

Nueva técnica de pegado con resina acrílica para preparar láminas delgadas para microscopía óptica

A. SOLÉ, J. GUILLEN, J. PARGA, J. TIRADOS y M. FERNÁNDEZ

Laboratori de Làmines Primes. Institut de Ciències de la Terra (Jaume Almera), C.S.I.C. y Servei Geològic, Generalitat de Catalunya.
C. Martí i Franqués s/n, 08028 Barcelona.

RESUMEN

Tras un breve análisis de los pegamentos más utilizados en la preparación de láminas delgadas de materiales geológicos con sus ventajas e inconvenientes, se describe un método de encolado rápido y fiable con resina acrílica. Se presenta además un diseño sencillo de una prensa con base de vidrio que permite el paso de la luz ultravioleta indispensable para el endurecimiento de la resina. La preparación de láminas delgadas con diferentes tipos de rocas coherentes y sedimentos y suelos impregnados, así como las pruebas sobre la calidad de las uniones, su resistencia al mecanizado, el índice de refracción de la resina y el envejecimiento, han dado resultados altamente satisfactorios.

Palabras clave: Encolado rápido. Lámina delgada. Resina acrílica. Luz ultravioleta. Prensa transparente.

ABSTRACT

After a short comparative analysis of the most usual bonding techniques for rock thin section preparation, a new fast and reliable bonding technique with acrylic resin is described.

A new design for a U.V. translucent press necessary for both a minimum glue thickness and as a requirement for the acrylic bonding to be completed, is also presented. Tests about thin section quality,

mechanical resistance of the bond, refractive index and ageing performed on different hard rocks and impregnated sediments and soils, have given excellent results.

Key words: Fast bonding. Thin section. Acrylic resin. Translucent Press. UV light.

INTRODUCCIÓN

Una de las etapas obligatorias en la preparación de láminas delgadas de materiales geológicos para su observación con el microscopio petrográfico, es la fijación o pegado de la muestra al vidrio porta-objeto. La finalidad de la fijación de la muestra al porta-objeto es múltiple: permitir que la muestra pueda ser desbastada (adelgazada) y pulida hasta un espesor de 20 μ m a 30 μ m; asegurar la continuidad óptica entre el vidrio porta-objeto y la muestra; permitir la manipulación de la lámina delgada; sin la existencia del porta-objeto el manejo de la muestra adelgazada a 20 μ m o 30 μ m sería imposible.

En la actualidad todas las técnicas de preparación de láminas delgadas ofrecen alternativas para el encolado que se basan en la gran diversidad de pegamentos

disponibles en el mercado. La elección de una u otra técnica y de uno u otro pegamento suele hacerse en base a la naturaleza de la roca y/o a la celeridad y perfección con que se requiere la fabricación de la lámina delgada.

Los pegamentos o aglutinantes se eligen en base a su transparencia, dureza, resistencia de fijación, flexibilidad, isotropía óptica y, por supuesto, por su índice de refracción, que debe ser igual o lo más próximo posible al del vidrio porta-objeto.

La mejor técnica para conseguir un pegado en el que las dos superficies a unir permanezcan rigurosamente paralelas, consiste en que haya un espesor mínimo de cola, lo cual se consigue con la utilización de una prensa para mantener en íntimo contacto las superficies a unir (Murphy, 1986; Guilloré, 1980; Jongerius y Heinzberger, 1975; Wilson, 1980). Este último autor explica la importancia de una unión de «espesor cero» y cómo conseguirla.

Si bien las técnicas de pegado están bastante perfeccionadas, en cambio, es muy difícil encontrar un pegamento rápido, con una elevada transparencia, con un índice de refracción adecuado, una buena resistencia a los mecanizados agresivos y que permita pegar en frío vidrios porta-objeto a todo tipo de materiales.

El más conocido, por ser el primero que se utilizó en Geología, es el *bálsamo del Canadá*. Tiene un índice de refracción igual al del vidrio porta-objeto y una buena transparencia, pero su resistencia a los mecanizados actuales es mediocre y su precio es bastante elevado.

Hoy en día, los aglutinantes termoplásticos, las resinas poliéster y las resinas epoxi son los pegamentos más utilizados en las preparaciones petrográficas. Sin embargo todos ellos presentan ventajas e inconvenientes.

REVISIÓN CRÍTICA DE LOS PEGAMENTOS MÁS UTILIZADOS EN LA PREPARACIÓN DE LÁMINAS DELGADAS

Los *aglutinantes termoplásticos* o barras de cemento de sílice, exigen el calentamiento previo de las piezas a pegar hasta que la «barra» funde por contacto. Este punto suele alcanzarse alrededor de los 70 °C, lo que supone una limitación importante en el pegado de muestras que contengan minerales inestables a dicha temperatura (por ejemplo, el yeso) o bien muestras embutidas en ciertas resinas plásticas que soportan mal el calor. Por otro lado, el control de la temperatura del termoplástico durante el pegado es de gran im-

portancia de cara a obtener una buena resistencia al mecanizado. Los pegados realizados con temperaturas demasiado altas o demasiado bajas suelen dar uniones defectuosas y son la causa de la aparición de burbujas entre la muestra y el porta-objeto.

Las *resinas poliésteres* se presentan en dos o tres componentes separados, cuya mezcla constituye el pegamento propiamente dicho: una resina y un agente endurecedor o catalizador de la reacción, y a veces también un agente acelerador.

La polimerización de la resina es una reacción fuertemente exotérmica que provoca un calentamiento de la muestra, a veces indeseable (ejemplos citados anteriormente). En algunas resinas, las reducciones de volumen pueden causar grietas en la propia cola.

Las proporciones de los componentes, por otro lado, son de una importancia crítica, por lo que si se produce un error en su mezcla la resistencia de la unión no se alcanzará en el tiempo deseado. Además, los tiempos de polimerización varían en función de la temperatura ambiente y de la temperatura a la que se encuentren los objetos a pegar. Para evitar fuertes reacciones exotérmicas es aconsejable disminuir la cantidad de catalizador recomendada por el fabricante, por lo que los tiempos de pegado no pueden ser muy breves, siendo por regla general de varias horas.

Además, la preparación de la mezcla provoca, al agitar con una varilla o con un agitador mecánico, burbujas de aire que si no son eliminadas antes del pegado mermarán la calidad de la lámina delgada o incluso la dejarán inutilizable. El trabajo de eliminación de dichas burbujas mediante vacío es tedioso y alarga el proceso de pegado.

Por otro lado, las resinas poliéster contienen productos volátiles (incluyendo al propio estireno, cuyos vapores son altamente nocivos para la salud) por lo que su manejo no deja de ser peligroso. Sin embargo, las principales ventajas de las resinas poliéster son su elevada transparencia y su bajo costo.

Las resinas epoxi se presentan en general como dos componentes de viscosidad media, transparentes o ligeramente amarillentos: una resina y un endurecedor o catalizador. Son los pegamentos que, una vez polimerizados, presentan una mayor resistencia. También tienen la ventaja de presentar una reducción de volumen muy pequeña. Al igual que las resinas poliéster, las proporciones de los componentes son de una importancia crítica. Los tiempos de polimerización también están en función de la temperatura; a temperatura ambiente los tiempos de curado suelen ser muy largos, entre 6 y 12 horas. Otra desventaja es su índice de refracción ligeramente superior al del vidrio, lo que provoca la correspondiente distorsión de los colores de interferencia. La introducción de burbujas de aire

en las mezclas es aquí particularmente molesta y difícil de evitar, debido a la mayor viscosidad que, en general, presentan dichas resinas respecto a las poliéster. La colocación de las mezclas bajo vacío durante unos minutos llega a solventar este problema si bien no deja de ser una operación engorrosa y larga.

NECESIDAD DE PROBAR UN TIPO DE PEGAMENTO MÁS RÁPIDO

Al establecerse en 1987 el Laboratorio de Láminas Delgadas que mantienen conjuntamente el Institut de Geologia Jaume Almera y el Servei Geològic de la Generalitat, una de las primeras preocupaciones fue la de conseguir láminas delgadas de calidad mediante un sistema de preparación lo suficientemente rápido para atender la considerable demanda de láminas delgadas y bloques pulidos por parte de los usuarios de las dos instituciones.

Debido a las limitaciones impuestas por las resinas poliéster y epoxi, se decidió experimentar con las resinas acrílicas más modernamente desarrolladas disponibles en el mercado. Las resinas acrílicas se presentan como un producto mono-componente, transparente y de viscosidad media-baja. Están constituidas por una mezcla de metacrilatos y ácido acrílico en proporciones que varían según los fabricantes.

Tienen la mayoría de ventajas que presentan las resinas poliéster y epoxi en cuanto a transparencia, índice de refracción y resistencia mecánica a la tracción y sin embargo no presentan los inconvenientes de aquéllas: por ser una resina monocomponente, que polimeriza rápidamente al ser expuesta a una fuente de rayos U.V. de onda larga, en su endurecimiento no intervienen ni dosis de catalizadores ni temperaturas.

Su única limitante reside en la necesidad de una fuente de luz ultravioleta para su endurecimiento. La luz solar podría cumplir con este requerimiento, pero las longitudes de onda de su espectro ultravioleta no son las adecuadas para una polimerización rápida.

En este artículo se propone un método para minimizar este inconveniente y poder aprovechar todas las ventajas de este tipo de resina.

Para ello se utilizó la resina acrílica «Loctite 358», de la que se comprobó el índice de refracción (en una muestra endurecida y pulida) con un refractómetro «Rayner», obteniéndose 1,513 valor muy similar al que presenta el vidrio porta-objeto y que es de 1,517.

Tras esta comprobación se diseñó, un dispositivo que permitiera la unión de la muestra con el vidrio

porta-objeto, juntamente con una fuente de luz ultravioleta para el endurecimiento de la resina acrílica.

DISEÑO Y EXPERIMENTACIÓN DE UN NUEVO TIPO DE PRENSA

Diseño

De acuerdo con la información proporcionada por el fabricante de la resina acrílica utilizada en cuanto a requerimientos de luz ultravioleta (la «Loctite 358» polimeriza con una radiación centrada en 365 nm procedente de cualquier fuente de rayos UV) y siguiendo los criterios ya establecidos para conseguir un pegado idóneo para la fabricación de láminas delgadas (Murphy, 1986; Jongerius y Heintzberger, 1975; Guillore, 1980; Wilson, 1980), se ha diseñado un aparato sencillo que combina una prensa con una fuente de rayos U.V.

Para el diseño de la prensa se ha tomado en consideración un modelo clásico de prensa en el que la presión es ejercida por un muelle. La base de la prensa, sin embargo, en vez de ser metálica, es de vidrio transparente y capaz de dejar pasar radiación UV. El espesor del vidrio, 19 mm, se ha elegido en función de proporcionar la suficiente resistencia al conjunto y a la vez evitar una excesiva absorción de la radiación UV por parte del vidrio.

Como fuente de luz UV, se ha utilizado una lámpara de vapor de mercurio de 125 W cuyo funcionamiento exige una reactancia y un condensador. En nuestro caso particular la lámpara ha sido desprovista de su envuelta de vidrio externa para facilitar su cabida en la caja. Alternativamente se puede utilizar un tubo de 8W de los llamados de «luz negra».

La Figura 1 presenta el aspecto general del aparato diseñado y construido por los autores en el Laboratorio de Láminas Delgadas.

Procedimiento de pegado

1) Tras la limpieza de las muestras a pegar, se coloca una pequeña cantidad de resina acrílica sobre una cara pulida y limpia colocada plana.

2) Se coloca por encima de la resina la cara de un vidrio porta-objeto preferentemente esmerilado y, mediante una ligera presión sobre el vidrio, se esparce la resina por toda la superficie.

3) Se coloca sobre la cara limpia del porta-objeto una hoja de polietileno transparente (de bolsa de plás-

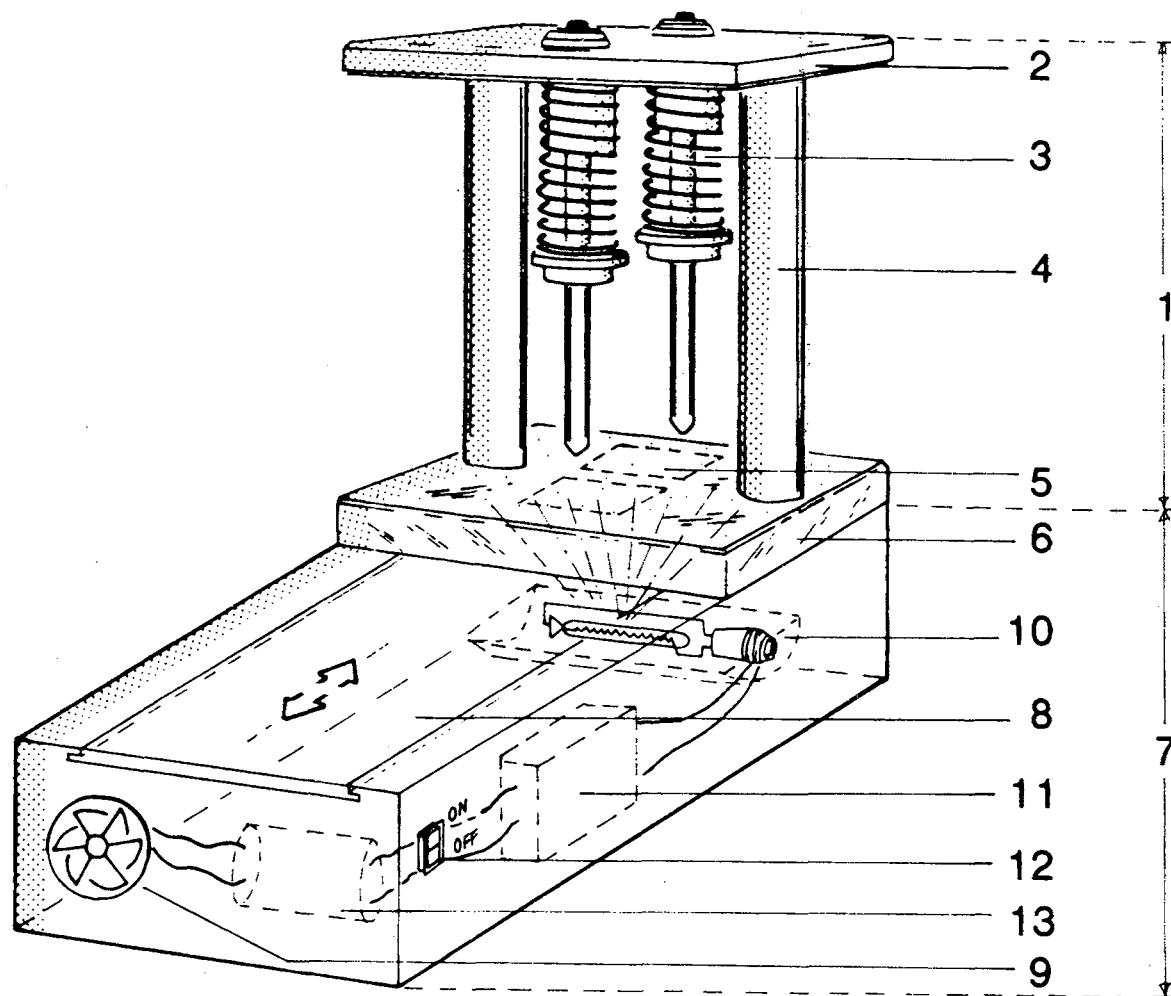


Figura 1.- Dispositivo para el encolado de vidrios portaobjeto a superficies rectificadas de rocas u otros materiales consolidados. Está formado por una prensa con base de vidrio, 1, que se coloca sobre una fuente de luz ultravioleta, 7. Se observan los elementos siguientes: 1: prensa con base de vidrio. 2: placa metálica de soporte para las barras, 4, y los resortes, 3, de la prensa. 3: resortes para ejercer una presión sobre las muestras en el proceso de encolado. 4: barras de aluminio duro que sirven de soporte. 5: posición en que se colocan los portaobjetos a encolar; pueden colocarse bien dos vidrios estandar 28 mm x 48 mm o bien uno 48 mm x 70 mm. 6: base de vidrio «blanco», transparente, de 90 mm x 150 mm y 19 mm de grosor. 7: fuente de luz ultravioleta incluida en una caja de aluminio (290x290x105 mm) con los elementos siguientes: 8: tapa corredera. 9: ventilador para evacuar el exceso de calor que desprende la lámpara. 10: lámpara U.V. 11: reactancia. 12: mando interruptor. 13: condensador.

Figure 1.- Device for bonding glass slides to flat surfaces of rocks or other consolidated materials. It is made of a spring press with a glass base, 1, assembled on a UV source, 7. The following items form the whole assemblage: 1: press with a glass base. 2: metal base to maintain the holding bars, 4, and the springs, 3. 3: springs to exert a pressure for the «minimum» bonding operation. 4: hard aluminium bars. 5: glass slides positions; the press has been designed to hold either two 28x48 mm slides or one 48x70 mm slide. 6: «white», translucent, glass base, 90x150 mm, 19 mm thick. 7: U.V. source enclosed in an aluminium case (290x290x105 mm) with the following items: 8: sliding covers. 9: fan for adequate ventilation. 10: U.V. lamp. 11: reactance, 12: switch, 13: condenser.

tico fino), con un doble proposito: primero, para evitar el contacto directo entre el vidrio de la prensa y el portaobjeto y segundo, evita que la resina que llegue a fluir de la unión se pegue a la base de la prensa.

4) Se coloca el conjunto hoja de plástico-portaobjeto-muestra en la prensa y se fija en su lugar de pegado definitivo. Se deja durante 2 minutos con la finalidad de que la presión del muelle pueda ejercerse durante suficiente tiempo para conseguir un espesor de resina mínimo. Este tiempo puede reducirse o ampliarse según la fuerza ejercida por el muelle.

5) Al cabo de los 2 minutos o del tiempo que se considere óptimo en obtener un espesor de cola mínimo, se abre la tapa corredera (fig. 1) para dejar pasar la luz ultravioleta y se comienza a contar el tiempo de polimerización o pegado propiamente dicho. Se ha comprobado que para un espesor de vidrio de 19 mm, y con la lámpara de vapor de Hg de 125 W, son necesarios 30 segundos, siempre y cuando la lámpara esté ya caliente. Si la lámpara lleva menos de cinco minutos encendida, el tiempo debe ser algo mayor. Sin la utilización del vidrio-prensa, el tiempo de polimerización se reduce a apenas 10 segundos, aunque no se consigue un espesor de pegamento totalmente homogéneo.

6) Al finalizar el tiempo de exposición a los rayos UV, se cierra la trampilla de luz UV y se sacan las muestras.

Ensayos efectuados

Se prepararon varias láminas delgadas con los siguientes materiales:

- granito totalmente coherente.
- caliza coherente.
- limolita calcarea escasamente consolidada.
- sedimento lacustre no consolidado, impregnado con una resina poliéster.
- suelo agrícola impregnado con una resina poliéster.

Cada muestra de diferente material, por duplicado, fue sometida a dos procesos paralelos de preparación de lámina delgada:

1) Adelgazamiento a 1 mm del bloque mediante corte con una sierra diamantada y posterior proceso de desbastado-rectificado mediante una muela vertical con corona de diamante, todo ello con una máquina Discoplan II de Struers, hasta alcanzarse un espesor de 30 μ m en la lámina delgada.

2) Adelgazamiento a 1 mm del bloque mediante corte con una sierra diamantada Logitech CS-10 y posterior proceso de lapeado sobre un plato automáti-

co Logitech LP-30, hasta un espesor programado de la lámina delgada de 20 μ m.

RESULTADOS

Utilizando el protocolo de pegado anteriormente descrito con los dos métodos de fabricación mencionados, la calidad de las láminas delgadas obtenidas fue excelente. Después de haber transcurrido algo más de un año desde su fabricación, las láminas delgadas no presentan ninguna señal de despegarse.

Después de los ensayos iniciales, se ha seguido utilizando el método descrito durante más de un año, habiendo sido en todos los casos el encolado muy satisfactorio.

Si bien la utilización de resina acrílica en la fabricación de láminas delgadas da unos resultados excelentes, es conveniente tener en cuenta algunas recomendaciones:

No es aconsejable utilizar lámparas UV que emitan ondas inferiores a 300 nanómetros ya que la radiación de ondas inferiores no activa la polimerización del adhesivo y además puede ser dañina para la piel: concretamente, las $\lambda < 320$ nm producen enrojecimiento de la piel y posibles quemaduras (Matelsky, 1968).

Sin embargo, el particular diseño del aparato evita la exposición innecesaria a los UV.

CONCLUSIONES

Tras un breve análisis de los pegamentos más utilizados en la preparación de láminas delgadas para su examen con el microscopio petrográfico, se ha presentado una resina acrílica y un nuevo modelo de prensa con los que se consigue un pegado impecable en un tiempo muy breve.

La utilización de la resina acrílica durante más de un año en diversos tipos de rocas, empleando dos métodos de fabricación de láminas delgadas diferentes (rectificado con muela de diamante y lapeado sobre plato), ha permitido aumentar la calidad de las láminas delgadas producidas en un tiempo menor.

Sin embargo, es aconsejable tener en cuenta las precauciones de rigor sobre la exposición innecesaria a la luz ultravioleta para evitar posibles problemas cutáneos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen las colaboraciones desinteresadas de Salvador Martínez en la medición del índice de refracción y de J. Servando Chinchón en la revisión del manuscrito.

BIBLIOGRAFÍA

ANÓNIMO, 1971: Preparación de Secciones Petrográficas. *Metal Digest*, vol. 12/13, n 1E, Buehler Ltd., Evanston, Illinois, 31 p.

GUILLORE, P., 1980: *Méthode de fabrication mécanique et en serie des lames minces*. CNRS y INAP-G, Dept. des Sols, 78850 - Thiverval-Grignon, 22 pp.

JONGERIUS, A. y HEINTZBERGER, G., 1975: Methods in soil micromorphology. A technique for the preparation of large thin sections. *Soil Survey Papers* No. 10. Neth. Soil Survey Inst., Wageningen, 48 pp.

MATELSKY, I., 1968: The non-ionizing radiations. *Industrial hygiene highlights*, 1, 140.

MURPHY, C.P., 1986: *Thin section preparation of soils and sediments*. A.B. Academic Publishers, Berkhamsted, England, 149 p.

WILSON, R.B., 1980: Preparation of microscope slides of rocks, minerals and other research materials. Logitech Ltd. technical note, 12 p.

Recibido, noviembre 1989