quars implica una major durabilitat, però la dispersió dels resultats tampoc permet afirmar aquest fet amb contundència. Totes les mostres tenen una proporció d'esquelet entre un 30 i un 40%, llevat de les corresponents als sondeigs IM-17, OM-18 (gresos quarzífics) i IM-15 (amb propietats entre un gres i una limolita), que presenten xifres més elevades, entre un 43 i un 59%.

En quant al ciment carbonatat, els resultats són encara menys determinants, tal i com es mostra en l'anterior figura 6.2. La proporció de ciment se situa entre un 10 i un 35% aproximadament, però les dades no segueixen cap tendència i els valors oscil·len molt mostra a mostra, de manera que aparentment no es veu una relació entre la durabilitat i la quantitat de ciment carbonatat.

Influència dels interestratificats il·lita-esmectita i de l'alteració dels fil·losilicats

Tant en els estudis texturals amb microscopi electrònic d'escombrat (BSE-SEM) com en les anàlisis mitjançant la difracció de raigs-X pel mètode dels agregats orientats, s'ha determinat que una proporció petita de la matriu argilosa és un interestratificat il·lita-esmectita (esmectita càlcica) de caràcter autigènic, la formació del qual és fruit de la circulació de fluids rics en alcalinoterris (Ca, Mg) i sílice i un augment del pH. No és clar que la presència d'aquest interestratificat il·lita-esmectita jugui un paper important en la degradabilitat dels talussos però si més no la seva presència no pot ajudar pas a la integritat d'aquests materials degut al seu potencial expansiu. No ha estat possible de quantificar aquest interestratificat, de manera que únicament ha pogut quantificar-se la il·lita, assumint que una part és l'interestratificat il·lita-esmectita. Contraposant les dades quantitatives d'il·lita i de moscovita respecte el total de matriu argilosa amb les dades de durabilitat s'obté la següent relació (fig. 6.3).

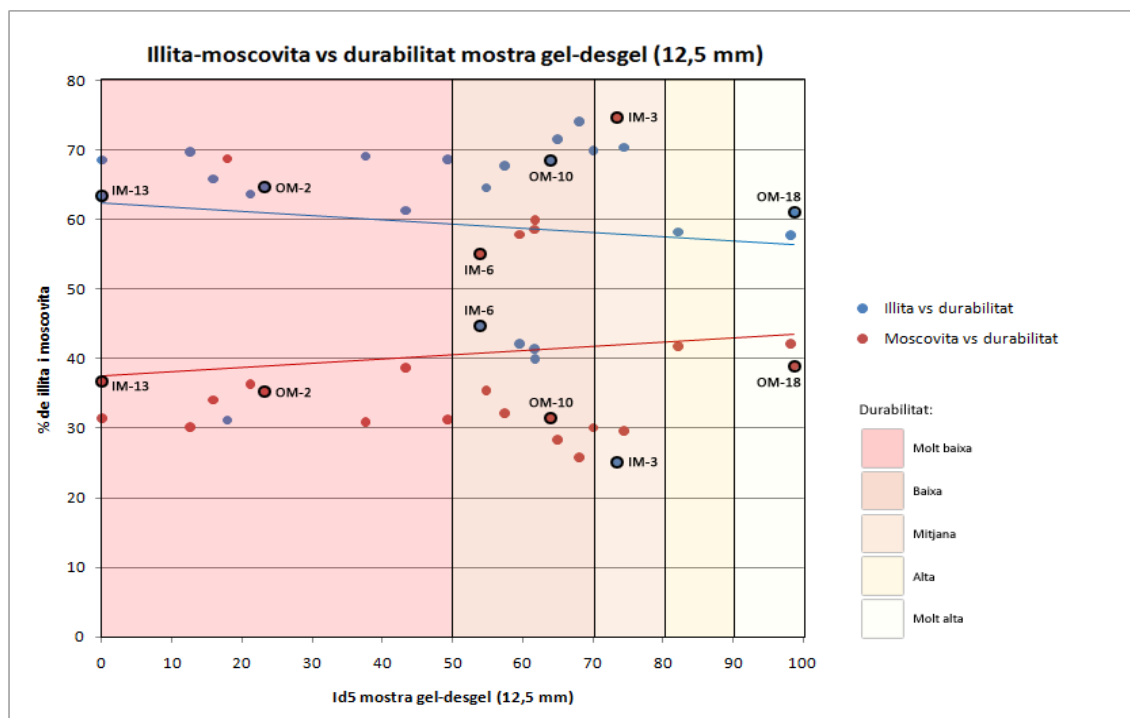


Figura 6.3. Relació entre les proporcions d'il·lita i de moscovita respecte el total de matriu i la durabilitat de les mostres en cicles d'envelliment gel-desgel aplicant el tamís de 12,5 mm.

Com es pot veure, la relació tampoc és clara, la dispersió de les dades és acusada, tot i que a la zona de durabilitat molt baixa-baixa-mitjana s'hi concentren un bon nombre de mostres amb

elevada proporció d'il·lita. No obstant, unes poques mostres amb alta proporció es troben a la zona de durabilitat alta-molt alta, com els gresos dels sondeigs OM-18 i IM-17, tot i que en aquests dos casos la hipotètica influència de l'interestratificat I/S seria irrellevant per la gran proporció d'esquelet detrític i la bona competència del ciment carbonàtic que uneix els grans. Aquests fets impliquen que no es pugui relacionar quantitativament la presència d'aquest interestratificat amb els resultats obtinguts als assaigs de durabilitat. Únicament es pot deixar constància de la seva presència i fer-ne una relació de tipus qualitatiu. Per altra banda, s'ha vist que una bona part dels fil·losilicats de la matriu argilosa d'algunes mostres es troben fortament alterats per la circulació de fluids rics en ferro a través la porositat interconnectada del sediment. Aquestes transformacions es posen de manifest en les imatges de SEM en les que els fil·losilicats presenten bandes d'alta reflectivitat electrònica, amb colors grisos clars a blanc (fig. 6.4). Els cristalls tabulars d'il·lites, de moscovites i d'interestratificats I/S presenten gairebé en la seva totalitat, obertura dels seus plans d'exfoliació, permetent l'entrada d'aquests fluids i alterant-se formant pel·lícules de òxids-hidroxids de ferro. La presència dels interestratificats I/S a la matriu argilosa podria ser un altre factor a tenir en compte a l'hora d'explicar la degradació dels talussos, degut al seu caràcter expansiu.(fig. 6.5).

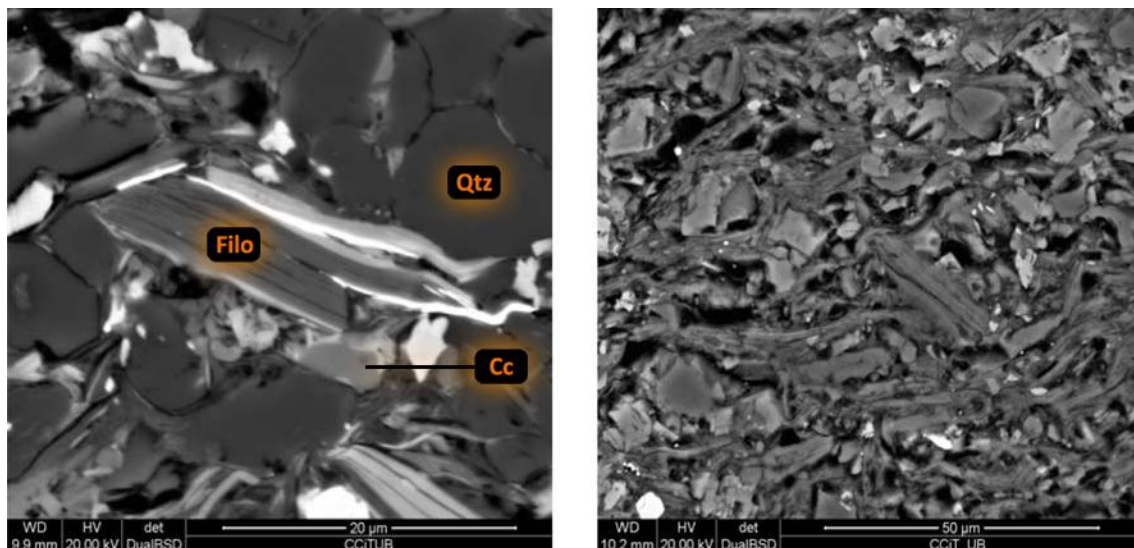


Figura 6.4. Aquestes dues imatges de SEM pertanyen a les mostres IM-3 (esquerra) i OM-2 (dreta), de les variants d'Idiazabal i d'Ormaiztegui respectivament. La mostra IM-3 presenta els seus fil·losilicats alterats, a diferència de la mostra OM-2, en que els fil·losilicats de la matriu no han patit aquesta alteració.

En definitiva, l'alliberament de l'energia de deformació elàstica a resultes de l'excavació dels talussos provoca l'expansió del material, juntament amb el trencament dels enllaços que donen lloc a la cimentació de les partícules, de manera que la deformació soferta és no recuperable. Aquesta expansió pot ser molt significativa si el material incorpora minerals actius amb alt potencial expansiu, com les esmectites (en el cas que ens ocupa interestratificats il·lita-esmectita). Per tant, els processos de descàrrega provoquen un canvi en la microestructura del material, donant lloc a deformacions no recuperables i a una modificació de les propietats mecàniques (reducció de la resistència i la rigidesa i un augment en la permeabilitat). Aquest fenomen s'incrementa considerablement si hi ha escassetat de

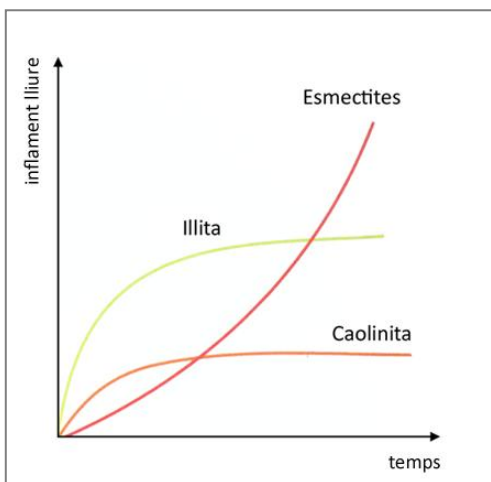


Figura 6.5. Canvi volumètric en funció de la composició mineralògica. La capacitat d'adsorció d'aigua en les vores laminars i zones interlaminars dona lloc a canvis de volum a les argiles (modificat de González de Vallejo et al., 2002).

ciment i en aquest sentit, els materials argilosos menys cimentats alliberen més ràpidament l'energia emmagatzemada que els materials més cimentats, de manera que poden presentar una major expansió, com és el cas dels materials que afloren als desmunts d'Idiazàbal i d'Ormaiztegi.

Influència del ciment carbonatat

L'altre factor determinant en la durabilitat dels talussos és el ciment carbonàtic present en l'espai intergranular dels materials d'ambdós talussos. Totes les mostres presenten unes proporcions de ciment de calcita i ankerita que es troben entre un 10 i un 20% aproximadament, llevat de la mostra

OM-5, que té un valor més elevat (34,16%). Aquest carbonat no sempre actua com un ciment de forma efectiva, tal i com s'ha vist en les imatges de microscòpia electrònica d'escombrat, en aquest cas, de les mostres OM-18 i OM-2 (fig. 6.6). En les mostres de gres com la OM-18 el ciment carbonatat, tot i figurar en una proporció semblant a la resta de mostres argil·lítico-limolítiques, forma un mosaic de calcita esparítica que cementa de manera efectiva els grans detrítics de quars, deixant molt poc espai per a la matriu argilosa, amb múltiples contactes

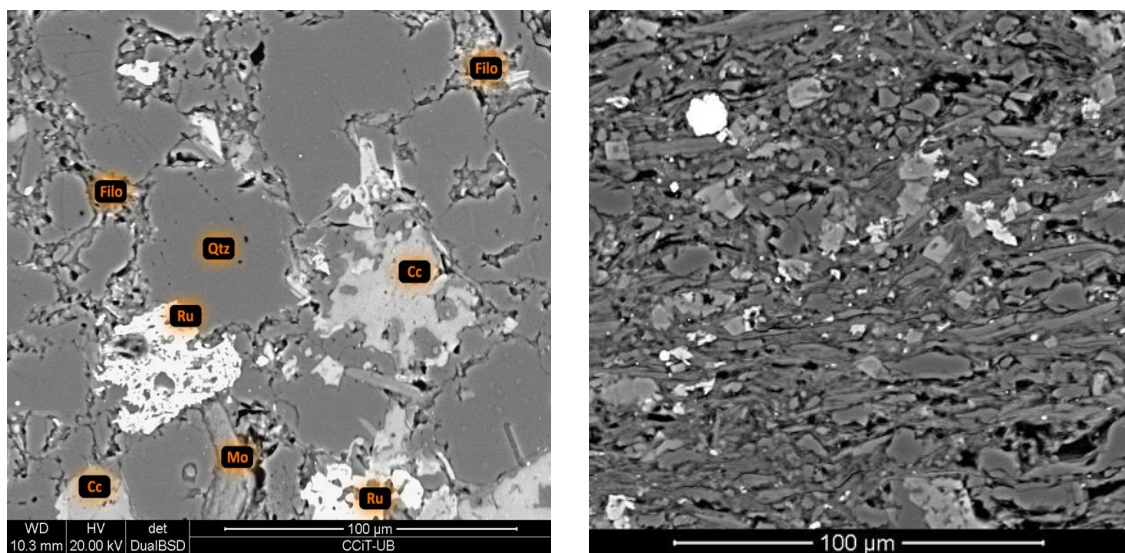
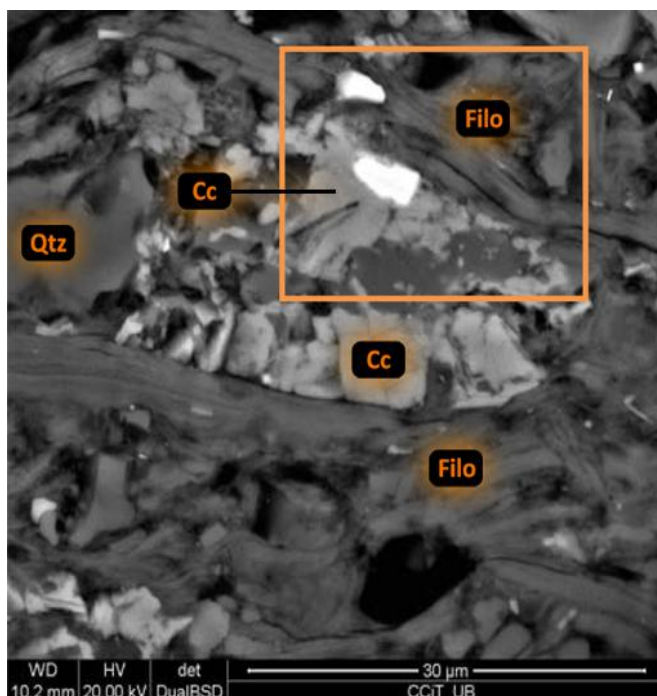


Figura 6.6. Imatge de SEM de la mostra OM-18 (esquerra) i de la mostra OM-2 (dreta), a la mateixa escala. A la mostra OM-18 es veu perfectament com el ciment de calcita ha precipitat bé entre els grans detrítics de quars de mida sorra i els cementa amb efectivitat. A la mostra OM-2 la matriu argilosa és imperant i els grans tabulars de fil·losilicats no es troben ben cimentats en la seva majoria.

puntuals i suturats. A les argil·lites i limolites, l'efectivitat d'aquest ciment no és tant clara, donat que, si bé aconsegueix formar alguns agregats esparítics de mida important, la majoria de cristalls de carbonat són de mida molt petita i es troben barrejats amb la matriu argilosa, sense cementar bé els fil·losilicats. Altrament, s'ha vist que les mostres argil·lítico-limolítiques

presenten sovint bandejats lenticulars i finits de concentració de carbonats, de característiques texturals més pròpies d'un gres (mostres IM-3, IM-6, OM-2 i OM-10), on el ciment si que hi actua de forma efectiva, de manera que parlem d'un repartiment heterogeni del ciment carbonatat, concentrat en nòduls i bandejats i escassejant en la major part de la mostra, on hi predomina la matriu de fil·losilicats.

Per altra banda, un altre factor que pot condicionar molt l'efectivitat del ciment carbonatat en les zones on s'ha desenvolupat millor és el fet de que aquest estigui actuant damunt dels



cristalls tabulars de fil·losilicats que presenten obertura dels seus plans d'exfoliació. Aquest contacte entre ciment i fil·losilicat és planar, sense formar meniscs, i actua sobre una làmina susceptible de separar-se de la resta del gra, amb la qual cosa el ciment carbonatat perd la seva efectivitat. Això succeeix en totes les mostres en que s'ha dut a terme l'anàlisi microtextural (fig. 6.7).

Figura 6.7. Imatge de BSE-SEM de la mostra OM-2 on es veu ciment de carbonat actuant sobre fil·losilicats amb obertura dels plans d'exfoliació.

Influència de l'ankerització del ciment de calcita

Per altra banda, bona part del ciment de calcita ha estat ankeritzat probablement pel mateix episodi de mineralització ferrífera que va alterar els fil·losilicats de la matriu, ja sigui en forma de sobrecreixements hipidiomòrfics i idiomòrfics, mostrant una marcada exfoliació romboèdrica i freqüents zonacions, formant esparites íntegrament ankerítiques per transformació de calcita i recristal·litzant en forma de petits cristalls romboèdrics de petit mida, amb un alt contingut en ferro. Els contactes entre el ciment de calcita de primera generació són molt més adaptatius al contorn dels components detrítics, ajustant-se de forma efectiva i cimentant bé aquests components. El ciment ankeritzat de segona generació, en canvi, presenta contactes molt més rectes i exercint pressió sobre els minerals adjacents fins a deformar-los i inclús penetrar-los, sovint perdent competència com a ciment i generant porositat secundària. Els contactes d'aquest ciment ankerític són menys efectius per ser de morfologia més planar i sovint també puntual. Això queda palès en les imatges obtingudes de la mostra del sondeig IM-13 i en altres mostres, com la OM-2 (fig. 6.9). La mostra IM-13 és

precisament la que pitjors resultats ha obtingut en els assaigs de durabilitat (SDT), essent la mostra més degradable de totes les analitzades. Com es pot veure a la imatge (fig. 6.8) s'observa un gra de quars es troba envoltat de ciment de calcita de primera generació, massiu i

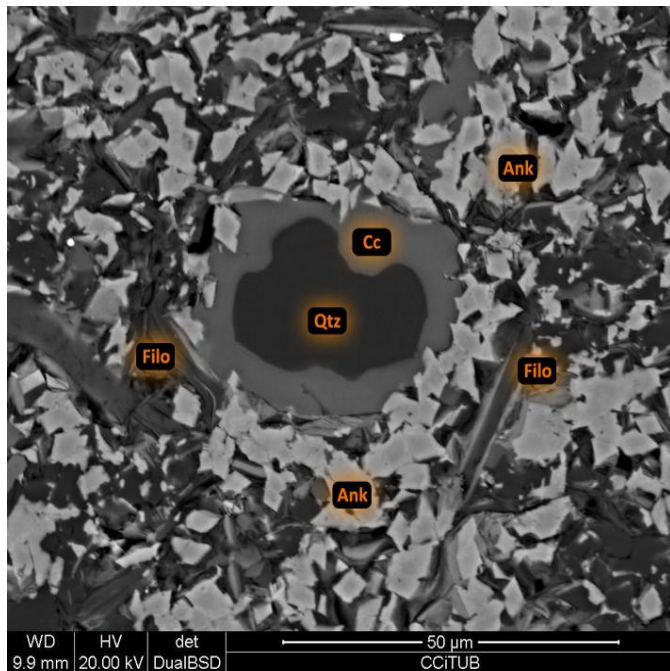
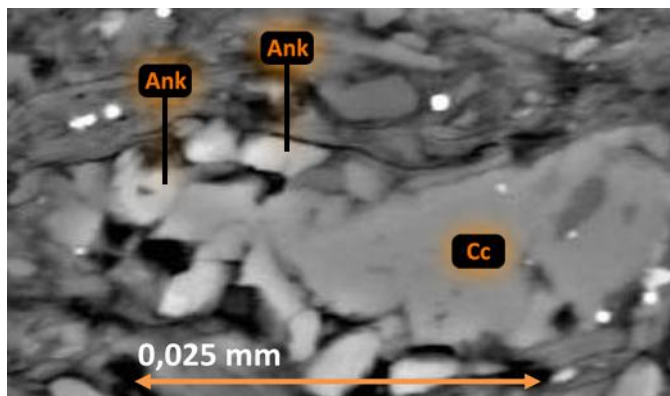


Figura 6.8. Imatge de BSE-SEM de la mostra m-9 (sondeig IM-13 de la variant d'Idiazabal) que mostra la ankeritització del ciment de calcita primigèni en cristalls discrets d'ankerita romboèdrica, generant porositat secundària i perdent competència com a ciment.



al·lotriomòrfic, perfectament adaptat al contorn de les vores del quars detrític. Al voltant, però, aquesta calcita s'ha anat transformant en ankerita en forma de petits cristalls discrets romboèdrics d'uns 5 µm, desordenats i sovint bastant separats entre ells, generant porositat secundària com a conseqüència d'aquest procés. En les altres mostres analitzades l'ankerita no evidencia tant aquest increment de porositat secundària. Aquest increment en la porositat i aquesta pèrdua de competència dels contactes de cimentació poden esdevenir altres factors a tenir en compte per explicar la intensa degradació dels talussos.

Figura 6.9. Imatge de BSE-SEM de la mostra OM-2 que mostra la ankeritització del ciment de calcita en cristalls discrets d'ankerita romboèdrica, generant porositat secundària, dins un gran espai buit entre fil·losilcats.

7. CONCLUSIONS FINALS

Les mostres dels dos talussos corresponents a ambdues variants d'Idiazabal i Ormaiztegi presenten unes característiques molt similars en quant a composició química i mineralògica. Altrament, al camp s'ha vist que els afloraments dels diferents trams dels talussos tampoc no presenten diferències importants a excepció dels nivells de gresos, més resistents i compactes. No obstant, s'han vist diferències en quant a la durabilitat dels materials, amb la qual cosa ha estat molt interessant realitzar un minuciós estudi microtextural de 6 de les 25 mostres per mirar d'establir correlacions entre la mineralogia i la textura i els resultats de la durabilitat d'aquestes mostres, amb la intenció d'explicar les causes de les patologies que presenten aquests talussos.

Totes les tècniques utilitzades (difracció de raigs-X pel mètode de pols i ajustament pel mètode de Rietveld, la difracció de raigs-X pel mètode d'agregats orientats, la calcimetria de Bernard, porosimetria d'adsorció de nitrogen, les anàlisis tèrmiques (ATD) i termogravimètriques (TG) i la fluorescència de raigs-X (XRF) per a l'anàlisi de composició química) han permès extreure dades que, si bé no han estat en cap cas determinants per a explicar la degradabilitat dels talussos, si que han estat complementàries per al posterior anàlisi microtextural dut a terme a 6 de les 25 mostres.

La tecnologia del microscopi electrònic d'escombrat (BSE-SEM/EDS), que ha resultat ser molt útil per a la descripció microtextural d'aquestes mostres de gra molt fi, anant molt més enllà de les capacitats del tradicional microscopi petrogràfic.

Amb tots els resultats obtinguts en aquest treball, les 6 mostres objecte de l'estudi microtextural s'han pogut classificar en 3 grups diferents:

1. Mostres amb alta durabilitat (mostra OM-18)

La mostra de durabilitat alta (OM-18) és un gres quarsític amb ciment carbonatat i molt poca matriu argilosa que presenta una alta proporció d'esquelet detrític granular i un ciment de calcita i ankerita formant esparites que s'adapten molt bé als contorns dels grans de quars, de manera que el ciment és molt efectiu.

2. Mostres amb durabilitat mitjana (mostres IM-3, IM-6, OM-2 i OM-10)

Les mostres de durabilitat mitjana (mostres IM-3, IM-6, OM-2 i OM-10) són argil·lites i limolites de caràcter matriu-suportada, amb una elevada proporció de matriu argilosa orientada i una baixa quantitat de ciment carbonatat, que actua de forma poc efectiva. Per altra banda, totes aquestes mostres presenten bandejats lenticulars i finits on els carbonats cimenten bé la fracció detrítica.

3. Mostres amb durabilitat baixa (mostra IM-13)

La mostra de durabilitat baixa (IM-13) presenta una matriu de fil·losilicats sense orientació preferent i un procés d'ankerització, passant d'una cimentació efectiva de calcita de primera generació i molt adaptativa als contorns dels components detrítics, a una segona generació de ciment poc efectiu format per petits cristalls discrets idiomòrfics d'ankerita, que no contacten bé amb el quars i la matriu argilosa, generant porositat secundària. Altrament, aquesta mostra, anàlogament a les mostres de durabilitat mitjana, també ha patit una alteració dels fil·losilicats de la matriu argilosa.

8. REFERÈNCIES BIBLIOGRÀFIQUES

- Acebrón , Laura G. (2010). *El grupo tera en el sector oriental de la Cuenca de Cameros: ambientes sedimentarios, procedencia y evolución diagenética*. Tesis doctoral, 439 pp.
- ASTM D4644 (1987). *Standard Test Method for Slake Durability of Shales and Similar Weak Rocks*.
- ASTM E112-10 (2010). *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*.
- Benavente García, D. (2002). *Modelización y estimación de la durabilidad de materiales pétreos porosos frente a la cristalización de sales*. Tesis doctoral. Departamento de Ciencias de la Tierra y del Medio Ambiente, Fac. de Ciencias, Universidad de Alicante, 291 pp.
- Blatt, H. et al. (1982). *Sedimentary petrology*. WH Freeman & Co. San Francisco, 564 p.
- Diputación Foral de Gipúzkoa (2009). *Proyecto colaboración estudio investigación I+D+I de taludes en rocas blandas. tramos N-I Y GI-632*. 145 pp.
- Ente Vasco de la Energía, EVE (2006). *Mapa geológico del País Vasco 1:50.000*. Fulla 88-IV (Beasain).
- Franklin, J., A. and Chandra, R. (1972). *The slake durability test*. Int. J. Rock Mech. Min. Sc. Vol. 9, pp. 325-341.
- Galí, S., Labrador, M. (2010). *Anàlisi de perfil de difracció de raigs x de pols cristal·lina. aplicació a l'anàlisi quantitativa de fases*. Departament de Cristal·lografia, Mineralogia i Dipòsits Minerals, Universitat de Barcelona, 12 pp.
- Gómez-Gras , D. et al. (1999). *Efectos de la meteorización laterítica pretriásica en dolomías del Silúrico-Devónico de la Cordillera Costero Catalana (NE España)*. Geogaceta nº25, Art. 24, 4 pp.
- González de Vallejo, Luis I. (2002). *Ingeniería Geológica*. Pearson, 715 pp.
- Goodman, R.E., 1989. *Introduction to Rock Mechanics, 2nd edition*. Wiley, New York. 562 pp.
- Hanawalt, J. D. (1976). *Advances in X-Ray Analysis*. 20, pp. 63-73.
- IGME (1975). *Mapa geológico de España 1:50.000*. Sèrie Magna, fulla 88 (Bergara).
- International Society for Rock Mechanics ISRM, 1981. *Rock characterization, testing and monitoring*. In: Brown, E.T. (Ed.), ISRM Suggested Methods. Pergamon Press, Oxford, p. 211.
- Kemp, S. J. (2002). *Mineralogical, geochemical and petrographical characterisation of Nordland Shale cores from well 15/9-A-11, Sleipner field, northern North Sea*. British Geological Survey, 40 pp.
- MacKenzie, Robert C. (1957). *The differential thermal investigation of clays*. Mineralogical Society (Clay Minerals Group), 456 pp.

- Martínez-Bofill, J. et al. (2010). *Proyecto de investigación sobre la degradación de los taludes en rocas blandas. Aplicación a los desmontes entre los P.K. 413,065 y 414,650 de la N-I y entre los P.K. 3,700 y 4,710 de la GI-632*. Documento de síntesis, v1.0, 59 pp.
- Melgarejo, Joan C. et al. (2010). *Técnicas de caracterización mineral y su aplicación en exploración y explotación minera*. Boletín de la Sociedad Geológica Mexicana, vol. 62, núm. 1, p. 1-23.
- Moore, Duane M. et al. (1989). *X-Ray diffraction and the identification of clay minerals*. Oxford University Press, 378 pp.
- NLT-116/91 (1991). *Determinación del contenido de carbonato en los suelos*.
- NLT-251/91 (1991). *Determinación de la durabilidad al desmoronamiento de rocas blandas*.
- Pettijohn F.J., Potter P.E. y Siever, R. (1973). *Sand and sandstone*. Springer, Verlag. New York. 553 pp.
- Pirajno, Franco (2008). *Hydrothermal processes and mineral systems*. Springer, 1282 pp.
- Riba, O. (1997). *Diccionari de Geologia*. Institut d'Estudis Catalans. Enciclopèdia Catalana. Barcelona, 1407 pp.
- Robinson, Richard J. et al. (2010). *Diagenesis of the Pennsylvanian Morrowan sandstone, Clark County, Kansas*. Kansas Geological Survey, Subsurface Geology 6, p. 56-65.
- Rosenberg, Philipp E. (1991). *Structural variation in the dolomite-ankerite solid-solution series: an X-ray, Mössbauer, and TEM study-discussion*. American Mineralogist. Vol. 76, pp 659-660.
- R. R. Compton (1962). *Manual of Field Geology*. Wiley, New York, 378 pp.
- Todor, Dimitru N. (1976). *Thermal analysis of minerals*. Abacus Press, 256 pp.
- TOPAS, General Profile and Structure Analysis Software for Powder Diffraction Data, v.2.1, Bruker AXS, GmbH, Karlsruhe, Germany.
- Vivaldi M. y Gallego R. (1961). *Some problems in the identification of clay minerals in mixtures by X-Ray diffraction photographs. Chlorite-Caolinite mixtures*. Clay Minerals Bulletin, pp. 288-292.
- Welton, Joanne E. (1984). *SEM petrology atlas*. American Association of Petroleum Geologists, 237 pp.
- Young, R.A. (1995). *The Rietveld Method. International Union of Crystallography*. Oxford University Press.

9. ANNEXOS

9.1. Espectres de difracció pel mètode de pols cristal·lina i ajust pel mètode de Rietveld

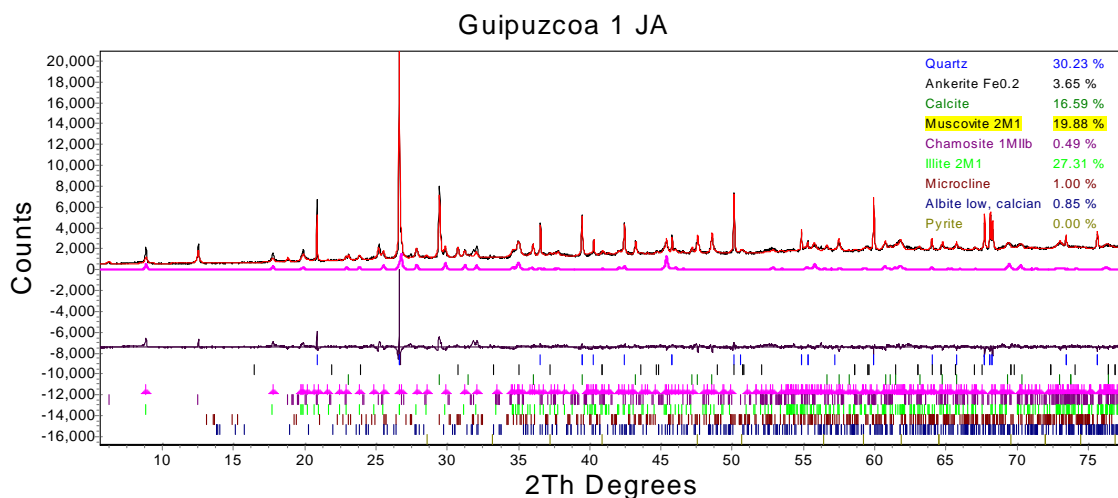


Figura 9.1.1. Mostra IM-2.

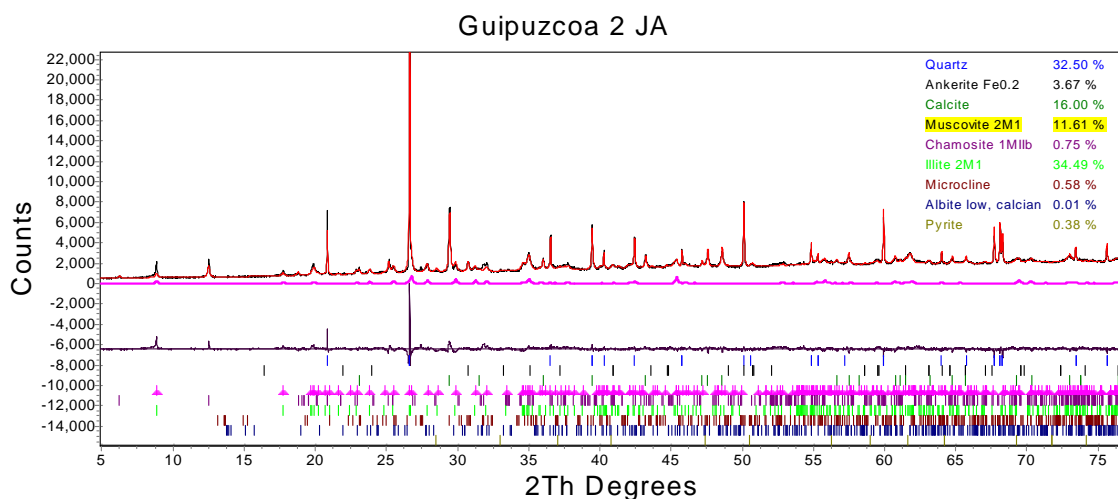


Figura 9.1.2. Mostra IM-3.

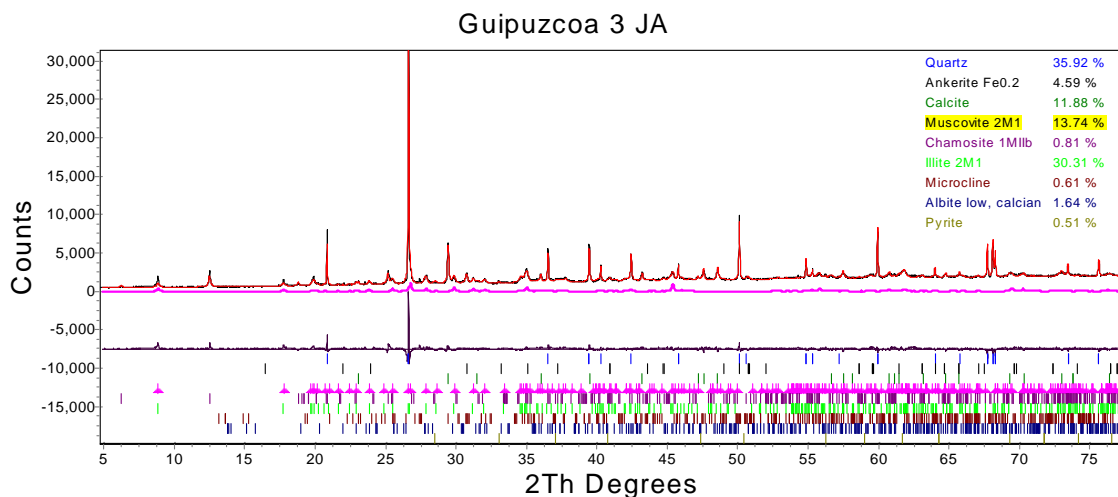


Figura 9.1.3. Mostra IM-5.

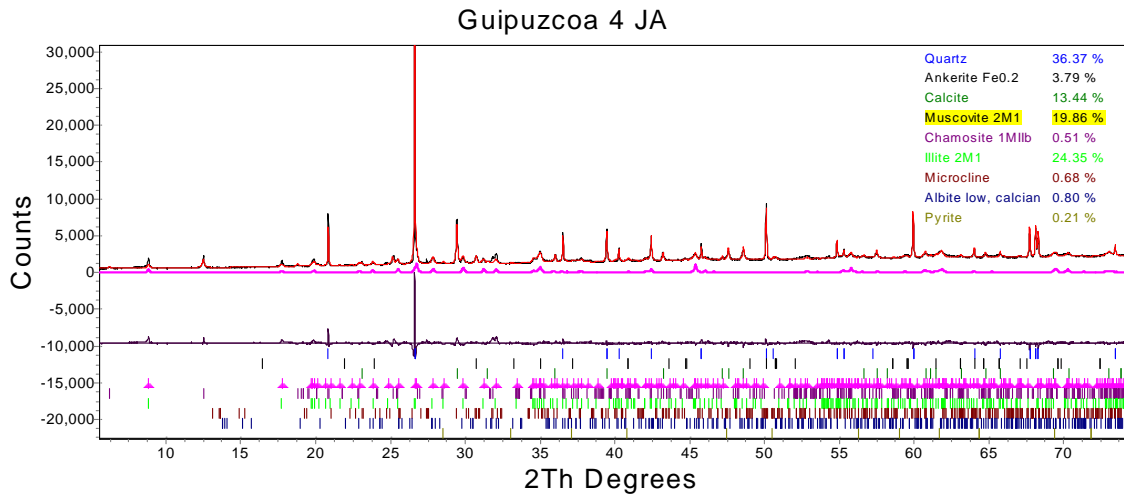


Figura 9.1.4. Mostra IM-6.

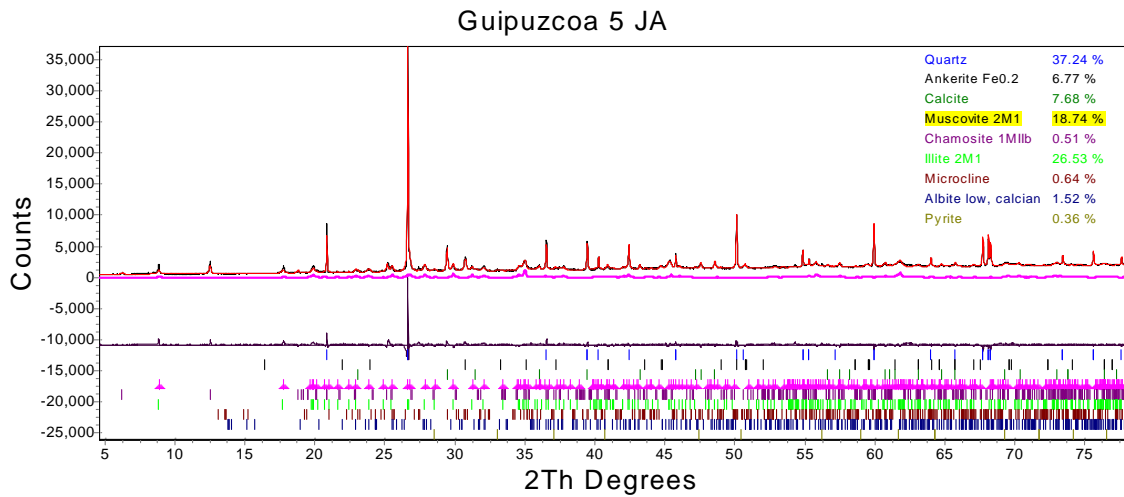


Figura 9.1.5. Mostra IM-8.

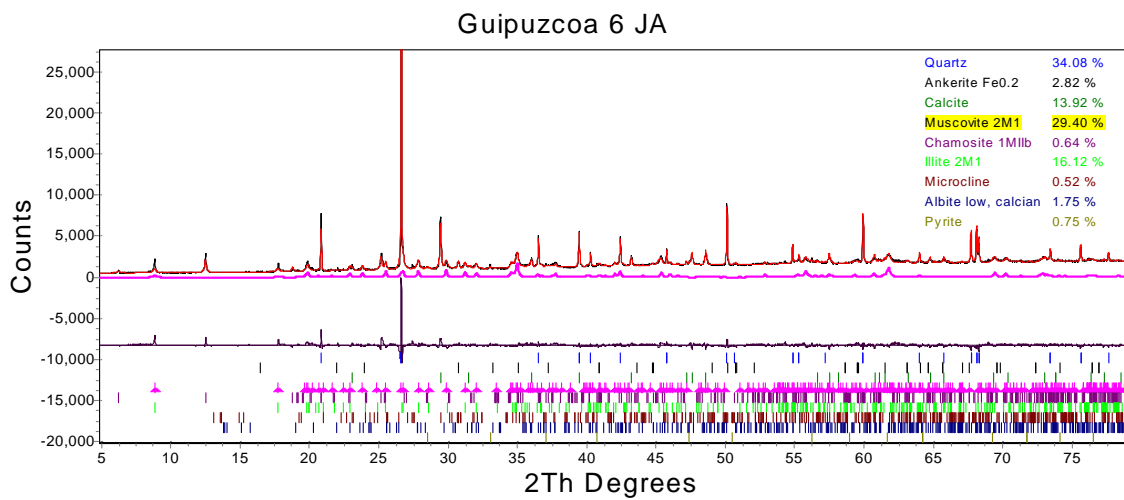


Figura 9.1.6. Mostra IM-9.

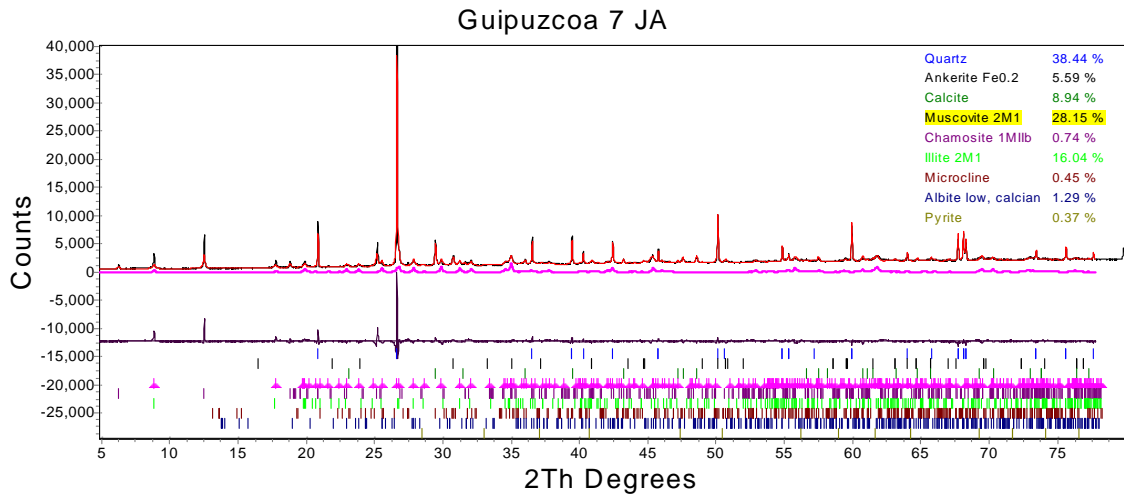


Figura 9.1.7. Mostra IM-11.

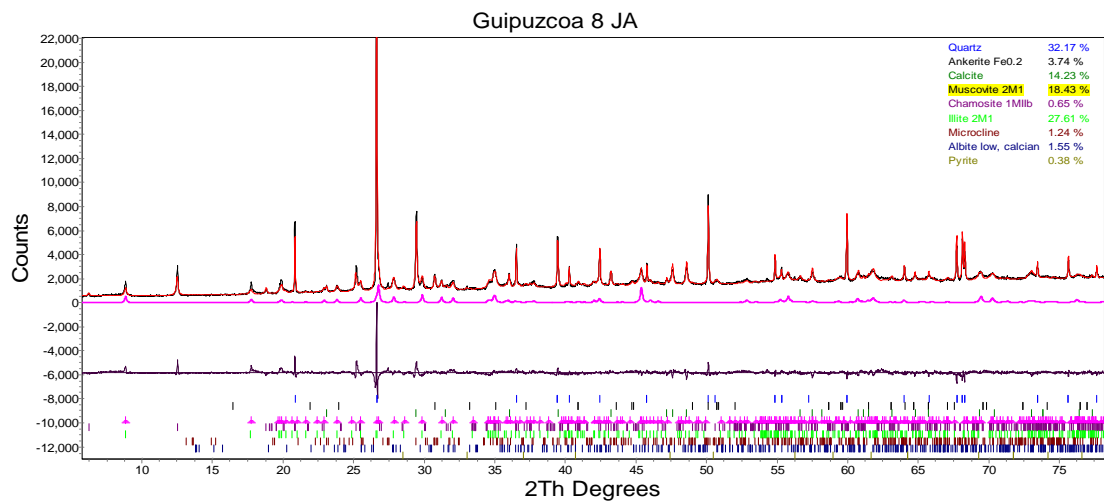


Figura 9.1.8. Mostra IM-12.

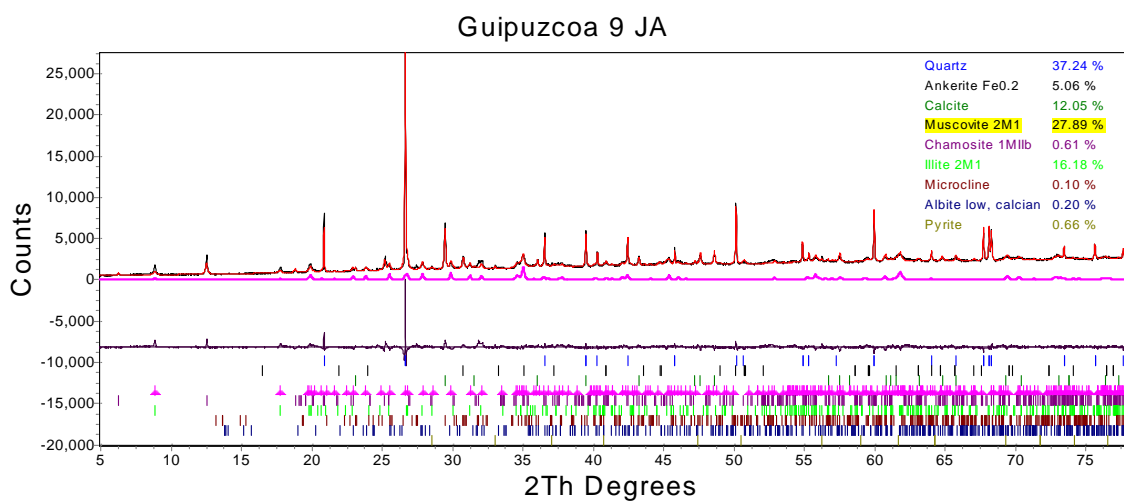


Figura 9.1.9.1. Mostra IM-13.

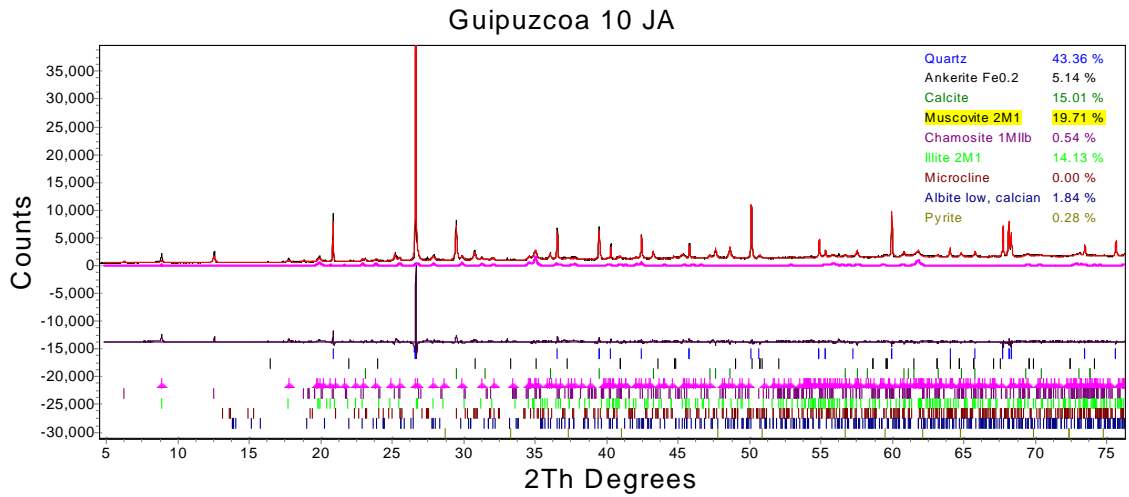


Figura 9.1.10. Mostra IM-15.

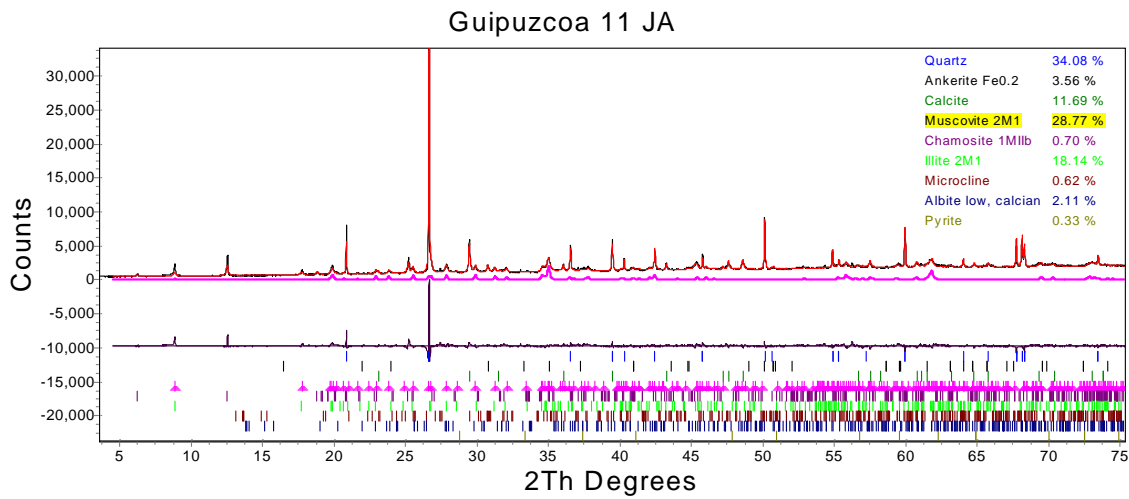


Figura 9.1.11. Mostra IM-16.

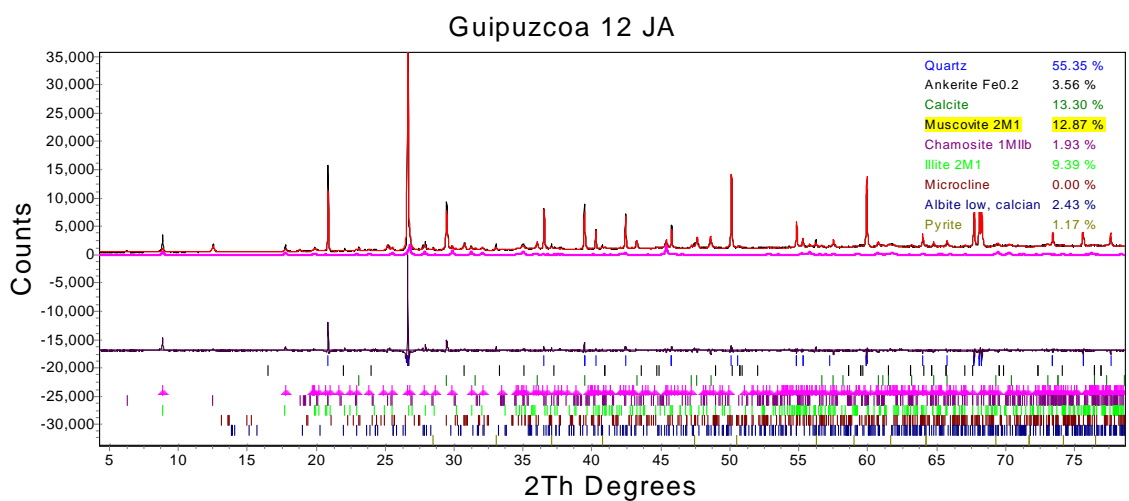


Figura 9.1.12. Mostra IM-17.

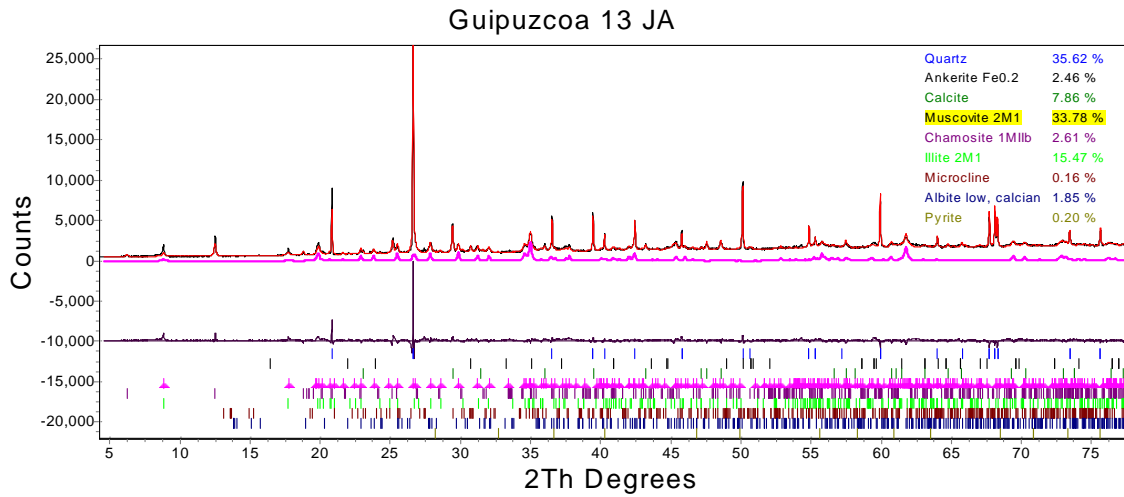


Figura 9.1.13. Mostra IM-18.

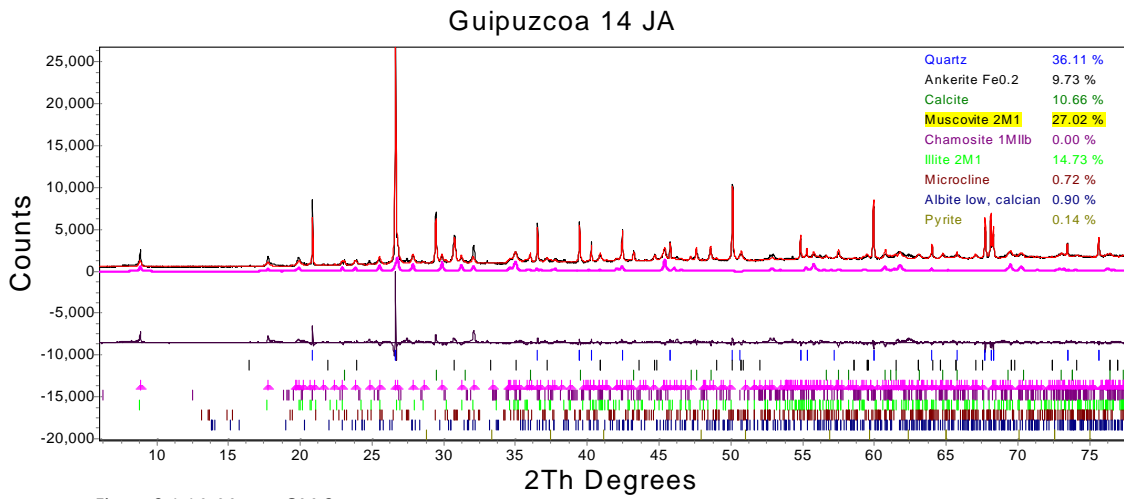


Figura 9.1.14. Mostra OM-2.

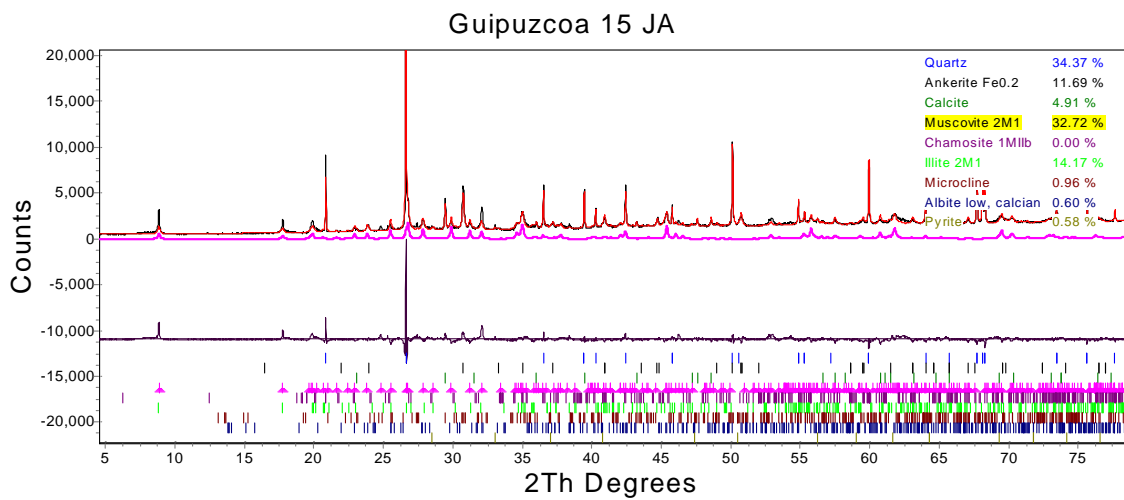


Figura 9.1.15. Mostra OM-4.

Guipuzcoa 16 JA

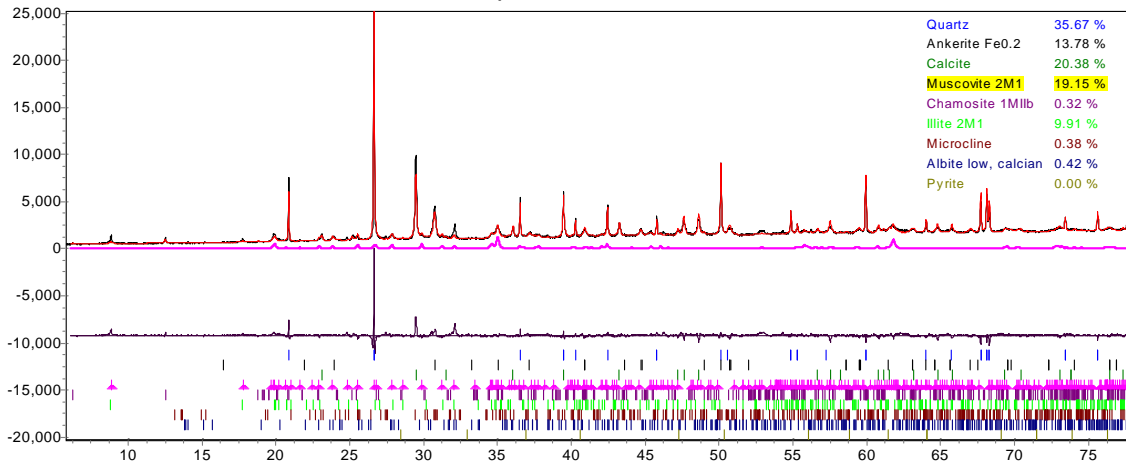


Figura 9.1.16. Mostra OM-5.

Guipuzcoa 17 JA

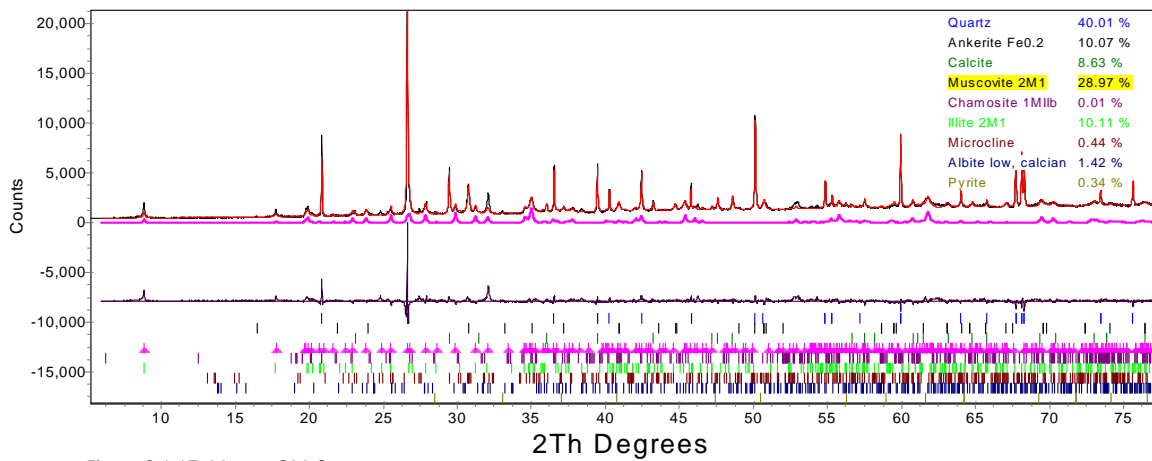


Figura 9.1.17. Mostra OM-6.

Guipuzcoa 18 JA

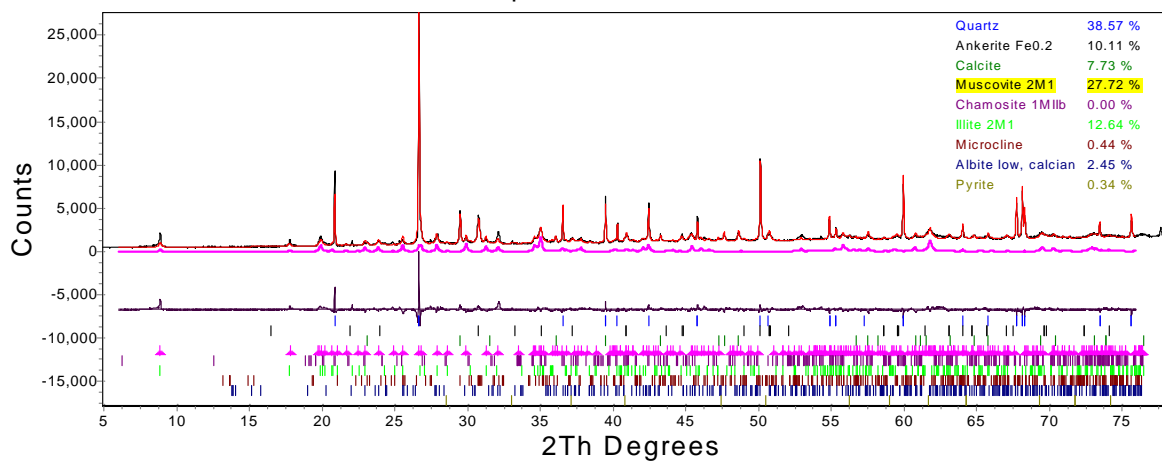


Figura 9.1.18. Mostra OM-8.

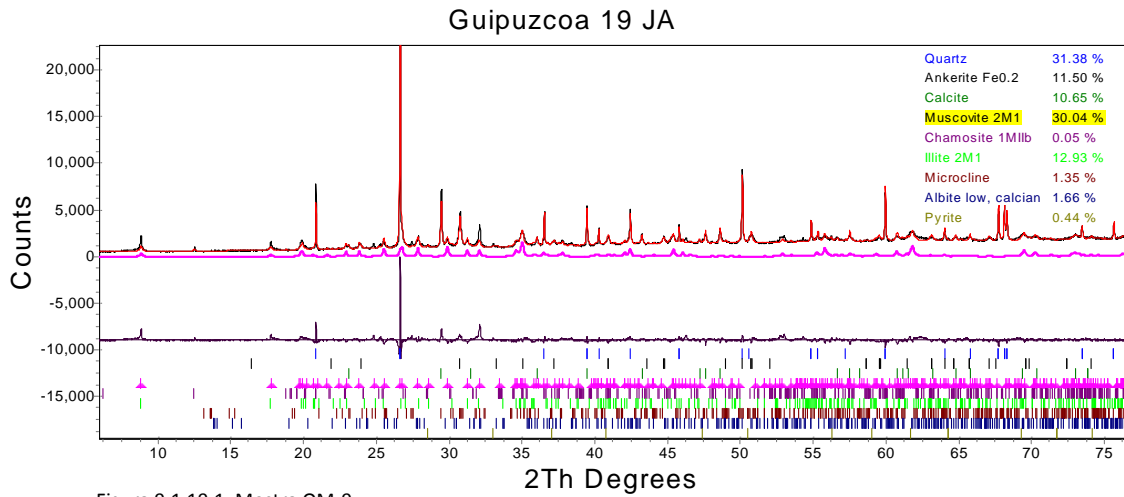


Figura 9.1.19.1. Mostra OM-9.

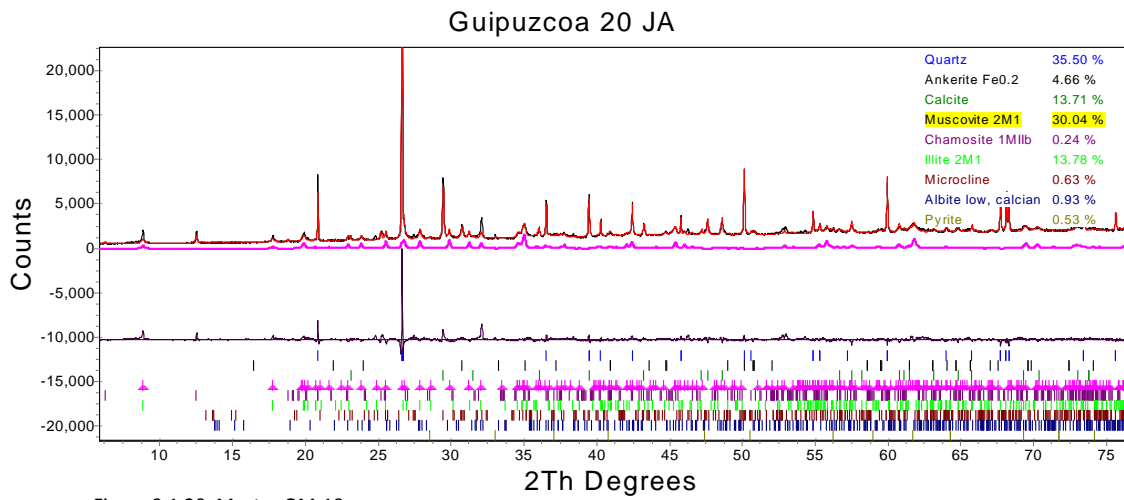


Figura 9.1.20. Mostra OM-10.

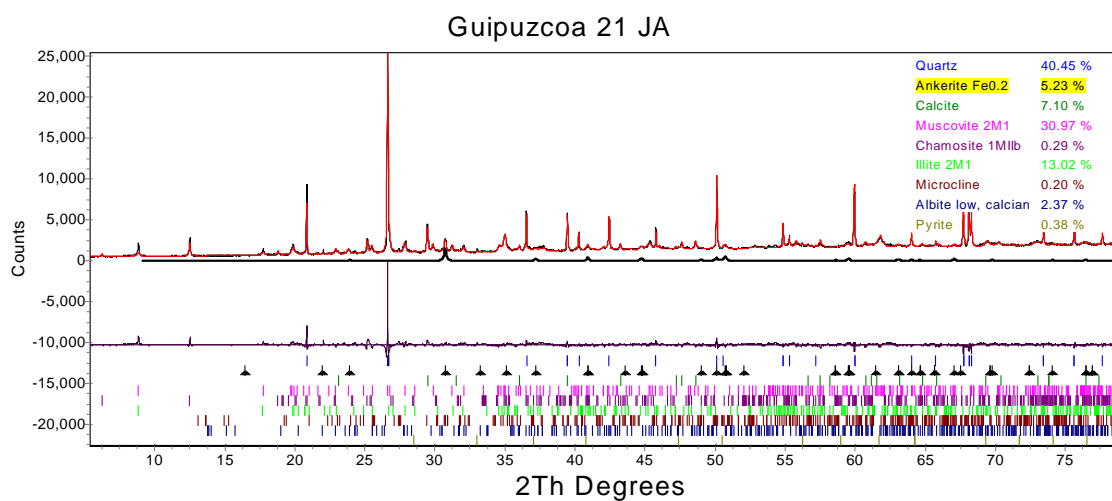


Figura 9.1.21. Mostra OM-12.

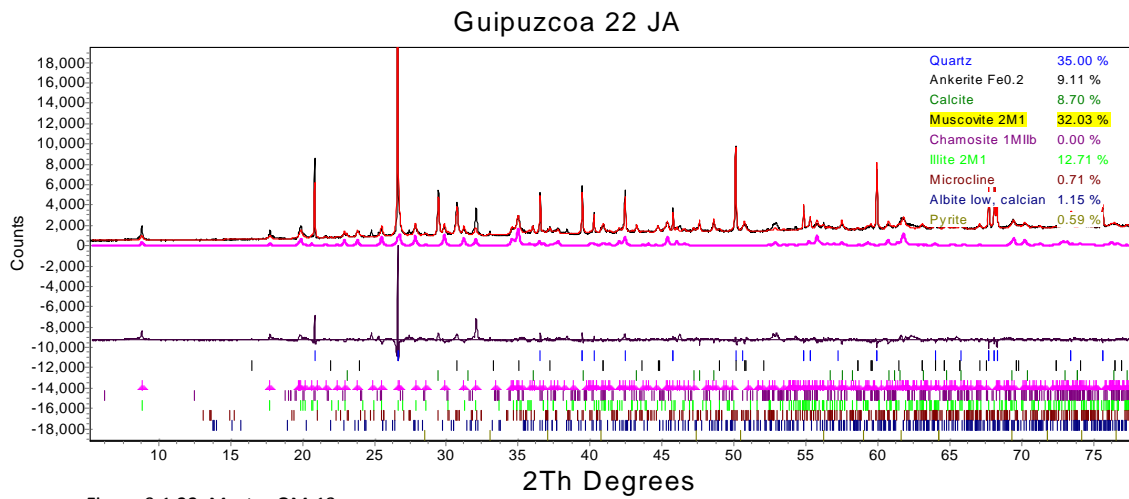


Figura 9.1.22. Mostra OM-13.

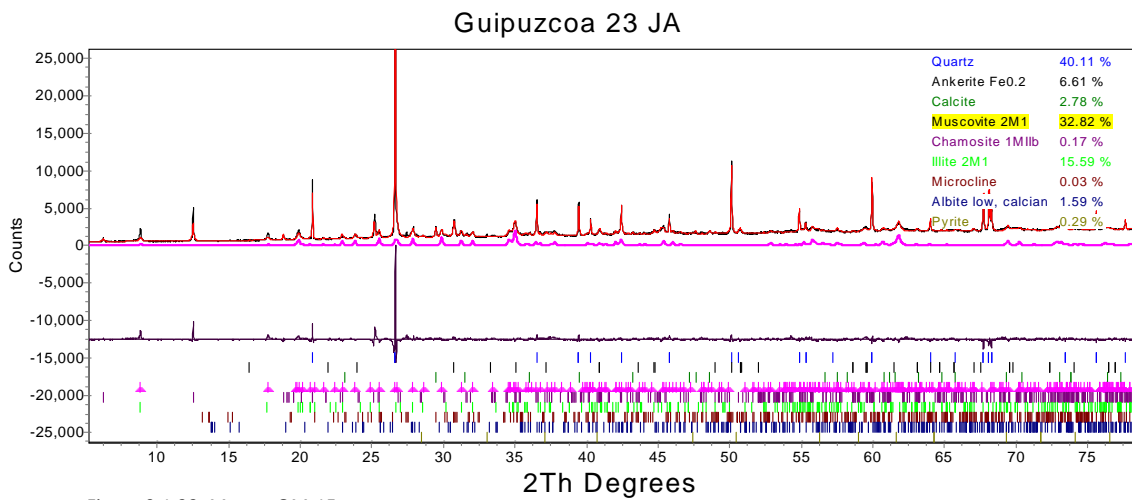


Figura 9.1.23. Mostra OM-15.

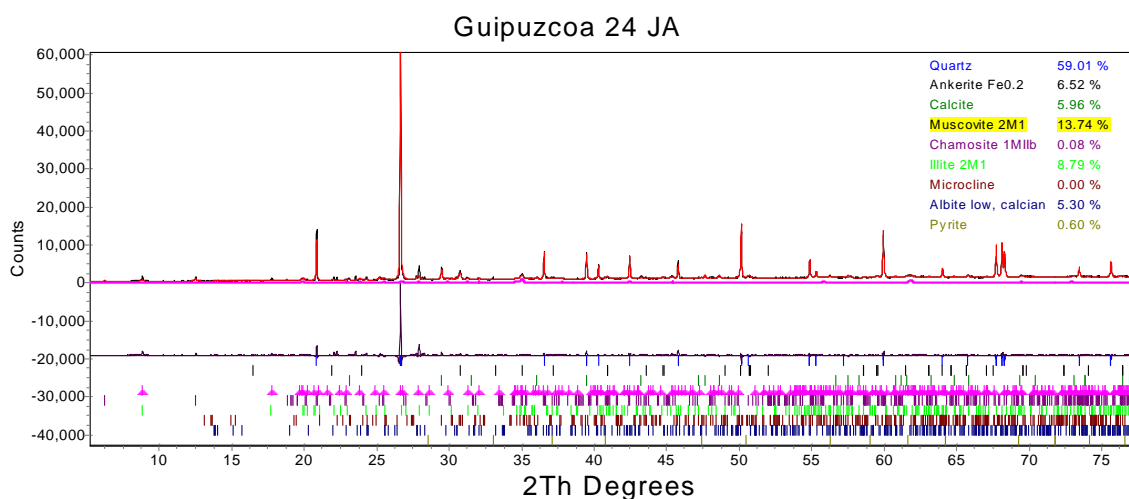


Figura 9.1.24. Mostra OM-18.

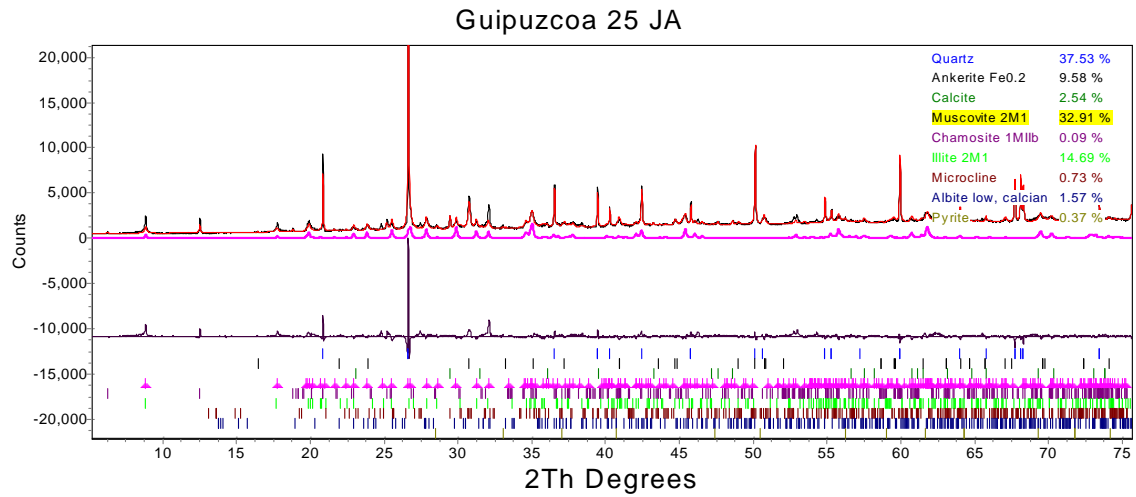


Figura 9.1.25. Mostra OM-19.

9.2. Espectres de difracció pel mètode dels agregats orientats. Vermell: normal.
Blau: saturació amb etilenglicol. Verd: escalfament a 550°C.

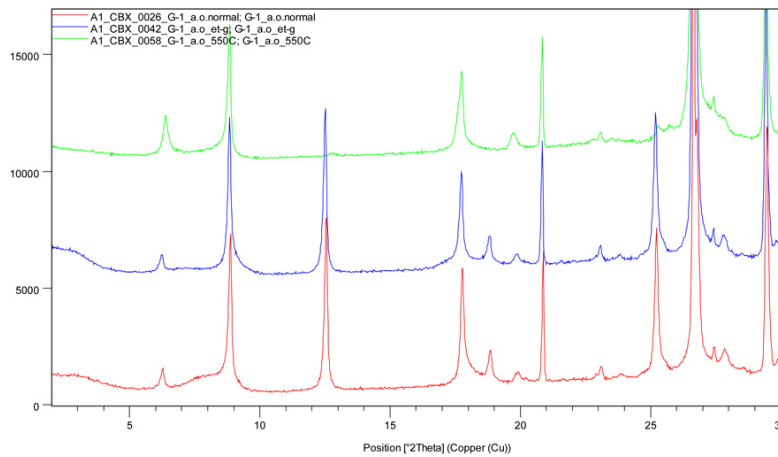


Figura 9.2.1. Mostra IM-2.

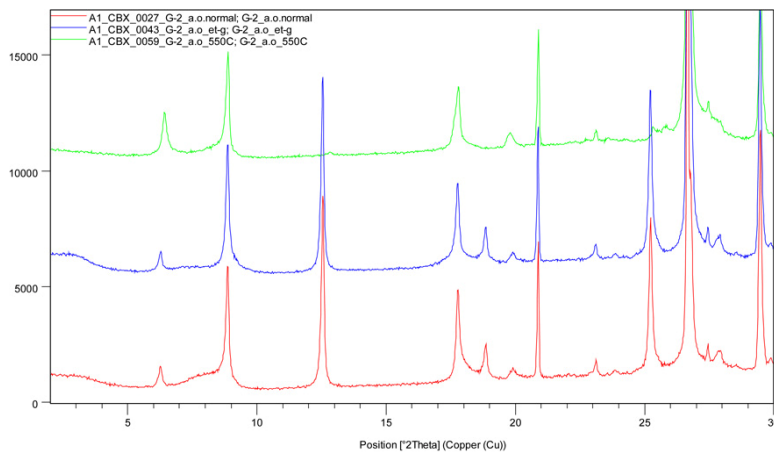


Figura 9.2.2. Mostra IM-3.

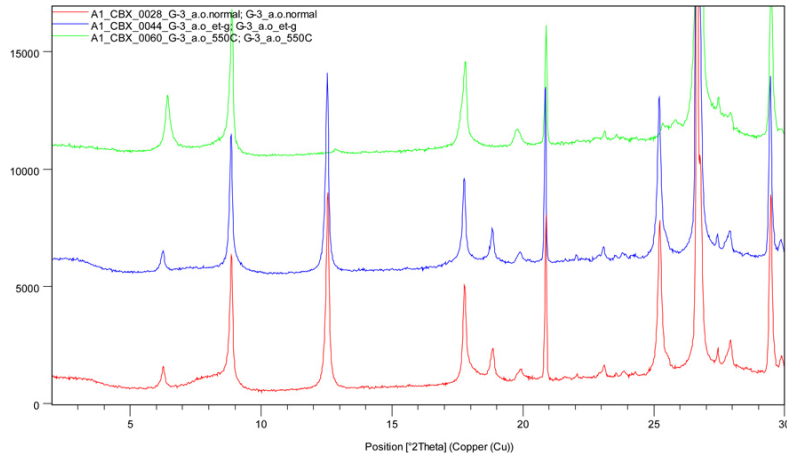


Figura 9.2.3. Mostra IM-5.

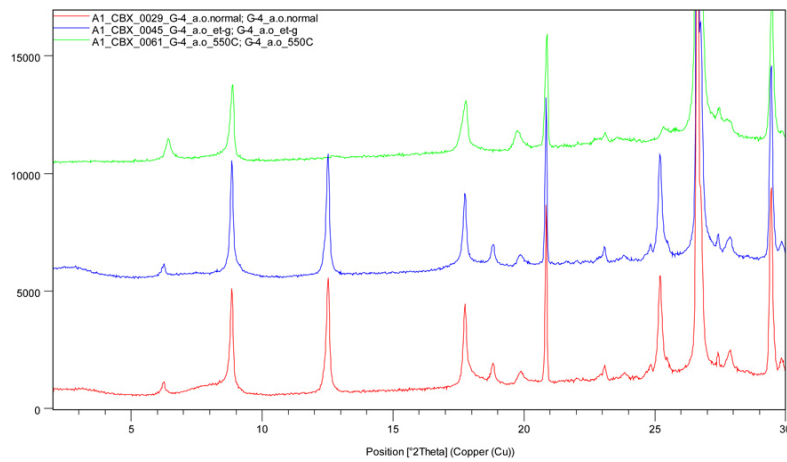


Figura 9.2.4. Mostra IM-6.

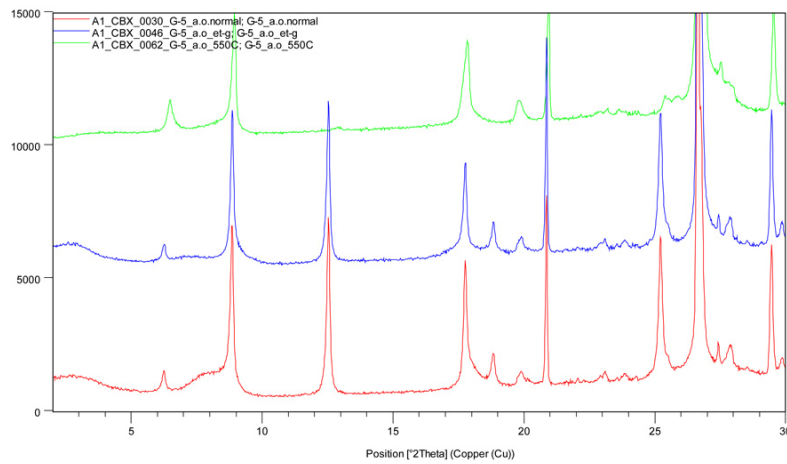


Figura 9.2.5. Mostra IM-8.

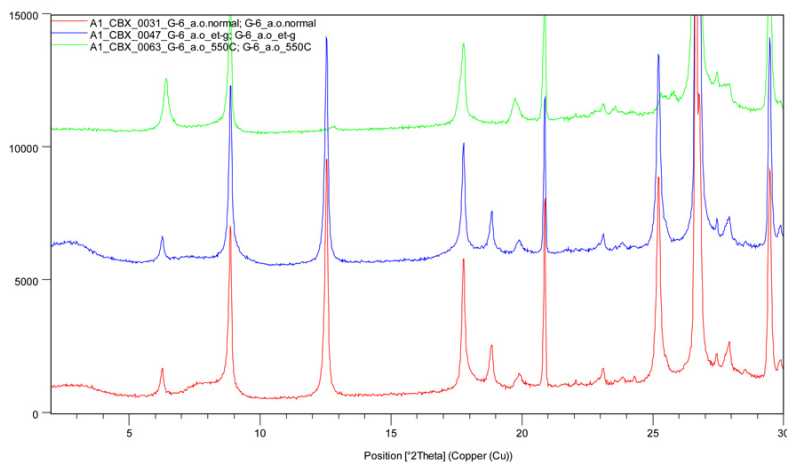


Figura 9.2.6. Mostra IM-9.

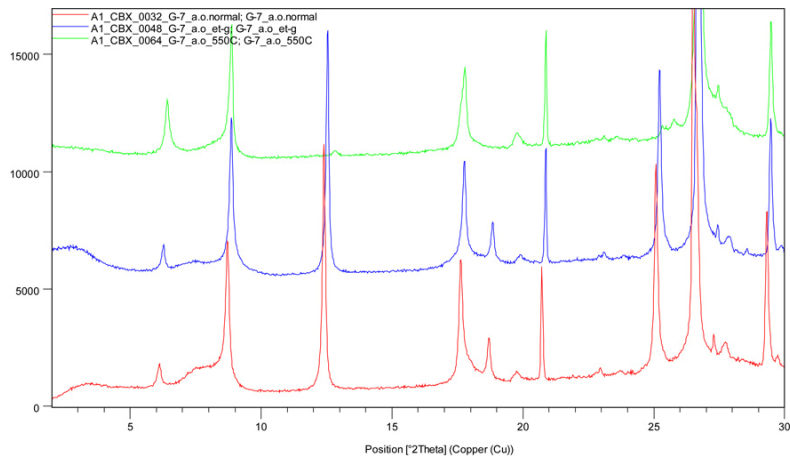


Figura 9.2.7. Mostra IM-11.

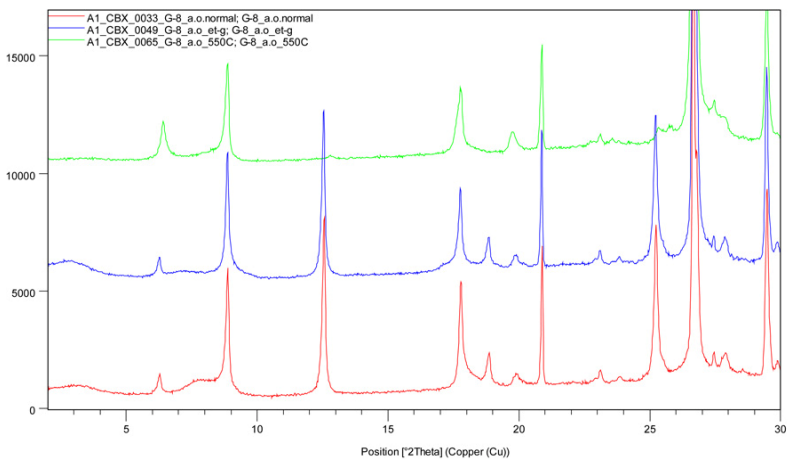


Figura 9.2.8. Mostra IM-12.

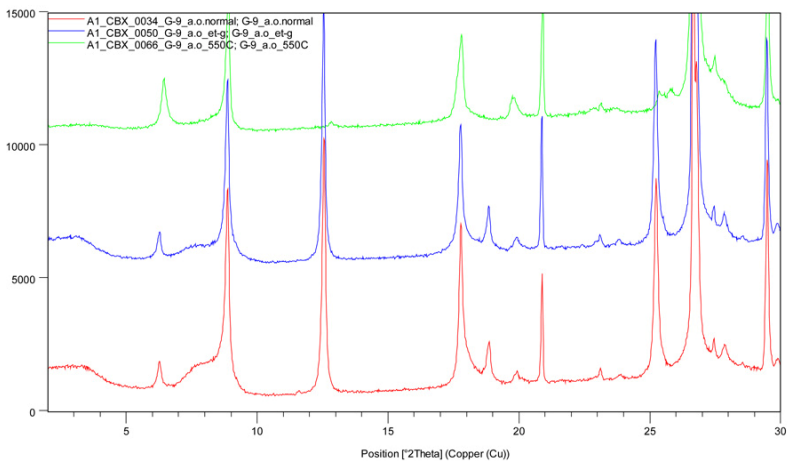


Figura 9.2.9. Mostra IM-13.

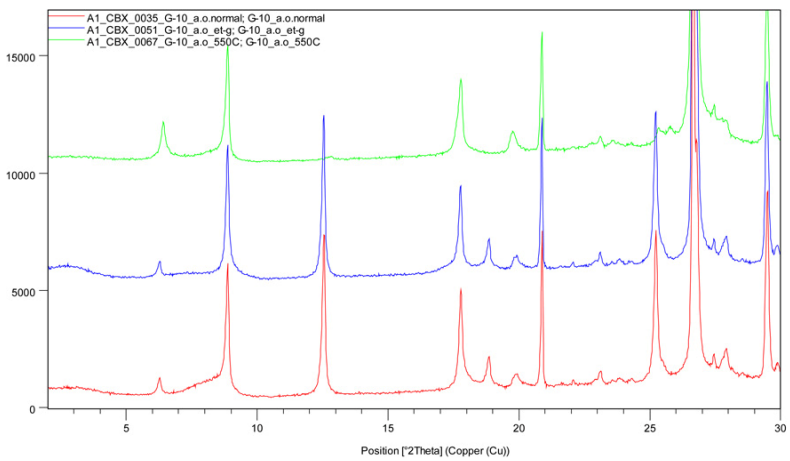


Figura 9.2.10. Mostra IM-15.

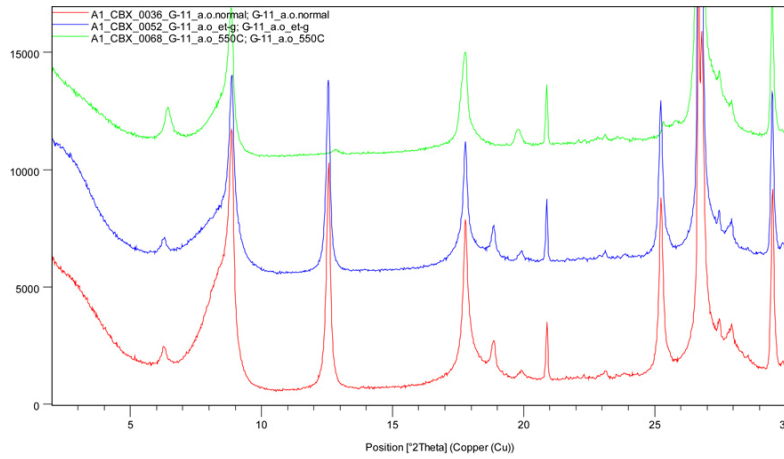


Figura 9.2.11. Mostra IM-16.

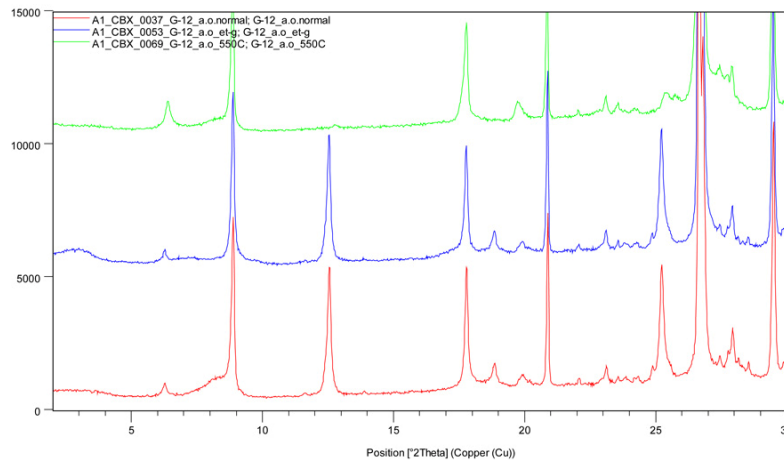


Figura 9.2.12. Mostra IM-17.

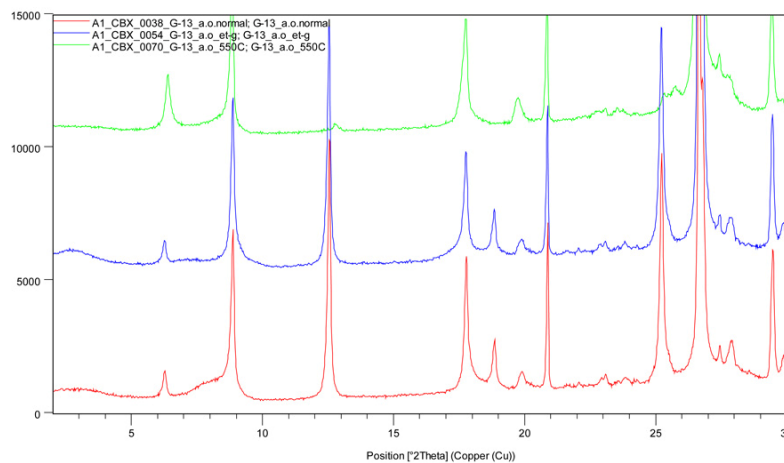


Figura 9.2.13. Mostra IM-18.

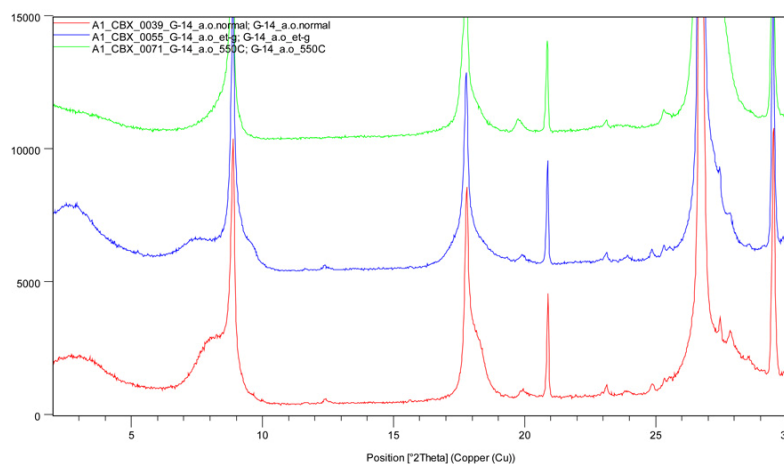


Figura 9.2.14. Mostra OM-2.

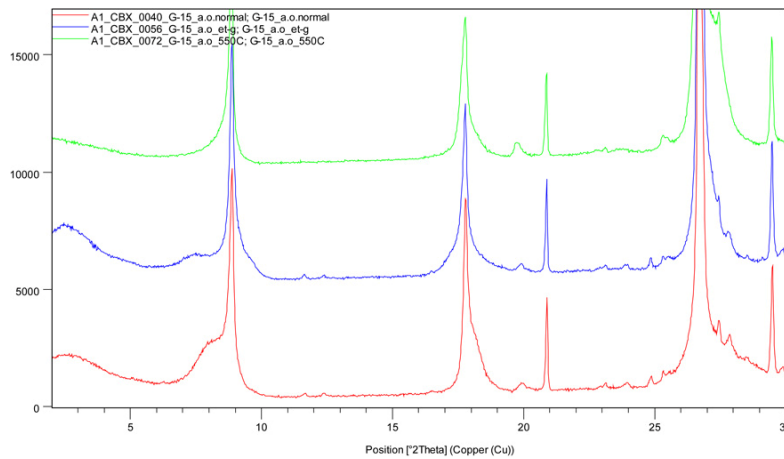


Figura 9.2.15. Mostra OM-4.

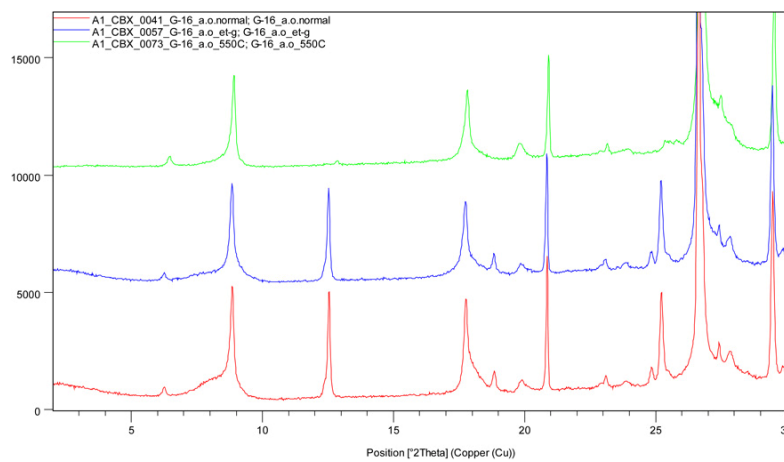


Figura 9.2.16. Mostra OM-5.

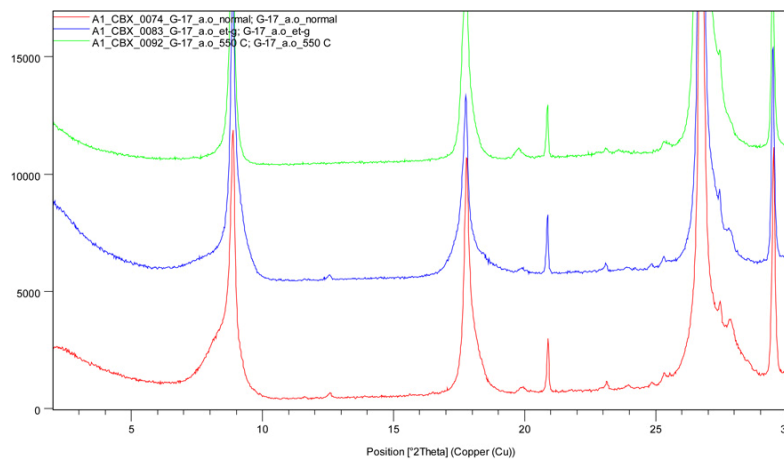


Figura 9.2.17. Mostra OM-6.

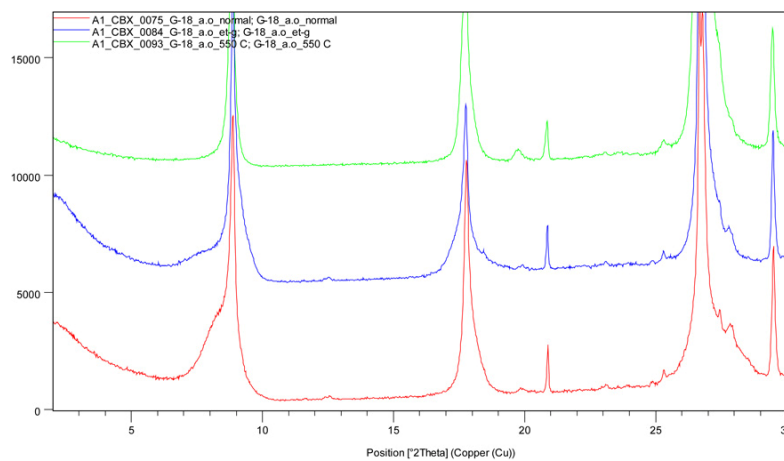


Figura 9.2.18. Mostra OM-8.

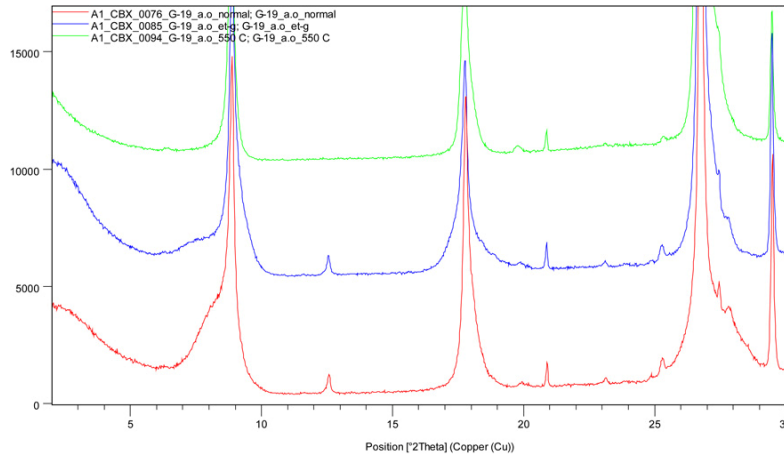


Figura 9.2.19. Mostra OM-9.

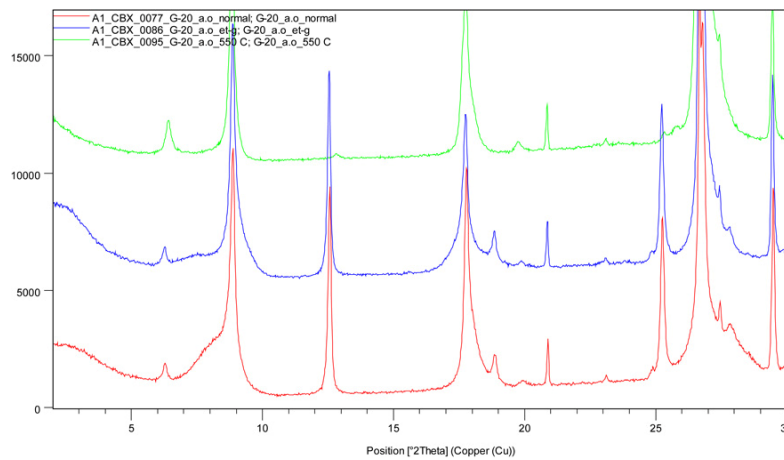


Figura 9.2.20. Mostra OM-10.

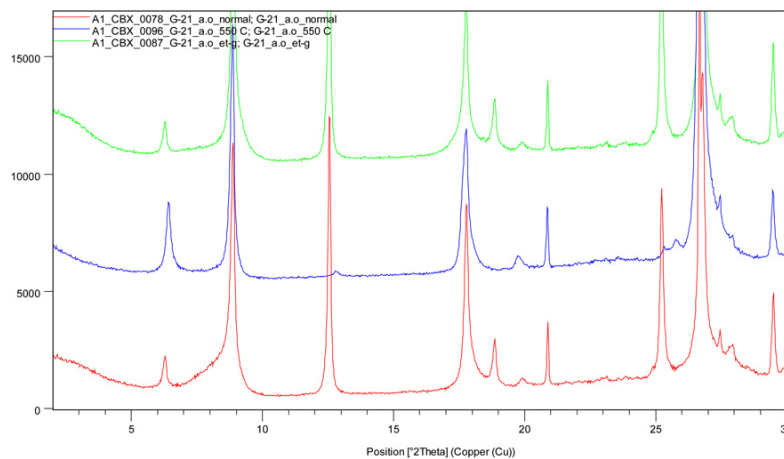


Figura 9.2.21. Mostra OM-12.

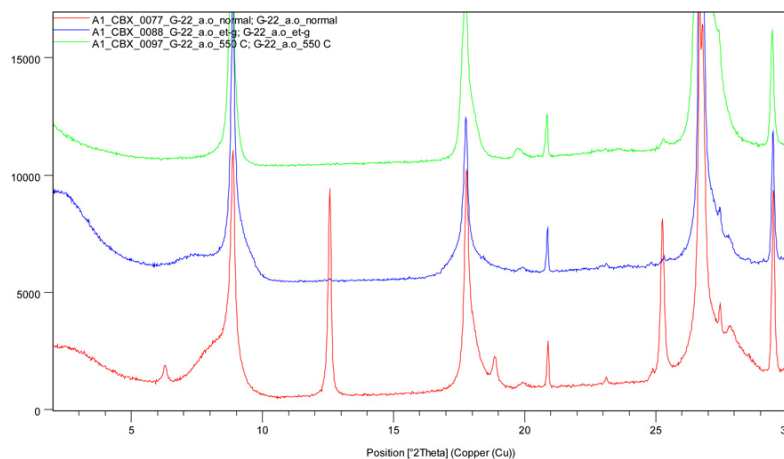


Figura 9.2.22. Mostra OM-13.

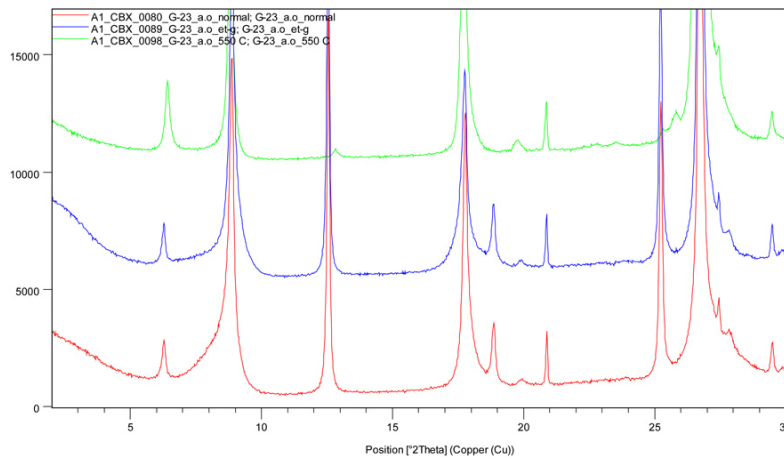


Figura 9.2.23. Mostra OM-15.

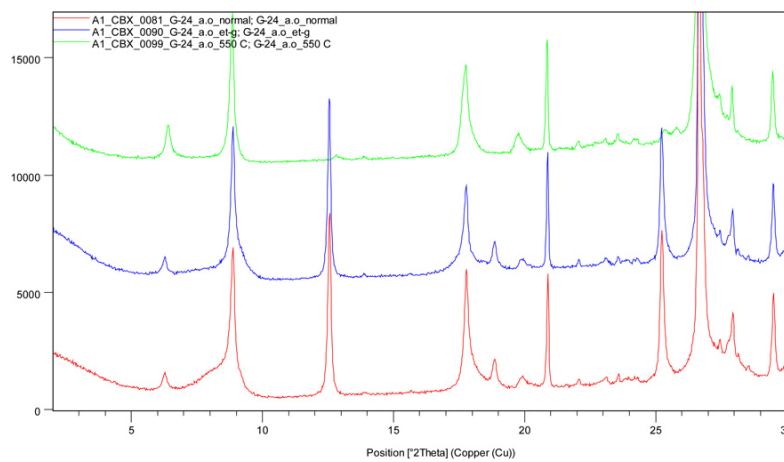


Figura 9.2.24. Mostra OM-18.

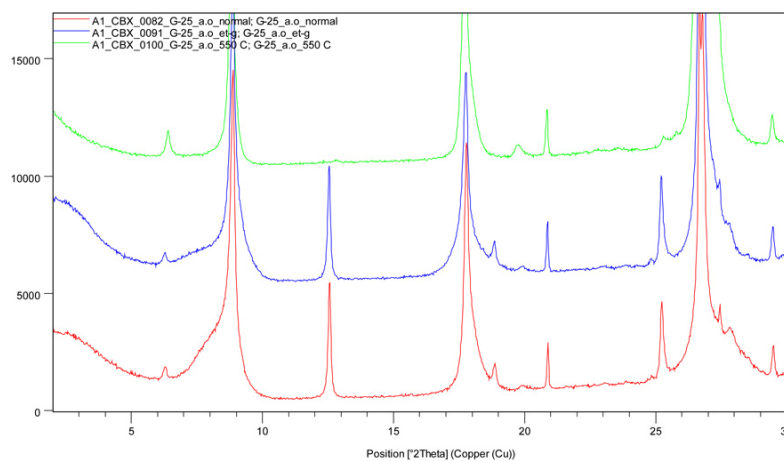


Figura 9.2.25. Mostra OM-19.

9.3. Imatges de microscopi petrogràfic

9.3.1. Mostra IM-3

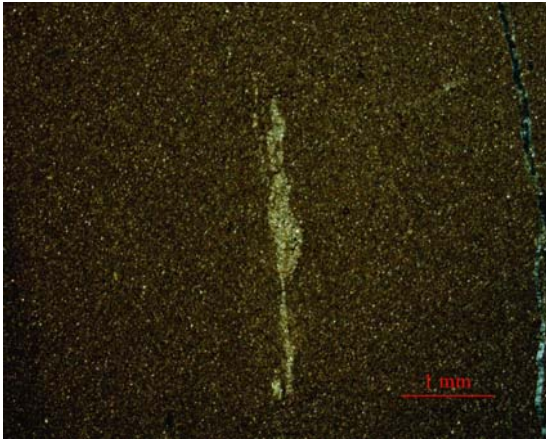


Figura 9.3.1.1. Nòdul carbonatat + matriu argilosa. Nicols encreuats.

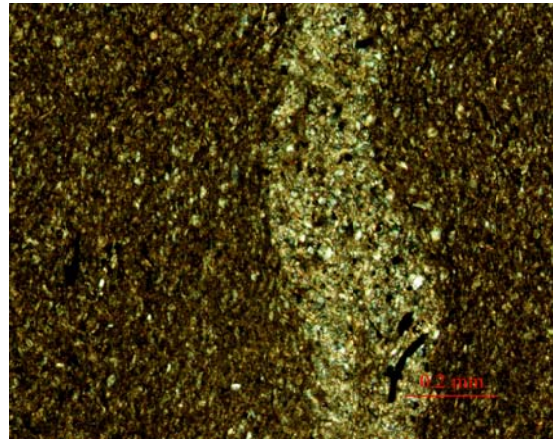


Figura 9.3.1.2. Nòdul carbonatat + matriu argilosa. Nicols encreuats. Ampliació.



Figura 9.3.1.3. Matriu argilosa amb orientació. Nicols paral·lels.

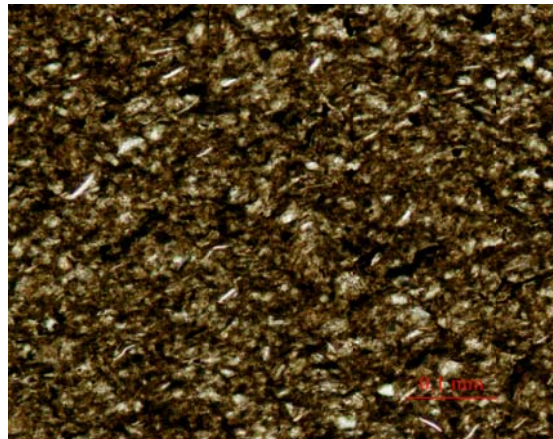


Figura 9.3.1.4. Matriu argilosa amb orientació. Nicols paral·lels. Ampliació.

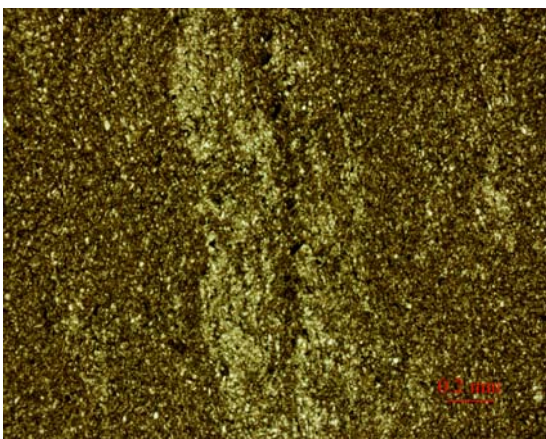


Figura 9.3.1.5. Banda carbonatada + matriu argilosa orientada. Nicols paral·lels.

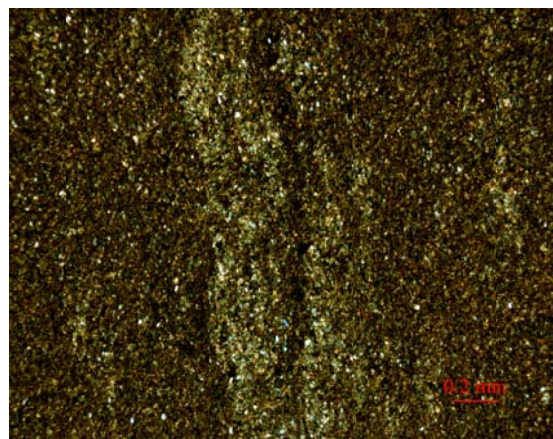


Figura 9.3.1.6. Banda carbonatada + matriu argilosa orientada. Nicols encreuats.

9.3.2. Mostra IM-6

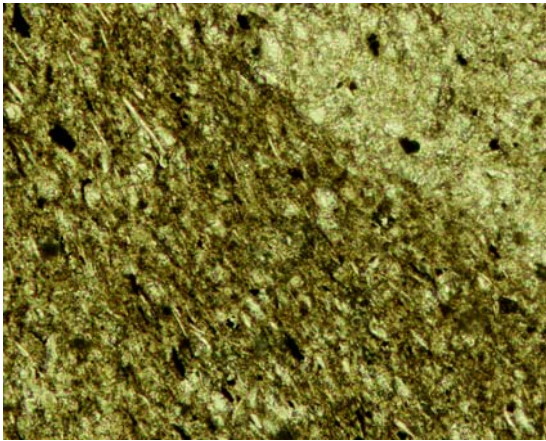


Figura 9.3.2.1. Banda carbonatada + matriu argilosa orientada. Nicols paral·lels.

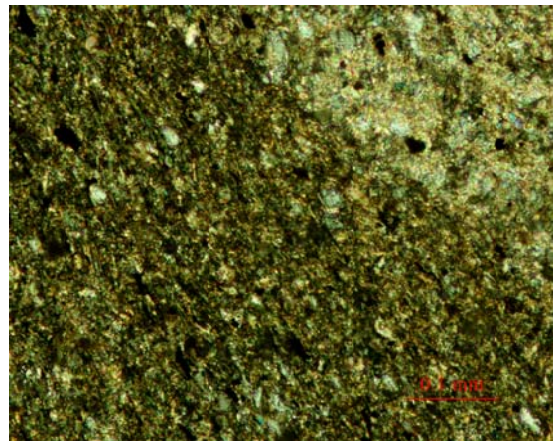


Figura 9.3.2.2. Banda carbonatada + matriu argilosa orientada. Nicols encreuats.

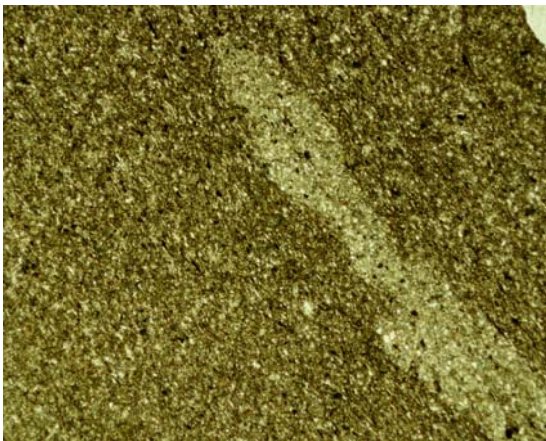


Figura 9.3.2.3. Matriu argilosa amb orientació + banda lenticular carbonatada. Nicols paral·lels.

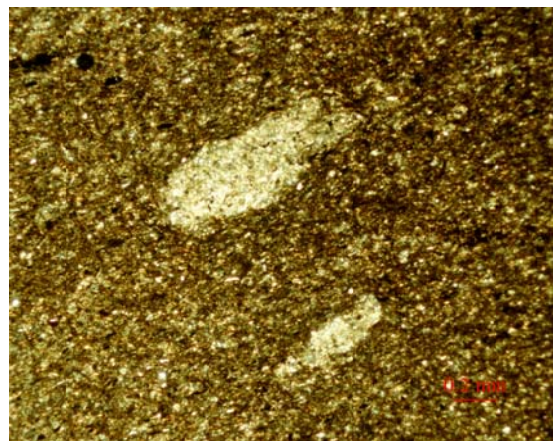


Figura 9.3.2.4. Matriu argilosa amb orientació + nòduls carbonatats. Nicols paral·lels.

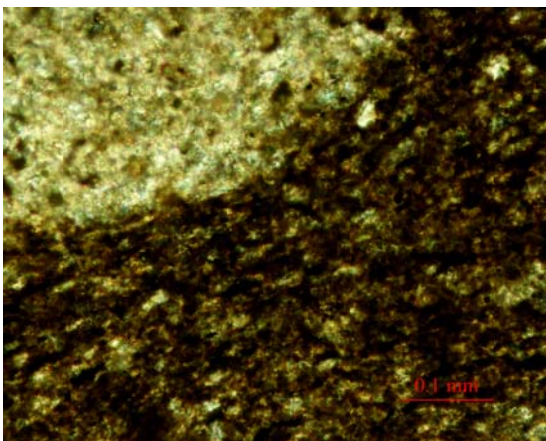


Figura 9.3.2.5. Contacte nòdul carbonatat + matriu argilosa. Nicols encreuats. Ampliació anterior imatge.

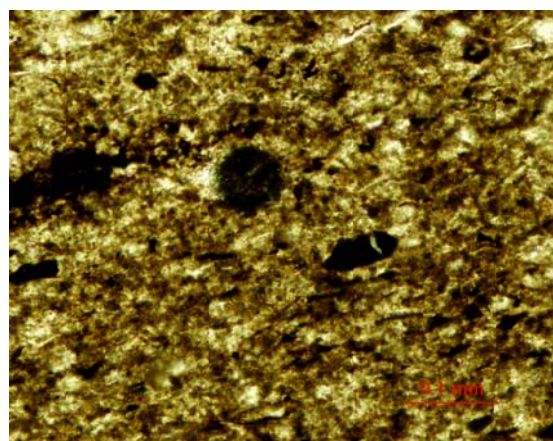


Figura 9.3.2.6. Matriu argilosa orientada + minerals opacs. Nicols paral·lels.

9.3.3. Mostra IM-13

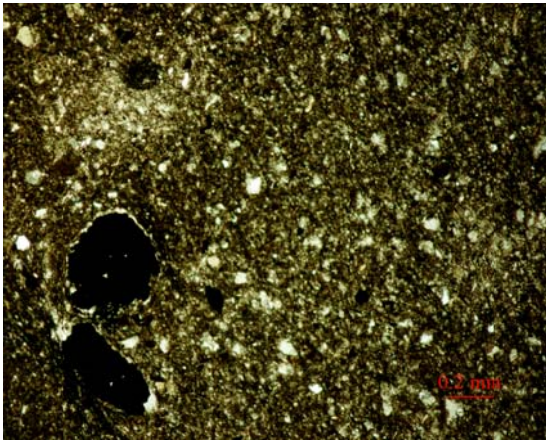


Figura 9.3.3.1. Matriu argilosa sense orientació + framboids de pirita. Nicols paral·lels.

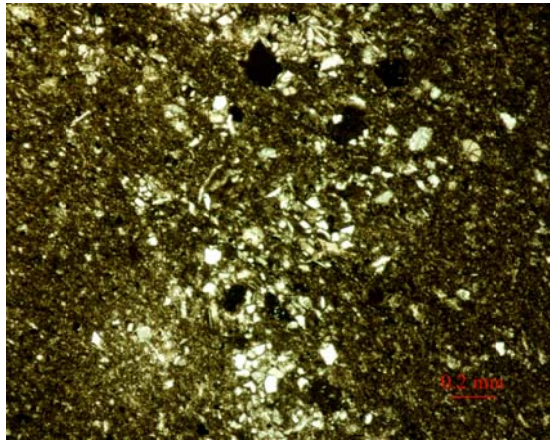


Figura 9.3.3.2. Matriu argilosa sense orientació + opacs + concentració de quars. Nicols paral·lels.

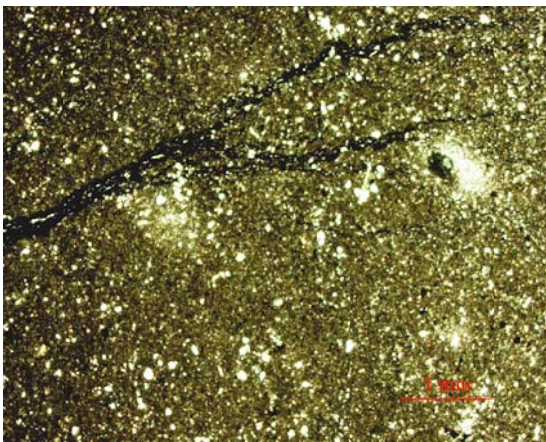


Figura 9.3.3.3. Matriu argilosa sense orientació + banda d'òxids de ferro. Nicols encreuats.

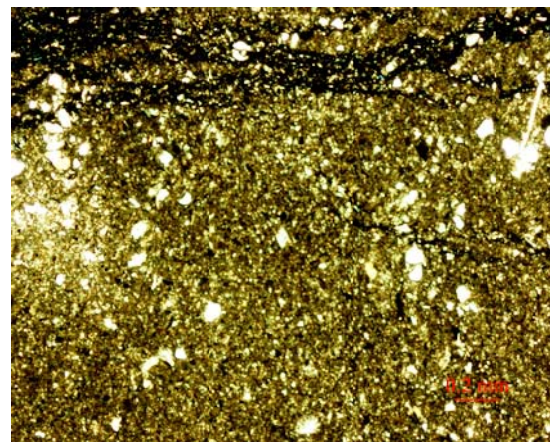


Figura 9.3.3.4. Matriu argilosa sense orientació + banda d'òxids de ferro. Ampliació. Nicols encreuats.

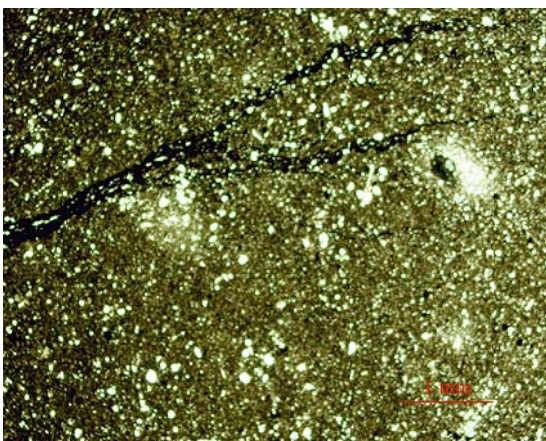


Figura 9.3.3.5. Matriu argilosa sense orientació + banda d'òxids de ferro. Nicols paral·lels.

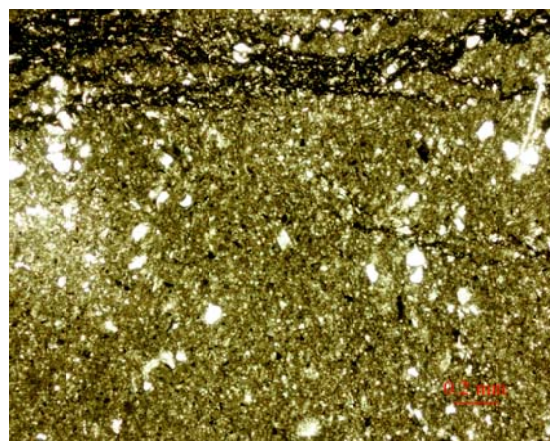


Figura 9.3.3.6. Matriu argilosa sense orientació + banda d'òxids de ferro. Ampliació. Nicols paral·lels.

9.3.4. Mostra OM-2



Figura 9.3.4.1. Matriu argilosa orientada + nòduls carbonatats + fractura de descompressió. Nicols encreuats.

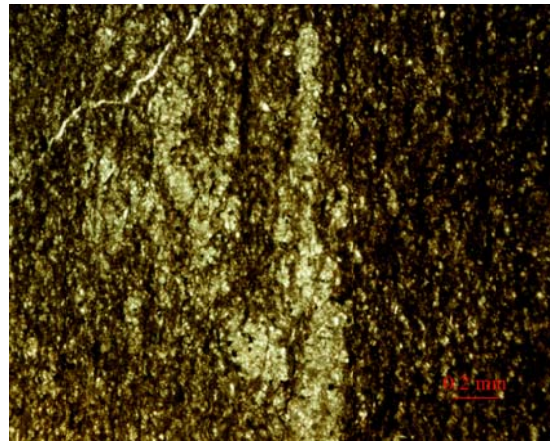


Figura 9.3.4.2. Matriu argilosa orientada + bandejats carbonatats + fractura. Nicols paral·lels.

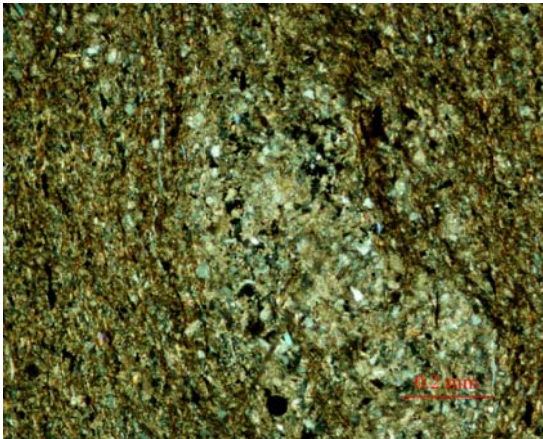


Figura 9.3.4.3. Matriu argilosa orientada + nòdul carbonatat + opacs. Nicols encreuats.

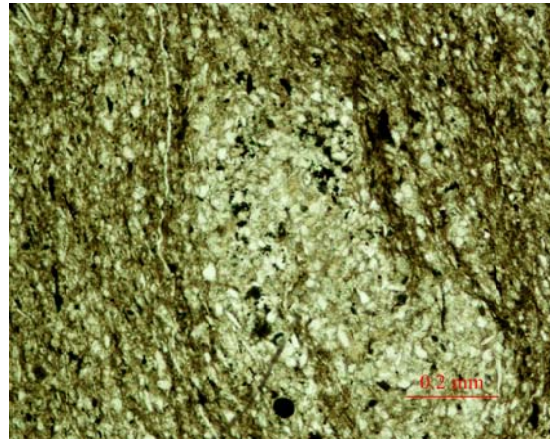


Figura 9.3.4.4. Matriu argilosa orientada + nòdul carbonatat + opacs. Nicols paral·lels.

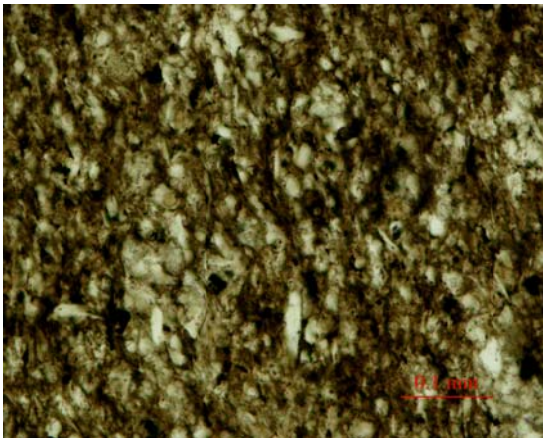


Figura 9.3.4.5. Matriu argilosa orientada + ciment carbonatat. Nicols paral·lels.

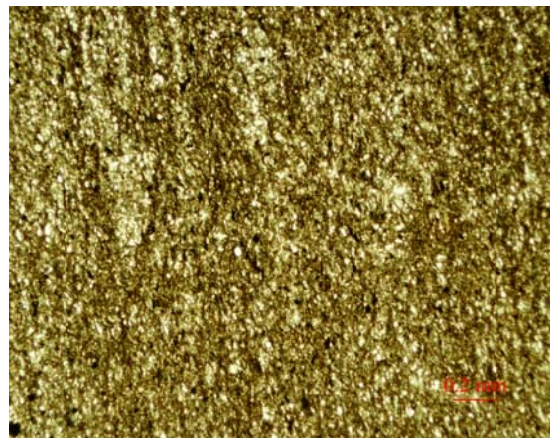


Figura 9.3.4.6. Matriu argilosa orientada amb bandejats carbonatats. Nicols paral·lels.

9.3.5. Mostra OM-10

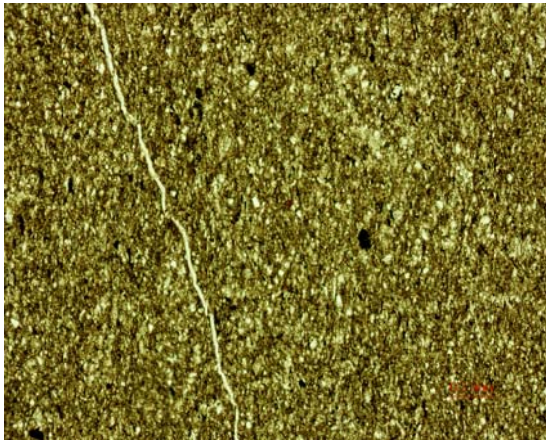


Figura 9.3.5.1. Matriu argilosa orientada + fractura de descompressió. Nicols paral·lels.

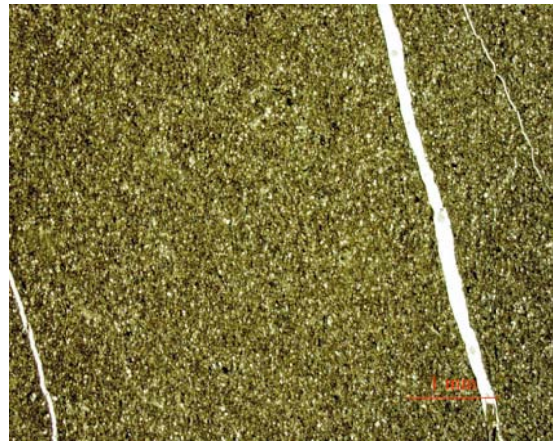


Figura 9.3.5.2. Matriu argilosa orientada + fractures de descompressió. Nicols paral·lels.

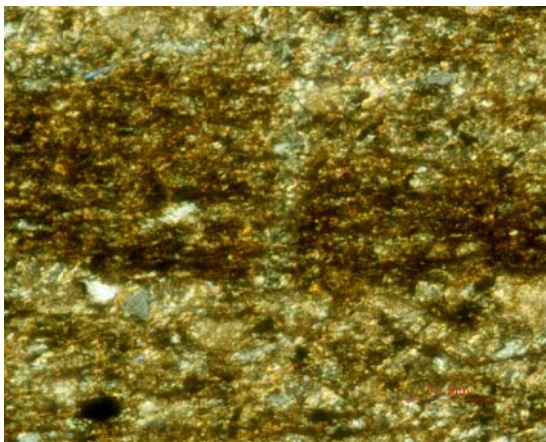


Figura 9.3.5.3. Matriu argilosa orientada + banda ferruginosa + opacs. Nicols encreuats.

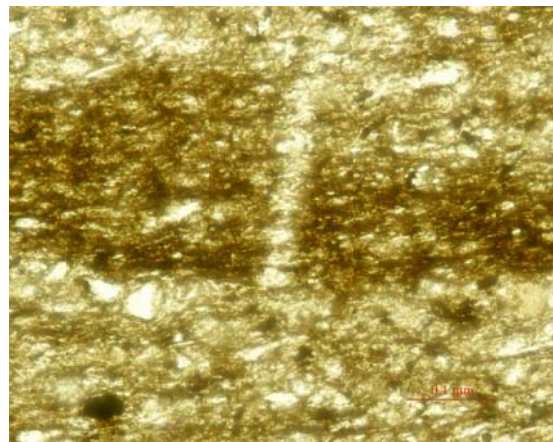


Figura 9.3.5.4. Matriu argilosa orientada + banda ferruginosa + opacs. Nicols paral·lels.

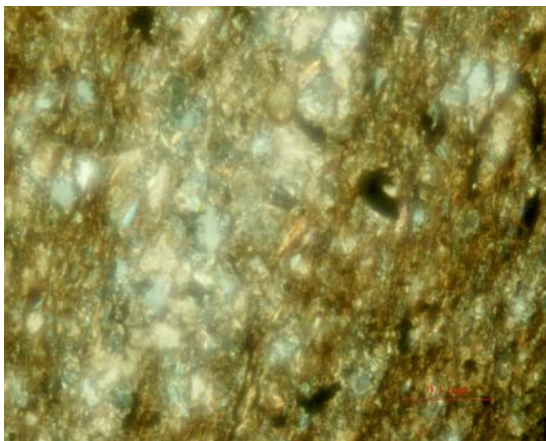


Figura 9.3.5.5. Matriu argilosa + nòdul carbonatat. Nicols encreuats.

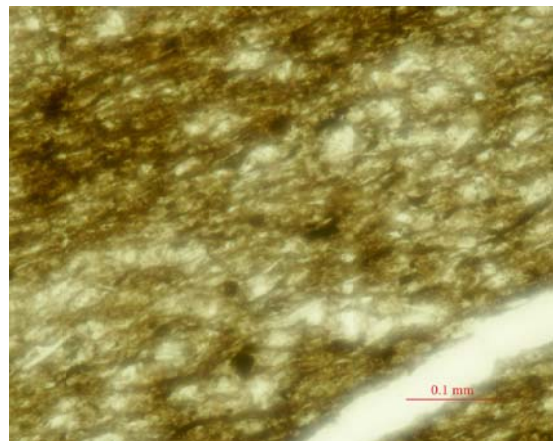


Figura 9.3.5.6. Matriu argilosa + nòdul carbonatat. Nicols paral·lels.

9.3.6. Mostra OM-18

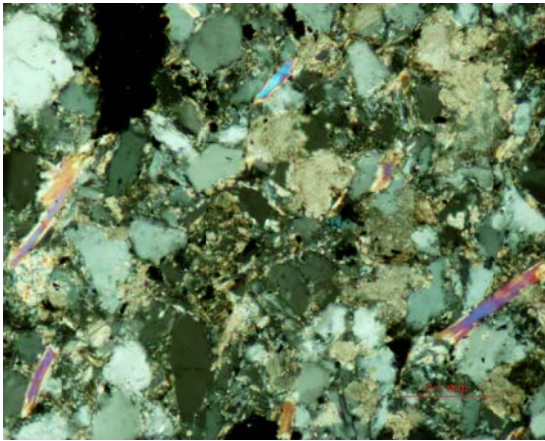


Figura 9.3.6.1. Esquelet detrític de quars + moscovites + ciment carbonatat. Nicols encreuats.

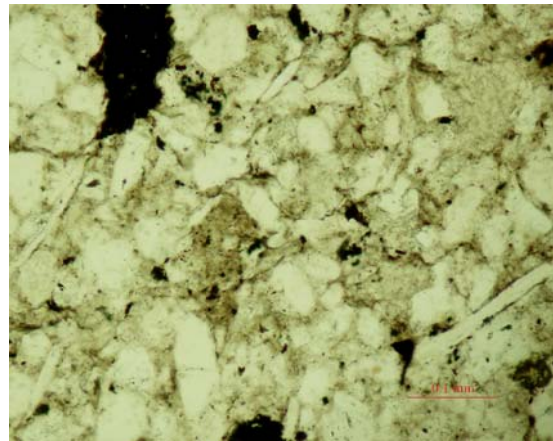


Figura 9.3.6.2. Esquelet detrític de quars + moscovites + ciment carbonatat. Nicols paral·lels.

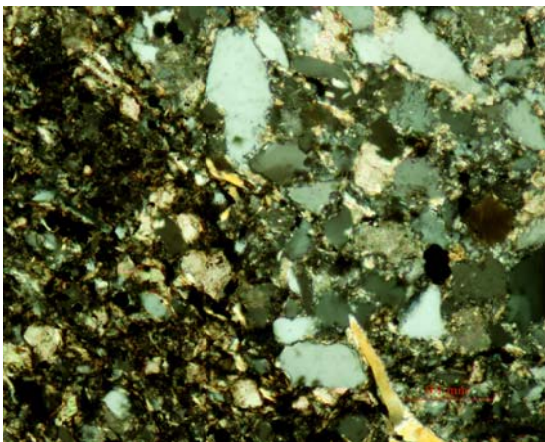


Figura 9.3.6.3. Banda argilosa – ferruginosa en contacte amb esquelet detrític de quars. Nicols encreuats.

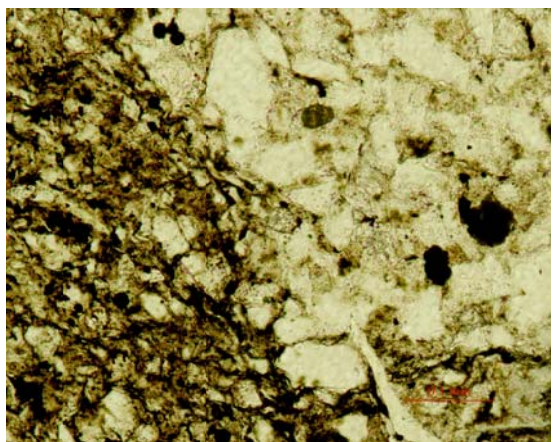


Figura 9.3.6.4. Banda argilosa – ferruginosa en contacte amb esquelet detrític de quars. Nicols paral·lels.



Figura 9.3.6.5. Vista general textura gresosa. Nicols encreuats.

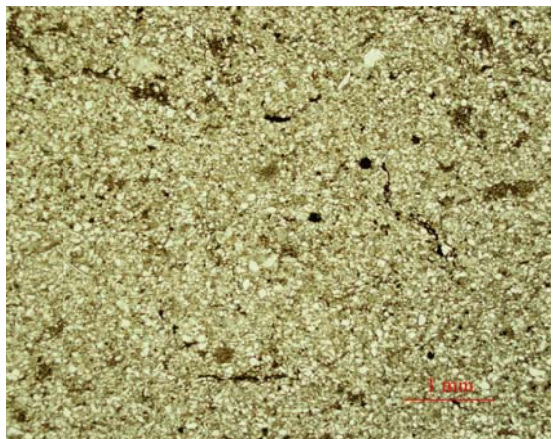


Figura 9.3.6.6. Vista general textura gresosa. Nicols paral·lels.

9.4. Imatges de microscopi electrònic d'escombrat (BSE-SEM/EDS)

9.4.1. Mostra IM-3

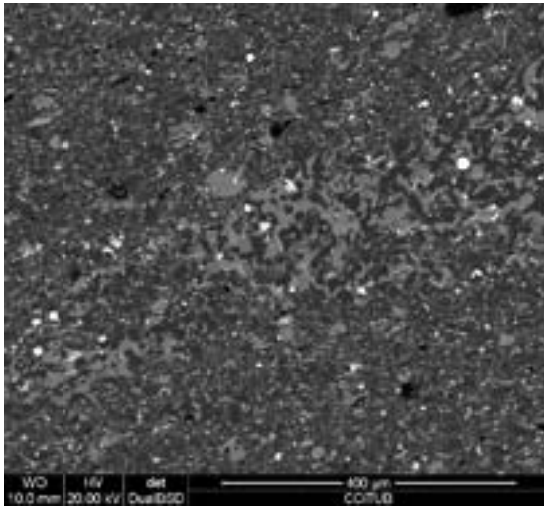


Figura 9.4.1.1. Matriu argilosa + banda carbonatada.

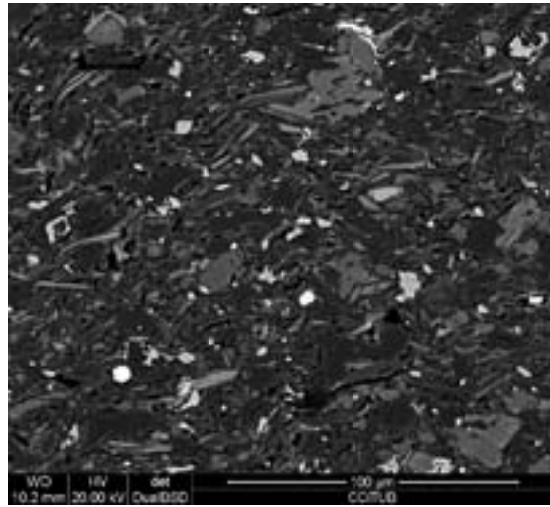


Figura 9.4.1.2. Matriu argilosa + ciment carbonatat.

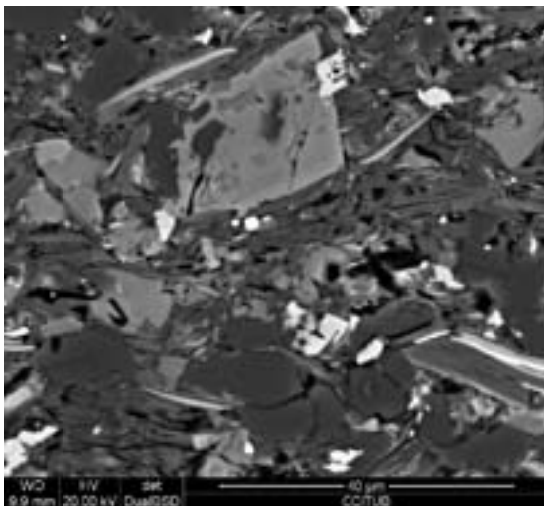


Figura 9.4.1.3. Ciment d'ankerita.

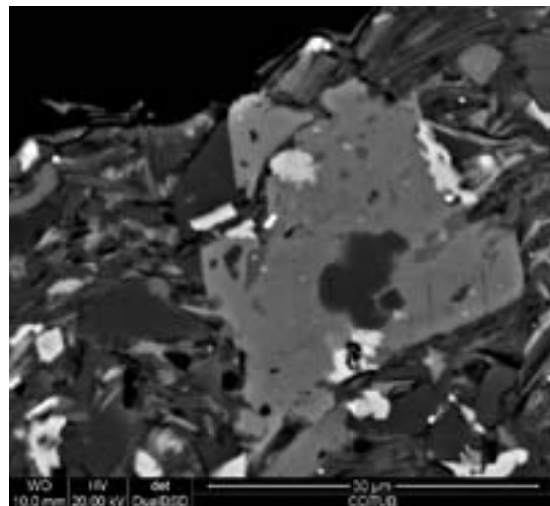


Figura 9.4.1.4. Ciment d'ankerita.

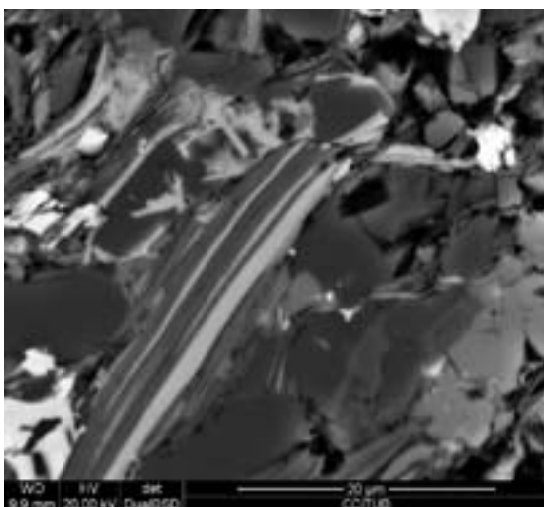


Figura 9.4.1.5. Moscovita alterada.

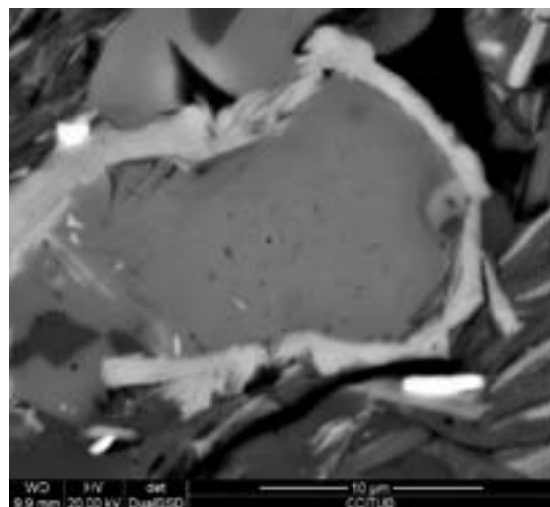


Figura 9.4.1.6. Ciment de calcita i envolcall de fil·losilicats alterats.

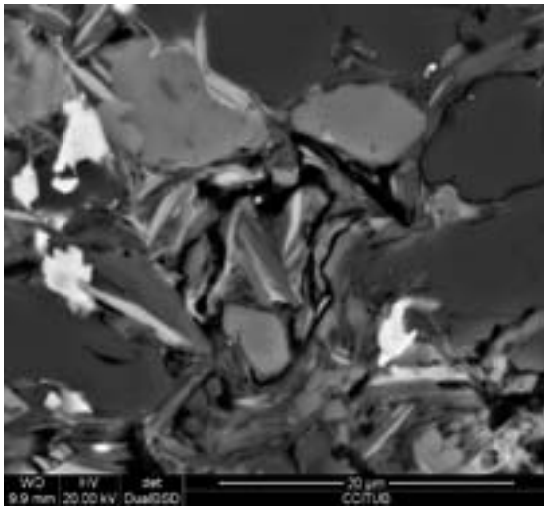


Figura 9.4.1.7. Fil·losilicats + quars detrític i carbonats.

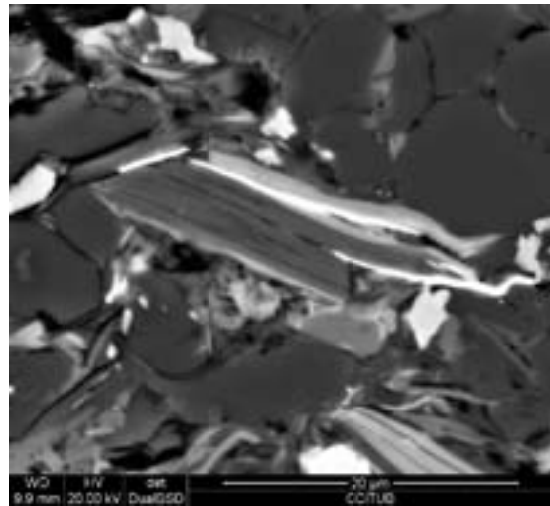


Figura 9.4.1.8. Il·lita alterada.

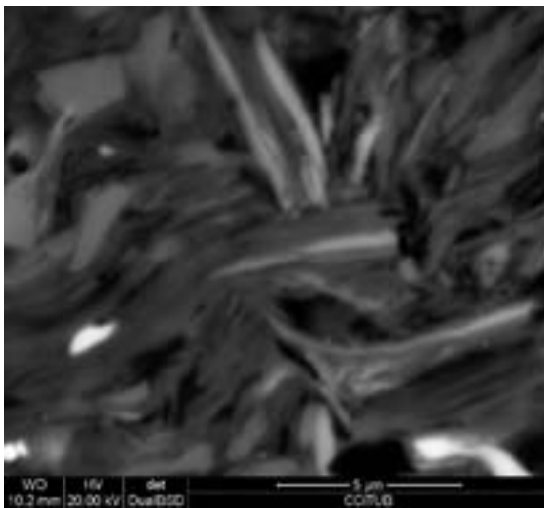


Figura 9.4.1.9. Il·lites i interstratificats I/S amb alteració.

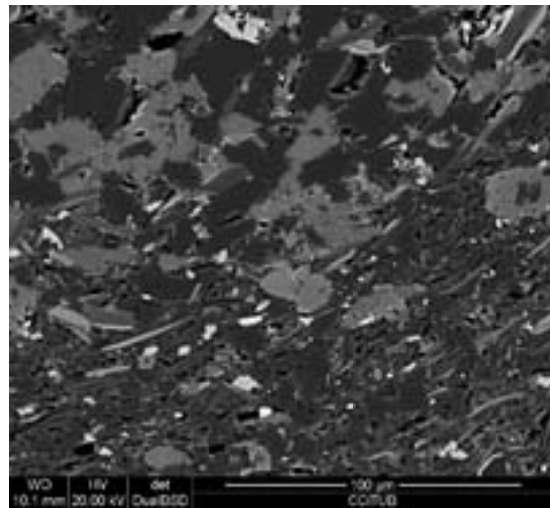


Figura 9.4.1.10. Contacte entre bandejat carbonatat i matriu argilosa.

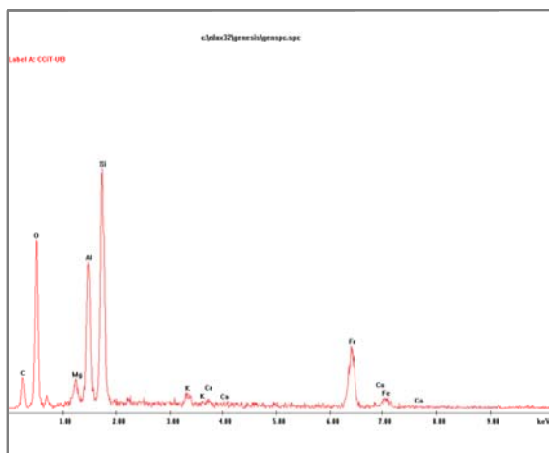


Figura 9.4.1.11. Espectre EDS: fil·losilicats alterats.

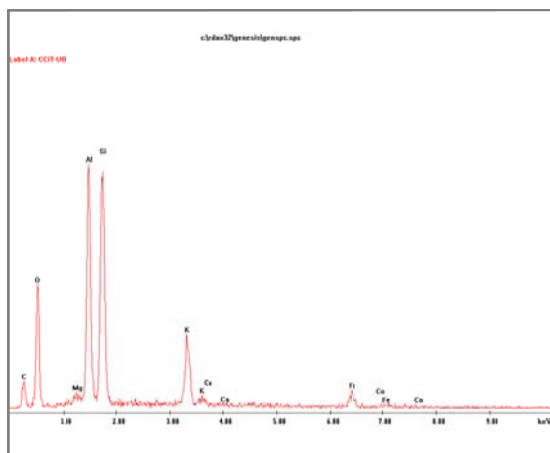


Figura 9.4.1.12. Espectre EDS: moscovita amb alteració incipient.

9.4.2. Mostra IM-6

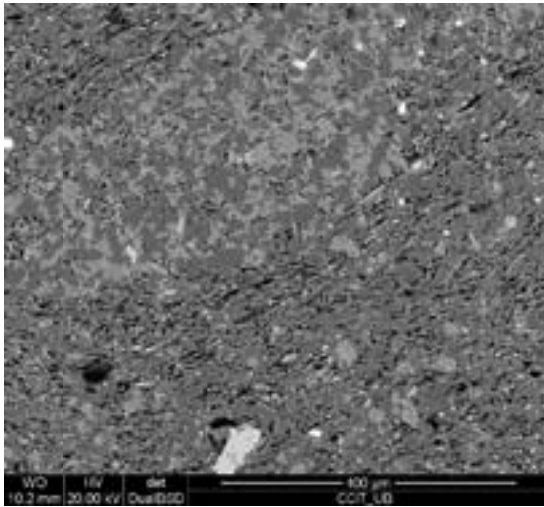


Figura 9.4.2.1. Matriu argilosa orientada + banda carbonatada.

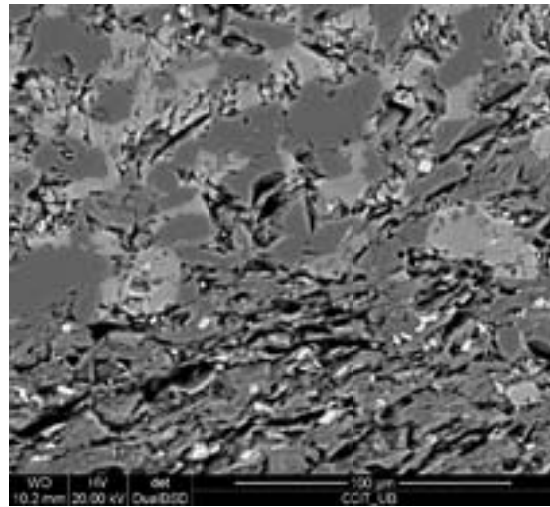


Figura 9.4.2.2. Contacte entre la matriu argilosa i la banda carbonatada.

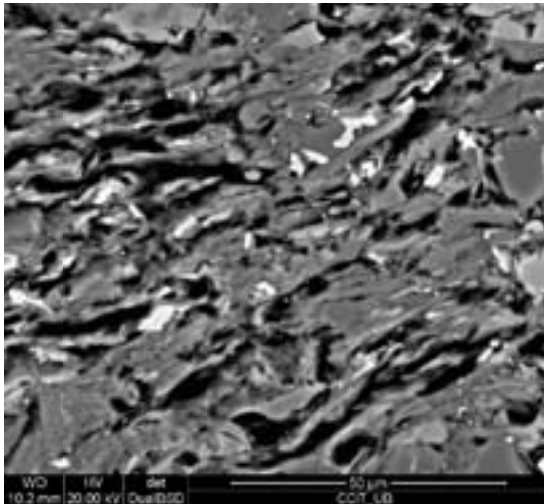


Figura 9.4.2.3. Matriu de fil-silicats orientada.

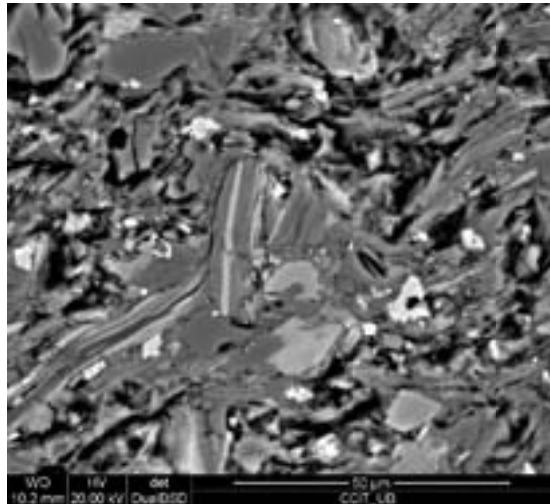


Figura 9.4.2.4. Fil-silicats alterats.

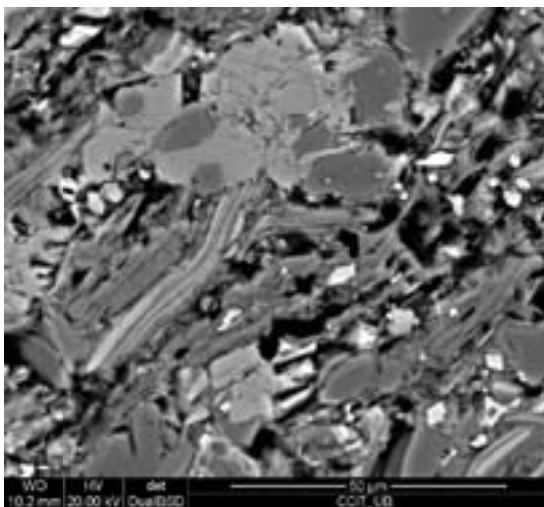


Figura 9.4.2.5. Fil-silicats alterats + ciment carbonatat.

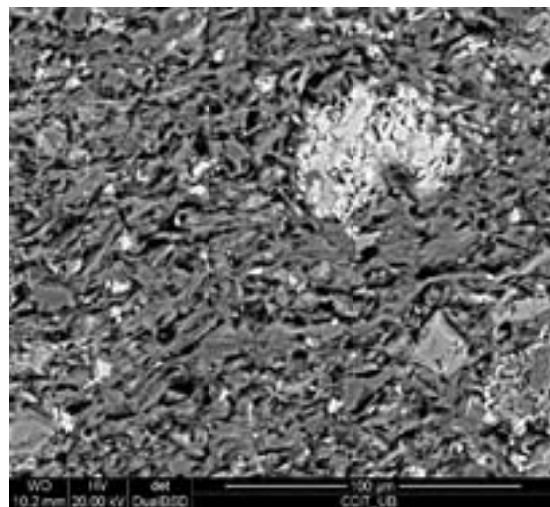


Figura 9.4.2.6. Matriu argilosa amb orientació + nòdul d'òxid de ferro i ankerita.

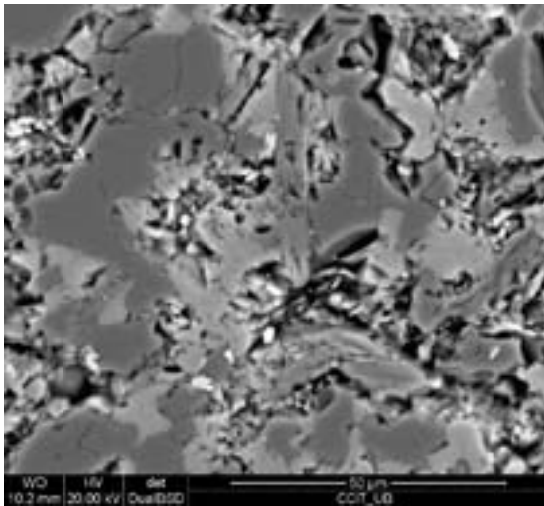


Figura 9.4.2.7. Detall bandejat carbonatat.

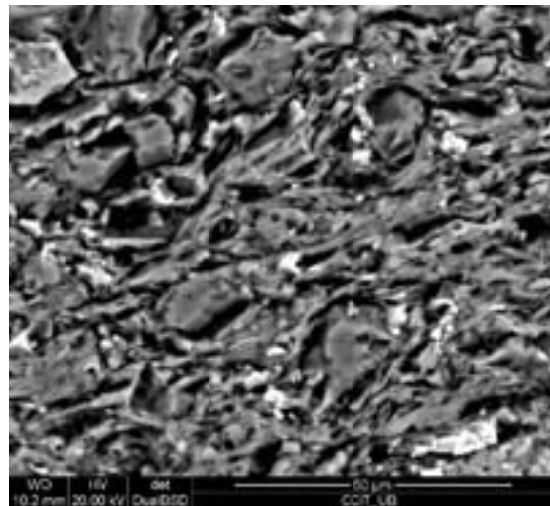


Figura 9.4.2.8. Matriu argilosa orientada.

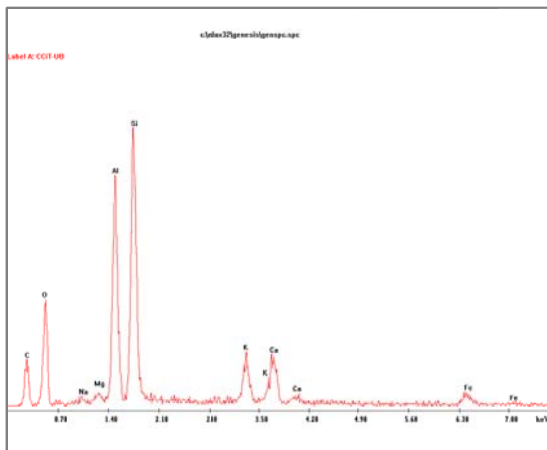


Figura 9.4.2.9. Espectre EDS: interstratificat I/S.

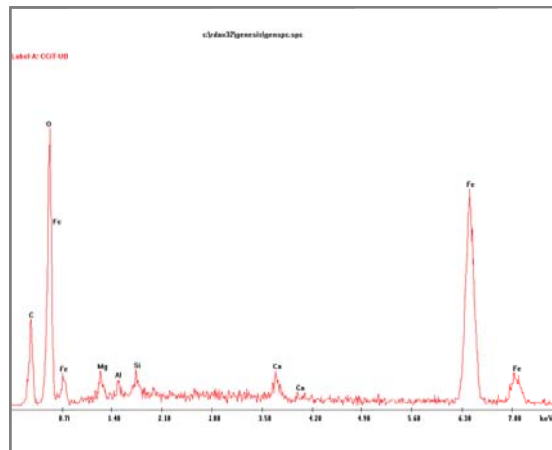


Figura 9.4.2.10. Espectre EDS: òxids de ferro.

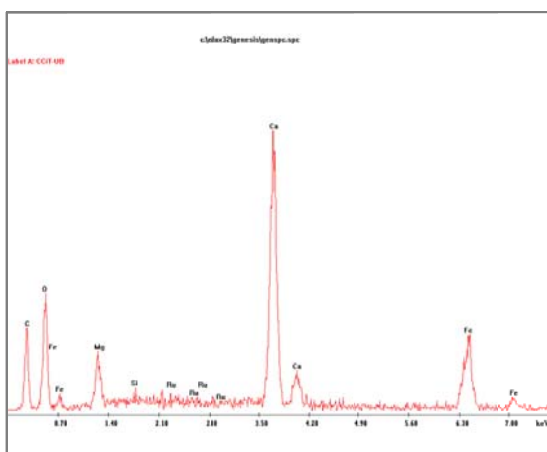


Figura 9.4.2.11. Espectre EDS: ankerita.

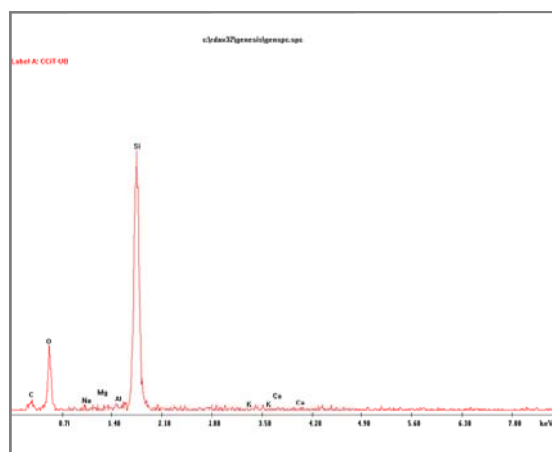


Figura 9.4.2.12. Espectre EDS: quars.

9.4.3. Mostra IM-13

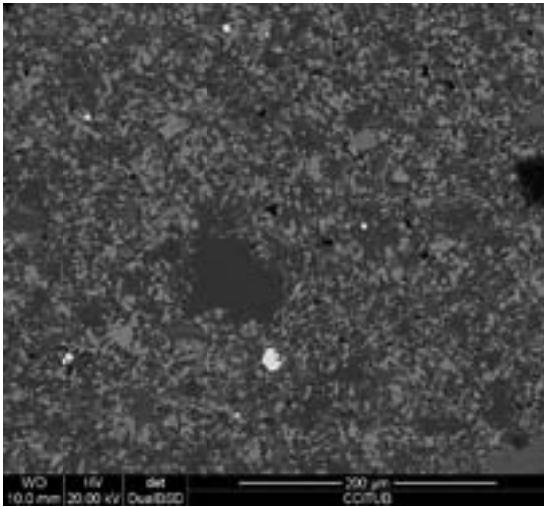


Figura 9.4.3.1. Gra detrític de quars + matriu argilosa sense orientació + cristalls d'ankerita.

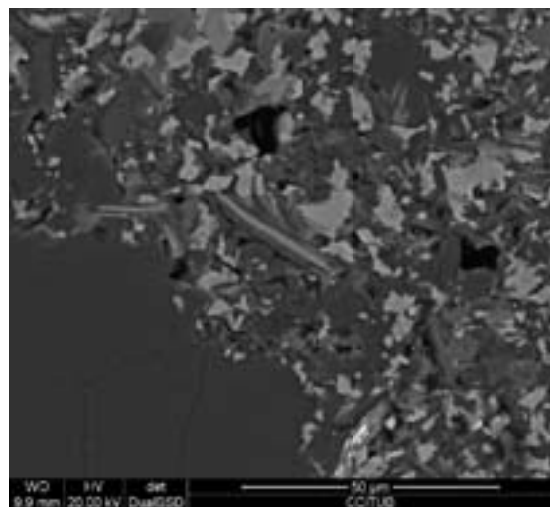


Figura 9.4.3.2. Contacte gra de quars amb matriu argilosa alterada + cristalls d'ankerita.

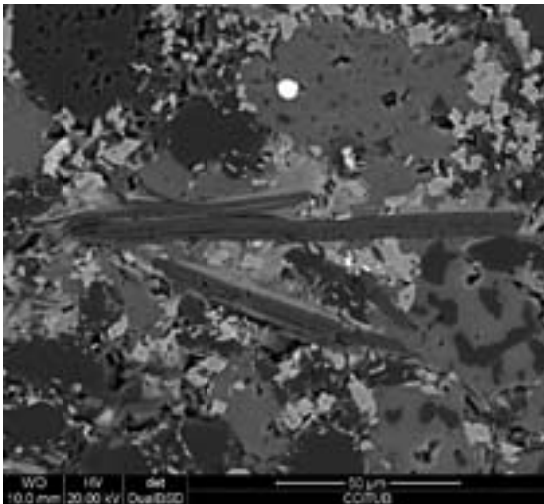


Figura 9.4.3.3. Cristalls de moscovita alterats + ciment de calcita + cristalls d'ankerita.

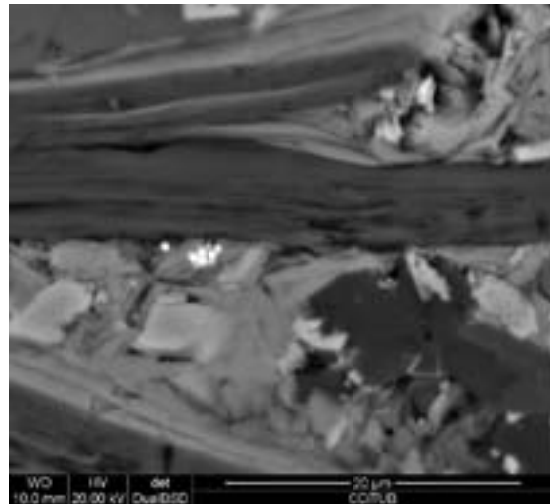


Figura 9.4.3.4. Detall moscovites alterades.

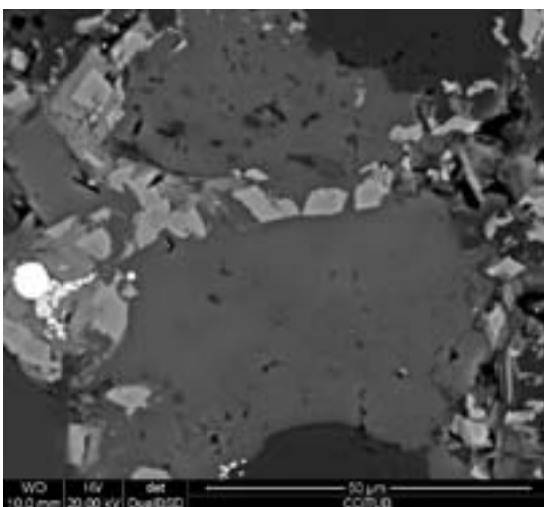


Figura 9.4.3.5. Ciment de calcita amb cristalls d'ankerita i envolcalls de fil·losilicats alterats.

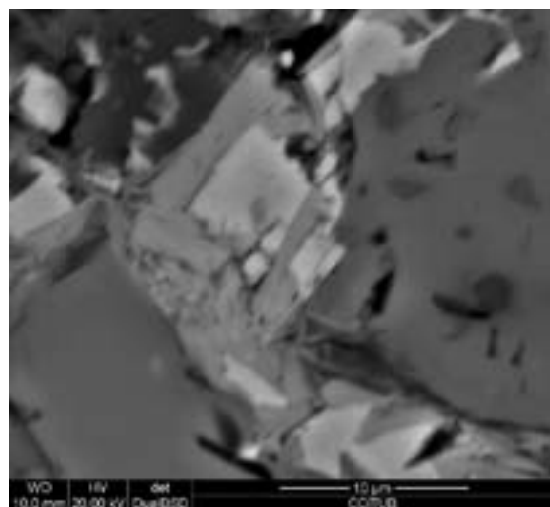


Figura 9.4.3.6. Cristall d'ankerita envoltat de làmines de fil·losilicats alterats + ciment de calcita.

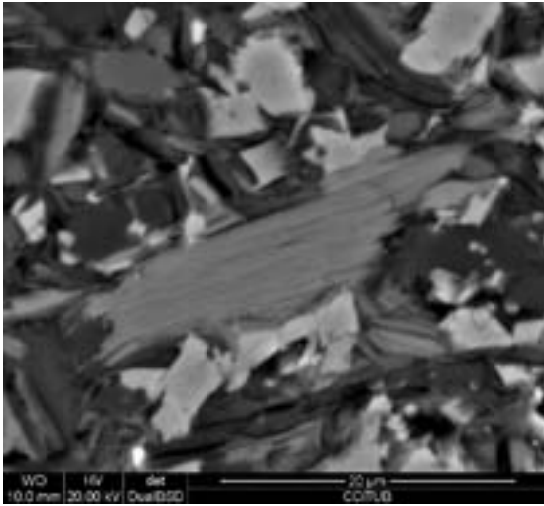


Figura 9.4.3.7. Cristall de clorita.

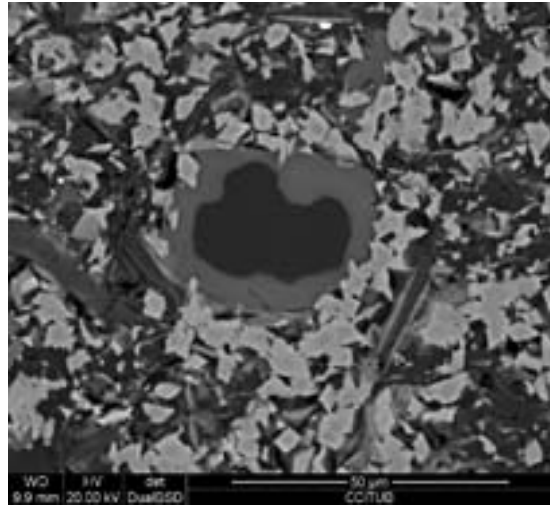


Figura 9.4.3.8. Gra de quars + envoltall de ciment de calcita + cristalls romboèdrics d'ankerita.

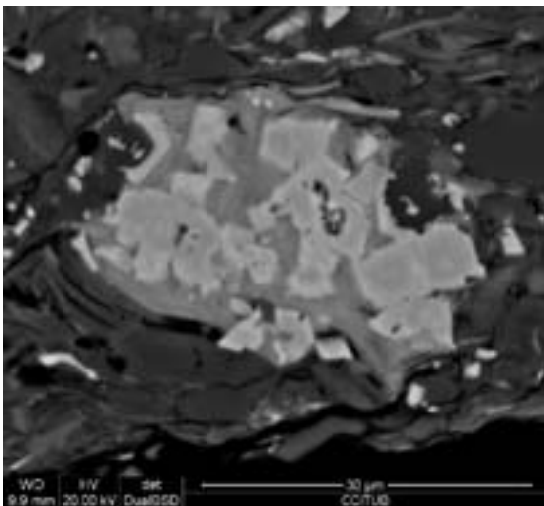


Figura 9.4.3.9. Cristalls d'ankerita envoltats fil·losilicats alterats.

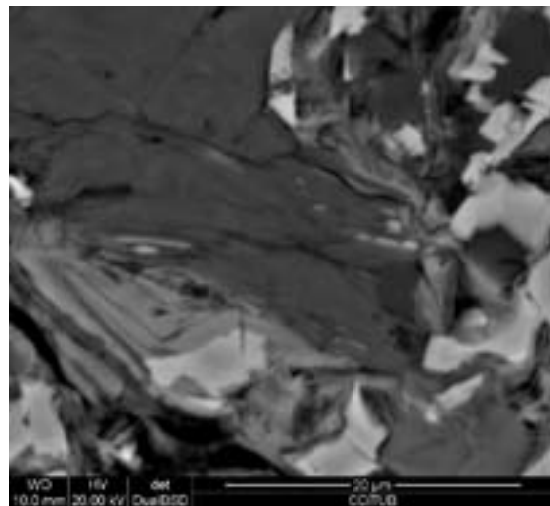


Figura 9.4.3.10. Interestratificats I/S + fil·losilicats alterats + ankerita.

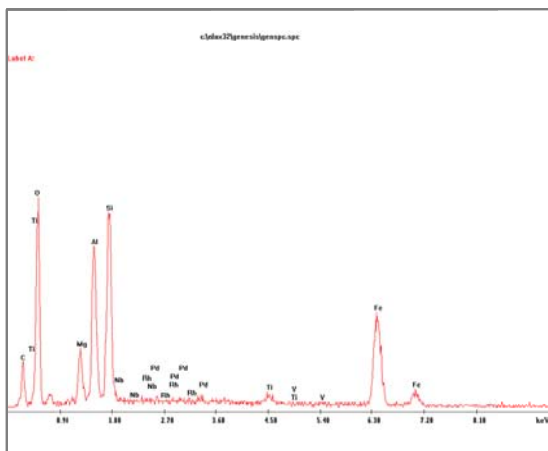


Figura 9.4.3.11. Espectre EDS: clorita.

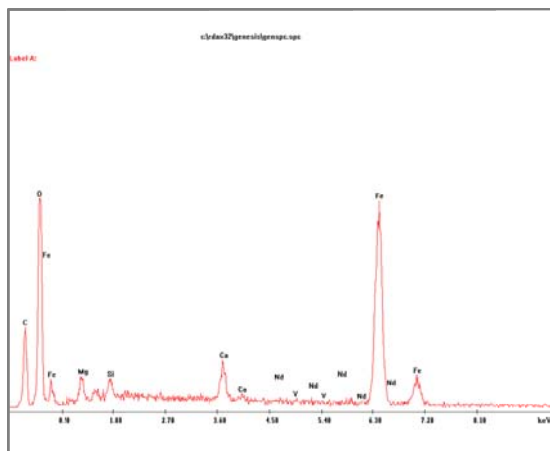


Figura 9.3.1.12. Espectre EDS: ankerita molt fèrrica.

9.4.4. Mostra OM-2

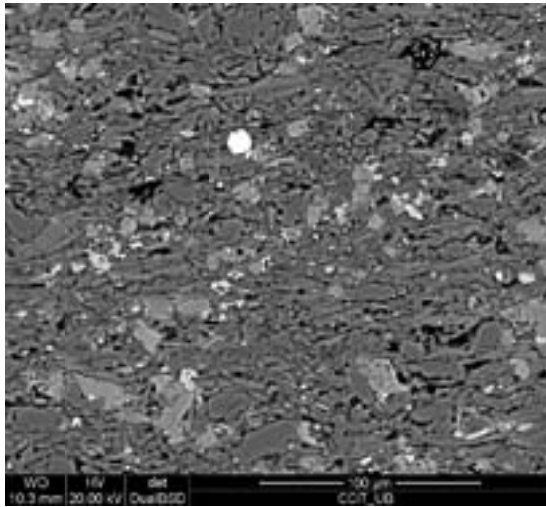


Figura 9.4.4.1. Matriu argilosa orientada.

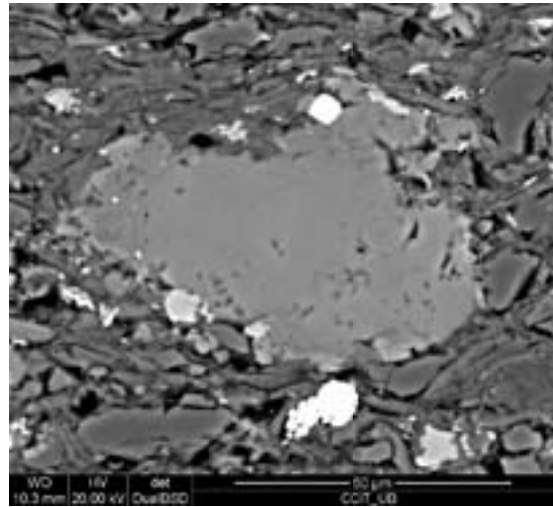


Figura 9.4.4.2. Ciment esparític de calcita.

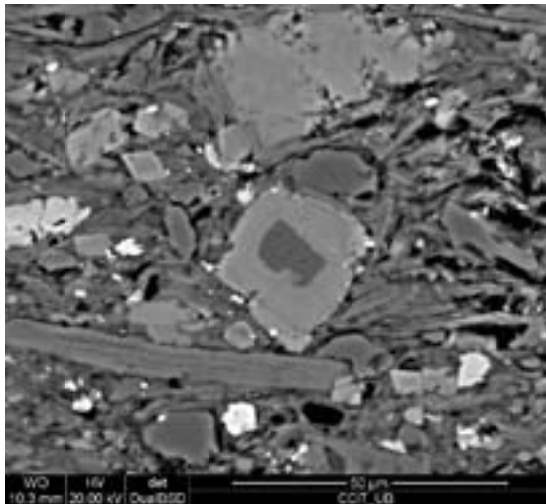


Figura 9.4.4.3. Cristall zonat de dolomita + cristal de moscovita i ciment de calcita.

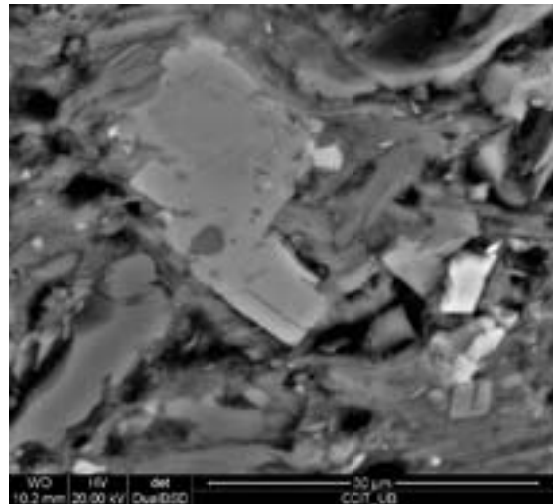


Figura 9.4.4.4. Ankerita envoltada d'il·lites.

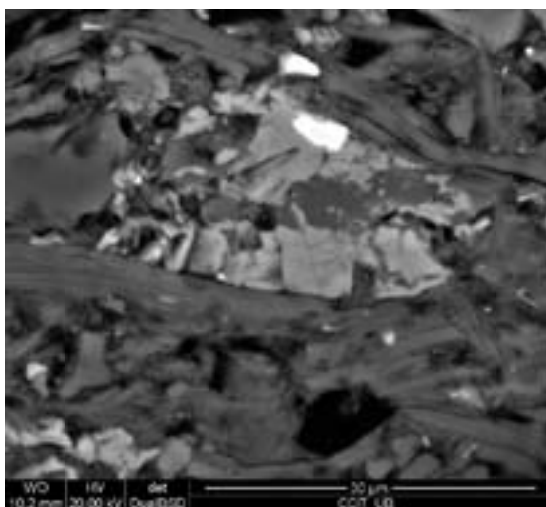


Figura 9.4.4.5. Ankerita + fil·losilicats.

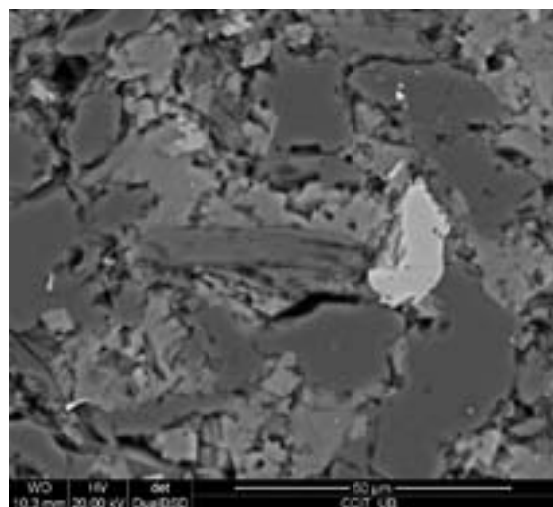


Figura 9.4.4.6. Detall bandejat carbonatat.

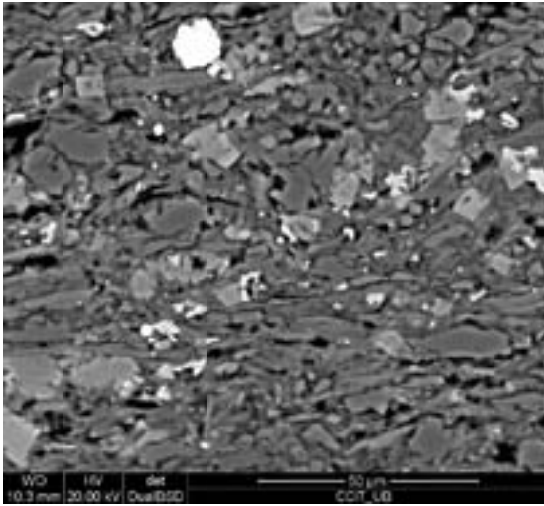


Figura 9.4.4.7. Matriu argilosa orientada.

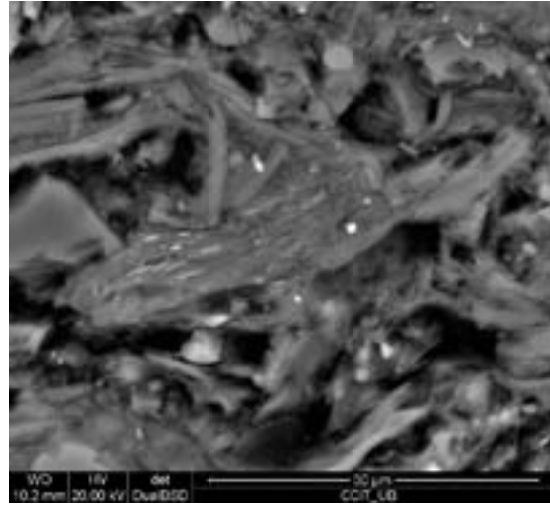


Figura 9.4.4.8. Il·lites i interstratificats I/S flocculats i amb alteració incipient.

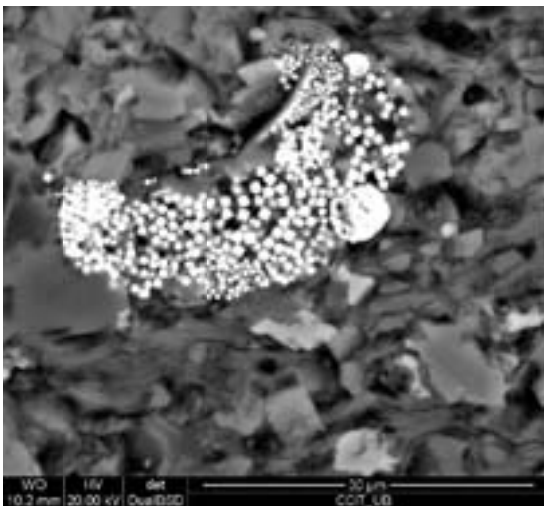


Figura 9.4.4.9. Framboids de pirita.

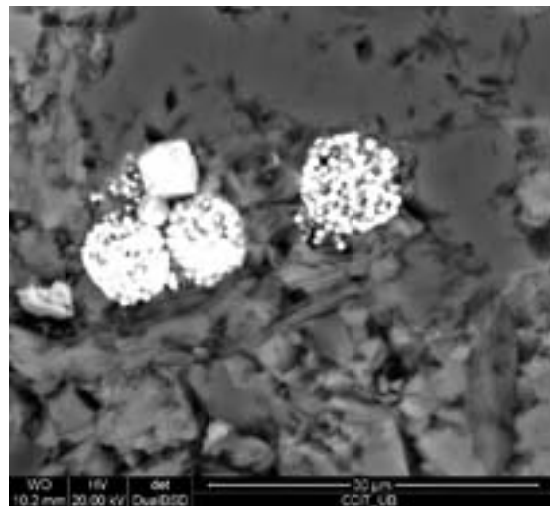


Figura 9.4.4.10. Framboids de pirita.

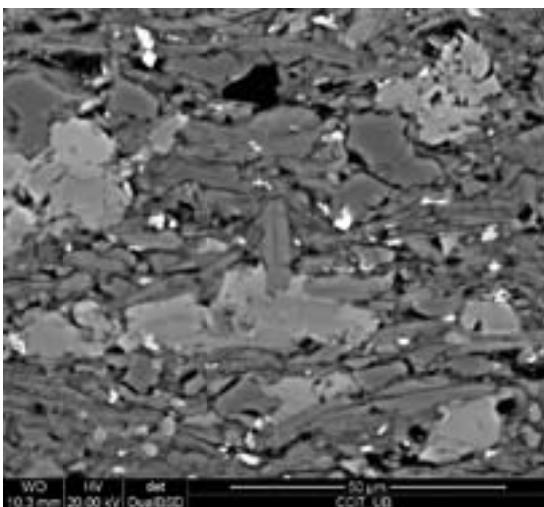


Figura 9.4.4.11. Matriu argilosa orientada + ciment carbonatat.

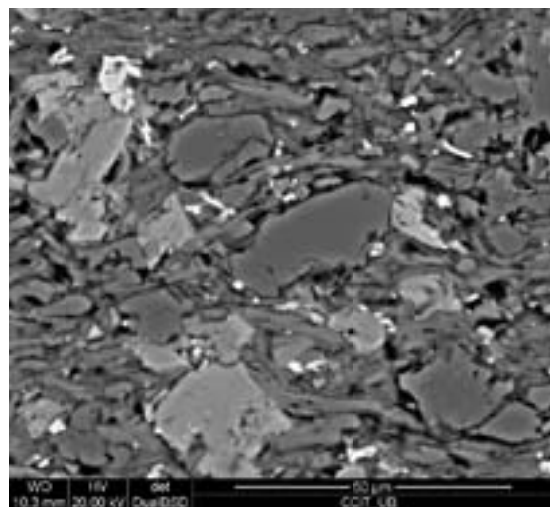


Figura 9.4.4.12. Matriu argilosa orientada + quars detrític + ciment carbonatat.

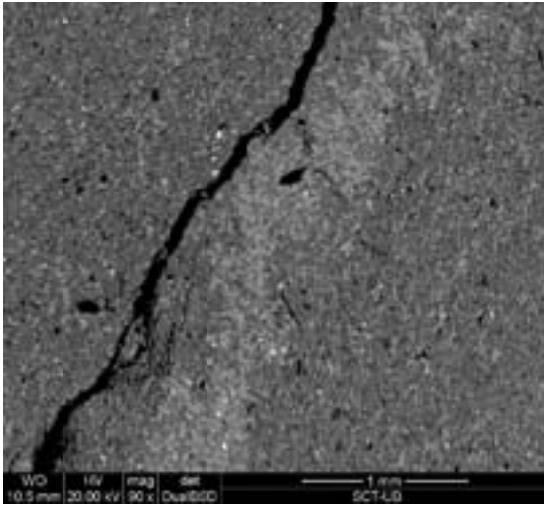


Figura 9.4.4.13. Matriu argilosa + banda carbonatada + fractura de descompressió (imatge de rèplica).

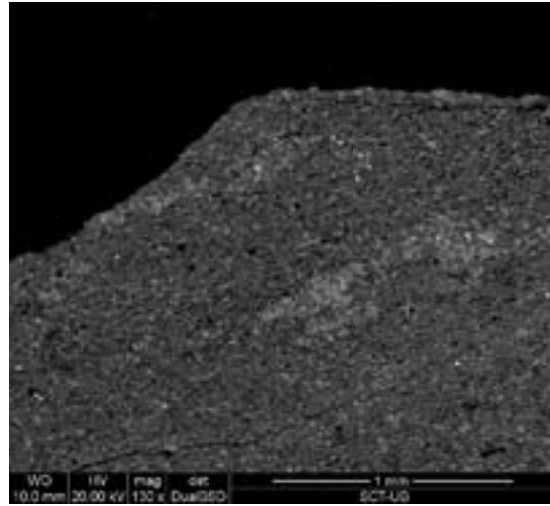


Figura 9.4.4.14. Matriu argilosa + nòduls carbonatats (imatge de rèplica).

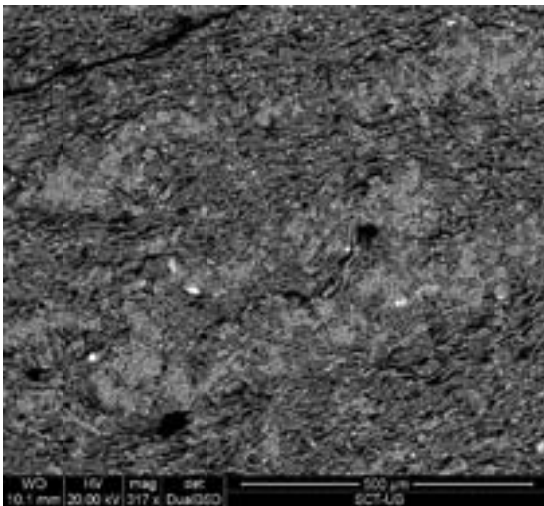


Figura 9.4.4.15. Bandejats de carbonat (rèplica).

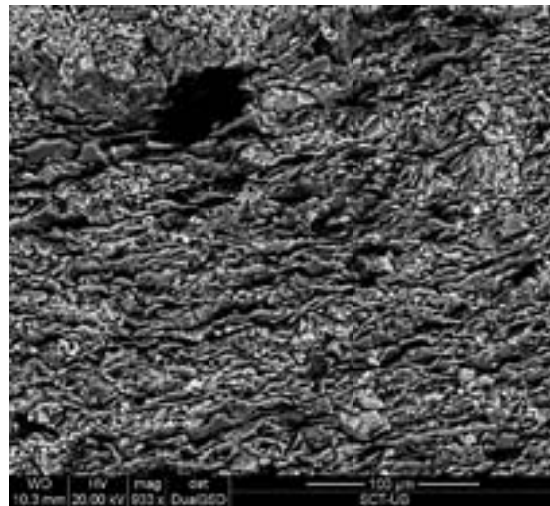


Figura 9.4.4.16. Matriu argilosa orientada (rèplica).

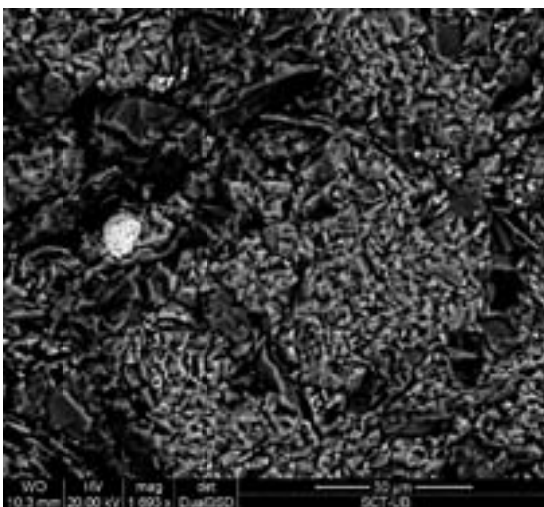


Figura 9.4.4.17. Detall bandejat carbonatat. Ciment de calcita (rèplica).

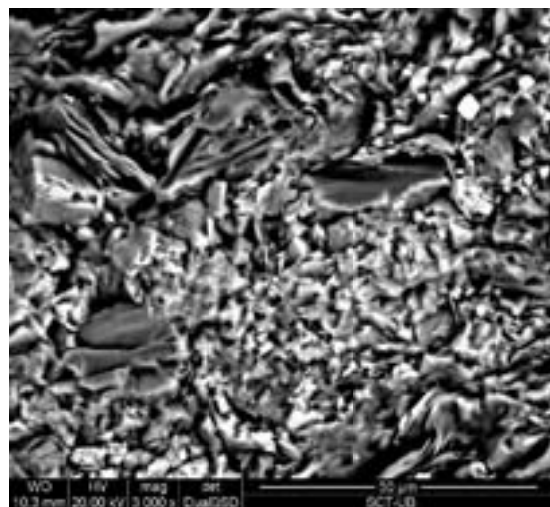


Figura 9.4.4.18. Detall bandejat carbonatat. Ciment de calcita (rèplica).

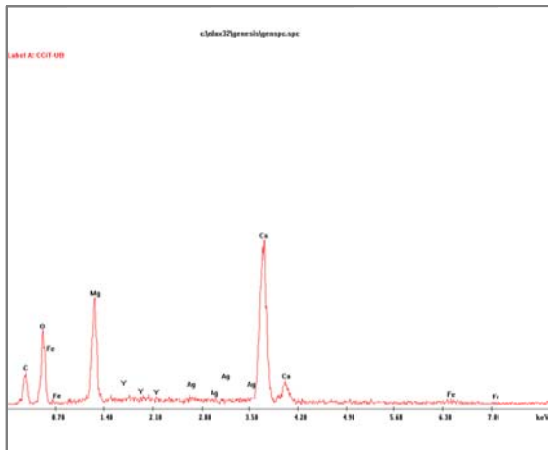


Figura 9.4.4.19. Espectre EDS: dolomita.

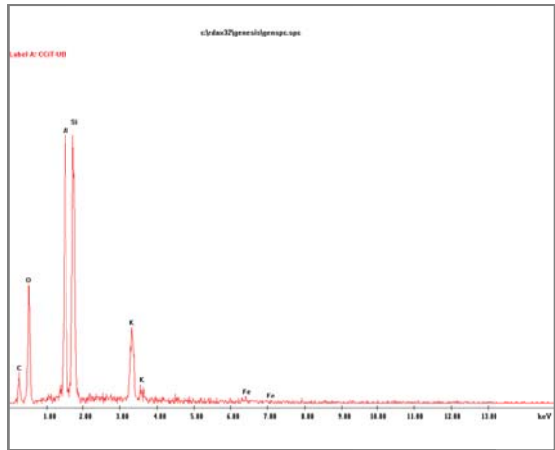


Figura 9.4.4.20. Espectre EDS: moscovita.

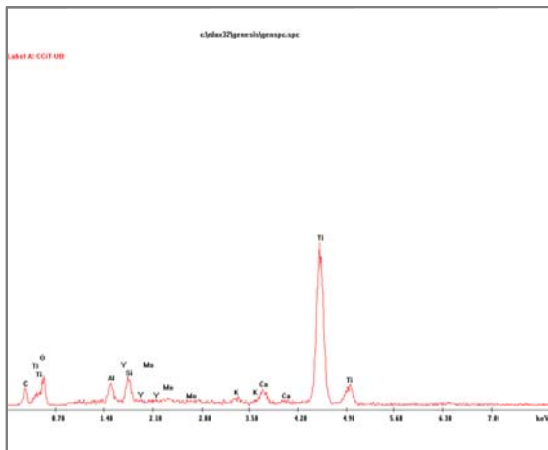


Figura 9.4.4.21. Espectre EDS: rutil.

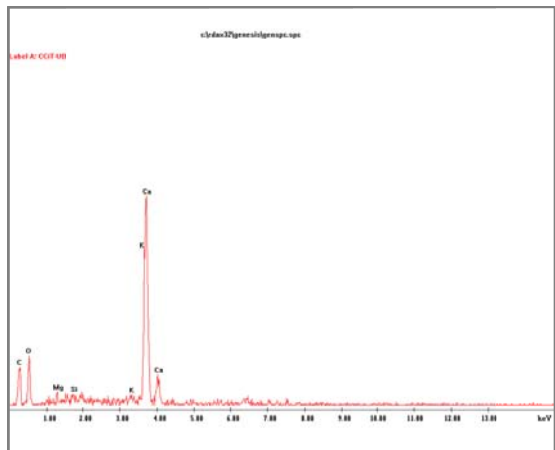


Figura 9.4.4.22. Espectre EDS: calcita.

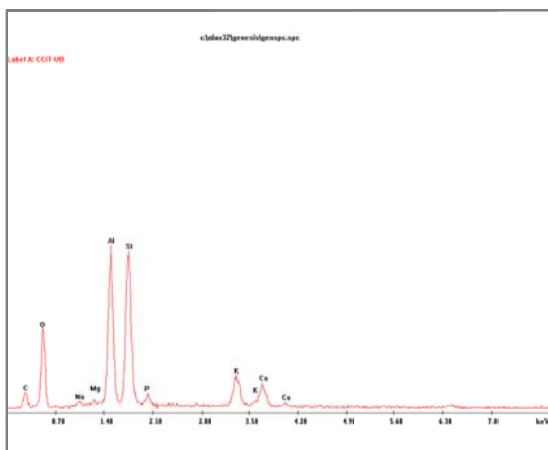


Figura 9.4.4.23. Espectre EDS: interstratificat I/S.

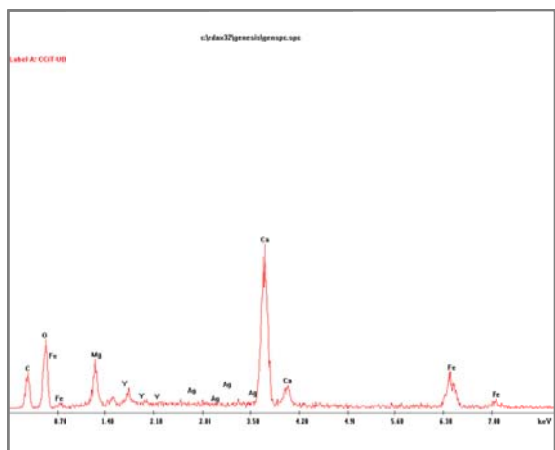


Figura 9.4.4.24. Espectre EDS: ankerita amb magnesi.

9.4.5. Mostra OM-10

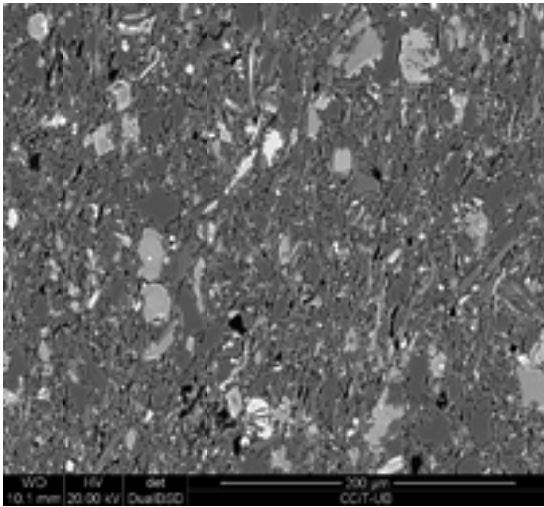


Figura 9.4.5.1. Matriu argilosa orientada.

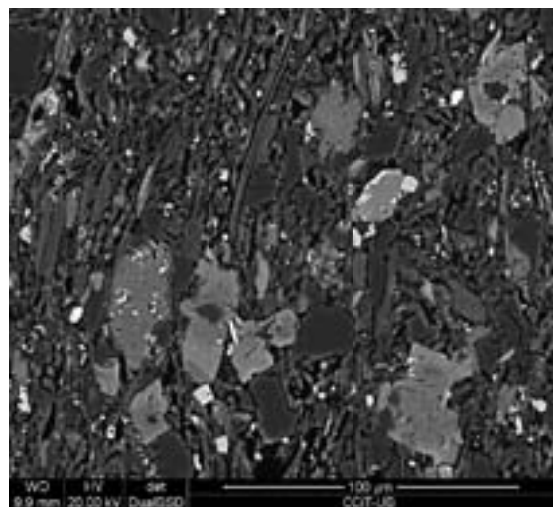


Figura 9.4.5.2. Matriu argilosa + ciment carbonatat.

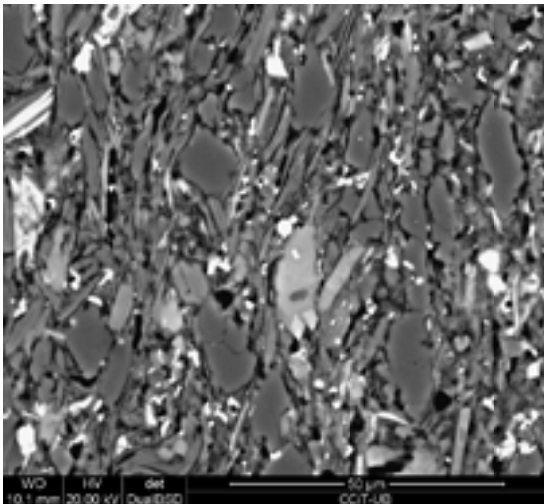


Figura 9.4.5.3. Matriu argilosa + ciment carbonatat.

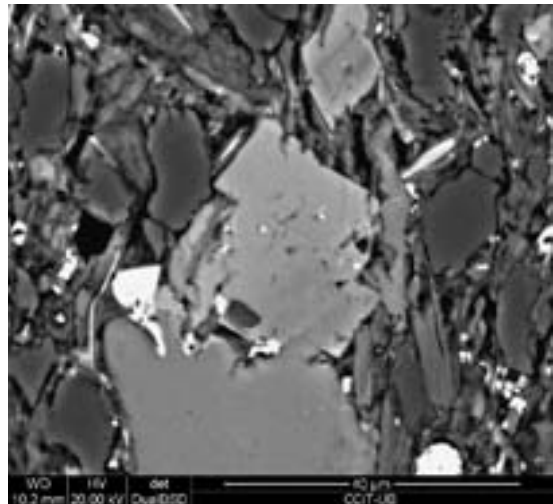


Figura 9.4.5.4. Ciment de calcita amb sobrecreixement d'ankerita.

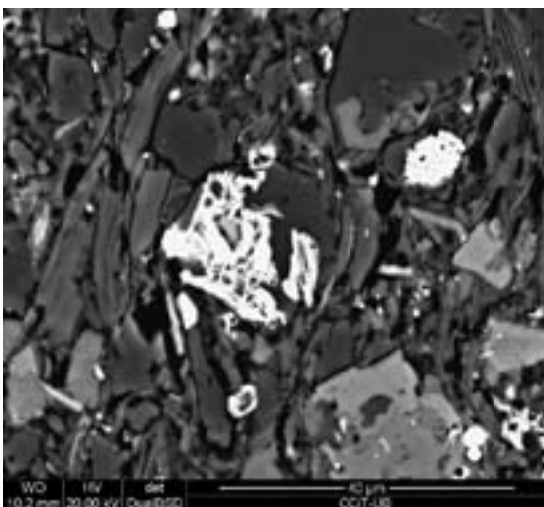


Figura 9.4.5.5. Macla en colze de cristalls aciculars de rutil.

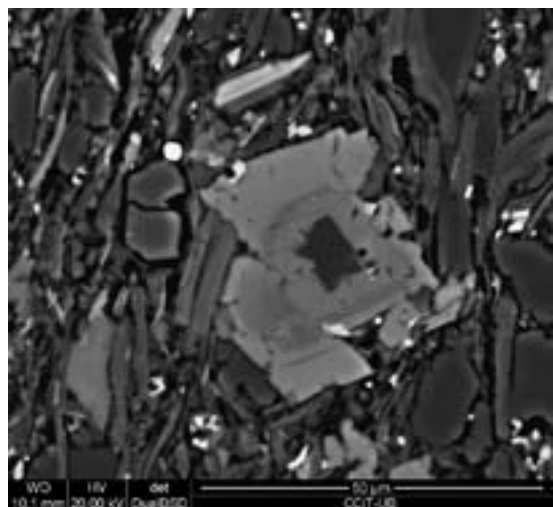


Figura 9.4.5.6. Ciment d'ankerita zonat envoltant quars i tallant cristalls de fil·losilicats.

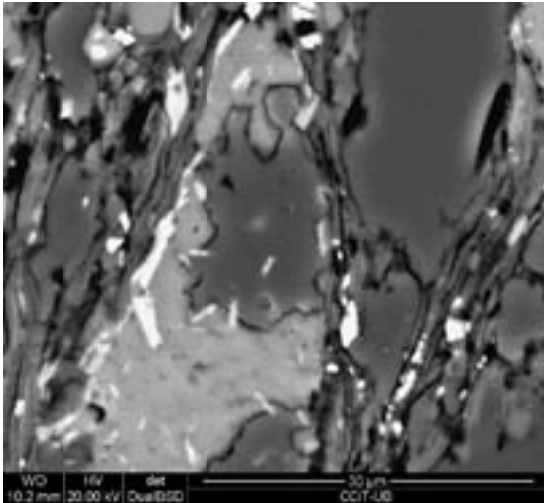


Figura 9.4.5.7. Ciment de calcita + quars.

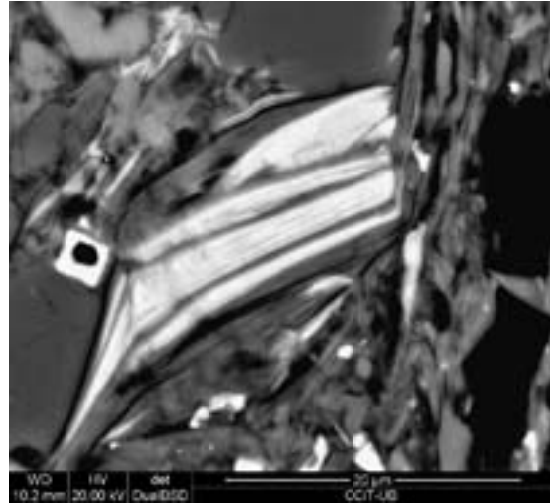


Figura 9.4.5.8. Il·lita parcialment alterada a òxids de ferro.

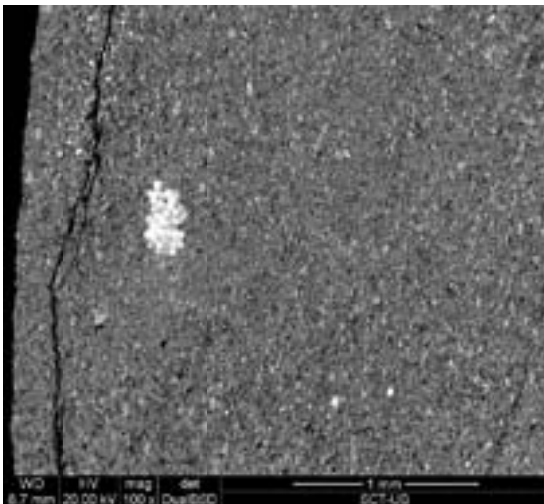


Figura 9.4.5.9. Matriu argilosa orientada + framboïds de pirita i fractura de descompressió (rèplica).

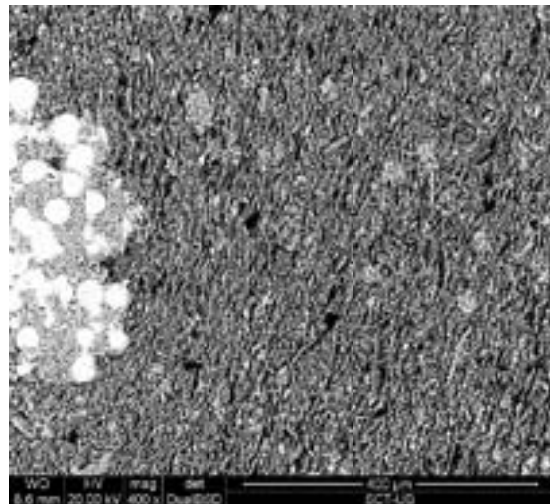


Figura 9.4.5.10. Matriu argilosa orientada + framboïds de pirita (rèplica)

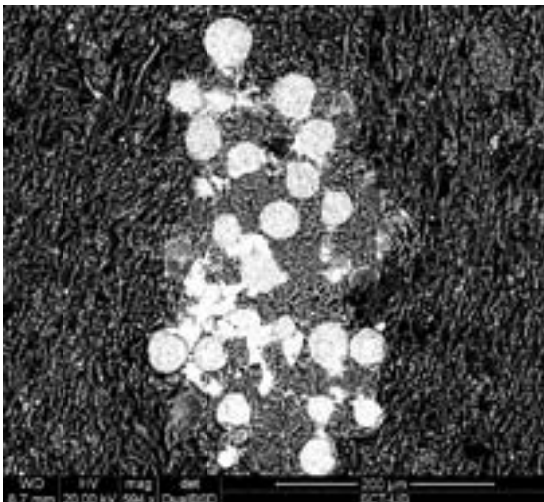


Figura 9.4.5.11. Poliframboïd de pirita amb ciment carbonatat i òxids de ferro (rèplica).

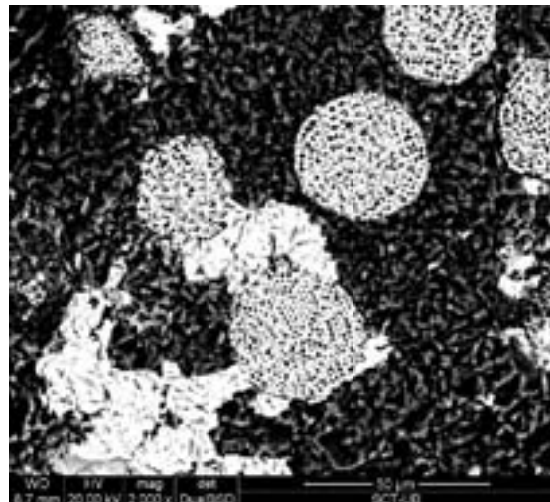


Figura 9.4.5.12. Detall poliframboïd (rèplica).

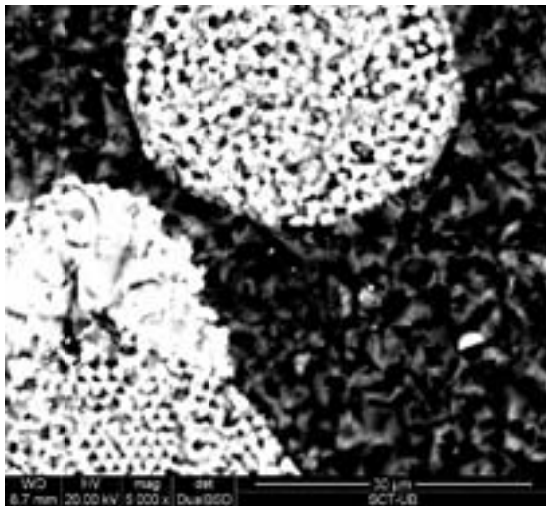


Figura 9.4.5.13. Detall poliframboid amb òxids de ferro i ciment carbonatat (rèplica).

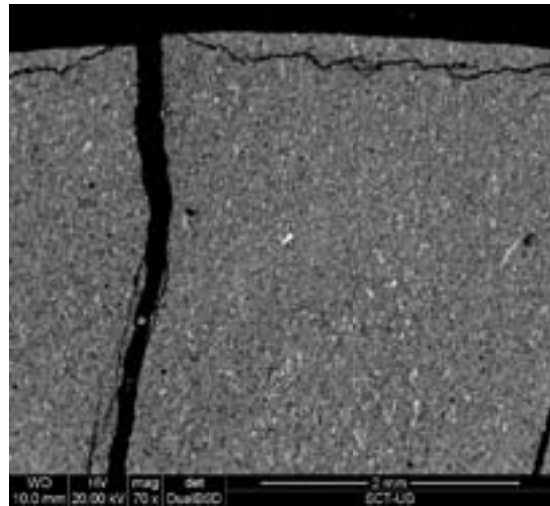


Figura 9.4.5.14. Matriu argilosa + fractura de descompressió (rèplica).

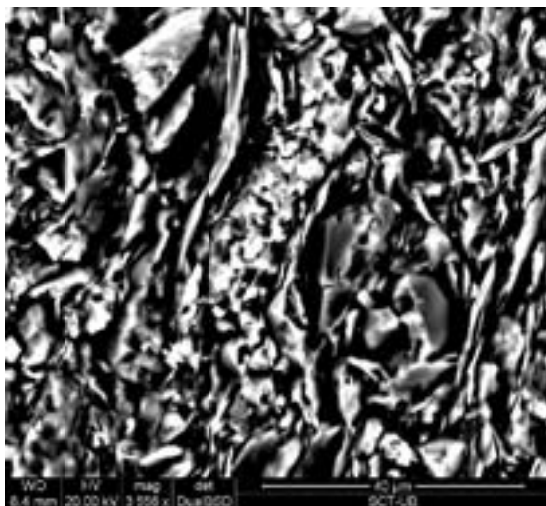


Figura 9.4.5.15. Matriu argilosa + ciment carbonatat (rèplica).

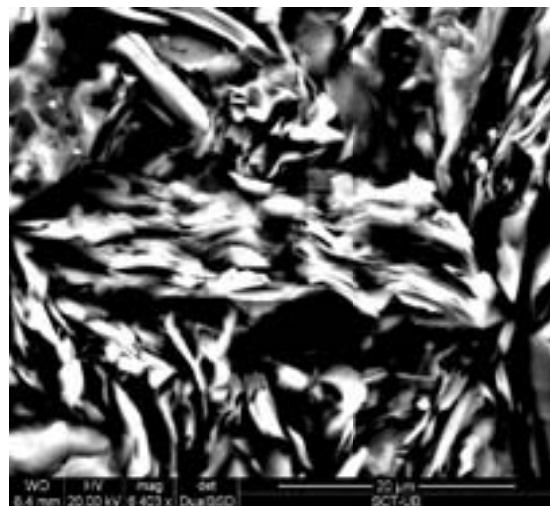


Figura 9.4.5.16. Cristall de clorita (rèplica).

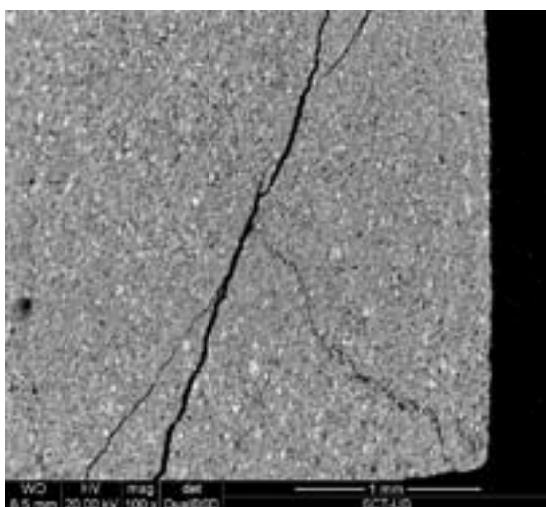


Figura 9.4.5.17. Vista general matriu argilosa + fracures de descompressió (rèplica).

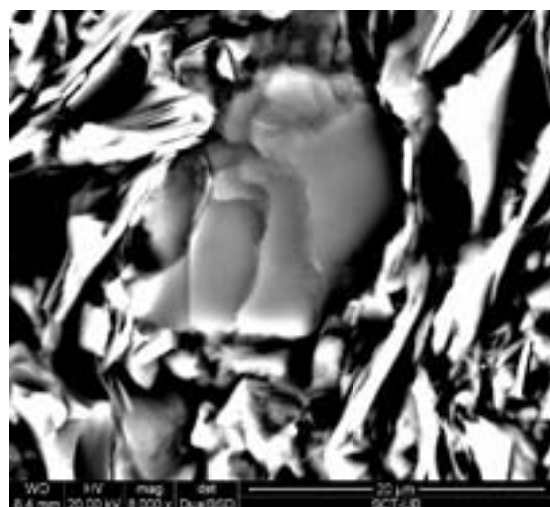


Figura 9.4.5.18. Cristall tabular de moscovita (rèplica).

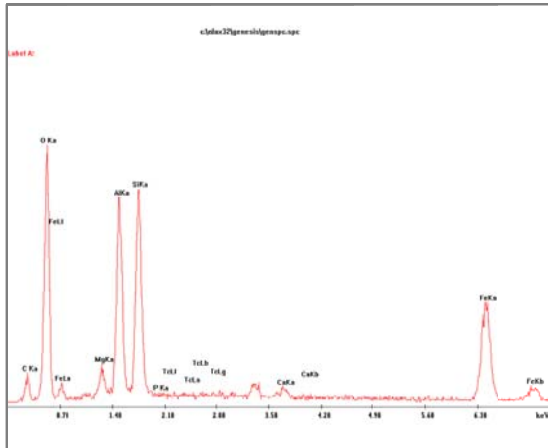


Figura 9.4.5.19. Espectre EDS: fil-silicats alterats.

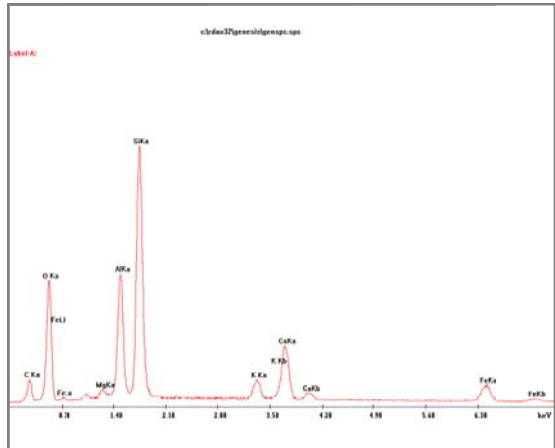


Figura 9.4.5.20. Espectre EDS: interstratificat I/S.

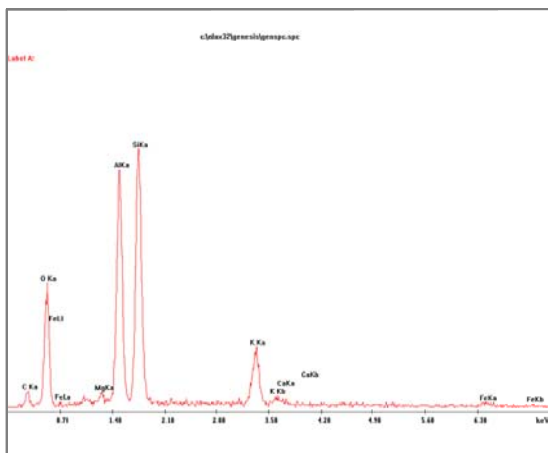


Figura 9.4.5.21. Espectre EDS: moscovita.

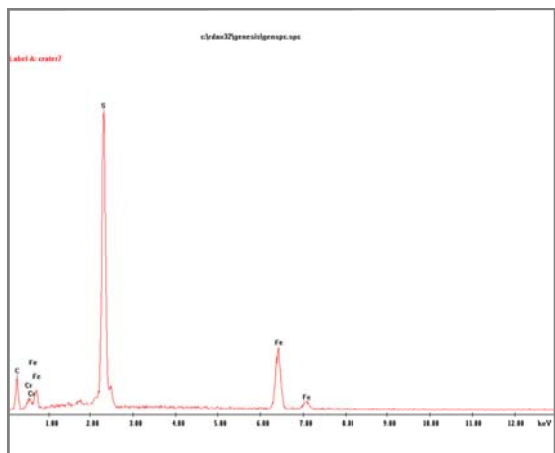


Figura 9.4.5.22. Espectre EDS: pirita.

9.4.6. Mostra OM-18

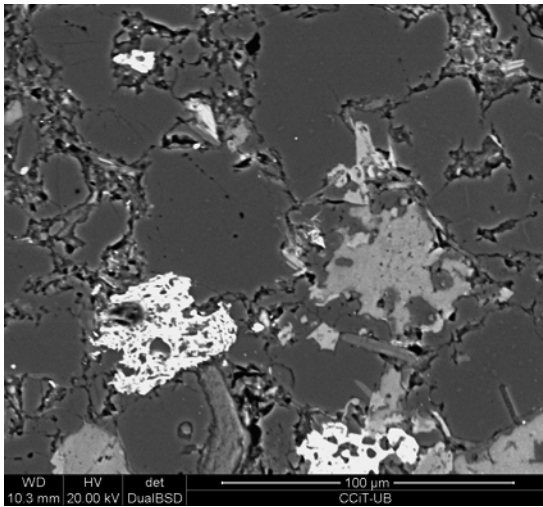


Figura 9.4.6.1. Vista general esquelet detrític de quars + ciment de calcita + macles de rutil + moscovita.

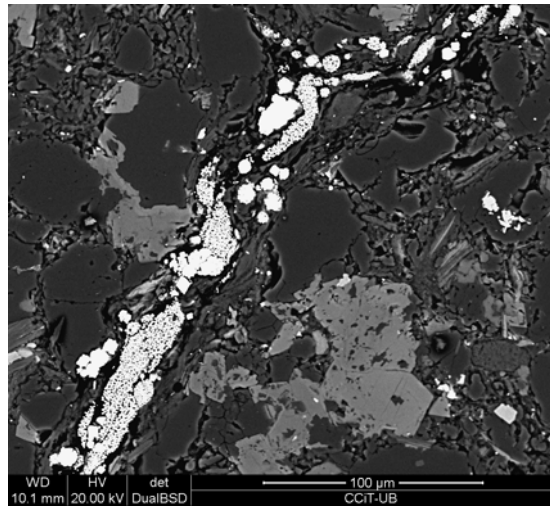


Figura 9.4.6.2. Políframboid de pirita + ciment carbonatat.

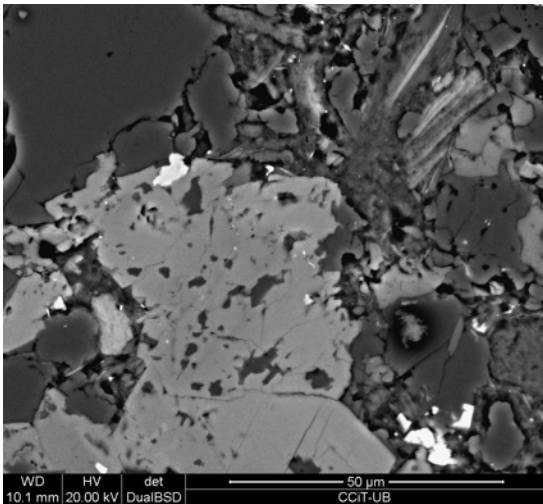


Figura 9.4.6.3. Ciment carbonatat + fil·losilicats alterats.

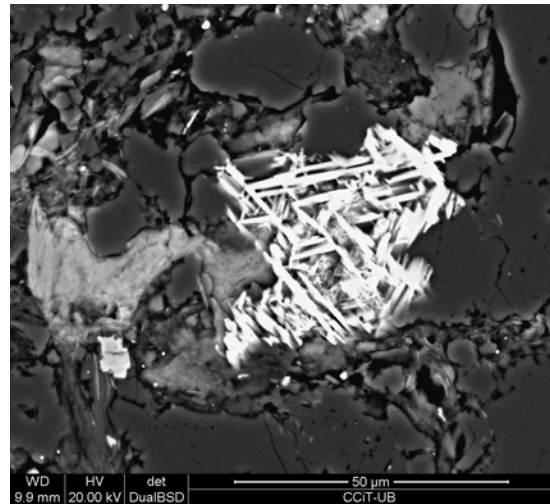


Figura 9.4.6.4. Macla de rutil + interestratificats I/S.

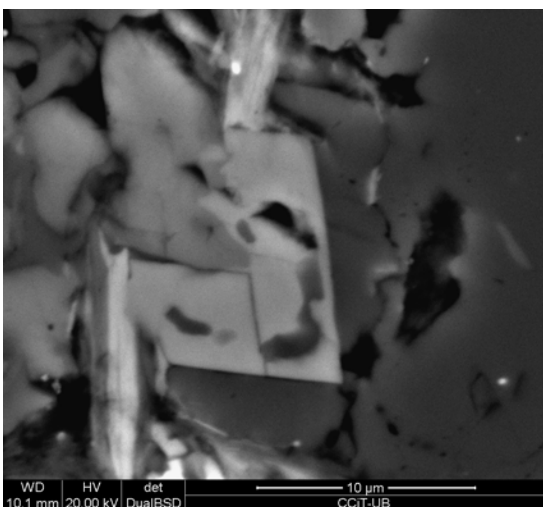


Figura 9.4.6.5. Ankeritització de ciment de calcita + quars + il·lita alterada.

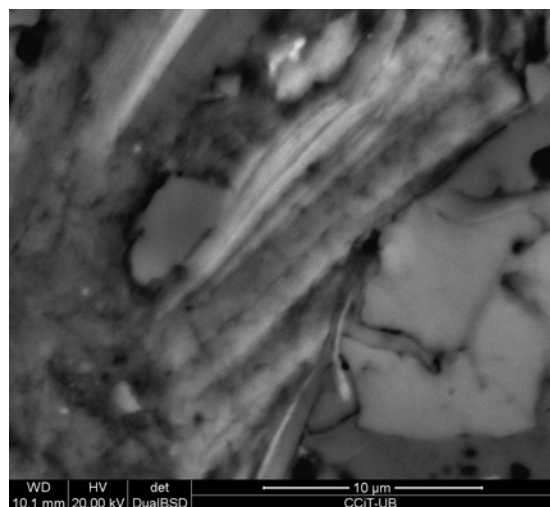


Figura 9.4.6.6. Il·lites i interestratificats amb alteració a òxids-hidròxids de ferro.

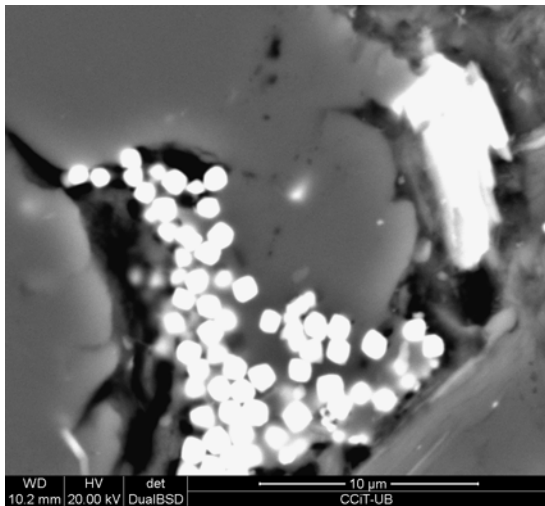


Figura 9.4.6.7. Framboid irregular de pirita + rutil.

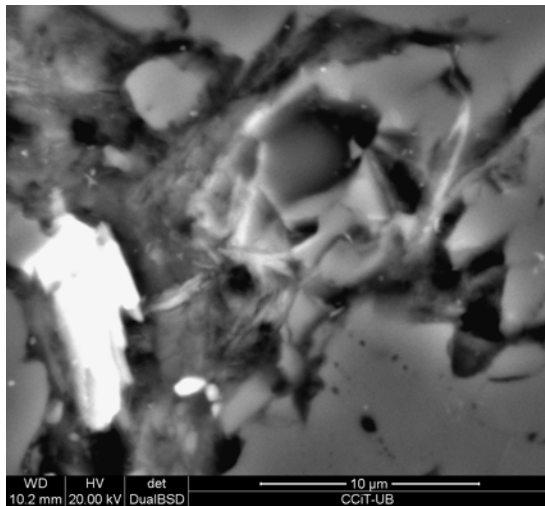


Figura 9.4.6.8. Rutil + cristalls floculats de clorita.

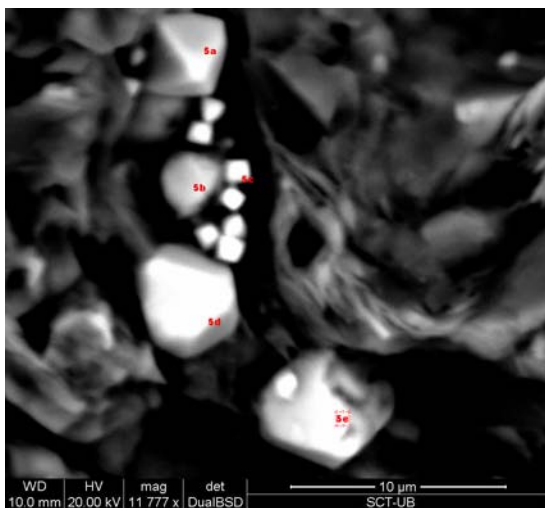


Figura 9.4.6.9. Cristalls de pirita octaèdrics i piritoèdrics.

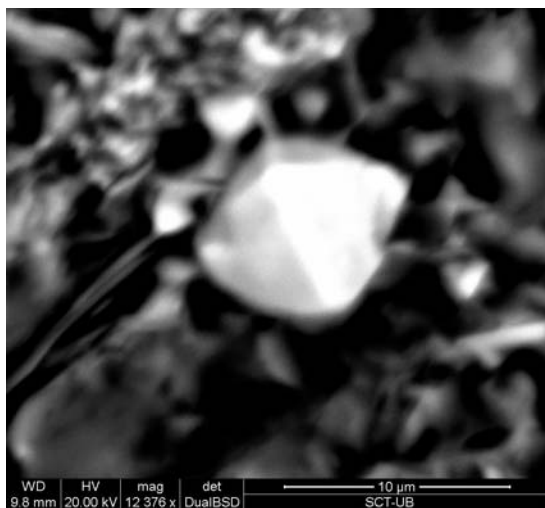


Figura 9.4.6.10. Octaedre de pirita.

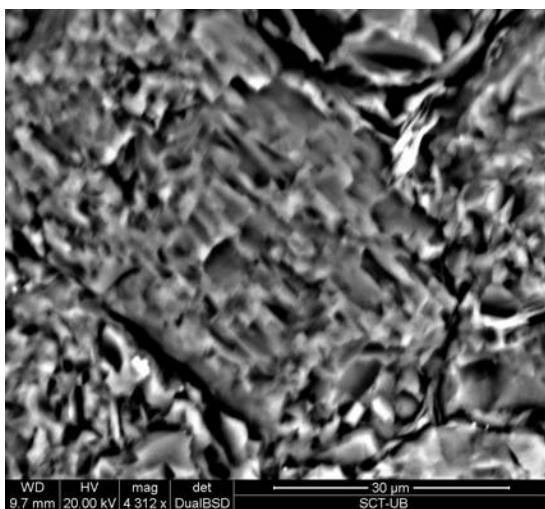


Figura 9.4.6.11. Gra detrític d'albita.

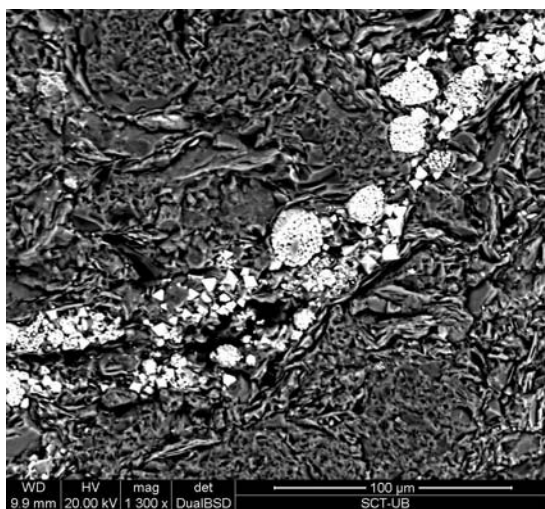


Figura 9.4.6.12. Poliframboid de pirita.

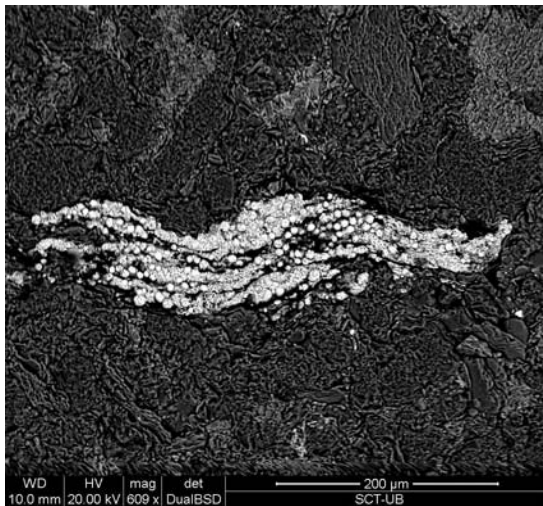


Figura 9.4.6.13. Poliframboid de pirita ocupant un gran porus.

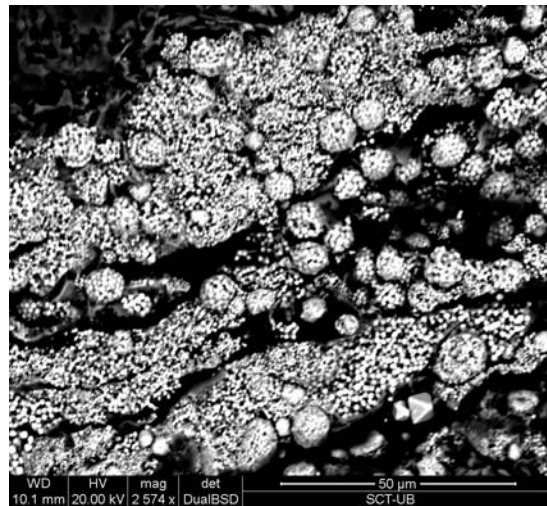


Figura 9.4.6.14. Detall poliframboid de pirita.

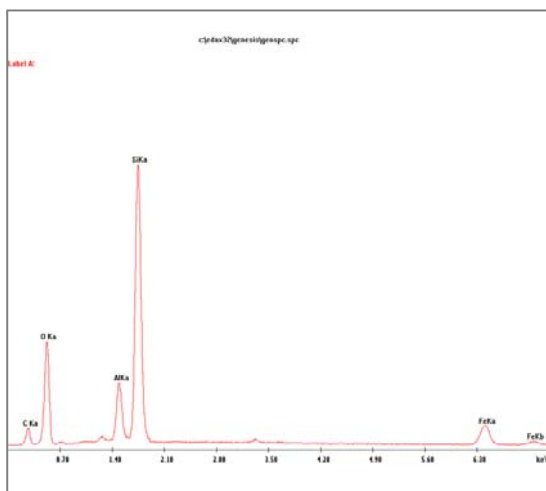


Figura 9.4.6.15. Espectre EDS: clorita.

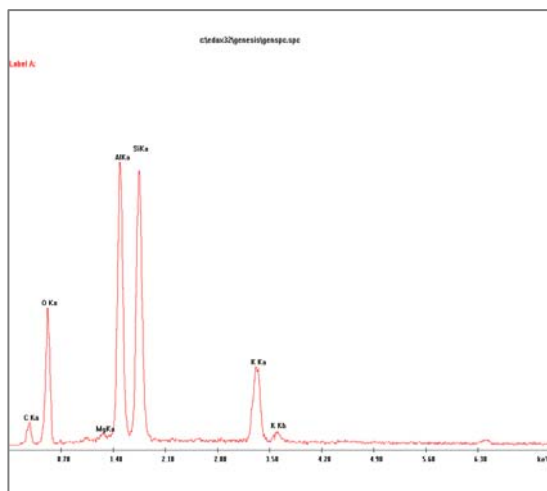


Figura 9.4.6.16. Espectre EDS: moscovita.

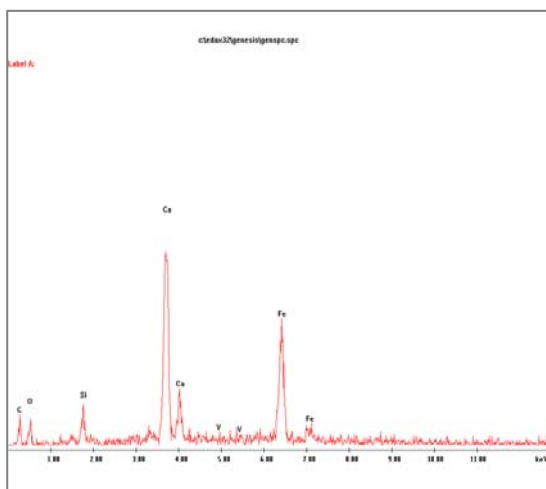


Figura 9.4.6.17. Espectre EDS: ankerita amb silici adjacent.

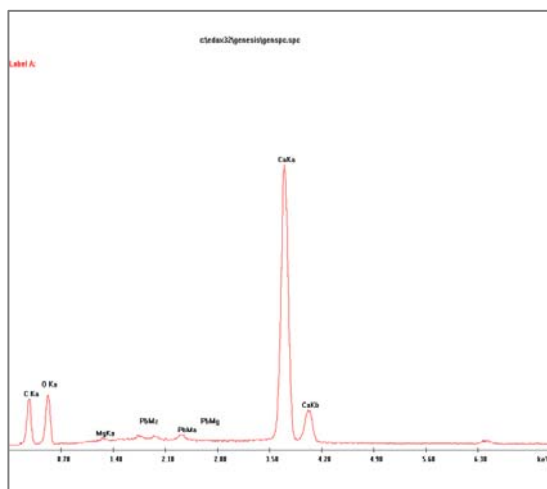


Figura 9.4.6.18. Espectre EDS: calcita.