

## INFLUENCIA DE LA ESTRUCTURA INICIAL SOBRE LAS PROPIEDADES DE LAS CAPAS NITRURADAS DE UN ACE-RO AL NÍQUEL ALEADO CON ALUMINIO Y TITANIO

Lic. Daniel Codorniú Pujals; Lic. Hugo Sánchez Morales;  
Lic. Oscar Botana Beltrán; Lic. Carlos Riverón Mulet;  
Lic. María J. Codorniú Pujals

Facultad de Química y Física, Universidad Central de  
Las Villas

Dr. Alexei V. Belotski

Cátedra de Física de los Metales

Instituto Politécnico de Kiev, URSS

### RESUMEN

Se estudia la influencia del tratamiento inicial sobre las características (composición de fase, microestructura y microdureza) de las capas nitruradas en un acero tipo Fe-27%Ni-2%Al-3%Ti. Las muestras fueron sometidas al análisis por difracción de rayos X y después al estudio metalográfico.

Los resultados experimentales demuestran que el tratamiento previo tiene gran influencia sobre las propiedades de las capas nitruradas. Suponiendo que los nitruros TiN y AlN son los responsables fundamentales

del endurecimiento de las capas, se propone una explicación de los fenómenos observados.

#### ABSTRACT

The influence of initial treatment on the characteristics (phase composition, microstructure and microhardness) of nitrided layers was studied in a Fe-27%Ni-2%Al-3%Ti steel. The nitrided samples were analyzed by nitrided X-ray diffraction, and else metallographically studied. Experimental results shows that the previous treatment has great influence on the properties of nitrided layers. In case that TiN and AlN are the fundamental responsables for hardening, an explanation of observed phenomena is proposed.

#### INTRODUCCIÓN

En trabajos anteriores (1,2) se ha demostrado la posibilidad de obtener capas nitruradas con elevada dureza en aceros con alto contenido de níquel, aleados con elementos que garantizan el envejecimiento por precipitación (Al y Ti en nuestro caso). En el propio trabajo (1) se señala que el estado inicial de fases, es decir, si este es austenítico, martensítico o mezclado, influye notablemente en las características de las capas obtenidas.

No obstante, es importante analizar no sólo la influencia de una cantidad inicial de fase, sino de la historia

anterior de la aleación, es decir, si esta ha sido homogenizada, deformada plásticamente, etc. Esta historia anterior determina la presencia de un mayor o menor número de defectos estructurales que pueden jugar un importante papel en los procesos difusivos que tienen lugar durante la nitruración. Para tener en cuenta la influencia del estado estructural en general, en el presente trabajo se estudia la nitruración en tres regímenes distintos, de una aleación del tipo Fe-27%Ni-2%Al-3%Ti sometido a cuatro tratamientos preliminares diferentes.

#### Materiales y métodos

Se estudió el acero H26D2T3E cuya composición química es (en peso) 26,4%Ni; 2,95%Ti; 2,24%Al; 0,33%Nb; 0,25%Si; 0,02%C; 0,003%S; 0,005%P y el resto hierro. Las muestras fueron fundidas en un horno de inducción en forma de barras, las cuales fueron laminadas hasta los 0,6 mm de espesor. De estas láminas se prepararon muestras planas de unas 20x10x0,6 mm. Las muestras preparadas se dividieron en cuatro grupos, cada uno de los cuales recibió un tratamiento diferente:

<u>GRUPO</u>	<u>TRATAMIENTO</u>
A	Ninguno
B	Enfriamiento 30 min. en nitrógeno líquido
C	2 h a 1000°C + enfriamiento en agua
D	2 h a 1000°C + enfriamiento en agua +

+ enfriamiento en nitrógeno líquido (30 min)

Los estados así obtenidos fueron controlados por análisis roentgenográfico (en el difractor del equipo TUR-61M, radiación no filtrada de Fe) y por análisis metalográfico en el microscopio NEOPHOT-21. Dichos análisis arrojaron que las muestras de los grupos A y C presentan una estructura fundamentalmente austenítica.

Las muestras del grupo B presentan una estructura fundamentalmente martensítica con cierta cantidad de austenita residual. Por último las muestras del grupo D presentan una mezcla austenita-martensítica, en la que esta última fase no sobrepasa el 40 %.

La nitruración se efectuó en un horno mufla al cual se le adaptó una cámara para este fin. El medio saturante utilizado fue amoníaco y los regímenes de nitruración  $480^{\circ}\text{C}-3\text{h}$ ,  $550^{\circ}\text{C}-3\text{h}$  y  $550^{\circ}\text{C}-6\text{h}$ .

Después de cada nitruración se obtuvieron los difractogramas de cada una de las muestras. Posteriormente se realizó el análisis metalográfico de las secciones transversales de las muestras y se midió la microdureza de las mismas en el equipo PMT-3 con carga 50g.

### Resultados experimentales

En las figuras 1, 2 y 3 se muestran los gráficos de la variación de la microdureza con la distancia a la superficie de la muestra para cada régimen de nitruración

y cada estado inicial.

En la nitruración a  $480^{\circ}\text{C}-3\text{h}$  (fig 1) se observa en la muestra no tratada inicialmente (grupo A), que la dureza en la capa alcanza los  $1000 \text{ kgf/mm}^2$  cayendo a unos 500 en el núcleo.

La dureza en la capa es inferior ( $800-700 \text{ kgf/mm}^2$ ) para el resto de los estados iniciales. En el caso de la muestra del grupo B la dureza del núcleo cae a menos de 400. La profundidad de la capa para este régimen no depende prácticamente del estado inicial, manteniéndose alrededor de los 0,1mm.

Para la nitruración a  $550^{\circ}\text{C}-3\text{h}$ , (fig 2) la influencia del estado inicial es esencialmente diferente. La dureza mayor en la capa ( $\sim 900 \text{ kgf/mm}^2$ ) se presenta en la muestra con el tratamiento C, aunque dicha dureza máxima no está en el extremo de la capa, sino después de las primeras 30 micras, ya que la subcapa más superficial es mucho más blanda. En el resto de los casos la dureza en la capa es en general inferior a la obtenida a  $480^{\circ}\text{C}$  y la profundidad de capa se mantiene en los mismos valores que en este régimen con excepción de la muestra del grupo B en la cual el efecto de endurecimiento se extiende hasta unas 120 micras de la superficie. Es de destacar el alto valor de dureza ( $700 \text{ kgf/mm}^2$ ) que se obtiene en el núcleo para el tratamiento C, en contraposición con el resto de las muestras en las cuales la dureza del núcleo oscila entre 400-450  $\text{kgf/mm}^2$ .

El proceso 550°C-6h (fig 3) es semejante al de 3 h, observándose la tendencia general a la disminución de los valores de la dureza en las capas y el aumento de la profundidad de las mismas que en ocasiones llegan a superar las 160 micras. Se destaca en este régimen la disminución de la dureza del núcleo en la muestra del grupo C con respecto al régimen de 550°C-3h.

El análisis metalográfico muestra que las capas nitruradas están muy bien definidas, con una línea de separación bien precisa. En las muestras cuyo estado inicial es fundamentalmente austenítico, el mismo se mantiene después de la nitruración, notándose como las fronteras de grano pasan continuamente del núcleo a la capa.

En las muestras en que inicialmente había martensita esta se conserva en el núcleo y aparecen también en la capa. La concentración de martensita en la capa disminuye a medida que nos acercamos a la superficie y en la capa más superficial prácticamente esta fase no está presente. Esta martensita que aparece en la capa tiene una morfología típicamente acicular en todos los casos. En ocasiones las placas de martensita pasan del núcleo a la capa, cambiando de coloración.

En las muestras del grupo C nitruradas a 550°C la capa más exterior tiene un aspecto poroso y, como habíamos señalado anteriormente, presenta una baja dureza.

Este aspecto no se observa en el resto de las muestras.

La difracción de rayos X (fig 4) nos muestra que la composición fundamental de la capa nitrurada está dada por  $\gamma'$  en la zona exterior (que en este caso debe ser de la forma  $(\text{Fe}, \text{Ni}, \text{Ti}, \text{Al})_4\text{N}$ ) con un parámetro de la red muy cercano al de la  $\gamma'$  del sistema Fe-N; y por austenita nitrrogenada que es la fase mayoritaria. Es característico que el parámetro de la red de esta austenita se encuentre muy aumentado, alcanzando los 3,66 Å, mientras que el parámetro inicial es de 3,58 Å.

La cantidad de  $\gamma'$  es mayor en las muestras que no fueron calentadas a 1000°C.

#### *Discusión de los resultados*

Como se puede observar de los resultados presentados, el acero estudiado se endurece superficialmente como resultado de la nitruración gaseosa ordinaria, lográndose capas relativamente profundas en tiempos cortos y temperaturas no muy altas. Esto demuestra que en general la nitruración puede mejorar notablemente las características superficiales de este acero, con esquemas tecnológicos sencillos.

Se desprende también de los resultados presentados, que el efecto de la nitruración depende no solamente del régimen de saturación de la misma (temperatura y tiempo), sino también del estado inicial del material. Así vemos

por ejemplo que los mejores resultados obtenidos en nuestro trabajo son los que se alcanzan en la muestra que no ha recibido ningún tratamiento térmico, cuando se nitrura a  $480^{\circ}\text{C}$ -3h. En este caso se logra una capa compacta de 0,1 mm de espesor con una dureza cercana a los 1000 kgf/mm<sup>2</sup>, manteniéndose en el núcleo una dureza del orden de los 500. Es realmente significativo este resultado pues constituye el proceso también económicamente más favorable: la muestra no tiene que ser tratada previamente y la temperatura de nitruración es relativamente baja.

Analicemos el porque de la influencia del estado inicial en el resultado obtenido en las diferentes nitruraciones. Como muestra el análisis roentgenográfico, las capas nitruradas obtenidas no se caracterizan por tener una alta concentración de nitruros de hierro. De entrada, la fase  $\text{E-Fe}_{2,3}\text{N}$  no se detecta y la fase  $\gamma'$ , aunque está presente, no alcanza a ser en ningún caso más del 40 %. De ser  $\gamma'$  el factor que definiera el endurecimiento, entonces de acuerdo con los difractogramas obtenidos (fig 4) a  $480^{\circ}\text{C}$  el orden ascendente en dureza en la capa para los diferentes estados iniciales debía ser: A,B,C,D. Pero la figura 1 nos muestra que en realidad el orden es A,D,C,B. Es decir, la segunda capa más dura corresponde al tratamiento D, en la cual no se detecta prácticamente la fase  $\gamma'$  por los rayos X.

Otro elemento a tener en cuenta, es el endurecimiento debido a la distorsión de la austenita, como consecuencia del aumento apreciable del parámetro de la red; pero dicho efecto, como se observa en la fig. 4 es prácticamente semejante en todos los casos y no explica las variaciones observadas.

La presencia simultánea en estos aceros de aluminio y titanio, que como se sabe son grandes formadores de nitruros, nos lleva a la idea de que son precisamente el  $\text{TiN}$  y el  $\text{AlN}$  los principales responsables de la dureza en la capa y que las diferencias apuntadas tanto en el estado inicial como en el régimen, se deben a que se obtienen diferentes estadios de formación de estos nitruros. Al plantear esto, nos basamos en las ideas desarrolladas por Gavrilova (3) y sustentada posteriormente por Lajtin (4) acerca de que el proceso de endurecimiento durante la nitruración es análogo a los procesos de endurecimiento dispersivo en las aleaciones envejecibles, y que el mecanismo de segregación de los nitruros en el proceso de formación de la capa difundida es el mismo que el de la descomposición de las soluciones sólidas sobresaturadas en las aleaciones que se endurecen por dispersión. Es decir, en tal sentido hay que suponer que el grado de endurecimiento dependerá de la naturaleza y no de las partículas y del grado de coherencia que las mismas tengan con la matriz. De acuerdo con la teoría general del envejecimiento al máximo endurecimiento se

alcanza frecuentemente durante la formación de las Zonas de Guinier-Preston y de precipitados de fases metaestables intermedias. Sin embargo el tiempo en que se alcanza dicho máximo dependerá de la temperatura y del estado estructural del sistema.

A la luz de las ideas anteriores analicemos como puede influir el estado inicial de nuestras muestras en la cinética de formación de los nitruros endurecedores.

Se conoce de la literatura (5) que el nitruro  $TiN$  presenta una estructura cúbica del tipo  $NaCl$  con parámetro del orden de  $4 \text{ \AA}$ . Por su parte, el nitruro de aluminio estable se reporta como una fase hexagonal en la literatura; sin embargo, en el trabajo (7), en sistemas muy semejantes al nuestro, el nitruro de aluminio que se observa no es hexagonal, sino cúbico centrado en las caras, con períodos entre  $3,98$  y  $4 \text{ \AA}$  que por similitud debe ser el que este presente en nuestro caso.

Es lógico pensar que la pérdida de coherencia entre nitruro y fase sustrato se produzca primero mientras mayor sea la diferencia de estructura y parámetro. O sea, la coherencia debe conservarse más entre el  $AlN$  cúbico centrado en las caras ( $3,90 \text{ \AA}$ ) y la austenita que tiene también esta estructura y un parámetro de  $3,6 \text{ \AA}$ ; que en todo el resto de las variantes.

Además de esto, el proceso difusivo estará más activado en las estructuras donde hay mayores imperfecciones

(6), es decir, la difusión será mayor en el siguiente orden de los estados iniciales: B,D,A,C (aumentando de izquierda a derecha), y por consiguiente en este orden se irán alcanzando primero las etapas del envejecimiento, o sea, : zonas, precipitados coherentes, precipitados no coherentes.

Analicemos, por ejemplo, el resultado de la nitruración  $480^{\circ}C-3h$  (fig 1). La muestra del grupo B es la que debe tener mayor coeficiente de difusión, ya que el número de dislocaciones en la misma debe ser grande, luego ya en este tiempo y temperatura debe haberse alcanzado un estadio alto de formación de nitruros. Por la diferencia de estructura y/o parámetro que hay entre estos y la martensita, es probable que ya estemos en este caso en la fase en que se ha perdido la coherencia, lo cual explicaría las bajas propiedades de las capas de esta muestra con relación a las demás

La muestra del grupo C por ser una austenita homogeneizada debe tener coeficiente de difusión más bajo relativamente y por este motivo debemos estar aún en los primeros estadios de la segregación en los cuales no se ha alcanzado todavía el máximo de dureza.

La presencia de las más altas propiedades en la capa de la muestra A se explican porque esta contiene también austenita como la C, tiene mayor cantidad de defectos y por tanto el coeficiente de difusión es mayor.

En este caso estamos en un estadio intermedio con nitruros coherentes que garantizan la máxima dureza.

La muestra del grupo D presenta austenita más martensita y puede considerarse, por tanto un caso intermedio entre A y B.

Al pasar a los  $550^{\circ}\text{C}$ , ya los tiempos de 3 y 6 h constituyen etapas finales de la formación de nitruros de elementos aleados para todas las muestras, excepto la C, que por tener un coeficiente de difusión menor alcanza ahora un estadio de máxima dureza. No obstante la capa más superficial de estas muestras tiene baja dureza, por la aparición es esta de la porosidad, cuya naturaleza no está clara para nosotros.

Obsérvese que en cierto sentido, las variaciones de la dureza del núcleo acompañan a las de la capa, lo cual puede ser un índice de la similitud entre la formación de los nitruros y la precipitación de las variantes  $\gamma'$  y  $\eta$  del  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ .

### Conclusiones

1. Se evidencia la posibilidad de obtener un alto endurecimiento superficial en el acero H26W2T3B mediante la nitruración
2. Se muestra que el tratamiento previo a que se somete el acero influye sobre los resultados de la nitruración. Los mejores resultados se obtuvieron entre los

regímenes analizados en la muestra que no recibe tratamiento térmico después de laminado cuando se nitrura a  $480^{\circ}\text{C}$ -3h.

3. Se puso de manifiesto que los constituyentes básicos fundamentales de las capas superficiales de este acero al ser nitrurado son la austenita nitrogenada con alto parámetro (hasta  $3,66 \text{ \AA}$ ) y el nitruro  $\gamma'$ , aunque esté en pequeña cantidad en los regímenes ensayados.
4. Partiendo de la base de que los nitruros  $\text{TiN}$  y  $\text{AlN}$  son los responsables fundamentales del endurecimiento de las capas nitruradas, y teniendo en cuenta que el proceso de formación de los nitruros es semejante al de la descomposición de las soluciones sólidas sobresaturadas, se propone una explicación a la variación de la microdureza, en dependencia del estado inicial de la muestra y del tipo de régimen de nitruración.

### BIBLIOGRAFÍA

1. Codorniu, D; A.V. Belotski; O. Botana.  
Estudio preliminar del proceso de nitruración de aceros con alto contenido de níquel.  
Revista Cubana de Física, (1982) (en proceso de publicación).
2. Codorniu, D.; A.V. Belotski  
Características de la nitruración de un acero con alto contenido de níquel tratado previamente a

temperaturas bajo cero. Suplemento de la Revista "Construcción de Maquinarias"., (1982) (en proceso de publicación.

3. Gavrilova, A.V. y otros.

Metaloviedienie i termicheskaya abrabotka metalov  
3, pag 16, (1974).

4. Lajtin Yu. M.; Kogan Ya. D.; Frolova L.I.

Metaloviedienie i termicheskaya abrabotka metalov,  
3, pag 28, (1978).

5. Pearson W. B.

Handbook of lattice spacings and structure of metals Pergamon Press, London (1967) vol 2.

6. Bokshtein V.

Diffusion in metals, Editorial MIR, Moscú (1980)

7. Babenko, N.P. y cols.

Fizika metalov y metaloviedienie  
Vol 46,5, pag 1004 (1978)

Recibido 11.10.82

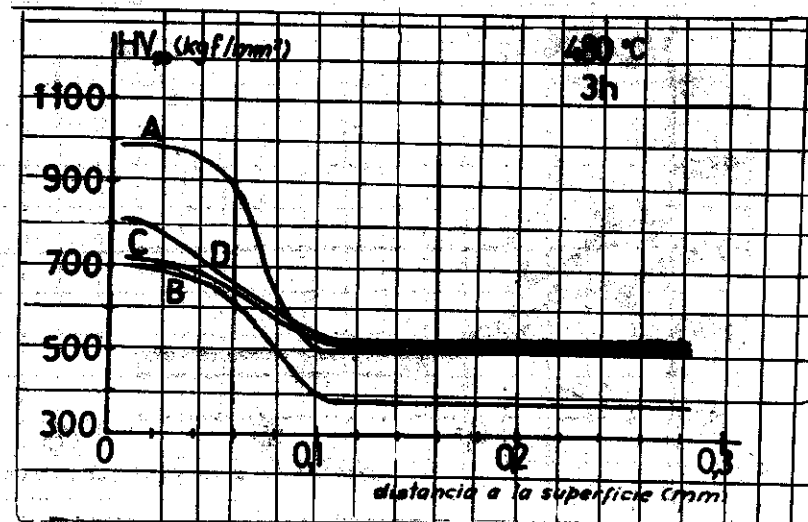


Fig. 1. Variación de la microdureza en las muestras nitruradas a 480°C durante 3 horas

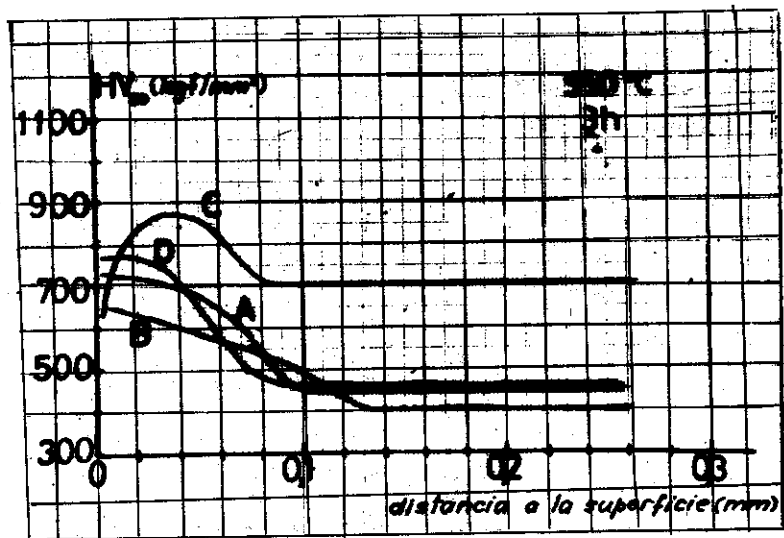


Fig. 2. Variación de la microdureza en las muestras nitruradas a 550°C durante 3 horas

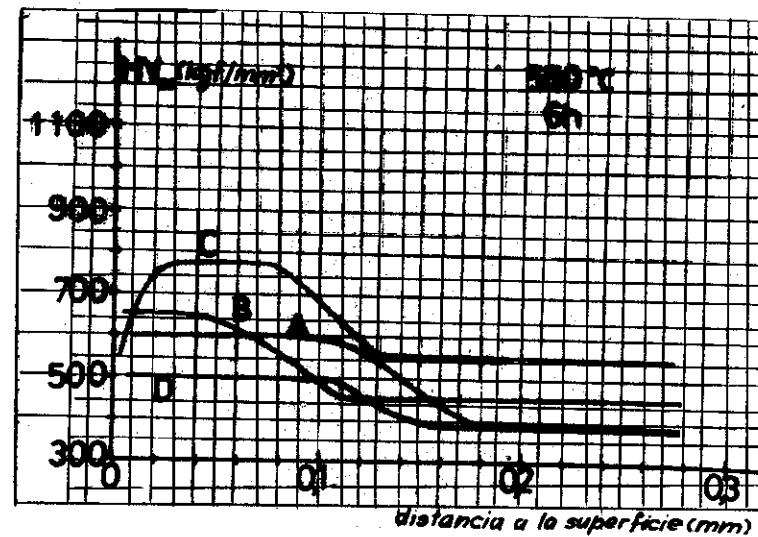


Fig. 3. Variación de la microdureza en las muestras nitruradas a 550°C durante 6 horas

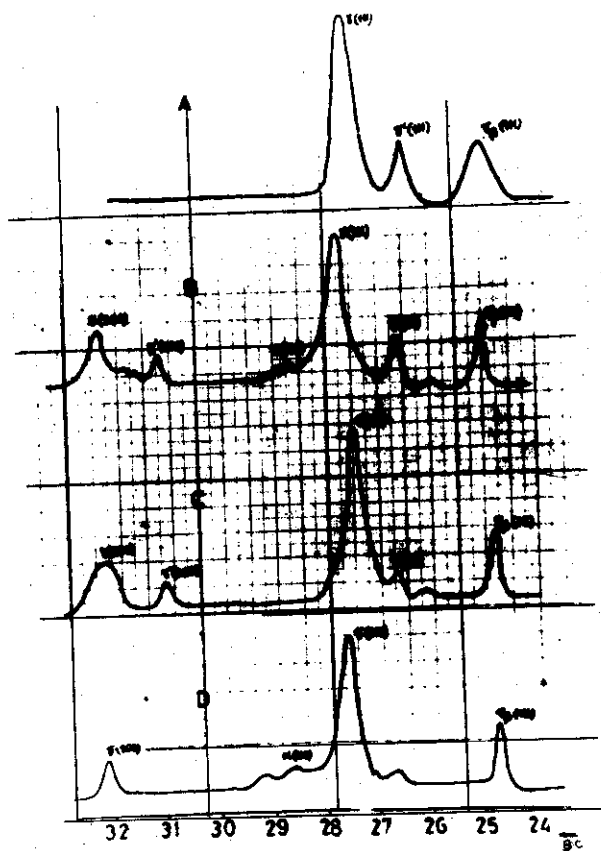


Fig. 4. Perfiles de los difractogramas tomados a las muestras nitruradas a  $480^{\circ}\text{C}$  durante 3 horas

guin) were determined by optical and Electronic Microscopy. An special attention was devoted to determine also minority phases by X-ray and electron diffraction. The obtained results are discussed and compared with previous papers.

## INTRODUCCIÓN

El estudio de las magnetitas que forman parte de la corteza de interperismo de las ultramafitas serpentinizadas es importante para nuestro país ya que se han encontrado yacimientos donde éstas son niquelíferas (1). En nuestro país se encuentran presentes en los yacimientos de Moa y Nicaro y de aquí la importancia de la caracterización completa de estas fases (2).

Los óxidos y oxihidroxidos del hierro se encuentran presentes en los dos grandes grupos de rocas, en las rocas ígneas y en las sedimentarias (3).

En el caso de las rocas ígneas aparecen tres familias de óxidos, dependiendo del enfriamiento; estos son:

*Titano magnetita*  $\text{Fe}_{3-x}\text{Ti}_x\text{O}_4$  ( $0 < x < 1$ )  
con impurezas de Mg, Al, Mn, con estructura espinela.

*Hema ilmenita*  $\text{Fe}_{2-y}\text{Ti}_y\text{O}_3$  ( $0 < y < 1$ )  
de estructura romboédrica

*Pseudo brookita*  $\text{Fe}_{2-z}\text{Ti}_{1+z}\text{O}_5$  ( $0 < z < 1$ )  
de estructura ortorómbica.

En el caso de las rocas sedimentarias aparecen:

Hematita  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  es romboédrica

Magnetita  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  estructura de espinela (4) esta se debe principalmente al producto de oxidación de las titano-magnetitas, esta última reporta la literatura que puede aparecer en amplia escala en las lateritas (5).

Goethita  $\alpha\text{-Fe OOH}$  ortorómbico

Lepidocrocita  $\gamma\text{-Fe OOH}$  ortorómbico

En la literatura existen problemas a la hora de establecer si una muestra se trata de una mezcla de magnetita con maghemita, una fase intermedia entre ambas o una magnetita que dentro de su red contenga átomos de otros elementos que le disminuyen el parámetro reticular, para resolver la anterior problemática es necesario establecer un criterio cuidadoso (6) para su diferenciación basado en la aparición de líneas superestructurales y en la medición del parámetro reticular.

Para este trabajo se utilizaron las muestras estudiadas por Nils Ponce que nos fueron facilitadas por el autor, para lo cual confeccionó dos muestras complejas (compósitos) con granos de minerales que megascópicamente presentaban características comunes y que se reunieron bajo el nombre genérico de magnetita N° 1 y magnetita N° 2. La muestra N° 1 fue conformada con los minerales magnéticos de las muestras N° 6006; 46044; 167402 y 167412 correspondientes a esos pozos minerológicos del yacimiento "Levisa". De la misma manera, la muestra N° 2 se compuso con las fases magnéticas de las muestras minerolo-

gicas N° 46012; 46023; 46025 del propio yacimiento. Las muestras fueron preparadas por separación magnética y mecánica y se trabajó con fracciones magnéticas de clases granulométricas mayores de  $63\mu\text{m}$ . Después de obtenidas de esa forma, para liberarlas de las impregnaciones, fundamentalmente ocrosas, que se observaban en la superficie de los granos, ambas muestras fueron tratadas durante 24h con HCl diluido al 5 %.

La magnetita N° 1 vista a microscopía de bajos aumentos se encuentra formada fundamentalmente, por granos laminares, irregulares que se presentan formando agregados y acumulaciones. El análisis difractométrico presenta las líneas de la magnetita y una línea en  $2.60 \text{ \AA}$  que se le adjudica a la hematita, mientras que el análisis térmico diferencial señala la presencia de goetita, y de dos endo efectos que no se pudieron identificar. El análisis Mössbauer señala la presencia de hematita, además se señalan algunas otras líneas que pueden deberse a goethita y los silicatos de Fe.

La magnetita N°2 vista a microscopía de bajos aumentos está formada por granos irregulares con pequeñas cavidades y oquedades que le dan a los mismos un aspecto de corrugados. El análisis difractométrico presenta las líneas de la magnetita y posee una línea muy débil presumiblemente de hematita, mientras que el análisis térmico diferencial indica la presencia de hematita y goethita. El análisis Mössbauer señala la presencia de hematita

e igualmente señala algunas otras líneas que pueden deberse a goethita y/o silicatos de Fe, además señala que es esta muestra la más contaminada.

Fue el objetivo de nuestro trabajo, el de utilizando las técnicas de Microscopía (óptica y electrónica), y Difracción (rayos X y electrones) el profundizar en el estudio de las mismas muestras con el fin de continuar esclareciendo su estructura.

### *Materiales y Métodos*

Las muestras para este trabajo, como se explica anteriormente, son las mismas usadas por Nils Ponce (1) por lo que una información más detallada se puede buscar en el trabajo de dicho autor.

Para la Microscopía Óptica se utilizó un microscopio PZO (polaco), las muestras fueron preparadas por un método convencional de inclusión en un medio dispersante. Para la microscopía electrónica se empleó un microscopio HITACHI, HU 11-A en régimen de alto contraste a 100 KV las muestras fueron preparadas según recomienda Bradley (7).

Para la difracción de rayos X se utilizó el método de Debye-Scherrer (8) cargándose las camaras según el método de Straumanis. Las intensidades fueron estimadas visualmente.

## Resultados y discusión

Para la presentación de los resultados dividiremos estos en dos, según las muestras. Comenzaremos por la magnetita N° 2.

### Magnetita N° 2

Una foto de microscopía óptica, característica de esta magnetita, es la que aparece en la foto 1.

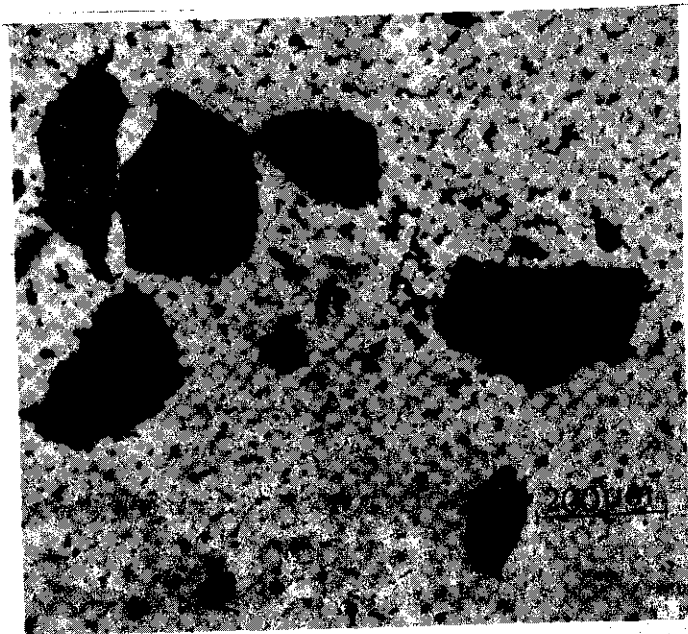


Foto 1. Magnetita No. 2 en microscopía óptica No. 2.

Como se puede observar aparecen partículas mayores, muy densas cuya dimensión media es el orden 200  $\mu\text{m}$  pero además aparecen partículas muy finas menores de 9  $\mu\text{m}$ .

Como se ve aquí, los agregados reportados en 1 formado por partículas laminares se encuentran desagregados en estas partículas y en otras de pequeñas dimensiones.

Los resultados de rayos X aparecen en la Tabla II bajo el rubro de magnetita II. Como se puede ver de una comparación simple, las líneas más intensas que aparecen coinciden con la magnetita.

Resultado que concuerda con las determinaciones realizadas por (1) pero se reportan gran cantidad de líneas débiles que se pensó que correspondían con otras fases que acompañan a la magnetita. Como una identificación directa era un poco dudosa, se procedió a separar la muestra en fracción fina y fracción gruesa (mayoritaria en magnetita) mediante una técnica de dispersión, sedimentación y centrifugación en un medio adecuado y se obtuvo un patrón para la fracción fina que aparece en la Tabla I., que de la comparación de ambas (muestra y fracción fina) de la goethita se puede llegar a la conclusión de que en la fracción fina aumenta la intensidad de las líneas que se pueden adjudicar a la goethita y disminuyen algo las de magnetita.

Además en ambos aparecen un grupo de líneas que coinciden con la hematita, no obstante quedan un grupo de

líneas sin identificar que pueden deberse a los posibles compuestos que se pueden formar teniendo en cuenta el análisis químico, aunque hay que senalar que las líneas son muy poco intensas.

Un análisis de Microscopía electrónica de la fracción fina nos da fotos como la No.2

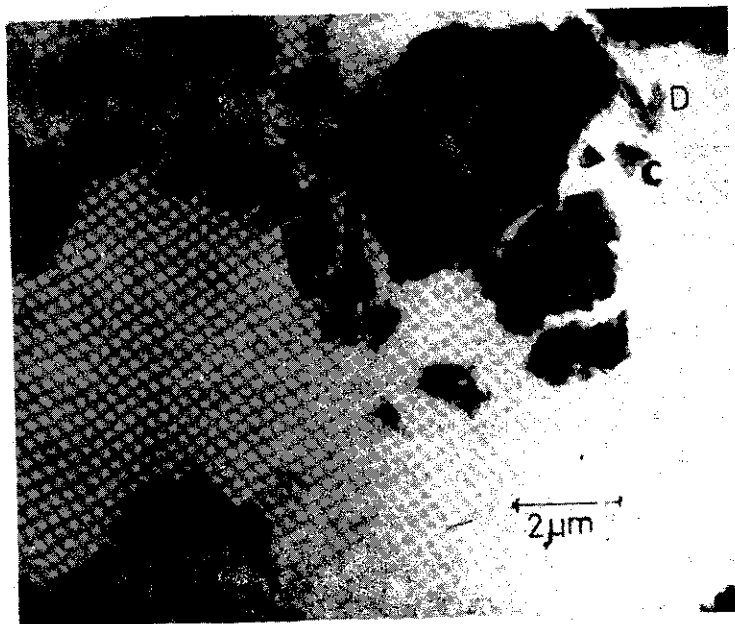


Foto 2. Magnetita 2 al microscopio electrónico

Como se ve en la foto aparecen las clásicas partículas electrón densas de la Magnetita con un diámetro medio de unas 2 μm, pero además aparecen otras partículas de diferente morfología como son las A,B,C y D.

La partícula A da un patrón de difracción de electrones en área seleccionada características de un monocristal, pero cuyas  $d(hkl)$  no coinciden ni con magnetita, ni con hematita, ni con goethita pero además aparece superpuesto un patrón de anillos característicos de la goethita.

La partícula B da un patrón monocristalino cuyas  $d(hkl)$  igualmente no coinciden con ninguna de las fases mayoritarias.

La partícula C da un patrón de anillos característicos de un conglomerado y sus  $d(hkl)$  coinciden con los de la hematita y la goethita además de algunas líneas de la fase no identificada.

El patrón de difracción de la partícula D corresponde con el de la goethita. Lo que nos permite concluir que la magnetita 2 está constituida por magnetita como fase mayoritaria y que además está presente goethita, hematita (posible capa muy fina que recubra los granos de magnetita) y otras fases minoritarias en por ciento muy bajo

#### *Magnetita 1*

La foto característica de microscopía óptica de estas

muestras es la foto 3.

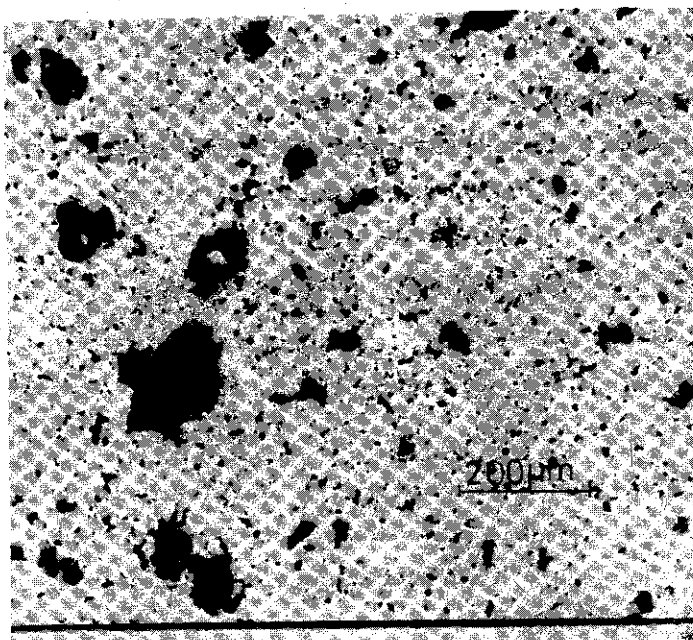


Foto 3. Magnetita 1 microscopía óptica

Se observa casi el mismo esquema que en la magnetita 2 aunque las partículas son mucho más pequeñas su valor medio está cercano a las 40 μm aunque aparecen gran cantidad de partículas por debajo de las 5 μm.

Como se ve lo anterior explica el por que, al agregarse en forma de agregados, estos tienen la forma de granos

irregulares con pequeñas cavidades y oquedades que son los intersticios entre las pequeñas partículas de magnetita que forman el aglomerado.

Los resultados de rayos X aparecen en la Tabla I de donde se ve que el componente mayoritario es la magnetita aunque aparecen algunas líneas de hematita y goethita pero en mucho menor fracción que en la magnetita 1.

Una foto de microscopía electrónica de este material se observa en la foto 4.

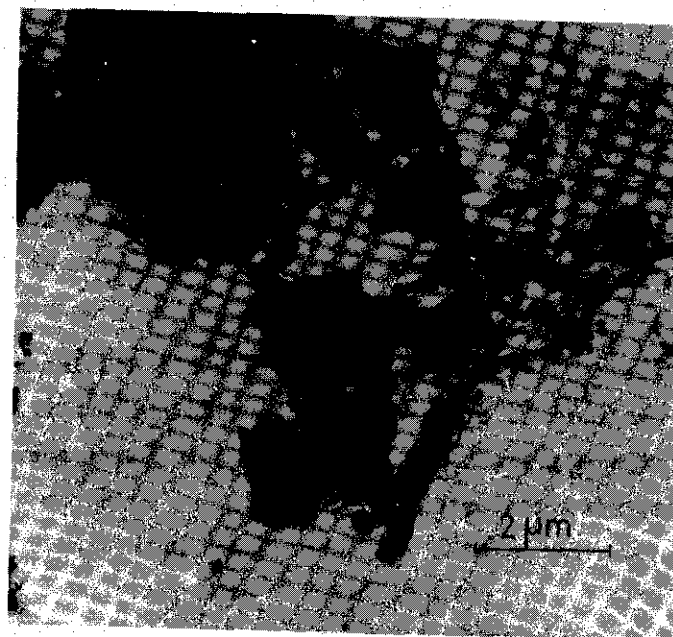


Foto 4. Magnetita 1 al microscopio electrónico

En este caso las partículas de magnetita tiene un diámetro medio de 1.5  $\mu\text{m}$ , también aparecen partículas de otras fases como la D que corresponde con una partícula de goethita. En esta muestra se puede llegar a que está constituida por magnetita, goethita, hematita y otras fases no identificadas con certeza, aunque de la observación microscópica y de los patrones de rayos X esta muestra se corrobora que está menos contaminada que la 2.

Como se ve nuestro estudio complementa y corrobora los resultados obtenidos por Nils (1) por análisis térmico diferencial y espectrometría Mössbauer de estas muestras. La diferencia entre las distancias interplanares de la magnetita mineral y la reportada por la literatura, así como la no aparición de las líneas superestructurales, lleva a que se trata de una magnetita que posee átomos en forma sustitucional de otros elementos que disminuyen el parámetro reticular como lo son el Ni y el Al.

Agradecemos al compañero Ing. Nils Ponce del Instituto de Geología el habernos suministrado las muestras y a la compañera Dra. Inés Milia del CENIC su asesoría en los aspectos geológicos.

#### CONCLUSIONES

1. Ambas muestras están formadas por dos conjuntos de partículas, unas mayores y otras menores, con diámetros medios

	mayores	menores
Magnetita 1	210 $\mu\text{m}$	1.5 $\mu\text{m}$
Magnetita 2	200 $\mu\text{m}$	2 $\mu\text{m}$

2. Las fases minoritarias que acompañan a la magnetita son la goethita 1, la hematita, estando la magnetita 2 más contaminada que la 1, aparecen líneas de otras fases en los patrones de difracción de Rayos X pero con muy poca intensidad como para que su identificación sea confiable

#### BIBLIOGRAFIA

1. Ponce Nils; L. Fuentes; J. Rodríguez; C. Diaz; W. Rakip.  
Las magnetitas del Yacimiento Levisa. Trabajo presentado en el II Forum del Instituto de Geología
2. Kudelasih, V.; Irena, Marxova; Victor, Zamarsky.  
La mineralogía de la corteza de interperismo de las rocas ultrabásicas de la costa Norte de la Provincia de Oriente. Perteneciente al libro Metalurgia extractiva de los minerales oxidados de Niquel Instituto Cubano del Libro. Habana 1972
3. Greer, K.M.; I.G. Hedley and W. O'Reilly  
Magnetic oxides in geomagnetism perteneciente al libro Magnetic Oxides Part 1 Ed by D.J. Craik John Wiley Sons (1957)
4. Morrish Allan H.  
Morphology and Physical Properties of Gamma Iron

Oxide perteneciente al libro Crystals Growth, Properties and Applications: Spunger-Verlag Berlin  
New York 1980

5. Frankel J.J. Austral J. Sci. 29 115 1966

6. Fuentes Cobas, Luis.

Análisis difractométricos de fases en el sistema  
 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  /  $\text{FeO}$   $\text{Fe}_2\text{O}_3$  Revista CENIC pag. 83 12, 1,  
81.

7. Bradley D.E.

Techniques For Mounting, Dispersing and Desintegrating Specimens perteneciente al libro Techniques for electron Microscopy E D by Desmond H. Kay  
Blacknell Scientific Publications 1965

8. Cullity B.D.

Elements of X-Ray Diffraction Ed Revolucionaria  
1971

Recibido 22.10.82

TABLA I

MEDICIONES DE RAYOS X

Magnetita 1		Magnetita 2		Fracción Fina 2		Magnetita (A)		Hematita (JCPDS)		Goethita (B)	
I/I <sub>c</sub>	d	I/I <sub>c</sub>	d	I/I <sub>c</sub>	d	I/I <sub>c</sub>	d	I/I <sub>c</sub>	d	I/I <sub>c</sub>	d
m	4.72	D	4.72	mD	4.76		4.85				
		mD	4.13	f	4.13					100	4.18
		D	3.65	MD	3.64			25	3.66		
		mD	3.36	MD	3.34					10	3.38
		mD	3.14	MD	3.15						
f	2.92	m	2.92	f	2.91		2.966				
	2.78	D	2.76								
mD	2.66	m	2.69	f	2.67			100	2.69	30	2.69
mf	2.50	mf	2.50	mf	2.49			50	2.51	16	2.490
D	2.40	D	2.40	f	2.42			10	2.414	25	2.452
mD	2.25									10	2.252
mD	2.18	D	2.19	D	2.20			30	2.201	20	2.192
mf	2.08	f	2.08	m	2.08						
mD	1.98	mD	1.98	D	1.98						
		MD	1.91	MD	2.92						
		D	1.85	MD	1.83			40	1.838	6	1.920
		mD	1.78	MD	1.79					8	1.799
m	1.699	f	1.701	m	1.697		60	100	1.690	20	1.721
mf	1.604	f	1.607	m	1.598		85	10	1.614		1.596

(TABLA I Continuación)

$I/I_c$	d	$I/I_c$	d	$I/I_c$	d	$I/I_c$	d	$I/I_c$	d	$I/I_c$	d
mD	1.577	mD	1.564	D	1.561					16	1.564
mD	1.540	mD	1.535	mD	1.535					10	1.509
mD	1.503	mD	1.503	mD	1.505						
mf	1.476	mf	1.474	f	1.471	85	1.484			10	1.453
mD	1.452	D	1.453	D	1.448						
mD	1.414	mD	1.411	mD	1.422					8	1.392
		mD	1.391	mD	1.391					8	1.357
mD	1.355	mD	1.357	mD	1.357					8	1.317
D	1.318	m	1.317	m	1.312	20	1.327	20	1.310		
m	1.274	f	1.271	m	1.269	30	1.279				
mD	1.258	D	1.256	mD	1.255						
D	1.205	m	1.203			20	1.2112	8	1.258		
mD	1.136	mD	1.136	mD	1.142					1.189	no se reportan
f	1.117	f	1.116	m	1.113	40	1.1220	12	1.141	mas lineas	
D	1.102	mD	1.100	mD	1.099						
mf	1.089	mf	1.087	f	1.086	60	1.0922				
mD	1.070	mD	1.069	mD	1.068						
mD	1.058	mD	1.055	D	1.054			18	1.055		
f	1.046	m	1.044	m	1.042	40	1.0489				
m	1.986					10	0.9890	10	0.989		

TABLA I (Leyenda)

el convenio de intensidades

mf muy fuerte

f fuerte

m media

D débil

mD muy débil

B Los valores de la Goethita fueron tomados de G. Bron X Ray

Ident and Cryst-Struct Clay Mineral p. 286  
London 1961A Estos valores son según Basta  
Min. Mag 31 431 1951