

Aplicación del método de interpolación trigonométrica de Fourier en el estudio de la anisotropía de la reflectividad y microdureza en minerales.

por C. MARCOS,* M. BLANCO * y J. M. VIRGOS **

* Dpto. de Cristalografía y Mineralogía. Universidad de Oviedo.

** Dpto. de Física de E.T.S.I.M.O. Universidad de Oviedo.

RESUMEN

En el presente trabajo se utiliza el método de interpolación trigonométrica de Fourier para comparar la anisotropía de la reflectividad y microdureza en sendas secciones al azar de los minerales, ilmenita, hematites y uno de los miembros de la serie de la wolframita. Las medidas de reflectividad, para las longitudes de onda comprendidas entre los 460 y 700 nm., se han obtenido por el método microfotométrico con incidencia normal y para las medidas de microdureza se ha utilizado el procedimiento de la penetración estática. Los minerales estudiados han sido identificados mediante la difracción de rayos X. Se ha establecido su composición química por la técnica de la microsonda electrónica.

ABSTRACT

In this work it was used the Fourier's trigonometric interpolation method for comparing anisotropy of reflectivity with anisotropy of microhardness on both section at random of the minerals, ilmenite, hematite, and one member of the wolframite's serie. Measurements of reflectivity of wavelen-wolframite's serie. Measurements of reflectivity of wavelengths from 460 to 700 nm. were made for using microphotometric methods under normal incidence; the hardness were measured for using statical indentation method. The samples were identified by X-Ray diffraction and its chemical composition stablished by microprobe electron.

INTRODUCCION

La reflectividad y microdureza, como propiedades cuantificables, se han utilizado conjuntamente en la identificación de minerales opacos. Ambas propiedades varían con la dirección cristalográfica según la cual se miden, aunque la causa de esta variación es distinta.

La reflectividad, definida como el cociente entre la intensidad reflejada y la incidente, bajo incidencia normal, presenta anisotropismo óptico, dado que, en general, una vibración incidente, polarizada linealmente y con incidencia perpendicular, sobre una sección anisótropa se desdobra en dos vibraciones polarizadas, en planos mutuamente perpendiculares y con distinta intensidad.

Entre las muchas definiciones que existen de la dureza puede decirse que ésta mide la resistencia a la deformación permanente. La mejor medida de esta propiedad se obtiene midiendo la deformación producida a partir del esfuerzo aplicado mediante un penetrador de geometría conocida. Los resultados de diversos estudios sobre la anisotropía de la microdureza indican que:

— Muchos minerales muestran valores distintos de microdureza sobre diferentes secciones cristalográficas (Young y Millman, 1964).

— Muchos minerales muestran anisotropía de microdureza sobre una determinada sección cristalográfica (Armstrong y Raghuram, 1973).

— La forma de las huellas Vickers varía considerablemente con la orientación cristalográfica (López-Soler et al., 1973).

— En ciertos minerales puede relacionarse los planos de deslizamiento, exfoliación o macla con la dirección de penetración (Buerger, 1928).

La anisotropía de la microdureza no es directamente relacionable con la anisotropía óptica de la reflectividad, incluso minerales ópticamente isótropos (Young y Millman, 1964) muestran considerable anisotropía en la microdureza.

En este trabajo nos proponemos describir la anisotropía de la microdureza de una forma análoga a la descrita para la reflectividad mediante el método de interpolación trigonométrica de Fourier. Este método nos proporciona también los valores máximo y mínimo de la reflectividad o de la microdureza en las secciones minerales estudiadas.

TRABAJO EXPERIMENTAL

A) Identificación y composición de los minerales estudiados.

Se han estudiado ejemplares de las especies minerales: hematites (Fe_2O_3), romboédrico; ilmenita (FeTiO_3), romboédrico y wolframita ($(\text{Fe},\text{Mn})\text{WO}_4$), monoclínico. Las principales características de dichos minerales observadas con el microscopio polarizante de reflexión son:

— hematites: color blanco amarillento, reflectividad media, anisotropía neta en tintas gris verdosa a marrón claro, reflexiones internas rojas;

— ilmenita: color blanco grisáceo, reflectividad moderada, anisotropía diferenciada pero poco coloreada con tonos grises más o menos verdosos, pleocroísmo de reflexión neto, presenta exoluciones de hematites;

— wolframita: color blanco grisáceo, anisotropía diferenciada, reflectividad media, reflexiones internas, abundantes, de color amarronado.

Mineral	Ficha A.S.T.M.	d	I/I ₁	a ₀	b ₀	c ₀	β
		2.95	100	4.772	5.708	4.976	90°24'
		2.48	60				
wolframita	11-591	4.76	50				
		5.68	10				
		2.94	100	3.730	5.703	4.952	90°
		4.69	80				
ferbrerita	21-436	3.75	60				
		5.72	40				
		3.00	100	4.829	5.759	4.998	91°16'
		2.95	95				
huebnerita	13-434	4.84	65				
		5.76	20				

TABLA I. — Espaciado interplanar, intensidades relativas y parámetros de la red de los minerales de la serie de la wolframita.

Minerales	Oxidos	%
	Al_2O_3	0.46
	SiO_2	0.25
hematites	Fe_2O_3	74.55
	TiO_2	—0.02
	Fe_2O_3	44.44
	TiO_2	46.85
ilmenita	MgO	7.05
	SiO_2	0.07
	WO_3	74.78
wolframita	FeO	9.39
	MnO	4.79

TABLA II. — Análisis químicos.

Los ejemplares se han identificado, además, por difracción de Rayos X, método de polvo cristalino, empleando un difractómetro Phillips con tubo de cobre y filtro de níquel. Los diagramas obtenidos corresponden exactamente con los standards de las fichas A.S.T.M. 3-781 y 13-534 para ilmenita y hematites respectivamente. En el caso de la wolframita el diagrama obtenido de la muestra en estudio ha resultado un poco más complicado de interpretar, dada la similitud de los valores de *d* y los parámetros de la red en los tres miembros de la serie, tal y como se muestra en la tabla I.

La composición química se ha determinado mediante microsonda electrónica, realizándose análisis cualitativos, habiendo sido determinados los elementos Fe, Ti, Mg, Si y O para la ilmenita; Fe, Al, Si, Ti y O para la hematites y W, Fe, Mn y O para la wolframita. Los análisis cuantitativos se realizaron en la misma zona de la sección mineral donde se efectuaron las medidas de reflectividad y microdureza. El porcentaje en óxidos de los elementos analizados se expone en la tabla II.

De acuerdo con los análisis cuantitativos obtenidos para la muestra de wolframita se decidió que dicha muestra correspondía al término wolframita de dicha serie isomorfa, según la división que de los tres miembros se expone en DANA'S SYSTEM OF MINERALOGY.

B) Obtención de las secciones pulidas.

Antes de proceder a las operaciones de pulido se incluyeron los minerales en resina plástica, comercializada con el nombre EXTRATIL 2195, preacelerada, a la que se añade peróxido de metil etil como endurecedor. Después de su endurecimiento se procedió a las operaciones de pulido que se realizaron según las etapas siguientes:

a) desbaste automático con pulidora KENT MK 2A, sobre disco de papel espolvoreado con polvos de carborundum de granulometría 1000 y agua como lubricante;

b) pulido con máquina automática STRUERS DPT sobre discos PUC y cubierta de tela SINTETIC de pelo corto o exento de él, empleando pasta de diamante de granulometrías 6, 3, 1 y 1/4 μ sucesivamente y aceite vegetal como lubricante.

Después de cada etapa y antes de pasar a la siguiente se sometieron las muestras a una operación de limpieza, con el fin de evitar posibles contaminaciones que pudieran provocar rayas en las mismas, utilizando para ello un aparato de ultrasonidos.

Siendo condición necesaria la horizontalidad de la sección pulida con respecto al eje óptico del microscopio, en un caso, y al penetrador Vickers, en el otro, se colocaron las muestras sobre un porta de vidrio con plascilina, presionando ligeramente con una prensa de mano.

C) Aparatos y técnicas utilizadas.

Para cada una de las propiedades estudiadas se han tomado, en cada sección, ocho medidas, obteniendo las diferentes posiciones de medida por giros de la platina de 45°.

λ	Ilmenita							
	0°	45°	90°	135°	180°	225°	270°	315°
460	17.0	15.3	16.4	17.8	16.8	14.3	15.8	17.1
480	19.4	16.3	17.3	20.3	19.2	16.8	17.3	20.8
500	18.0	16.3	17.6	19.4	18.7	15.7	17.0	19.6
520	19.8	17.1	17.3	18.9	19.2	15.9	17.0	20.0
540	17.7	14.6	15.8	17.4	16.9	15.0	16.8	19.4
560	18.5	15.9	16.3	18.1	17.5	15.8	17.9	20.1
580	19.8	17.3	18.2	19.8	18.9	16.7	18.3	20.6
600	20.1	18.2	18.3	20.5	20.2	18.7	20.0	23.0
620	20.0	17.0	17.8	19.1	18.8	17.7	18.6	21.0
640	17.6	16.4	15.6	16.6	16.8	14.5	16.3	18.1
660	16.8	15.5	15.2	17.9	18.6	17.8	19.1	20.3
680	20.0	17.4	17.4	18.2	18.7	17.8	19.0	21.1
700	18.3	16.3	16.4	16.9	16.4	15.2	15.6	19.1

λ	Hematites.							
	0°	45°	90°	135°	180°	225°	270°	315°
460	27.5	29.1	29.1	28.8	30.5	31.3	30.6	26.5
480	28.5	29.5	29.9	29.6	31.8	34.6	32.7	29.8
500	26.9	27.0	26.3	26.1	29.3	32.4	31.2	27.6
520	24.8	24.7	24.0	23.5	26.7	29.1	27.1	24.5
540	24.7	25.1	25.1	24.1	26.0	26.4	26.1	24.1
560	26.0	27.2	25.4	23.9	26.1	31.0	28.9	25.0
580	23.3	25.8	24.6	24.1	25.2	27.9	26.1	25.0
600	24.9	27.6	28.2	25.3	27.6	29.6	27.1	23.8
620	25.4	25.9	24.8	25.5	26.6	29.4	27.4	25.6
640	21.1	22.7	22.1	20.7	23.1	25.5	25.8	20.7
660	23.6	25.3	24.7	22.0	23.5	28.0	25.6	23.2
680	22.8	24.2	22.8	20.3	22.3	24.8	24.1	20.8
700	23.0	24.2	22.8	20.4	22.2	24.8	24.4	20.6

λ	Wolframita							
	0°	45°	90°	135°	180°	225°	270°	315°
460	14.8	14.7	14.5	15.6	16.5	15.3	14.3	14.8
480	16.3	15.6	15.7	16.6	18.2	17.8	16.3	16.1
500	14.6	14.2	15.0	15.7	15.8	14.5	13.7	13.8
520	14.3	14.2	14.8	16.4	17.3	15.8	14.2	14.3
540	14.7	14.2	14.3	15.7	16.5	16.1	15.3	14.9
560	14.7	14.1	14.4	16.2	17.4	14.7	12.7	12.7
580	16.3	15.9	16.2	16.6	16.2	15.6	14.8	15.1
600	15.5	14.8	15.3	16.9	17.0	15.9	14.5	14.0
620	15.5	15.1	15.0	16.7	16.6	15.7	14.8	14.5
640	14.3	14.5	14.4	16.0	16.5	16.1	15.3	15.2
660	15.3	14.9	14.8	17.0	16.9	15.9	14.1	13.9
680	14.6	14.7	15.3	17.0	17.7	15.5	14.0	14.1
700	15.0	14.6	15.0	17.3	18.3	17.7	14.5	14.1

TABLA III. — Medidas de reflectividad en el rango visible.

La toma de medidas de reflectividad se llevó a cabo mediante el empleo de un equipo fotométrico Vickers, cuya descripción ha sido realizada por diversos autores (Hallimond, 1970; Bowie y Simpson, 1977). El método seguido, método de rayo simple, es un método de medidas comparativas, descrito en Galopin y Henry (1972). En este trabajo se ha utilizado como standard el SiC,SIKA, aceptado por la C.O.M. y suministrado por la casa ZEISS, siendo su reflectividad media del 20 % aproximadamente. Las medidas de reflectividad se han tomado en el rango de 460 a 700 nm. del espectro visible. Los resultados de estas medidas, para cada uno de los minerales estudiados, en las ocho posiciones de medida, se encuentran en la tabla III.

En el caso de las medidas de microdureza se ha utilizado el procedimiento de la penetración estática o microdureza Vickers, en la que el penetrador es una pirámide tetragonal de diamante, el cual se introduce en la superficie del mineral, bajo la presión de una carga, dando lugar a una huella cuyo tamaño se mide y la microdureza se expresa como la relación de la

carga y el área superficial de la impresión. Como equipo instrumental de estas medidas se ha utilizado un microdurómetro Vickers, modelo M 12a, cuya descripción ha sido realizada por Hallimond (1970). Se han utilizado las cargas de 50, 100 y 200 pondios en cada uno de los minerales, evitándose cargas inferiores por considerar que las huellas resultantes, al ser demasiado pequeñas, darían lugar a una mayor dispersión de los resultados.

Con el fin de poder comparar la anisotropía de la dureza con la anisotropía de la reflectividad se han mantenido las mismas secciones y las mismas posiciones en la realización de las microhuellas y en la toma de medidas de reflectividad.

Los valores de microdureza se muestran en las tablas IV, V y VI, también se exponen el valor de la diagonal d ; desviación típica, s ; coeficiente de dispersión, s/d ; dureza relativa $VH(d)$ y las durezas límites $CH(d-s)$ y $VH(d+s)$ determinadas al considerar la desviación típica.

Se han calculado las constantes K y n (tabla VII) de la expresión que relaciona la microdureza Vickers, VHN , con la ley de Kick:

$$VHN = KP^{(1-2/n)}$$

Del exponente $1-2/n$ se deduce que cuando $n=2$ la microdureza VHN es independiente de la carga. En los minerales estudiados n es menor que 2, por lo tanto y como se observa de los datos de microdureza, ésta disminuye al aumentar la carga.

PROCESAMIENTO DE DATOS

Se ha obtenido un programa, en lenguaje FORTRAN 77, utilizando un miniordenador, modelo HEWLETT PACKARD HP1000, del Centro de Cálculo de la Universidad de Oviedo, que, con los ocho valores de la reflectividad o microdureza, calcula los coeficientes y ángulos de fase del desarrollo de Fourier: $(R(\alpha) = CO + C1s \text{ en } (\alpha + \Psi_1) + C2 \text{ sen } (2\alpha + \Psi_2) + C3 \text{ sen } (3\alpha + \Psi_3))$.

Los coeficientes CO y $C2$ nos proporcionan los valores máximo ($R_{\max} = CO + C2$) y mínimo ($R_{\min} = CO - C2$) de la reflectividad o microdureza en la sección. El coeficiente $C1$ es un estimador de la ortogonalidad entre la superficie de medida y el haz de luz incidente o el penetrador Vickers. El coeficiente $C2$ es de anisotropía y el coeficiente $C3$ da una idea de otros posibles factores que pueden influir en estas propiedades.

El diagrama de flujo de dicho programa se expone en la Fig. 1.

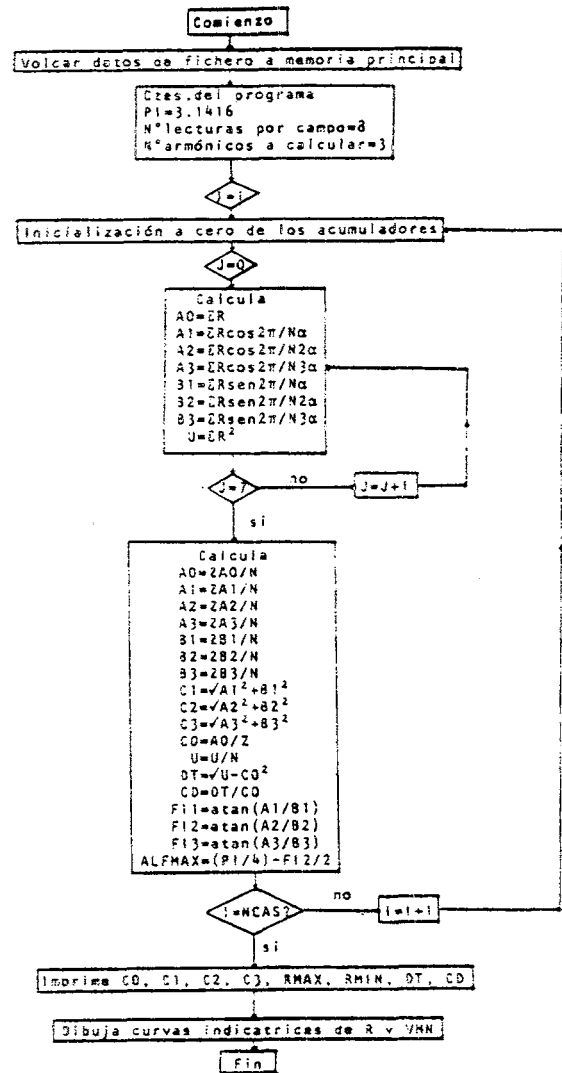


Figura 1.— Diagrama de flujo.

carga (p.)	Ilmenita					
	CO	C1	C2	C3	VHN _{máx}	VHN _{mín}
50	800.2	20.	22.8	20.	823.06	777.44
100	767.0	7.1	11.5	7.1	778.51	755.49
200	725.1	12.8	36.5	16.	761.63	688.62
	Hematites					
	CO	C1	C2	C3	VHN _{máx}	VHN _{mín}
50	939.38	128.	36.8	76.	976.24	902.51
100	860.88	31.6	27.7	37.	888.57	833.08
200	801.00	28.4	22.1	42.	796.29	771.21
	Wolframita					
	CO	C1	C2	C3	VHN _{máx}	VHN _{mín}
50	369.13	2.7	9.5	16.	378.71	359.54
100	305.63	2.8	10.5	13.	316.15	295.10

TABLA IX.— Resultados obtenidos, mediante el método interpolación trigonométrica de Fourier, para la microdureza.

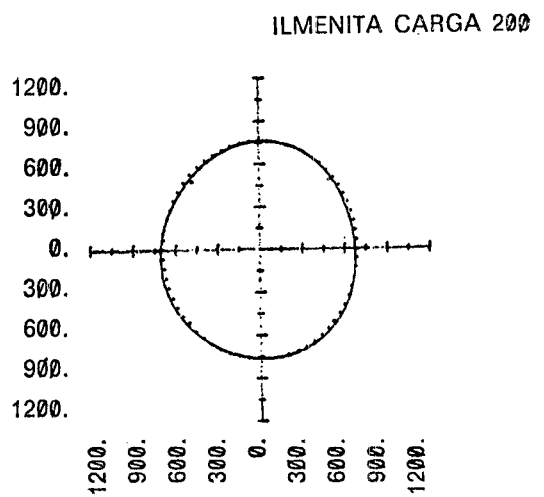
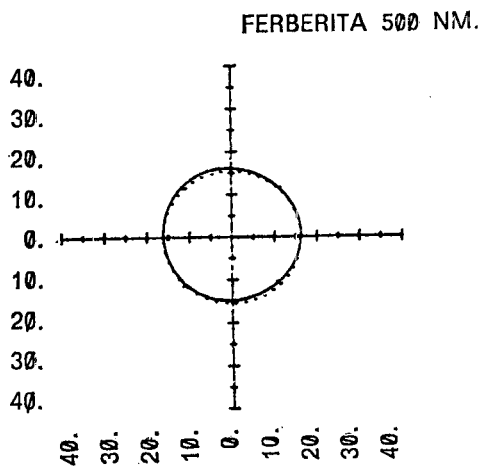
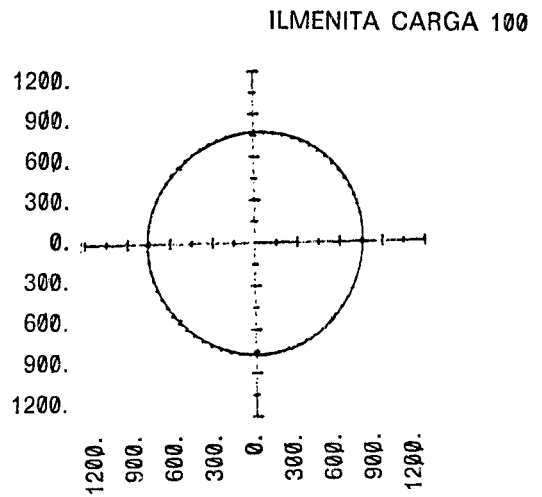
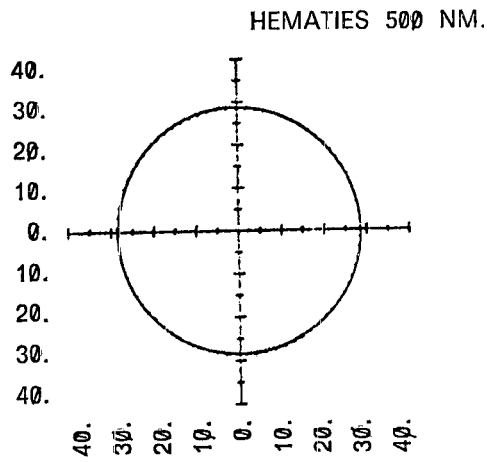
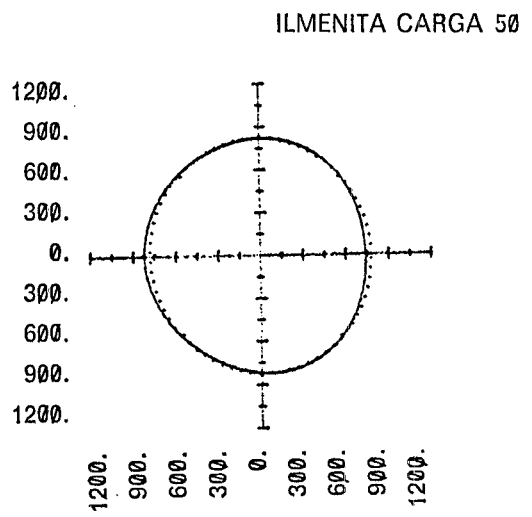
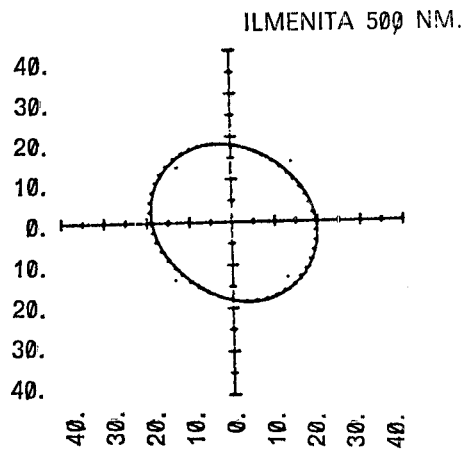


Figura 2. — Curvas indicatrices de reflectividad.

Figura 3. — Curvas indicatrices de microdureza.

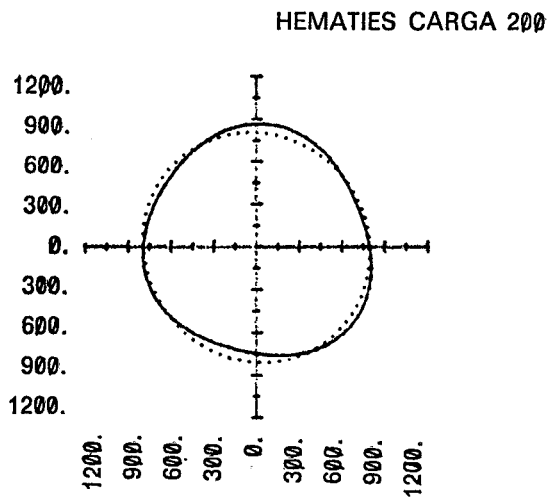
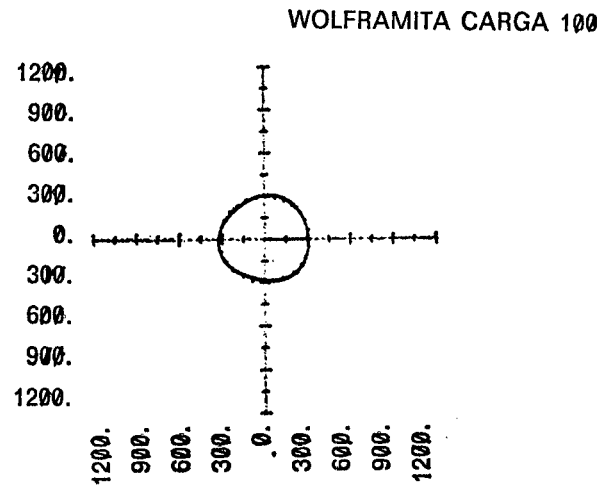
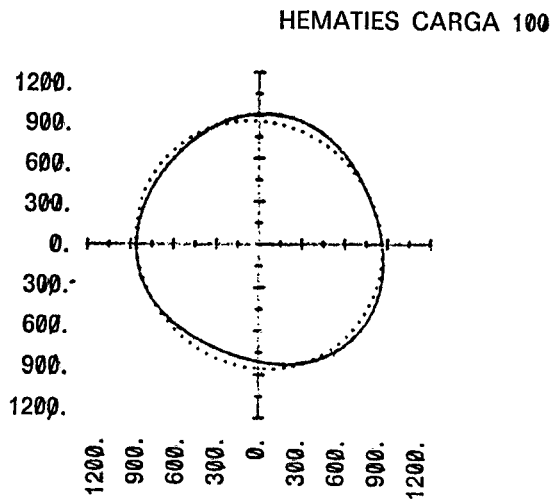
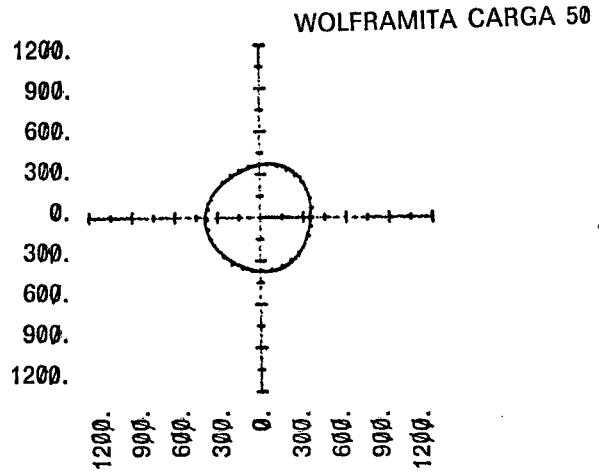
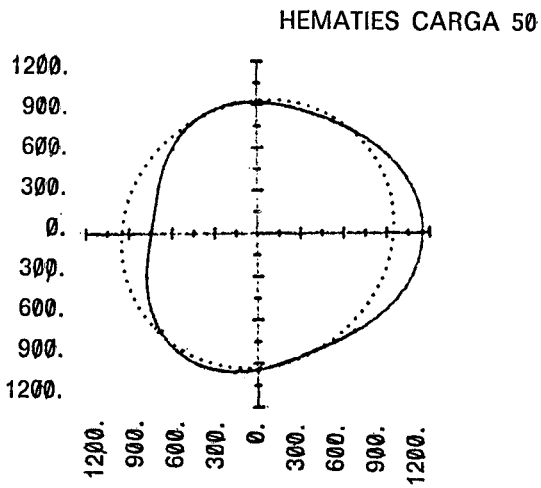


Figura 5. — Curvas indicatrices de microdureza.

Figura 4. — Curvas indicatrices de microdureza.

Los resultados obtenidos se encuentran en la tabla VIII de reflectividad y en la tabla IX se encuentran los correspondientes a la microdureza.

En la Fig. 2 se encuentran representadas las curvas indicatrices de reflectividad experimentales (trazo continuo) y las teóricas (trazo en puntos), en coordenadas polares, indicando el comportamiento de la anisotropía de la reflectividad. Se han calculado por el método de Fourier para la longitud de onda de 580 nm., para otras longitudes de onda las curvas que se obtienen son del mismo tipo.

En las figs. 3, 4 y 5 se encuentran representadas las curvas indicatrices de microdureza, experimentales (trazo continuo) y las calculadas por el método de Fourier (trazo en puntos) para las ocho posiciones consideradas.

CONCLUSIONES

En el caso de la reflectividad el coeficiente C_3 es despreciable, tal y como era de esperar si se acepta la ecuación de Berek: $R(\alpha) = R_{\max} \cos^2 \alpha + R_{\min} \sin^2 \alpha$ para describir la anisotropía de la reflectividad en la sección.

De los resultados obtenidos para la microdureza parece que cabe una descripción de su anisotropía de un modo análogo, $VHN(\alpha) = VHN_{\max} \cos^2 \alpha + VHN_{\min} \sin^2 \alpha$. En los casos estudiados esta descripción es válida, aunque sería necesario comprobarlo en otras muchas muestras para poder llegar a conclusiones definitivas.

BIBLIOGRAFIA

- ARMSTRONG, R. W. y RAGHURAM, A. C., 1973: «Anisotropy and hardness in crystals». *E. M. G. Report No. LXXXIII*. University of Maryland. Center of Materials Research.
- BOWIE, S. H. U. y SIMPSON, P. R., 1977: «*Physical Methods in Determinative Mineralogy*». Ed. by J. Zussman. Academic Press.
- BUERGUER, M. J., 1928: «The plastic deformation of the ore minerals». *American Mineralogist*, 13.
- GALOPIN, R. y HENRY, N. F. M., 1972: «*Microscopic study of opaque minerals*». Heffers. Cambridge.
- HALLIMOND, A. F., 1970: «The polarizing microscope», 3.ª ed. Vickers Instruments. England.
- LOPEZ-SOLER, A., NOGUES, J. y BOSCH-FIGUEROA, J. M., 1973: «Estudio de la anisotropía de la dureza». *Acta Geológica Hispánica*, 8 (2).
- PALACHE, CH., BERMAN, H. y FRONDEL, S., 1944: «*Dana's System of Mineralogy*». Vol. I, 7.ª ed. Wiley and Sons. New York.
- YOUNG, B. B. y MILLMAN, A. P., 1964: «Microhardness and Deformation Characteristics of Ore Minerals». *Inst. of Min and Metall.*

Recibido, enero 1984.