

## Obtención de las secciones pulidas utilizadas en los métodos cuantitativos

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

### RESUMEN

Se describen detalladamente las condiciones en las que se han de efectuar los diferentes procesos de corte de secciones, prepulido, pulido y acabado final, conducentes a obtener secciones pulidas orientadas, en las que se efectuaron las mediciones de reflectancia. Se citan los abrasivos más adecuados y de fácil adquisición.

### SUMMARY

The conditions in what one has to perform the different processes are described in detail: sawing of the sections, bruting or prepolish, polish and final finish, in order to obtain oriented polished sections, in which measurements of reflectance are. The most suitable abrasives and easily obtained are mentioned.

### CORTE CON SIERRA

La obtención de una sección pulida de un mineral requiere muchas veces una operación previa: la selección de una porción y el corte con sierra para separarlo del resto de la muestra. Esta operación de corte debe realizarse con sumo cuidado evitando en todo momento la producción de calor que es provocado por el rozamiento, y podría dar lugar a una alteración de la microestructura del mineral. Es recomendable, pues, el empleo de sierras que lleven acoplado un sistema de refrigeración permanente.

Existen varios tipos de sierras de materiales diferentes, fáciles de adquirir actualmente. Hemos considerado interesante describir solamente el modelo que hemos empleado en la obtención de nuestras secciones pulidas (fig. 1) orientadas según planos paralelos a las direcciones cristalográficas principales. En los casos en que no se disponía de ejemplares bien cristalizados en los que las caras prismáticas o las pinacoidales no estaban presentes o poco desarrolladas, los cortes se efectuaron según secciones paralelas a las caras citadas. Ello implica que la sierra

de corte lleve el portamuestras engarzado, mediante dos tornillos, a un goniómetro graduado que puede girar 360° en dirección paralela al eje de giro del disco cortador. Este goniómetro a su vez va acoplado mediante tres pivotes, a otro goniómetro, también de 360° de giro, en dirección perpendicular al primero. El ejemplar queda sujeto al portamuestras mediante dos placas metálicas revestidas de cuero en su cara interna.



Los movimientos de los dos goniómetros y las distintas posiciones en que puede ser colocado el ejemplar, permite efectuar el corte en cualquier dirección, obteniéndose secciones según las orientaciones calculadas. El conjunto formado por los dos goniómetros y el portamuestras va montado sobre una corredera que se desliza sobre una placa horizontal que se desplaza mediante la acción de un tornillo sin fin.

Si los minerales presentan marcada exfoliación o son frágiles, hemos efectuado su inclusión en resina antes de efectuar el corte con sierra. Con ello se logra: a) la seguridad de que la superficie obtenida después del corte tiene la orientación deseada, b) evi-

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

tar la fractura del ejemplar logrando obtener superficies suficientemente extensas y aptas para ser pulidas. Santolite (Monsanto Chemicals Ltd.) es un tipo de resina indicado para efectuar esta impregnación.

#### INCLUSIÓN CON RESINAS QUE POLIMERIZAN EN FRÍO

Con el empleo de resinas del tipo que polimerizan a la temperatura ambiente se logra que el mineral no sufra ningún efecto secundario, evitando los que se pueden provocar al utilizar otros tipos de plásticos que para su polimerización es necesario elevar la temperatura hasta 110° C.

Las secciones cortadas, después de limpias y bien secas, se colocan en moldes de plástico de 4 cm de diámetro y 1 cm de profundidad, con la superficie que se va a pulir apoyada en el fondo del molde. Es recomendable poner en el interior del molde, una tira de cartulina con los extremos ligeramente doblados, y en la que conste escrita con tinta china la referencia de la muestra que se está preparando. Se ha de evitar que la tira quede demasiado próxima a la pared del molde, ya que podría provocar la rotura posterior del plástico después de solidificado.

Entre los productos más conocidos y de fácil adquisición, se pueden citar los siguientes:

North Hill Plastic, en polvo y líquido (North Hill Plastic Ltd.).

Ceemar (E. M. Cromwell and Co. Ltd.).

Araldite B (Ciba Ltd.). Este producto al polimerizarse produce una reacción exotérmica bastante intensa, y además para lograr su total endurecimiento hay que someterlo a temperaturas de 60° C.

Cortolite; Bioplastic; Plasticast.

Epon n.º 828 (Shell Chemical Co.), utilizando como catalizador trietileno-tetramida (Carbide and Carbon Chemicals Co.).

Empleando cualquiera de estos productos, la muestra está en condiciones de ser retirada del molde después de dos horas, pero es conveniente dejarla en reposo durante 24 horas. Con ello se logra el total y perfecto endurecimiento del plástico y se evita producir grietas o fisuras al intentar despegar el plástico del molde, si todavía queda alguna porción pastosa.

#### PULIDO DE LA SECCIÓN DE LA MUESTRA INCLUIDA EN PLÁSTICOS

Intentar establecer un método general de pulido es imposible, ya que la diversidad de problemas que se presentan en el pulido de una sección mineral son de índole muy diferente.

Si se trata de una muestra que contenga varios minerales de distinta dureza, ello presupone un puli-

do específico para cada uno de los constituyentes, y alcanzar un pulido perfecto es difícil.

Existen numerosos materiales que son empleados como abrasivos: carborundum, carburo de boro, alúmina, óxido de magnesio, óxido de cromo, pasta de diamante, etc., la mayor parte de ellos en diferentes tamaños de grano.

Como lubricantes se utilizan: agua, aceite mineral puro (de máquina de coser) y algunos tipos de siliconas de viscosidad 5 Cs. Las operaciones previas de pulido, denominadas de desbaste, suelen realizarse con polvo de carborundum de diferentes tamaños de grano, sobre placa de vidrio o con tiras de papel con polvo de carborundum adherido, finalizando este proceso con polvo Norbide 600. Todas estas operaciones se realizan a mano.

Después del desbaste se inicia el pulido que comprende varias operaciones que se efectúan semiautomáticamente empleando diferentes tipos de máquinas, de entre las que podemos citar como las más importantes las fabricadas por Buehler (E.E. UU.), Engis Limited (Inglaterra), Rehwaft (Alemania), Struers (Dinamarca).

Todos los modelos consisten esencialmente en un disco horizontal que puede ser de diferentes materiales y que puede girar a distintas velocidades. Las muestras con la superficie que se ha de pulir apoyada sobre el disco horizontal, se colocan en portamuestras de formas cilíndricas o tronco-cónica que en grupos de tres o más quedan sujetas mediante brazos metálicos. Algunas máquinas poseen dos o más brazos, lo que permite el pulido simultáneo de hasta 18 ejemplares. Estos brazos en su parte superior poseen un vástago, en el que se colocan diferentes contrapesos con el fin de obtener la presión adecuada a la naturaleza de la muestra que se va a pulir. La fricción entre la superficie del disco de pulir y la de la muestra imprime a ésta una rotación en sentido contrario a la del disco de pulir. Con ello se logra que la totalidad de la superficie a pulir esté permanentemente en movimiento y sufra por igual la acción del abrasivo. El pulido se efectúa con estas máquinas empleando dos tipos de discos. Los metálicos, sobre los que se aplican directamente los abrasivos, y los de madera, o de metal, recubiertos con telas de varias clases o con papel especial, que sirven de soporte a estos materiales y sobre los que se depositan los abrasivos.

Al iniciarse las operaciones de pulido deben tenerse bien presente los factores que influyen en la calidad y perfección del pulido final que se puede obtener:

- a) Velocidad de rotación del disco de pulir.
- b) Clase de material del disco.
- c) Los abrasivos empleados.

d) La presión efectuada sobre la muestra durante los procesos de pulido.

Con los discos de hierro colado, de cobre y de aleación de plomo con  $\pm 1\%$  de antimonio suelen emplearse como abrasivos alúmina en polvo de grano fino y como lubricante aceite mineral, formando una pasta de cierta consistencia, que se extiende en una delgada capa sobre la superficie del disco de pulir. También puede utilizarse pasta de diamante de tamaño de grano grueso. Con los discos que se recubren con papel se utiliza siempre como abrasivo la pasta de diamante en todos sus tamaños de grano: 14, 6, 3, 1, 1/2, y 1/10 micras.

La velocidad de rotación del disco de pulir no debe ser superior a las 120 rpm y el contrapeso colocado en los vástagos del brazo que sujeta los portamuestras puede ser como máximo de 1,300 kg. En estas condiciones de trabajo, lenta rotación del disco y contrapesos bajos, es posible lograr el pulido de una sección mineral que contenga constituyentes de distintas durezas, evitando con estas precauciones, juntamente con el empleo del abrasivo adecuado, que se forme la capa de Beilby, en la superficie pulida. Podemos considerar que en la mayoría de los casos que se pueden plantear en la obtención de secciones pulidas, el esquema siguiente constituido por un conjunto de procesos, permiten alcanzar un buen pulido de una superficie y en los casos que lo requieran, pueden ser sometidas a nuevas sesiones de los procesos finales, hasta lograr la perfección deseada.

A) Con el desbaste hecho con carborundum en polvo de tamaño de grano 1.000 y finalizado con Norbide 600, sobre placa de vidrio plana y empleando aceite mineral como lubricante, se logran eliminar las pequeñas cavidades que puedan existir en la superficie de la muestra y que quedan prácticamente sin profundidad, siendo posible su posterior y total eliminación durante los procesos de pulido.

Si se emplean papeles con polvo de carborundum adherido, los más indicados son los de los números 320, 400 y 600, que se colocan sobre placas de vidrio y son humedecidos constantemente con un chorrito de agua.

Nuestra experiencia adquirida en la preparación de secciones pulidas en nuestro laboratorio, nos ha demostrado que efectuar estas operaciones a mano y con poca presión sobre la muestra, evita las fracturas de los pequeños cristales y de los diminutos granos presentes en la superficie de la misma.

Finalizadas estas operaciones previas se inician seguidamente las que podemos considerar como propiamente de pulido.

B) Si se utiliza pasta de diamante se empieza con una sesión con la de tamaño de grano de 14 o de 6 micras, cuya duración puede ser de un mínimo de una hora a varias horas. Se sigue a conti-

nuación con otra sesión empleando pasta de diamante de tamaño menor de 3 o de 1 micras, sesión que suele ser de la misma duración que la anterior y se finaliza con sesiones de 30 minutos o de solamente 10 minutos con las pastas de tamaño de grano inferior a la micra: de 1/4 y de 1/10 de micra.

C) Pero las superficies pulidas con esta técnica siempre presentan algo de relieve. En los métodos cuantitativos con iluminación de incidencia normal, es necesario que las superficies estén exentas de relieve. Para lograr su total desaparición hemos comprobado que sólo se puede alcanzar mediante varias sesiones complementarias de pulido utilizando como abrasivo la gamma alúmina y con ligera presión sobre la muestra.

Si consideramos que el pulido con abrasivo es en realidad un ataque mecánico al o a los constituyentes de una superficie, este concepto nos indica la trascendencia que tiene en cada proceso intermedio la elección adecuada del abrasivo y de su tamaño de grano.

Los procesos finales de pulido son muy indicados para efectuar el repulido de aquellas secciones de minerales que se alteran o de aquellas que durante su manejo se han rayado.

En realidad es una buena norma someter cualquier sección pulida a una sesión de pulido previo antes de efectuar mediciones en ella.

Después de cada sesión la muestra debe limpiarse cuidadosamente y observarla con el microscopio de luz reflejada, para comprobar el estado de la superficie. Seguidamente y solamente si el pulido alcanzado en esta sesión se considera satisfactorio, se puede proceder a una nueva sesión utilizando otro abrasivo de grano más fino. Este criterio debe seguirse escrupulosamente en cada proceso intermedio y no pasar al siguiente hasta haber comprobado que se ha obtenido un buen pulido cada vez.

La limpieza de las muestras debe ser perfecta al pasar de un proceso a otro, ello se logra fácilmente empleando cualquier aparato de ultrasonidos, con agua o con gasolina. Para las muestras ya pulidas el mejor método es utilizar hojas de kleenex impregnadas con tetracloruro de carbono, frotando con toda suavidad.

En la preparación de nuestras secciones pulidas, el criterio que hemos adoptado para comprobar que se ha alcanzado el pulido final definitivo, consiste en efectuar una medición del poder reflectante de la superficie, someterla a otra nueva sesión de pulido, medir su reflectancia otra vez y así sucesivamente, hasta comprobar que los dos últimos valores obtenidos son concordantes.

Después de este primer control de la calidad del pulido, se efectúa seguidamente un estudio previo de la superficie, para elegir el campo más idóneo en

el que se realizarán las mediciones de la reflectancia. Para este estudio previo de la superficie pulida hemos adoptado el empleo del equipo de contraste diferencial de interferencia según Nomarsky.

Con esta técnica es posible detectar las imperfecciones de la superficie como son rayas muy delgadas, microfisuras y poder elegir un campo limpio y exento de ellas. Para facilitar encontrar otra vez rápida y fácilmente el campo elegido, se marca su posición trazando con tinta china una o varias flechas en la superficie del plástico en que la muestra está incluida.

La elección de un campo exento de microimperfecciones es condición previa si a partir de los valores de la reflectancia se han de calcular las constantes ópticas del material. Las microfisuras o fracturas existentes en la superficie en que han de efectuarse las mediciones, provocan en métodos cuantitativos con iluminación de incidencia normal, reflexiones secundarias y difusión del flujo luminoso, fenómenos

ópticos responsables de errores en la medición de la reflectancia, que si bien son admisibles dentro de la tolerancia del método ( $\pm 1\%$ ) cuando los datos experimentales se utilizan para identificación de minerales, no pueden ser admitidos como correctos si a partir de los mismos se han de calcular las constantes ópticas: índice de refracción y coeficiente de absorción, del mineral cuya sección pulida se ha obtenido.

#### BIBLIOGRAFÍA

1. HALLIMOND, A. F. (1970): *The polarizing microscope*, Vickers Ltd., pp. 221, 222, 227.
2. HALLIMOND, A. F. (1963): *Min. Mag.*, 108, 197-202.
3. PRINS, J. J. (1968): "Quelques aspects sur le rodage et le polissage des minerais". Comunicación personal, 1<sup>er</sup>e École d'Été des Pays Latins, Barcelona.
4. CAMERONS, E. N. (1961): *Ore microscopy*, p. 42, New York; Wiley and Sons.
5. FREUND, H. (1966): *Applied Ore Microscopy*, p. 56, Eng. Trans.; New York, Macmillan Co.