

OBTENCION DE SECCIONES PULIDAS EN MUESTRAS GRANULADAS UTILIZADAS EN LA TOMA DE MEDIDAS DE REFLECTANCIA

C. MARCOS y D. MOREIRAS

TRABAJOS DE
GEOLOGIA



Marcos, C. y Moreiras, D. (1984).—Obtención de secciones pulidas en muestras granuladas utilizadas en la toma de medidas de reflectancia. *Trabajos de Geología*, Univ. de Oviedo, 14, 217-220.

Se describen detalladamente las condiciones en las que se han de efectuar los diferentes procesos de preparación, montaje, desbaste, pulido y control de calidad de pulido, para la obtención de secciones pulidas sobre muestras granuladas, en las que se efectuaron medidas de reflectancia.

The conditions in what the different processes, preparation, mounting, grinding, polishing and polishing quality control, has to be performed are described in detail, in order to obtain polished sections of granulated samples, in which measurement of reflectance have been made.

Celia Marcos y Dámaso Moreiras, Departamento de Cristalografía y Mineralogía Universidad de Oviedo. Manuscrito recibido el 15 de marzo de 1984.

La obtención de superficies pulidas representa una parte importante de la técnica de microscopía de minerales opacos, y, en especial, de medidas cuantitativas por reflexión.

Dado que la reflectancia es una propiedad que varía con la dirección cristalográfica, excepto en los materiales pertenecientes al sistema cúbico y las sustancias amorfas, es necesario disponer de secciones orientadas para poder obtener las reflectancias principales. Sin embargo, la mayor parte de las veces no se dispone de ejemplares bien cristalizados, estando ausentes o poco desarrolladas aquellas secciones necesarias para obtener los valores principales de la propiedad a la que hacemos referencia. Esta dificultad puede subsanarse disponiendo de muestras granuladas. Se entiende como muestra granulada ideal un conjunto indefinido de partículas, granos de mineral en este caso, desorientadas al azar unas respecto a otras. Una superficie pulida de una muestra granulada secciona un número indeterminado de granos de mineral orientados al azar. Este número debe ser suficientemente elevado para que pueda considerarse que la superficie pulida es representativa del mineral en estudio.

El número de técnicas de pulido es muy numeroso y la elección de la misma debe estar

condicionada a la naturaleza del mineral y objeto del estudio del mismo (para mayor información sobre las distintas técnicas ver Freund 1966; Hallimond 1970; Taggart 1977).

En la elaboración de una superficie pulida, cualquiera que sea el método elegido, pueden distinguirse las siguientes etapas:

- preparación
- montaje
- desbaste
- pulido

A continuación se describe las condiciones en las que se han de efectuar estos procesos que nos permiten obtener secciones pulidas con las características que requiere la toma de medidas precisas de reflectancia en muestras granuladas.

A) *Preparación.*—Las muestras granuladas se han obtenido mediante fracturación de la muestra mineral original utilizando un mortero de ágata. Con esta técnica se produce una segregación en tamaños de grano que hemos eliminado separando, con un tamiz, aquellos granos con un diámetro superior a 2 mm. e inferior a 1 mm.

B) *Montaje.*—Los fines diversos para los cuales se desea conseguir una superficie pulida influyen en la manera de montar la muestra en

una resina y en la manera de pulir. En nuestro caso es muy importante conseguir superficies lisas exentas de relieve y huecos.

Con el objeto de evitar cualquier efecto secundario que pudiera sufrir el mineral se ha empleado una de las resinas que polimerizan a temperatura ambiente. En este caso la resina utilizada es la suministrada con el nombre comercial ESTRATIL 2195; se trata de una resina líquida de poliéster que lleva incorporado el acelerante, de reactividad media y viscosidad baja, utilizando como catalizador peróxido de metil-etil cetona en proporciones de 0.25-0.4 partes por 100 de resina. El tiempo de gel será del orden de 40 minutos, aunque es conveniente dejarlo durante algún tiempo más para asegurar la catálisis.

Al trabajar con granos sueltos se ha visto que la zona entre granos, constituida por la resina empleada para el montaje y generalmente más blanda que el mineral, es la primera en sufrir la erosión, la cual provoca una curvatura en los bordes de grano, pudiendo afectarles en su totalidad. Con el fin de eliminar la posibilidad de que se produzca la curvatura hemos optado por mezclar los granos minerales, en un número no muy elevado, con un poco de resina y verterlos en la parte central del fondo del molde de plástico, dejándolos reposar un tiempo prudencial, al cabo del cual se derrama el resto de la resina hasta formar una probeta de una altura no superior al centímetro. Esta operación puede repetirse hasta lograr el número de granos necesarios para considerar la muestra representativa de una serie definida de secciones de mineral orientados al azar.

C) *Desbaste*.—El fin de esta etapa es producir una superficie plana y libre de cavidades profundas en la misma, cuya desaparición resultaría difícil en etapas posteriores de pulido.

Nuestra experiencia adquirida en la preparación de superficies pulidas de muestras granuladas, en nuestro laboratorio, nos ha demostrado que con este proceso realizado manualmente y en la forma descrita por López-Soler *et al.* (1971) no se consiguen, de forma satisfactoria, los objetivos ya descritos en esta etapa. Por ello se ha optado por realizar este proceso de forma automática, con una máquina Kent MK 2A de la casa Engis (Inglaterra), utilizando polvos de carborundum de granulometría 1000, espolvoreados sobre cubierta de papel y agua como

lubricante. De acuerdo con las características de cada mineral se coloca un contrapeso en el vástago superior del brazo portador de muestras, con el fin de obtener la presión adecuada a la naturaleza del mineral. El tiempo de duración varía con el mineral y las revoluciones del motor que provocan el giro del disco; generalmente es suficiente con 40 minutos a bajas revoluciones.

D) *Pulido*.—El término pulido se ha utilizado para describir la operación que permite la obtención de superficies lisas, exentas de huecos y rayas, adquiriendo propiedades reflectantes. Según Bowie (en Zussman 1967) una superficie se considera idealmente pulida cuando la luz que refleja es casi especular.

Numerosos autores han intentado explicar el proceso de pulido dando lugar a otras tantas teorías, aunque, de forma general, se puede decir que se trata de un proceso de erosión que tiene lugar en la zona superficial del material. Diversos factores intervienen en esta acción: calor de evaporación de la superficie, energía libre de reacción entre la superficie pulida y partículas de abrasivo, etc.

Actualmente los procesos de pulido se realizan de forma automática o semiautomática, utilizando para ello máquinas de pulido de las cuales existen varios modelos en el mercado, como las fabricadas por Buehler (Estados Unidos de América), Engis (Inglaterra), Rehwalt (Alemania), Struers (Dinamarca). Todos los modelos consisten esencialmente en un disco horizontal al que, mediante un motor, se puede hacer girar a distintas velocidades y un brazo metálico que sujeta el portamuestras donde se coloca la muestra con la superficie que se ha de pulir apoyada sobre el disco.

Los abrasivos que pueden utilizarse con estas máquinas son numerosos: carborundum, alúmina, óxido de cromo, óxido de magnesio, pasta de diamante, etc. La forma en que actúan depende principalmente de cuatro variables: dureza y forma de las partículas de abrasivo, método por el cual el abrasivo remueve material, tipo de superficies del disco y tamaño de las partículas de abrasivo.

En general, los abrasivos deben consistir de partículas con formas angulosas y tener una dureza suficiente para remover material fácilmente.

La acción que ejercen los abrasivos puede ser de aplanamiento o arrollamiento, dependiendo de que las partículas estén fijadas o no a la superficie del disco.

En cuanto a tamaño de grano es preferible utilizar una secuencia de abrasivos, más gruesos al comienzo del proceso y más finos al término del mismo, produciendo, sucesivamente, superficies más suaves y lisas, con rayas cada vez más finas.

Como lubricantes se utilizan: agua, aceite mineral puro y algunos tipos de silicona de viscosidad 5 Cs. Su misión consiste, por una parte, en asegurar la completa distribución del abrasivo sobre el disco y por otra parte, una vez comenzado el pulido, en lubricar la superficie evitando la formación excesiva de calor y desgaste de la cubierta del disco.

Como técnica de pulido hemos elegido aquella que utiliza como abrasivo pasta de diamante de distintas granulometrías, siempre en orden decreciente y extendida sobre paño de tela. Después de realizar varias pruebas sobre distintos minerales haciendo variaciones en tipos de paño, tiempo de pulido y proceso de desbaste, se optó por realizar el proceso de pulido en cuatro etapas. Se utilizaron máquinas de pulido de la casa Struers, modelo Dp 7, pasta de diamante de granulometrías 5 ó 6 μ , 3 μ , 1 μ , y 1/4 μ , respectivamente, sobre paño de tela de la marca NAP, constituido por tela a base de seda natural aterciopelada con soporte sintético de nylon, de pelo corto o exento de él y lubricante de la casa Struers. Los tiempos de pulido en ningún caso sobrepasaron los diez minutos, siendo la velocidad del disco de 125 r.p.m.

Simultáneamente a estos procesos se llevaron a cabo dos tipos de control, uno de limpieza y otro de calidad de pulido. En esta técnica es imprescindible una esmerada limpieza, ya que cualquier tipo de impureza puede perjudicar el estado de la superficie pulida. La limpieza de las muestras debe ser perfecta al pasar de una etapa a la siguiente y, para evitar posibles contaminaciones debidas al polvo ambiental o a la misma pasta de diamante, se utiliza un aparato de ultrasonidos.

El control de la calidad del pulido se realiza comprobando el estado de la superficie pulida después de cada etapa, y, una vez limpia la muestra, con un microscopio de luz reflejada. Una forma de comprobar que se ha alcanzado el pulido final definitivo consiste en efectuar medidas de reflectancia, después de cada sesión, hasta comprobar que los dos últimos valores obtenidos concuerdan (López-Soler *et al.* 1971). Un último control de calidad se realiza mediante observación de la muestra con un microscopio polarizante de reflexión utilizando la técnica de Nomarski, para poner en evidencia las irregularidades de pulido y poder elegir un campo exento de ellas, condición imprescindible si a partir de los valores de reflectancia se han de calcular las constantes ópticas del mineral: índice de refracción y coeficiente de absorción.

En la Tabla I se expone la secuencia de las etapas de pulido con los tiempos utilizados en cada una de ellas para los minerales: lollingita (FeAs₂), mispíquel (FeAsA), antimonita (Sb₂S₄), calcopirita (CuFeS₂), wolframita ((Fe, Mn)WO₄), ilmenita (FeTiO₃), marcasita (FeS₂) y hematites (Fe₂O₃), para los cuales el método

TABLA I.—Secuencia de las etapas de pulido y tiempo, en minutos, utilizado en cada uno de los minerales pulidos.

Mineral	Desbaste	Pulido			
		5 μ	3 μ	1 μ	1/4 μ
Antimonita	20-40	10	1-5	1-2	1-2
Calcopirita	20	10	10	1	1
Lollingita	20-40	5	1	1	1
Ilmenita	20-30	5	1-10	1-5	1-5
Wolframita	30-40	5-10	1	1	1
Mispíquel	40	5	5	1	1
Hematites	30-40	5-10	1-5	1	1
Marcasita	30-40	10	1	1	1

utilizado ha proporcionado buenos resultados, comprobándose que se obtienen mejores superficies pulidas con sulfuros y arseniuros que con óxidos.

En la Tabla II se exponen, en la columna de la izquierda, los minerales pulidos en orden creciente de dureza de pulido (Cameron 1966), con su correspondiente dureza Mohs, columna de la derecha; observándose la tendencia en la dureza de pulido a aumentar con la dureza Mohs, por otra parte independiente en la obtención de buenas superficies pulidas, tal y como se ha comprobado en este trabajo.

TABLA II.—Relación de los minerales pulidos, en orden creciente de dureza de pulido, según Cameron 1966, con su correspondiente dureza Mohs.

Mineral	Dureza Mohs
Antimonita	2
Calcopirita	3.5 - 4
Lollingita	5 - 5.5
Ilmenita	5 - 6
Wolframita	6 - 6.5
Mispiquel	6.5
Hematites	5 - 6
Marcasita	6 - 6.5

BIBLIOGRAFIA

- Bowie, S. H. U. y Simpson, P. R. (1977).—Microscopy. Reflected light. In: J. Zussman (Ed.), *Physical Methods in determinative Mineralogy*. Academic Press., 110-115.
- Cameron, E. N. (1966).—*Ore Microscopy*. John Wiley and Sons, Inc. (E. U.), 81-84 y 267-268.
- Hallimond, A. F. (1970).—*The Polarizing Microscope*. (3.º ed.). Vickers Instruments, 206-229.
- López-Soler, A. y Bosch-Figueroa, J. M. (1971).—Obtención de las secciones pulidas utilizadas en los métodos cuantitativos. *Acta Geológica Hispánica* 6 (3), 74-77.
- Ramdhor, P. y Rehwald, G. (1966).—The Selection of Ore Specimens and the Preparation of Polished Sections. In: H. Freund (Ed.), *Applied Ore Microscopy* (5.ª ed.). McMillan Company. New York, 319-380.
- Taggart, J. E. Jr. (1977).—Polishing technique for geologic samples, *American Mineralogist*, 62, 824-827.