

Medida de la reflectancia de una superficie pulida: estudio microscópico de minerales opacos

por A. LÓPEZ-SOLER * y J. M. BOSCH-FIGUEROA *

RESUMEN

Después de una breve introducción histórica se describe el método de estudio de minerales opacos con la microscopía cuantitativa de luz reflejada. Se expone el método a seguir para el cálculo de las constantes físicas: índice de refracción y coeficiente de absorción a partir de los datos experimentales. Se establecen las recomendaciones de la nomenclatura para definir las propiedades ópticas de los cristales absorbentes.

SUMMARY

After a short historical introduction, we describe the method to study opaque minerals in reflected light quantitative microscopy. Physical properties are calculated: refractive index and coefficient of absorption, from experimental data. Recommendations of the nomenclature for defining the optical properties in absorbent crystals are established.

INTRODUCCIÓN

La microscopía de luz reflejada ha sido utilizada tradicionalmente en el estudio morfológico de superficies de metales, previamente preparadas para este fin.

En mineralogía se ha empleado casi exclusivamente el microscopio petrográfico, en luz transmitida con secciones delgadas que permiten el estudio óptico de minerales transparentes. Cuando se trata de minerales opacos, la identificación y estudio por medios ópticos es prácticamente imposible y las determinaciones se efectúan según criterios apreciativos de escaso rigor científico, que sólo se refieren a aspectos morfológicos.

La aplicación de la medición de la cantidad de luz que refleja con incidencia normal sobre una superficie pulida de un mineral opaco, permite en la actualidad, identificar el ejemplar y al mismo tiempo si las mediciones se efectúan en dos medios con índices de re-

fracción distintos (aire y aceite de inmersión), calcular las constantes físicas: n (índice de refracción complejo), k (coeficiente de absorción) y κ (índice de absorción) del material.

Los primeros investigadores que utilizaron este método fueron ORCEL (1) (2) y CAPDECOMME (3) (4) (5), que emplearon una célula fotoeléctrica para medir la intensidad de la luz reflejada por una superficie pulida. Otros autores han efectuado también investigaciones en este mismo sentido: SCHNEIDER-HÖHN (6), MOSSES (7), FOLINSBEE (8) utilizando y ampliando las técnicas empleadas por ORCEL. Pero a pesar de sus esfuerzos los equipos no eran lo suficientemente perfectos y la microscopía de luz reflejada no disponía de los accesorios para que los datos experimentales pudieran ser obtenidos sin error.

Es en realidad durante el transcurso de los últimos años, y a partir de los trabajos de BOWIE (9) (10), cuando esta técnica empieza a tener un gran desarrollo y captar la atención de los mineralogistas. A partir de esta fecha crece el interés sobre las aplicaciones de la microscopía de luz reflejada y se logra en poco tiempo un gran perfeccionamiento de los accesorios tanto ópticos como electrónicos, que permiten la construcción de equipos con los que es posible efectuar medidas cuantitativas de gran exactitud.

Todo ello juntamente con los esfuerzos realizados por la Comisión on Ore Microscopy (I.M.A.) para lograr la obtención de standards debidamente calibrados, permite que este método cuantitativo sea adoptado para el estudio óptico de materiales opacos tal y como habían intuido los primeros investigadores que trabajaron en este campo de la microscopía de luz reflejada (11) (12) (13).

TÉCNICA DE LA MEDIDA DE LA REFLECTANCIA EN MICROSCOPIA

La medida de la reflectancia de un material, empleando la microscopía de luz reflejada, es un método

* Sección de Cristalografía del Instituto "Jaime Almera", C.S.I.C., Egiptiacas, 15, Barcelona.

comparativo que consiste en hacer incidir normalmente un haz luminoso sobre una superficie pulida. Parte de esta luz es absorbida por el material y el resto reflejada hasta la superficie sensible de un fotomultiplicador que transforma la intensidad luminosa en una corriente eléctrica, medida con un galvanómetro de gran sensibilidad. La magnitud del desplazamiento de la escala galvanométrica es directamente proporcional a la intensidad luminosa recibida. Si se dispone de una superficie reflejante cuyos valores de reflectancia son conocidos, es posible establecer una comparación entre los desplazamientos de la escala galvanométrica provocados por las dos superficies y calcular la reflectancia del material problema, de acuerdo con la fórmula siguiente:

$$Rp = \frac{Gp}{Gst} \times Rst \quad (1)$$

Rst = Reflectancia del standard.

Gst = Valor numérico del desplazamiento de la escala galvanométrica debido a la reflectancia del standard.

Rp = Reflectancia de la superficie problema.

Gp = Valor numérico del desplazamiento de la escala galvanométrica debido a la reflectancia del problema.

Las determinaciones se efectúan con luz monocromática intercalando entre el equipo de iluminación y el condensador del microscopio, un filtro interferencial degradado que abarca las longitudes de onda

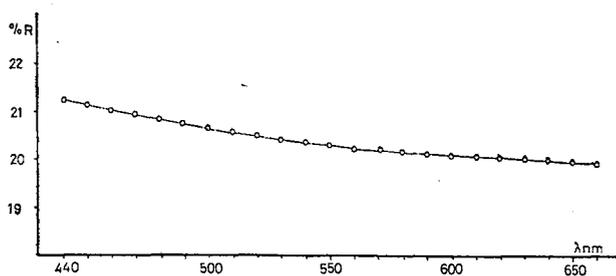


FIG. 1. — Curva de dispersión de las reflectancias en aire del standard Sika 2538,28 calibrado por el N.P.L. Londres. Standard oficial para España.

comprendidas entre los 440 nm y 660 nm (14) (15); así, es posible construir la curva de dispersión de la reflectancia para una superficie determinada. Como ejemplo en la fig. 1 se reproduce la curva de dispersión en aire del standard, carburo de silicio "Sika", adoptado internacionalmente.

Las mediciones de la reflectancia de una superficie pueden ser efectuadas también microscópicamente con el equipo óptico adecuado y un líquido de inmersión de índice de refracción, conocido, con lo que siguiendo las mismas normas descritas en el párrafo anterior es posible construir la curva de dispersión de la reflectividad en aceite, de la superficie estudiada. Internacionalmente se ha adoptado el acuerdo de emplear como líquido de inmersión, el aceite Cargille

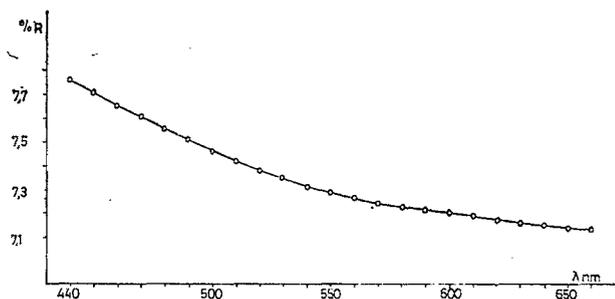


FIG. 2. — Curva de dispersión de las reflectancias en aceite del standard Sika 2538,28.

tipo A n 25.° C = 1,5150 ($\pm 0,0002$). Como ejemplo la fig. 2 reproduce la curva de dispersión del standard, carburo de silicio, "Sika". En la tabla I se relacionan los valores de la reflectancia en aire y aceite del standard "Sika".

TABLA I

λ en nm	R en aire	R en aceite de inmersión
440	0,2121	0,07756
450	0,2110	0,07705
460	0,2100	0,07658
470	0,2090	0,07609
480	0,2080	0,07559
490	0,2071	0,07514
500	0,2062	0,07467
510	0,2054	0,07426
520	0,2046	0,07385
530	0,2039	0,07351
540	0,2033	0,07323
550	0,2027	0,07294
560	0,2022	0,07271
570	0,2017	0,07247
580	0,2013	0,07231
590	0,2009	0,07213
600	0,2006	0,07202
610	0,2003	0,07191
620	0,2000	0,07178
630	0,1997	0,07166
640	0,1994	0,07153
650	0,1992	0,07146

CÁLCULO DE LAS CONSTANTES FÍSICAS, n ÍNDICE DE REFRACCIÓN, k COEFICIENTE DE ABSORCIÓN

De acuerdo con la fórmula original de FRESNEL (2) la reflectancia R de los materiales isótopos transparentes es:

$$R = \frac{(n - N)^2}{(n + N)^2} \quad (2)$$

en lo que,

n = índice de refracción del material isótropo.

N = índice de refracción del medio comprendido entre la superficie reflejante y la lente frontal del objetivo del microscopio.

En la lectura efectuada en *el aire*, $N = 1$, y la fórmula (2) puede ser escrita como sigue:

$$R = \frac{(n - 1)^2}{(n + 1)^2} \quad (3)$$

En los materiales absorbentes, con un índice de absorción k , el valor de la reflectancia R , depende de las dos constantes físicas citadas siendo la fórmula que las relaciona:

$$R = \frac{(n - N)^2 + k^2}{(n + N)^2 + k^2} \quad (4)$$

Si las mediciones de la reflectancia R de una superficie de un material absorbente se efectúan en aire y en aceite, aplicando la fórmula (4) para los dos medios citados, obtendremos las dos ecuaciones siguientes:

$$R_{\text{aire}} = \frac{(n - 1)^2 + k^2}{(n + 1)^2 + k^2} \quad (5)$$

$$R_{\text{aceite}} = \frac{(n - N)^2 + k^2}{(n + N)^2 + k^2} \quad (6)$$

en las que R_{aire} y R_{aceite} han sido determinados experimentalmente y las dos constantes físicas n , k , figuran como incógnitas (BEREK (16), y PILLER (17) 18)).

A partir de las dos ecuaciones (5) y (6) las incógnitas vienen dadas por las expresiones siguientes:

$$n = 1/2 \frac{(N^2 - 1) (1 - R_{\text{aire}}) (1 - R_{\text{aceite}})}{N(1 - R_{\text{aire}})(1 + R_{\text{aceite}}) - (1 - R_{\text{aceite}})(1 + R_{\text{aire}})} \quad (7)$$

$$k = \sqrt{\frac{(n + 1)^2 R_{\text{aire}} - (n - 1)^2}{1 - R_{\text{aire}}}} \quad (8)$$

Los cristales uniáxicos en sección basal se comportan como los cristales cúbicos, y en las demás secciones existen dos vibraciones perpendiculares entre sí.

Si la sección estudiada es prismática los dos valores de la reflectancia son extremos, de tal forma que al efectuar la medición de la cantidad de luz reflejada en esta sección, se observan dos direcciones de vibración perpendiculares con valor máximo y mínimo de la reflectancia. Una de las intensidades coincide con la intensidad medida en la sección basal, vibración correspondiente al rayo ordinario, y la otra corresponde a la vibración del rayo extraordinario. Si las mediciones se efectúan en una sección cualquiera se repite el valor obtenido para la vibración del rayo ordinario mientras que el otro valor extremo obtenido puede o no estar contenido entre los valores de O y E , aun cuando en general está entre ellos.

En los cristales pertenecientes al sistema rómbico, existen tres direcciones de vibración principales que vienen fijadas por los tres ejes de simetría binarios. Si la sección está cortada paralelamente a uno de los tres pinacoides los dos valores extremos de la reflectancia corresponden a dos direcciones de vibración principales.

En los cristales monoclinicos las secciones paralelas al eje binario se comportan como las secciones pinacoidales rómbicas; en cualquier otra dirección se presentan una serie de fenómenos adicionales: rotación de la dirección reflejada, vibración elíptica o ambos fenómenos a la vez que hacen muy difícil la obtención del poder reflector según los ejes de la superficie óptica.

Los cristales triclinicos se comportan en cualquier sección como las secciones generales de los monoclinicos. En el caso general la superficie óptica de referencia es de orden superior.

NOMENCLATURA

A pesar del diferente comportamiento que presenta la luz cuando atraviesa una lámina delgada transparente, o cuando es reflejada por una superficie pulida, la nomenclatura empleada en la microscopía de reflexión es similar a la de transparencia (19).

La reflectancia (R) de un material varía con respecto a la longitud de onda de la luz incidente pudiéndose dibujar su curva de dispersión, que es muy representativa. En los cristales anisótropos se define la birreflectancia de una sección por la diferencia entre los valores de la reflectancia para cada una de las vibraciones, $R_1 - R_2$, en cada longitud de onda. La birreflectancia del material viene dada por la diferencia de los valores de la reflectancia correspondientes a las vibraciones del rayo extraordinario

y ordinario para los cristales uniáxicos, $R_e - R_o$. Si $R_e - R_o > 1$ el signo de la birreflectancia se tomará como positivo y si por el contrario $R_e - R_o < 1$ su signo será el negativo.

En el caso de los cristales biáxicos existen tres reflectancias principales y el signo de la reflectancia del material será positivo cuando:

$$R_g - R_m > R_m - R_p$$

y negativo si:

$$R_g - R_m < R_m - R_p$$

De la misma manera se actúa con los índices de refracción y en los materiales uniáxicos diremos que la birrefringencia es positiva cuando:

$$|n_e| - |n_o| > 1$$

y negativa cuando:

$$|n_e| - |n_o| < 1$$

Si el material es biáxico el anterior criterio no puede seguirse y por analogía con la nomenclatura empleada en luz transmitida podemos admitir en principio que el cristal es positivo cuando los índices de refracción principales cumplen las relaciones:

$$|\gamma| - |\beta| > |\beta| - |\alpha|$$

y negativo cuando:

$$|\gamma| - |\beta| < |\beta| - |\alpha|$$

Idénticos conceptos se aplican con los coeficientes de absorción denominándose en este caso biabsorbancia a la diferencia entre los valores de k para las vibraciones principales del cristal.

En los cristales uniáxicos, la biabsorbancia es positiva cuando $k_e - k_o > 1$ y negativa cuando $k_e - k_o < 1$.

En los cristales biáxicos, por analogía se aplica el criterio siguiente:

si $k_g - k_m > k_m - k_p$ la biabsorbancia es positiva, y

si $k_g - k_m < k_m - k_p$ la biabsorbancia es negativa.

BIBLIOGRAFÍA

1. ORCEL, J. (1927): *C. R. Acad. Sci.*, París, 185, 1141-1143.
2. ORCEL, J. (1930): *Bull. Soc. fr. min.*, 53, 301-349.
3. CAPDECOMME, L. (1938): *Bull. Soc. fr. Mineral. Cristallogr.*, 51, 5-118.
4. CAPDECOMME, L. (1939): *Rev. Optic. théorique et instrumentale*, 18, p. 57-65.
5. CAPDECOMME, L., and ORCEL, J. (1941): *Rev. Optic. Théorique et instrumentale*, 20, 47-114.
6. SCHNEIDERHOHN, H., and RAMDOHR, P. (1931): *Lehrbuch der Erzmikroskopie*, Bd. 2, Berlín.
7. MOSSES, J. H. (1936): Doctor Thesis. Harvard University.
8. FOLINSBEE, R. E. (1949): *Econ. Geol.* 44, 425-436.
9. BOWIE, S. H. U., y TAYLOR, K. (1957): *Nature*, 179, 628-629.
10. BOWIE, S. H. U., y TAYLOR, K. (1958): *Min. Mag.*, 99, nov., 265-277; dic., 337-345.
11. BOWIE, S. H. U. (1965): *Econ. Geol.*, 60, 1326-1329.
12. BOWIE, S. H. U. (1966): *Comission on Ore Microscopy*. Meeting held Cambridge on 31st August and 3rd september.
13. BOWIE, S. H. U. (1967): *Microscopy, Reflected light*, 103-159. Academic Press, London.
14. HARRISON, R. K., DAY, G. (1963): *Miner. Mag.*, 33, 517-519.
15. HOLGATE, N. (1963): *Miner. Mag.*, 33, 512-516.
16. BEREK, M. (1937): *Fortschr. Min. Krist. und Petrog.*, Teil I, 1-104.
17. PILLER, H. (1966): *Métodos modernos de investigación óptica en microscopía de polarización*, Ed. Jover Sdad. Anma., Barcelona.
18. PILLER, H. (1966): *Miner. Mag.*, 36, 242-259.
19. LÓPEZ-SOLER, A., y BOSCH-FIGUEROA, J. M. (1970): *Bull. Soc. fr. Mineral. Cristallogr.*, 93, 83-88.