

# REFLECTANCIAS Y MICRODUREZAS EN HEMATITES

M. BLANCO Y C. MARCOS

TRABAJOS DE GEOLOGÍA Blanco, M. y Marcos, C. (1984).—Reflectancias y microdurezas en hematites. *Trabajos de Geología*, Univ. de Oviedo, 15, 285-289. ISSN 0474-9588.



En el presente trabajo se estudia la reflectancia y microdureza en sendas secciones al azar de dos ejemplares de hematites. Las medidas de reflectancia, 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 ensayo de la penetración estática. Los ejemplares estudiados han sido identificados mediante la difracción de rayos-X. Se ha establecido su composición química por la técnica de la microsonda electrónica. Se realiza un estudio mediante Fourier para comparar la anisotropía de la reflectancia y microdureza en ambas secciones.

In this work it was studied the reflectance and the microhardness on two sections at random of two hematites samples. Measurements of reflectance of wavelengths from 460 to 700 nm, were made using microphotometric methods under normal incidence; the hardness was measured using statical indentation method. The samples were identified by X-ray diffraction and its chemical composition established by microprobe. It was used the Fourier's method for comparing anisotropy of reflectance with anisotropy of microhardness on both sections.

*Marta Blanco y Celia Marcos, Departamento de Cristalografía y Mineralogía, Facultad de Geología, Universidad de Oviedo, España. Manuscrito recibido el 8 de noviembre de 1984.*

## TRABAJO EXPERIMENTAL

### A) Identificación y composición de los minerales

Se han estudiado dos ejemplares de hematites ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) de distinta procedencia:

MUESTRA A Quirós (Asturias)

MUESTRA B Bilbao

Los ejemplares proceden de la colección del Departamento, y en principio, se aceptan las localidades que se citan en sus tarjetas.

Las principales características de dichos ejemplares observados con el microscopio polarizante de reflexión son: color blanco amarillento, reflectancia media, anisotropía neta en tintas gris verdosa a marrón claro, reflexiones internas rojas.

Los ejemplares se han identificado, además, por medio de la difracción de rayos-X, método de polvo cristalino, empleando un difractor PHILIPS con tubo de cobre y filtro de níquel. Los diagramas obtenidos corresponden exactamente con el standard de las fichas A.S.T.M. 13-534.

La composición química se ha determinado mediante la microsonda electrónica, realizándose análisis cualitativos, habiendo sido detectados los elementos

Fe, Al, Si, Ti y O. Los análisis cuantitativos se realizaron en la misma zona de la sección mineral donde se efectuaron las medidas de reflectancia y microdureza, una vez metalizadas las muestras con oro-paladio, mediante el método de «sputtering», después de englobadas en resina y pulidas en la forma que a continuación se expone. El porcentaje en óxidos de los elementos analizados se presentan en la Tabla I.

### B) Obtención de las secciones pulidas

La elaboración de las superficies pulidas en las que se efectuaron las medidas de reflectancias y microdurezas, se ha llevado a cabo siguiendo las operaciones

TABLA I.—Composición química.

Oxidos	Muestra A %	Muestra B %
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	76,29	74,55
$\text{TiO}_2$	0,15	-0,02
$\text{SiO}_2$	0,17	0,25
$\text{Al}_2\text{O}_3$	0,32	0,46

que se describen en el trabajo anterior (Marcos *et alt.*), publicado en este mismo número.

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

Con el objeto de comprobar la ortogonalidad, anteriormente citada, se usó el test conoscópico de nivelación (Piller 1981).

### 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°.

En la toma de medidas de reflectancia se ha utilizado el método de comparación, descrito en otro trabajo (Marcos *et alt.*), publicado en el mismo número.

Se ha usado como standard el SiC, SIKA, aceptado por la C.O.M. y suministrado por la casa ZEISS

siendo su reflectancia media del 20 % aproximadamente. Las medidas de reflectancia se han tomado en el rango de 460 a 700 nm, del espectro visible. Los resultados de estas medidas para los minerales estudiados se exponen en la Tabla II.

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, de la cual se miden sus diagonales 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 M12a, cuya descripción ha sido realizada por Hallmond (1970). Se han utilizado las cargas de 50, 100 y 200 pondios, en cada uno de los ejemplares, evitándose cargas inferiores por considerar que las huellas resultantes, al ser demasiado pequeñas, darían lugar a una mayor dispersión de los resultados.

En la realización de las microhuellas se han mantenido las mismas secciones y las mismas posiciones utilizadas en la toma de medidas de reflectancia.

TABLA II.—Medidas de reflectancia en el rango visible.

	MUESTRA A							
	0°	45°	90°	135°	180°	225°	270°	315°
460	30,18	30,10	27,55	27,19	28,16	29,19	28,95	29,22
480	30,09	30,84	29,09	28,23	31,00	31,85	28,84	27,58
500	32,17	30,54	28,02	27,43	31,80	30,65	27,73	28,87
520	28,13	29,24	25,67	24,33	26,85	27,05	25,47	26,48
540	30,34	29,67	26,28	24,00	26,39	27,25	26,53	25,58
560	28,93	27,87	25,76	25,87	28,66	28,44	26,99	26,64
580	30,54	29,63	26,99	27,49	30,78	30,46	28,67	28,99
600	31,47	31,00	27,32	27,03	29,72	28,75	28,00	28,53
620	32,24	31,72	27,41	26,05	28,99	30,30	27,50	27,99
640	23,53	22,13	20,37	20,17	22,50	23,96	23,23	23,79
660	23,26	23,92	23,13	22,21	23,96	23,87	23,13	23,61
680	26,29	27,88	25,55	24,36	25,98	26,78	25,68	25,00
700	26,70	26,32	23,83	23,35	25,74	26,51	24,59	23,54
	MUESTRA B							
460	27,3	29,1	29,1	28,8	30,3	31,3	30,6	26,3
480	28,5	29,5	29,9	28,6	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	23,3	26,7	29,1	27,1	24,3
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	23,0
600	24,0	27,6	28,2	25,3	27,6	29,6	27,1	23,8
620	25,4	25,9	24,8	23,5	26,6	29,4	27,4	25,6
640	21,1	22,7	22,1	20,7	23,1	25,3	23,8	20,7
660	23,6	25,8	24,7	22,0	23,5	28,0	25,6	23,2
680	22,8	24,2	22,8	20,3	22,8	24,8	24,1	20,8
700	23,0	24,2	22,8	20,4	22,2	24,8	24,4	20,6

TABLA III.—Valores de dureza relativa y dureza límite.

MUESTRA A								
50 (pond.)	0°	45°	90°	135°	180°	225°	270°	315°
d	77	78	74	74	71	75	75	74
s	2,76	1,75	0,80	1,96	1,62	1,36	0,98	0,75
s/d	0,04	0,02	0,01	0,03	0,02	0,02	0,01	0,01
VH (d)	880	857	953	953	1.034	927	927	953
VH (d - s)	953	902	953	1.006	1.064	978	953	978
VH (d + s)	835	835	927	927	978	902	902	927
100 (pond.)								
d	104	106	106	111	106	105	105	113
s	2,00	1,92	2,00	1,64	1,50	1,54	1,79	2,74
s/d	0,02	0,02	0,02	0,01	0,01	0,01	0,02	0,02
VH (d)	964	928	928	846	928	946	946	817
VH (d - s)	1.003	964	964	878	964	983	983	861
VH (d + s)	928	895	895	817	895	911	911	775
200 (pond.)								
d	157	166	159	163	170	169	161	166
s	2,53	2,14	3,07	3,24	1,41	1,26	2,23	1,97
s/d	0,02	0,01	0,02	0,02	0,01	0,01	0,01	0,01
VH (d)	846	758	824	786	720	730	806	758
VH (d - s)	878	776	858	814	730	738	824	776
VH (d + s)	814	738	794	758	714	720	786	738

TABLA IV.—Valores de dureza relativa y dureza límite.

MUESTRA B								
50 (pond.)	0°	45°	90°	135°	180°	225°	270°	315°
d	76	73	75	79	77	74	74	74
s	3,75	2,12	1,62	2,05	2,49	2,79	2,03	2,89
s/d	0,06	0,03	0,02	0,03	0,03	0,03	0,04	0,04
VH (d)	1.161	978	927	835	755	953	953	953
VH (d - s)	1.314	1.034	978	880	814	1.034	1.006	1.034
VH (d + s)	1.034	927	902	795	721	880	902	880
100 (pond.)								
d	110	110	107	111	1110	114	113	106
s	2,33	3,37	1,53	3,26	1,46	3,60	3,03	2,19
s/d	0,02	0,03	0,01	0,03	0,01	0,03	0,03	0,02
VH (d)	861	861	911	846	861	802	817	928
VH (d - s)	911	928	928	895	895	861	861	964
VH (d + s)	831	817	878	802	846	762	775	895
200 (pond.)								
d	162	162	155	163	162	165	167	156
s	3,67	3,17	2,06	2,57	3,41	3,74	3,21	4,78
s/d	0,02	0,02	0,01	0,02	0,02	0,02	0,02	0,03
VH (d)	794	794	868	786	794	766	748	858
VH (d - s)	834	824	904	814	834	786	790	914
VH (d + s)	758	766	846	766	766	748	858	806

Los valores de microdureza se muestran en las Tablas III y IV para las muestras A y B, respectivamente. En estas Tablas también se exponen: el valor  $d$ , de la diagonal; desviación típica,  $s$ ; coeficiente de dispersión,  $s/d$ ; dureza relativa VH ( $d$ ) y las durezas límites VH ( $d - s$ ) y VH ( $d + s$ ) determinadas al considerar la desviación típica.

En la Tabla V se exponen las constantes K y n calculadas a partir de la expresión que relaciona la microdureza Vickers, VHN, con la ley de Kick:

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

Del exponente  $1-2/n$  se deduce que cuando n es menor que 2 la microdureza disminuye al aumentar la carga, hecho que ocurre en ambos ejemplares. En la misma Tabla se exponen el coeficiente de correlación, r, y la desviación, s, parámetros que representan valores muy aceptables en las dos muestras.

Con un programa (Marcos *et al.* 1984), en lenguaje FORTRAN 77, se calcularon los coeficientes y ángulos de fase del desarrollo de Fourier:

$$R(\alpha) = C0 + C1 \sin(\alpha + \Psi_1) + C2 \sin(2\alpha + \Psi_2) + C3 \sin(3\alpha + \Psi_3) \quad (2)$$

a partir de los ocho valores de la reflectancia o microdureza, que nos proporcionan los valores máximo ( $C0 + C2$ ) y mínimo ( $C0 - C2$ ) de la reflectancia 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.

Los resultados obtenidos, para ambas muestras se encuentran en la Tabla VI de reflectancia y en la Tabla VII se encuentran los correspondientes a la microdureza.

TABLA V.—Valores de las constantes K y n, coeficiente de correlación y desviación típica.

MUESTRA A				
Posición	K	n	r	s
0°	0,6369	1,90	0,99	0,03
45°	0,7884	1,80	0,99	0,03
90°	0,7694	1,83	0,99	0,02
135°	0,9468	1,74	0,99	0,02
180°	1,4394	1,59	0,99	0,02
225°	1,1148	1,68	0,99	0,02
270°	0,8382	1,79	0,99	0,02
315°	0,9749	1,71	0,99	0,01
MUESTRA B				
Posición	K	n	r	s
0°	0,8002	1,80	0,99	0,02
45°	0,9858	1,73	0,99	0,02
90°	0,6146	1,91	0,99	0,01
135°	0,5771	1,90	0,99	0,02
180°	0,6262	1,88	0,99	0,02
225°	1,2771	1,66	0,99	0,02
270°	0,6683	1,87	0,99	0,03
315°	0,7564	1,83	0,99	0,02

## CONCLUSIONES

1.—Del examen de las Tablas II, III y IV se observa que la muestra de Bilbao presenta unos valores de reflectancia y microdureza ligeramente superiores a los correspondientes de la muestra de Quirós. Este hecho puede explicarse si se observa la Tabla I, pues de ella se deduce que cuando aumenta el contenido en Fe aumentan los valores de R % y VHN.

TABLA VI.—Resultados obtenidos, mediante el método de interpolación trigonométrica de Fourier, para la reflectancia.

MUESTRA A						
(nm)	C0	C1	C2	C3	Rmáx	Rmin
460	28,82	1,16	0,85	0,15	29,67	27,96
480	29,69	0,52	1,89	0,13	31,58	27,80
500	29,65	0,38	2,39	0,35	32,04	27,26
520	26,65	1,09	1,67	0,04	28,33	24,98
540	27,01	1,70	2,08	0,21	29,09	24,92
560	27,40	0,55	1,54	0,07	28,93	25,86
580	29,19	0,83	1,68	0,01	30,87	27,52
600	28,98	1,10	1,80	0,30	30,78	27,17
620	29,02	1,41	2,54	0,07	31,57	26,48
640	22,46	1,77	0,81	0,25	23,27	21,65
660	23,39	0,25	0,55	0,24	23,93	22,84
680	26,02	0,55	1,39	0,11	27,42	24,63
700	25,07	0,35	1,79	0,12	26,87	23,28

TABLA VI.—Resultados obtenidos, mediante el método de interpolación trigonométrica de Fourier, para la reflectancia.

(nm)	C0	C1	C2	C3	Rmáx	Rmin
MUESTRA B						
460	29,13	1,59	0,40	0,42	29,50	28,70
480	30,71	2,38	0,39	0,42	31,10	30,30
500	28,37	2,79	0,34	0,00	28,70	28,00
520	25,53	2,01	0,27	0,16	25,80	25,20
540	25,23	0,74	0,14	0,02	25,40	25,10
560	26,73	1,82	0,13	0,01	26,80	26,60
580	25,01	1,19	0,27	0,20	25,30	24,70
600	26,67	1,54	0,39	0,36	27,10	26,30
620	26,09	1,72	0,14	0,34	26,20	25,90
640	22,43	1,32	0,24	0,04	22,70	22,20
660	24,56	0,82	0,04	0,37	24,60	24,50
680	22,77	0,52	0,03	0,13	22,80	22,70
700	22,83	0,55	0,03	0,25	22,80	22,80

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

MUESTRA A						
Carga (p.)	C0	C1	C2	C3	VHN <sub>máx</sub>	VHN <sub>min</sub>
50	935,5	51,21	31,67	32,23	967,17	903,83
100	912,9	2,65	52,94	18,47	965,81	859,94
200	823,3	83,93	104,73	117,05	927,98	718,52
MUESTRA B						
50	939,4	128,00	36,80	76,00	976,24	902,51
100	860,9	31,60	27,70	37,00	888,67	833,08
200	801,0	28,40	12,10	42,00	796,29	771,21

2.—Del estudio realizado mediante Fourier se deduce que la reflectancia se describe bien por dos armónicos. La microdureza en este caso parece que también puede describirse por dos armónicos, pues el coeficiente C3, aparentemente elevado, resulta despreciable frente a los valores de VHN.

3.—La anisotropía de la reflectancia y la mi-

cro dureza, reflejada por el coeficiente C2, es bastante débil en ambas muestras.

4.—Por último podemos decir que de los resultados obtenidos mediante Fourier para la microdureza parece que cabe una descripción de su anisotropía de un modo análogo al de la reflectancia.

#### BIBLIOGRAFIA

- Galopín, R. y Henry, N. F. M. (1972).—*Microscopic study of opaque minerals*. W. Heffer y Sons Ltd., 153-155.
- Marcos, C., Blanco, M. y Virgós, J. M. (1984).—Aplicación del método de interpolación trigonométrica de Fourier en el estudio de la anisotropía de la reflectividad y la microdureza en minerales. *Acta Geológica Hispánica*, 19, 1.
- Marcos, C., Blanco, M. y Valín, M. L. (1985).—Reflectancias en tres miembros de la serie de las turmalinas. *Trab. Geol.*, 15, 275-284.
- Piller, H. (1981).—The calibration of standards for the measurements of specular reflectance with a microscope photometer. *Journal of Microscopy*, 123, 259-270.

