

CARACTERIZACIÓN MEDIANTE TÉCNICAS DE MICROSCOPIA Y DIFRACCIÓN DE MAGNETITAS DEL YACIMIENTO DE LEVISA

Lic. Francisco Cruz Gandarilla; Lic. Alberto Serra Jones;
Dra. Blanca Reyes López
Dpto de Física General, Facultad de Física Matemática
Universidad de La Habana

RESUMEN

En el trabajo se ha determinado el tamaño de las fases mayoritarias así como la morfología de las fases que componen dos muestras de magnetita mineral procedente del Yacimiento de Levisa (región de Nicaro, provincia de Holguín) por técnicas de Microscopía Óptica y Electrónica y se ha prestado un especial énfasis en determinar mediante difracción de rayos X y de electrones la presencia de fases minoritarias. Se realiza un análisis de los resultados obtenidos y se comparan con los reportados en trabajos previos.

ABSTRACT

The size and morphology of majority phases in two samples of natural magnetite from Levisa mines (Nicaro, Hol-

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 $Fe_{3-x}Ti_xO_4$ $(0 < x < 1)$

con impurezas de Mg, Al, Mn, con estructura espinela.

Hema ilmenita $Fe_{2-y}Ti_yO_3$ $(0 < y < 1)$

de estructura romboédrica

Pseudo brookita $Fe_{2-z}Ti_{1+z}O_5$ $(0 < z < 1)$

de estructura ortarómbica.

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 titanomag-netitas, esta última reporta la literatura que puede apa-recer en amplia escala en las lateritas (5).

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

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

En la literatura existen problemas a la hora de esta-blecer si una muestra se trata de una mezcla de magnetita con maghemita, una fase intermedia entre ambas o una mag-netita que dentro de su red contenga átomos de otros ele-mentos 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 medi-ción del parámetro reticular.

Para este trabajo se utilizaron las muestras estudia-das 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 mag-néticos de las muestras N° 6006; 46044; 167402 y 167412 correspondientes a esos pozos minerológicos del yacimien-to "Levisa". De la misma manera, la muestra N° 2 se com-puso 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 \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 cámaras 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^o 2.

Magnetita N^o 2

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

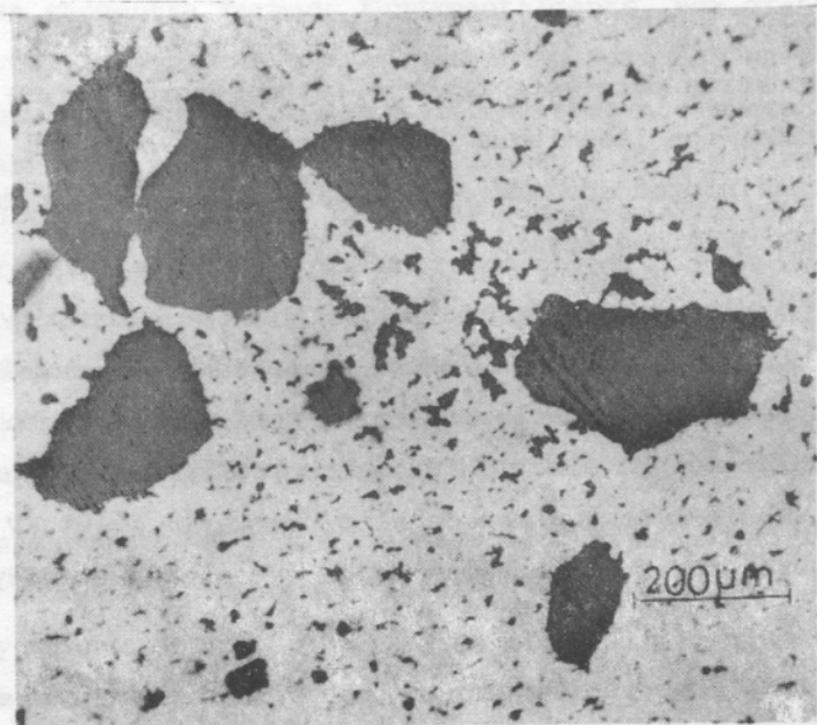


Foto 1. Magnetita No. 2 en microscopía óptica No. 2.

Como se puede observar aparecen partículas mayores, muy densas cuya dimensión media es el orden 200 μm pero además aparecen partículas muy finas menores de 9 μm .

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 señalar que las líneas son muy poco intensas.

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

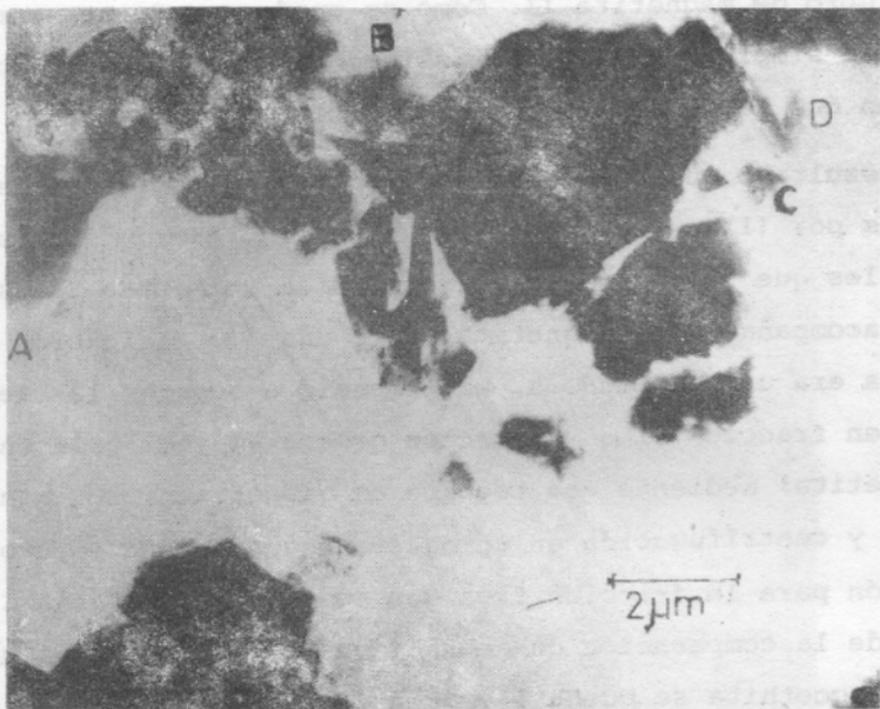


Foto 2. Magnetita 2 al microscopio electrónico

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 esta 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.

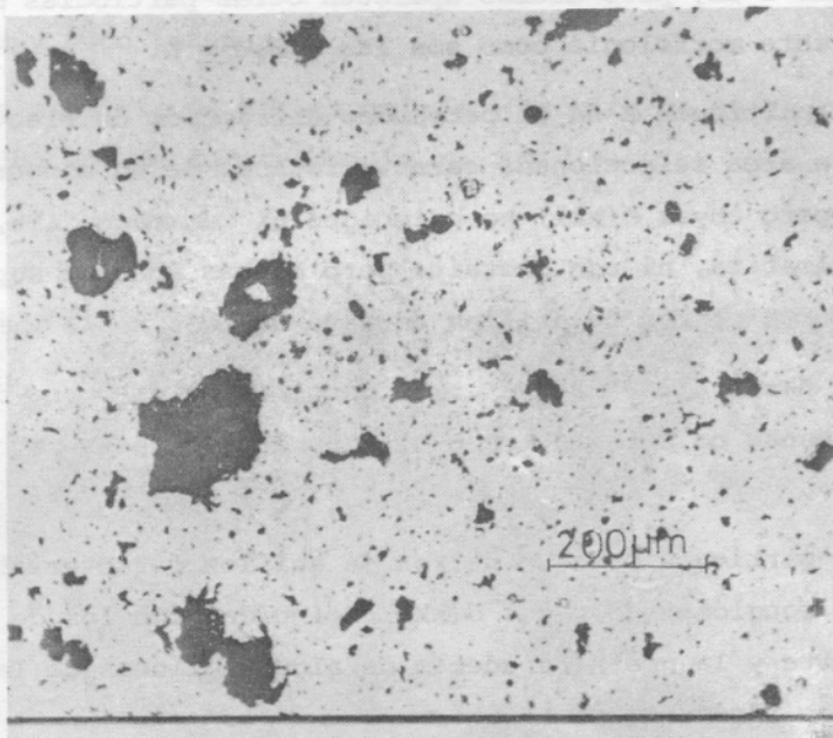


Foto 3. Magnetita 1 microscopía óptica

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 $40\mu\text{m}$ aunque aparecen gran cantidad de partículas por debajo de las $5\mu\text{m}$.

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.

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

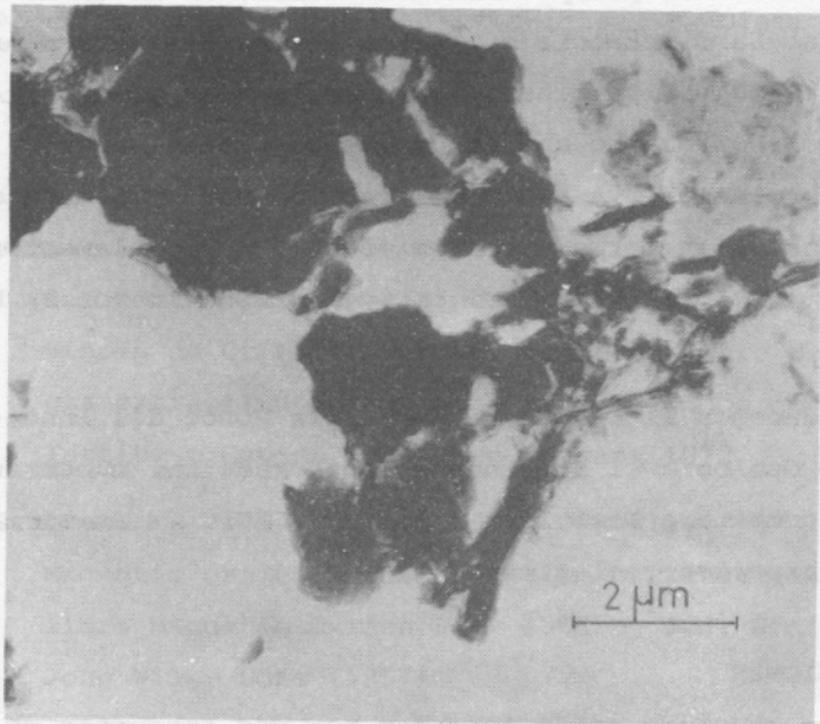


Foto 4. Magnetita 1 al microscopio electrónico

En este caso las partículas de magnetita tiene un diámetro medio de 1.5 μm , 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 μ m	1.5 μ m
Magnetita 2	200 μ m	2 μ 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

BIBLIOGRAFÍA

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 Níquel 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
 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ / $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ 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_c	d	I/I_c	d	I/I_c	d	I/I_c (%)	d	I/I_c (%)	d	I/I_c (%)	d
m	4.72	D	4.72	mD	4.76	40	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	70	2.966				
mD	2.78	D	2.76								
MD	2.66	m	2.69	f	2.67						
mf	2.50	mf	2.50	mf	2.49	100	2.530			30	2.69
D	2.40	D	2.40	f	2.42	10	2.414			16	2.490
mD	2.25									25	2.452
MD	2.18	D	2.19	D	2.20					10	2.252
mf	2.08	f	2.08	m	2.08	70	2.096			20	2.192
mD	1.98	mD	1.98	D	1.98						
		MD	1.91	mD	2.92						
		D	1.85	mD	1.83					6	1.920
		mD	1.78	mD	1.79					8	1.799
m	1.699	f	1.701	m	1.697	60	1.712	100	1.690	20	1.721
		f	1.607	m	1.598	85	1.614	10	1.596		

(TABLA I Continuación)

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				
mD	1.503	mD	1.503	MD	1.505			10	1.509
mf	1.476	mf	1.474	f	1.471	85	1.484		
mD	1.452	D	1.453	D	1.448			35	1.452
mD	1.414	mD	1.411	mD	1.422				1.453
				MD	1.391				
mD	1.355	mD	1.357	mD	1.357			8	1.392
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			8	1.258
D	1.205	m	1.203			20	1.2112	8	1.189 + no se reportan
mD	1.136	mD	1.136	mD	1.142			12	1.141 mas lineas
f	1.117	f	1.116	m	1.113	40	1.1220		
D	1.102	mD	1.100	mD	1.099			14	1.102
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 1961

A Estos valores son según Basta

Min. Mag 31 431 1951