

MARIA FIORENTINI POTENZA

SVILUPPI DELLA MICRORADIOGRAFIA ELETTRONICA
SULLE SEZIONI SOTTILI E LUCIDE (*)

In questa nota esporrò un procedimento per effettuare contemporaneamente più microradiografie di sezioni lucide e sottili; cercherò quindi di illustrare risultati ottenuti con alcuni esempi di applicazione.

L'irraggiamento contemporaneo di più campioni su una stessa lastra rappresenta un discreto affinamento della tecnica microradiografica che permette di sfruttare di più le possibilità della microradiografia elettronica, come mezzo di indagine sussidiario allo studio ottico; col l'irraggiamento contemporaneo di un campione oggetto col suo campione di confronto si ottengono le due relative immagini sulla stessa lastra identicamente irradiate e sviluppate, e quindi fotometrabili.

L'irraggiamento del campione singolo si può tuttavia sempre usare necessitando urgenza per un certo campione, o in analoghe circostanze, solo, però, che vi si debbano osservare strutture o distribuzioni di minerali. L'irraggiamento singolo ha anche un certo numero di svantaggi economici e manuali sull'irraggiamento collettivo ad es. il taglio della lastra, il consumo di corrente, l'impegno prolungato del generatore, e gli ingredienti rivelatori ecc.

Per queste ed altre ovvie ragioni di economia oltre la più importante di cui sopra, si è studiato il modo di cementare insieme mediante gesso, diversi campioni di roccia. Il procedimento è il seguente: se i minerali in studio sono opachi la microradiografia accompagna lo studio in luce riflessa ed allora si prepara una normale sezione lucida di ciascuno dei campioni da radiografare senza portarli però alla lucidatura completa con ossidi, ma lasciandoli smerigliati fino allo smeriglio 1000. Si prepara intanto una piastrella di gesso del formato più grande possibile, compatibilmente con le dimensioni delle lastre (nel nostro caso 9×12) e della finestra del generatore di raggi X. Prima che il gesso sia

(*) Lavoro eseguito sotto gli auspici e con il contributo finanziario del C.N.R.

indurito vi si immergono le sezioni piane suddette in modo che le loro facce preparate affiorino di 4 o 5 mm dalla superficie della mattonella di gesso; parallele ai lati della mattonella si immergono anche quattro strisce di vetro affioranti di circa 5 mm, come mostra la fotografia 1; queste strisce hanno la funzione di proteggere il « piano » durante l'operazione di accurata rettifica che si compirà a gesso asciutto. Quindi, sempre prima che il gesso sia completamente duro, si parificano grossolanamente i dislivelli fra le superfici delle sezioni affioranti, premendo il tutto delicatamente contro una lastra di vetro ben piana, o altro piano qualsiasi.

Fatto ciò si lascia indurire ed asciugare la mattonella di gesso indi si vernicia lo spazio di gesso che circonda le sezioni con una qualsiasi vernice impermeabile, per evitare che durante la rettifica il gesso assorba l'acqua della poltiglia di smeriglio.

A questo punto si procede alla rettifica del mosaico così ottenuto con smeriglio 1000 e poi con smeriglio M 303 e 1/2, su piani di vetro accuratamente rettificati secondo il procedimento descritto in una precedente nota (1).

Quando le superfici delle sezioni componenti il mosaico giaceranno in un piano praticamente perfetto, il mosaico potrà essere adattato alla lastra radiografica così che il tragitto dei fotoelettroni dal minerale all'emulsione sia il più breve possibile per tutte le sezioni incorporate nel gesso. Solo in tal modo si otterranno immagini fotoelettroniche detagliate dei minerali, immagini che sopporteranno anche notevoli ingrandimenti fotografici.

Il mosaico di radiografie di più campioni eseguite su una stessa lastra risparmia tempo, materiale sensibile, bagni di sviluppo, corrente, consumo del tubo eccetera, ma il maggior vantaggio agli effetti della ricerca è che, consentendo sviluppo e fissaggio rigorosamente costanti su diversi campioni radunati, permette una perfetta taratura fotometrica della lastra, indispensabile quando si voglia usare la microradiografia per ricerca del contenuto in elementi vicarianti in un determinato minerale.

Se i minerali in esame sono invece trasparenti, la microradiografia si accompagna allo studio in luce trasmessa ed in questo caso allora si dispongono le sezioni sottili scoperte una affiancata all'altra, in più

(1) FIORENTINI POTENZA M., « Segnalazione di una tecnica per ottenere sezioni sottili di grande formato ». Boll. Soc. Geol. It., 1957, in corso di stampa.

file, sulla lastra radiografica, previamente sistemata al suo posto nella camera radiografica.

Le sezioni sottili così ordinate non si muoveranno parallelamente alla lastra, arrestate dai lati giustapposti dei loro portaoggetti, mentre verranno protette da eventuali allontanamenti dalla lastra mediante un grosso tampone di gomma piuma avente la forma della camera e spessore conveniente affinché il fermacampione a molle, incorporato nella camera stessa, mantenga la giusta pressione delle sezioni sottili sulla lastra.

Per questi esperimenti è stato appositamente progettato un prototipo di camera microradiografica con le seguenti caratteristiche: formato effettivo 9×12 , telaio portafiltri che permette la sostituzione o l'aggiunta di filtri, mantenendo l'impermeabilità alla luce. Coperchio a cardine con chiusura a tenuta di luce fatta con scanalature e guarnizioni di gomma. Nel coperchio stesso è incorporata una pressa fermacampione che avanza a vite e mantiene la pressione necessaria fra il campione e la lastra mediante quattro piedini molleggiati. La camera è in lamiera di alluminio di cm 0,5 di spessore, poichè metalli a più alto peso atomico provocherebbero fluorescenze fotoelettriche secondarie nell'interno della camera le quali alterano il « fondo » naturale della lastra. La camera (fig. 2) è stata costruita nelle Officine Zacchi di Milano, per cortese concessione dell'Ing. Emilio Zacchi che ci ha messo a disposizione personale specializzato.

Accennerò ora, riassumendoli, ad alcuni risultati ottenuti con l'applicazione del procedimento descritto sopra.

Un « cuneo » per la taratura delle emulsioni Gevaert Lippman e Kodak M. R. è stato dunque fatto in mosaico. Questo cuneo è composto da 15 piccoli frammenti di minerali, scelti fra i più comuni ed allineati in due file in ordine decrescente di numero atomico dell'elemento principale. Le due file di minerali sono state cementate con Araldite e poi inglobate nella mattonella di gesso. Nell'ordine suddetto i frammenti sono: uraninite, galena, cinabro, wolframite, antimonite, celestina, arsenico nativo, blenda, enargite, niccolite, cobaltina, magnetite, braunite, cromite, rutilo.

Di questi è stata eseguita una microradiografia su lastra Kodak Max/Res. e una su lastra Gevaert Lippman che è raffigurata nella foto 3. Le condizioni per ambedue le lastre sono state le stesse: 200 KV, 10 mA, 5', anticatodo di W, filtri Cu 2 mm, Al 5 mm; ma dato che la sensibilità delle due lastre è molto differente (le Lippman più dure,

le Kodak più molli) si è dimostrato che scegliendo opportunamente la sensibilità delle emulsioni si possono distinguere tra di loro o gli elementi leggeri, o gli elementi di medio peso atomico o gli elementi pesanti. Infatti nella foto 3 l'intensità fotoelettrica dell'uraninite, galena, cinabro e wolframite non sono molto differenziate tra di loro mentre lo sono le intensità di tutti i minerali dell'altra fila.

Nella lastra Lippman i primi quattro suddetti minerali sono differenziati come intensità. E' opportuno avvertire che le differenze d'intensità di fluorescenza elettronica, ben rilevabili sulle lastre microradiografiche, sulle quali si possono effettuare anche misure fotometriche quantitative, risultano notevolmente attenuate nelle illustrazioni in seguito alla stampa su carta e alla successiva riproduzione zincografica, tanto che il cliché della lastra Lippman non è stato riprodotto e quello della Kodak (foto 3) annesso alla presente nota può sembrare scarsamente espressivo a prima vista.

Consideriamo ora la microradiografia in lastra Kodak, (foto 3) che è la più completa. L'osservazione più generale che vi si può fare è che gli annerimenti (bianchi nella foto positiva) sono quasi regolarmente decrescenti dall'uraninite al rutilo; diciamo *quasi* regolarmente perchè in realtà la diminuzione di annerimento presenta ora *cadute* ora *rallentamenti*; ciò è ovvio perchè nel mosaico non è inglobato un minerale per ogni casella della tavola di Mendelejeff, ma si ha ad esempio un salto dal Sb^{51} allo Sr^{38} , mentre si osserva un giusto rallentamento dal Cu^{29} al Ni^{28} al Co^{27} al Fe^{26} .

Ma l'irregolarità nel decremento di intensità di fluorescenza in foto n. 3 mostra altre anomalie più importanti con esempi di retrocessione nell'annerimento. Così la celestina mostra minor fluorescenza di elettroni dell'arsenico nativo non ostante il maggior numero atomico del catione (Sr^{38} , As^{33}); analogamente la niccolite (Ni^{28}) appare più fluorescente dell'enargite (Cu^{29}). Vediamo però la composizione chimica teorica di questi minerali. La celestina contiene teoricamente il 47,71% di Sr, mentre l'arsenico nativo contiene circa il 99% di As.

E' a dire che il reticolo cristallino dell'arsenico nativo ha una maggior densità specifica di elettroni nel reticolo della celestina ($SrSO_4$). Similmente la niccolite è composta: $Ni = 43,93\%$, $As = 56,07\%$, mentre la enargite ha: $Cu = 48,42\%$, $As = 19,01\%$, $S = 32,5\%$. Cioè nella niccolite l'elevato contenuto di As aumenta la densità elettronica specifica del reticolo, rendendola superiore alla densità specifica di elettroni del reticolo dell'enargite, che è dovuta invece al $Cu + As + S$.

Le osservazioni svolte hanno permesso di confermare ancora una volta che la microradiografia elettronica è sensibile ai vari pesi atomici e, tenuto conto della specifica densità reticolare, distingue metalli di vicino numero atomico come Fe, Co, Ni.

In seguito a tale risultato sono iniziate e sono tutt'ora in corso ricerche fotometriche quantitative sull'influenza di elementi vicarianti nelle serie di minerali isomorfi e sulle possibilità di riconoscimento dei vari minerali di uno stesso elemento.

Per ottenere un perfetto cuneo densitometrico dell'emissione fotoelettronica si dovrebbero allineare frammenti di tutti gli elementi puri, ma si avrebbe solo una superflua verifica della nota teoria dell'effetto fotoelettrico (1).

Per usufruire invece della microradiografia elettronica come mezzo sussidiario allo studio ottico dei minerali e delle rocce è assai più utile costruirsi una collezione il più numerosa possibile di piccoli frammenti dei più comuni minerali opachi e trasparenti: uno o più di essi potranno essere inseriti nel gesso insieme al campione in studio, per il confronto fotometrico delle intensità.

Microradiografie elettroniche eseguite su sezioni lucide e sottili scoperte di uno stesso campione hanno rivelato che, a parità di condizioni di operazione, la radiografia sulla sezione lucida è perfettamente uguale alla radiografia in sezione sottile scoperta; teoricamente ciò era dato per certo, poichè sono i primi pochissimi strati atomici del minerale che riescono a liberare elettroni capaci di uscire dal materiale superando il frenamento degli strati atomici soprastanti: cioè lo spessore di roccia che dà la propria immagine elettronica è al massimo di qualche micron.

L'altro uso della microradiografia è lo studio della struttura della roccia o l'esame panoramico della distribuzione di determinati minerali in essa. A tale proposito microradiografie eseguite su campioni di varie zone in studio hanno portato al rinvenimento di diversi minerali di Pb, Ba, ecc. come solfati e carbonati, che sono trasparenti e che soprattutto a causa della loro rassomiglianza con alcuni comuni minerali delle rocce, sarebbero passati inosservati in sezione sottile. I dati relativi saranno tuttavia specificati nella descrizione delle zone in studio.

A titolo di esempio la fotografia di una microradiografia elettronica

(1) FIORENTINI M., *La microradiografia elettronica come mezzo di indagine complementare nello studio dei giacimenti minerali* - « Rend. Soc. Min. It. », anno XIII, pp. 251-264, Pavia, 1957.

di un campione di milonite uranifera, proveniente dalla zona della Brenva (Monte Bianco), gentilmente inviato dal dott. Paolo Baggio del CNRN, che ha in corso ricerche nella zona e che ha cortesemente concesso la pubblicazione delle osservazioni che seguono.

Nella foto 4 il grigio più scuro (idiomorfi ghiandolari) è rappresentato da un plagioclasio acido, il grigio plumbeo indica un silicato calcico o potassico, mentre il grigio bianco ad intensità molto variabile nelle sottili venature che interessano gli elementi idiomorfi quasi neri di plagioclasio sodico è dovuto al contenuto piccolo e variabile di uranio. Si osservi come la radiografia mette in evidenza che il fenomeno delle sottili venature a basso tenore di uranio interessa soltanto il plagioclasio sodico. Infine il bianco splendente, che rappresenta il minerale di uranio, forma dei corpuscoli di impregnazione di varia grossezza, spesso raggruppati in sciami, piuttosto omogeneamente dispersi nella massa del feldispato, ma assai più rari nel plagioclasio acido.

La diagnosi del minerale di Uranio non è ancora possibile con questo metodo dato che mancano le relative tarature.

* * *

Le microradiografie elettroniche sono state effettuate con una nuova apparecchiatura da 200 Kv e 12 mA, appositamente progettata e costruita dalla F.A.R.N.U.M.E.D. di Milano. Mi è gradito ora ringraziare gli ingegneri Ferrari e Alderighi titolari della società, che hanno messo a disposizione dell'Istituto di Mineralogia l'apparecchiatura roentgen.

Milano, ottobre 1957, Istituto di Mineralogia dell'Università.

SPIEGAZIONE DELLA TAVOLA I

Fig. 1. — Esempio di una mattonella di gesso includente alcune sezioni rettificata, pronte per essere irradiate. Lungo i lati le quattro liste di vetro protettive.

Fig. 2. — Camera microradiografica prototipo, formato 9×12 , con telaio per filtro intercambiabile, e avanzamento del campione a pressione realizzato con vite esterna e piastra interna con piedini molleggiati.

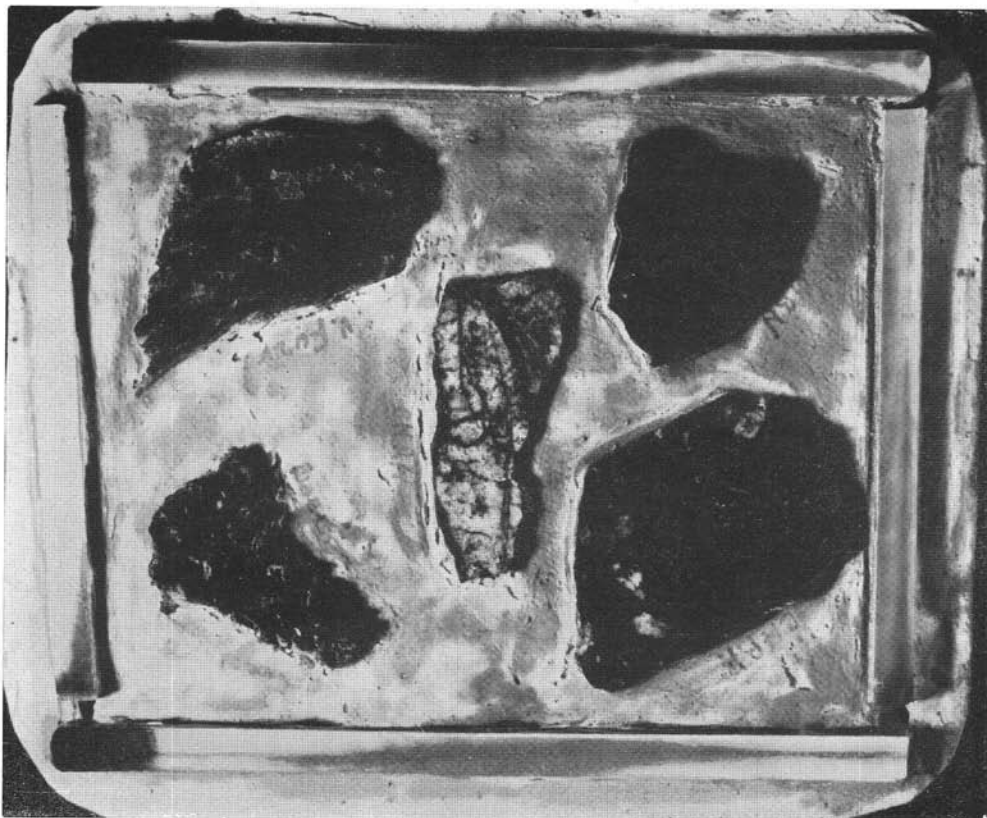
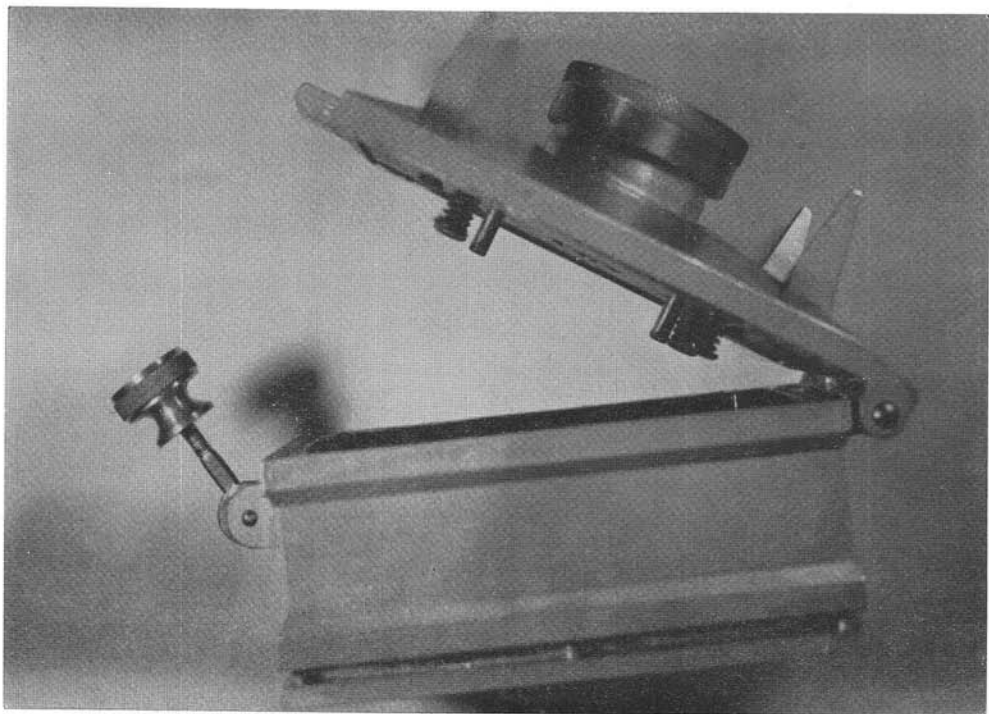


Fig. 1



SPIEGAZIONE DELLA TAVOLA II

Fig. 3. — Cuneo densitometrico della fluorescenza elettronica di una serie di minerali con elementi a peso atomico decrescente dal numero uno al numero quindici: 1 uraninite, 2 galena, 3 cinabro, 4 wolframite, 5 antimonite (aggetti), 6 celestina, 7 arsenico nativo, 8 blenda, 9 enargite, 10 niccolite, 11 cobaltina, 12 magnetite, 13 braunite, 14 cromite, 15 rutilo.

Fig. 4. — Microradiografia di un campione di milonite uranifera del M. Bianco, in studio da parte del CNRN. Sezione lucida rettificata, lastra Kodak M. R., $\times 10$. Ghiandole grigio scure idiomorfe = plagioclasio acido; grigio piombo = feldispato potassico; venature chiare ad intensità variabile = contenuto piccolo ma variabile di Uranio; bianco = minerale di Uranio. Spiegazione pag. 6.

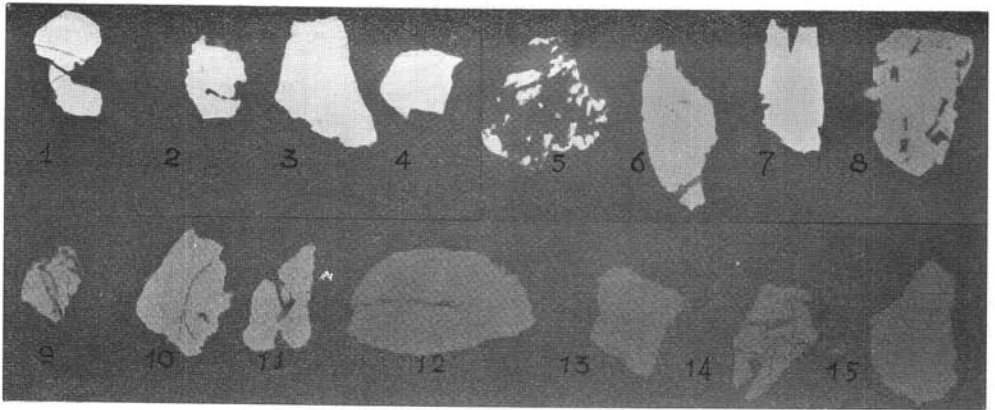


Fig. 3

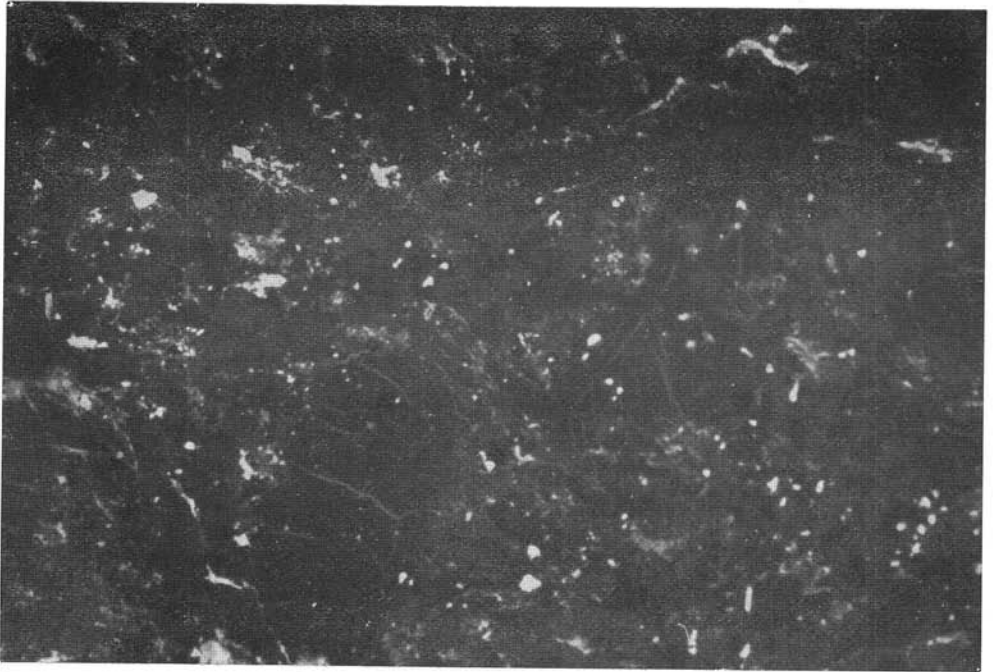


Fig. 4