

ANEXO 3

PREPARACIÓN DE SECCIONES PULIDAS

Úrsula Grunwald-Romera, *MSc Ing. Geol.*
LMA, Universidad Politécnica de Madrid

1. CONSIDERACIONES PRELIMINARES

La preparación de muestras, en este caso secciones pulidas, es un importante paso previo para el análisis mineralógico, aunque a menudo se descuida. Sin embargo, hemos de tener en cuenta que la calidad de un análisis, dependerá inevitablemente de la calidad de la sección pulida. En efecto, de ella depende que el objeto sobre el que se va a trabajar la muestra haga visible o pierda la información que determinará el éxito y la exactitud de los resultados finales.

Aunque los procedimientos a seguir para preparar una sección pulida son sencillos, la realidad es que la calidad del pulido, en última instancia, va a depender de la pericia y responsabilidad del preparador, sea el pulido manual o automático.

Es importante que el pulido se ajuste a la dureza de los distintos minerales presentes en la muestra. Sobre todo, hay que prestar especial atención a los intercrecimientos entre minerales duros y blandos: un mal pulido puede provocar la creación de pronunciadas desigualdades alrededor de los minerales más duros. La experiencia es, sin duda, la que ayudará al experto a elegir los mejores paños y técnicas de pulido en función de sus equipos, lo cual significa que las técnicas de preparación de secciones pulidas diferirán según el laboratorio que las prepare y según el grado de automatización del proceso.

Por ello, en lo que sigue, más que sistematizar un método a través de una serie de pasos fijos (difícilmente adaptables a las necesidades específicas de cada usuario), se darán orientaciones esenciales sobre la preparación de muestras que, en todo caso, deberán ajustarse a las condiciones de cada uno. Siguiendo los pasos básicos a tener en cuenta para preparar una sección pulida, se explicarán los problemas más comunes derivados del pulido que afectan al análisis mineralógico, intentando anticipar una solución práctica. Estas indicaciones cobran especial relevancia cuando el objetivo es hacer análisis digital de imagen, ya sea mediante equipos de microscopía electrónica, ya utilizando sistemas innovadores de caracterización automática basada en microscopía óptica, como es el caso del sistema AMCO.

La principal diferencia entre realizar un análisis de forma manual con un experto en mineralogía a hacerlo con un sistema automatizado, es que el ojo humano es capaz de discriminar ciertos desperfectos -o incluso beneficiarse de ellos- y reconstruir el aspecto ideal de los granos o partículas minerales que está observando. Un buen ejemplo se puede encontrar en los agregados aciculares de wolframita, con relieve totalmente irregular debido a su difícil pulido; o en la sombra o biselado producidos por un sencillo borde alrededor de una partícula mineral, de aspecto irregular por un pulido diferencial. Sin embargo, lo que para una persona es relativamente sencillo de entender (a veces incluso de forma inconsciente), puede ser una barrera infranqueable para un sistema automatizado y la única forma de superarlo es cuidar al máximo la preparación de muestras.

El proceso de preparación de muestras se puede realizar de forma totalmente manual, puliendo y desbastando con carborundo y un vidrio, o de forma totalmente automatizada, con maquinaria diseñada con ese propósito. Aquí se considerará un estadio de automatización básica, para el que es imprescindible una campana de vacío, una cortadora de precisión y una pulidora semiautomática. Siempre que sea posible, se recomienda el mayor grado de automatización disponible, para asegurar, sobre todo, que la superficie pulida sea plana y se mantenga paralela a la base, sin las ondulaciones del pulido manual, a veces inevitables, debido a presiones ejercidas de forma desigual en diferentes puntos de la muestra.

El proceso básico de preparación de una sección pulida, ya sea a partir de una muestra de mano, ya de un concentrado mineral, se puede resumir en cuatro fases:

- I. Preparación de la muestra
- II. Embutido
- III. Corte, desbaste y pre-pulido
- IV. Pulido

Como primer paso procede, sin embargo, hacer unas consideraciones generales sobre el uso de abrasivos y paños de pulido, a tener en cuenta tanto para el desbaste como para el pulido -y también en las fases previas de embutido, cuando se desea realizar una *lámina transparente pulida (LTP)*. Estas consideraciones se documentan con información complementaria (cf. Apéndice, al final) acerca de los materiales hoy disponibles en el mercado.

- Naturaleza de la sección pulida: antes de comenzar hay que tener en cuenta la composición mineral predominante y su dureza. Como lo normal es encontrar tipologías mixtas en una misma muestra (minerales duros como la pirita y blandos como la galena), se recomienda hacer pulidos suaves a bajas revoluciones y utilizar superficies de pulido duras.
- Tipo de abrasivo: se debe seleccionar dependiendo del resultado que se quiera obtener y de la naturaleza de la muestra mineral. Durante el proceso de desbaste y pulido se puede cambiar el tipo de abrasivo si fuera necesario. Los de uso más común son los papeles de lija impregnados con carborundo y los que se comercializan en forma de pasta o de grano a mezclar con un líquido lubricante.
- Tamaño de grano del abrasivo: en cada fase de la preparación es necesario utilizar el tamaño de grano correcto (independientemente del tipo utilizado), cuidando siempre de avanzar desde la granulometría más gruesa hacia la más fina, lavando bien la muestra y los soportes utilizados antes de pasar a la siguiente granulometría, para evitar la contaminación, que puede rayar la superficie pulida o incluso producir arranques de material. *Hay que asegurarse de que en cada fase de pulido se eliminen todas las rayas producidas en la fase anterior, de lo contrario éstas permanecerán en todas las fases ulteriores y el pulido será defectuoso.*

2. PROCESO DE PREPARACIÓN DE MUESTRAS

A continuación, se desarrollará en detalle la diferente casuística que se puede presentar al enfrentar cada fase del proceso.

I. *Preparación de la muestra*

Si la sección pulida se confecciona a partir de una muestra de mano, únicamente hay que cortar una sección con el disco hasta dar la forma y tamaño deseados, limpiarla bien para eliminar todos los restos de abrasivo o aceites que puedan haber quedado en los poros y secarla. La limpieza puede realizarse con acetona (lo cual facilitará el secado), sumergiendo posteriormente la muestra en una bañera de ultrasonidos. Finalmente se eliminará toda la humedad en una estufa a 60 °C. Es importante no superar esa temperatura para no comprometer la estabilidad de los minerales presentes en la muestra. Por encima de los 75 °C, pueden darse procesos de transformación que hay que evitar a toda costa, para no alterarla y así poder estudiar la muestra con sus características originales.

Este es el primer paso para preparar una probeta o bloque pulido (**PP/BP**) de una muestra de roca, pero el proceso es algo más complejo si se han de preparar muestras de concentrados minerales (LTP), como requieren los análisis habituales que precisan las operaciones mineras. Por ello, las técnicas descritas a

continuación se centrarán en este tipo de preparaciones, aunque cubren de forma general ambos casos, como se irá detallando a continuación.

Cuando el objetivo es caracterizar el mineral metálico con el que se alimenta una planta de concentración, o incluso estudiar el contenido mineral de los efluentes, lo normal es partir de una muestra de concentrado mineral, previamente triturada, para hacer una LTP.

Lo primero que hay que tener en cuenta al enfrentarse a una muestra triturada es el tamaño de partícula. Si bien es cierto que el estudio de la granulometría es uno de los aspectos que se pretende estudiar a través de un análisis mineralógico, es fácil responder a algunas de las preguntas con una observación atenta de la muestra: reconocer si se trata de un concentrado de molienda (polvo) o de una muestra solamente machacada o triturada (fragmentos visibles) -o de una mezcla sin cribado previo, es decir, de ambas opciones a la vez. Algo tan sencillo como prever anticipadamente las características básicas del concentrado puede determinar el éxito o el fracaso del resultado final. Siempre que sea posible, se recomienda hacer un cribado granulométrico para que el tamaño de la muestra sea lo más homogéneo posible, pero la verdad es que, muchas veces, nos enfrenamos a muestras heterogéneas, sin cribado previo. En estos casos, la presencia de finos y su cantidad, serán claves en la preparación de la muestra.

Los finos tienden a aglomerarse formando grumos que reducen la resolución de la imagen y dificultan la aplicación de los programas de análisis digital de imagen, al obtener gran cantidad de puntos o píxeles “no clasificados”. También es importante que las partículas no se toquen entre sí (Figura 1), para evitar que, durante la segmentación digital de la imagen, dos partículas diferentes se procesen como una sola. Este es un problema bastante habitual en los sistemas de microscopía electrónica: por un lado, introduce errores al determinar el tamaño real de la partícula y, por otro lado, y quizás todavía más importante, da información poco precisa y errónea acerca del grado de liberación de la muestra, aspecto esencial en el estudio de un concentrado para su tratamiento en una planta de concentración mineral.

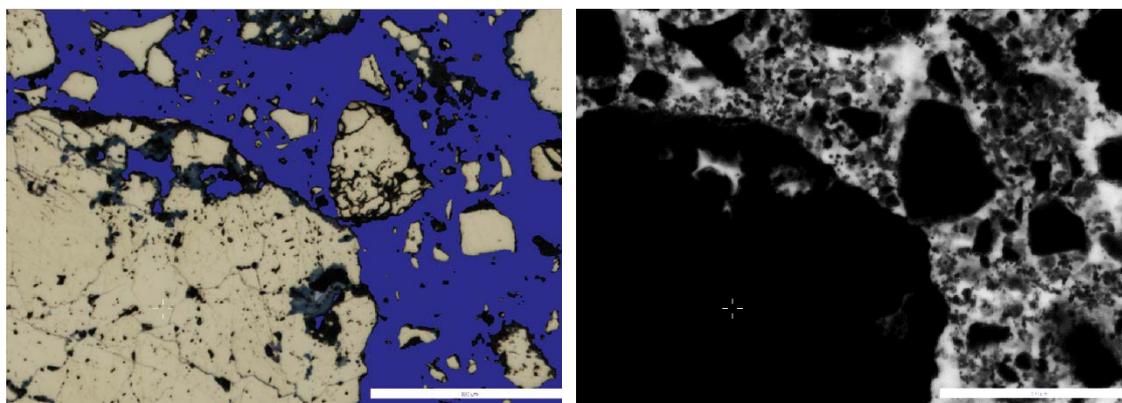


Figura 1. Dos partículas independientes tocándose A la izquierda, imagen en falso color adquirida con el sistema AMCO con máscara azul sobre la resina. A la derecha imagen de fluorescencia. Se puede apreciar que se trata de dos partículas independientes de pirita (una grande desde la esquina inferior izquierda y otra más pequeña sobre ella dirección esquina superior derecha) pero, al tocarse, si no se trata la imagen adecuadamente de forma digital, los sistemas automáticos podrían considerarla como una sola partícula.

Además, está el problema de la segregación. Casi inevitablemente, durante la mezcla y el fraguado de la resina, las partículas van a estratificarse según su granulometría y densidad. La estratificación hace que los resultados granulométricos obtenidos al estudiar la superficie de la probeta pulida puedan estar sesgados y no ser fieles a la realidad. En efecto, dicha superficie correspondía en el momento de la mezcla al fondo del molde, donde es de esperar una cierta segregación por gravedad, por lo que va a haber mayor presencia de partículas de gran tamaño (o más densas), y una menor de finos (o más ligeras), depositados

sobre las partículas más grandes (es decir: al invertir la probeta para proceder al pulido, quedarán debajo de la superficie a estudiar o, en todo caso, únicamente en los intersticios). Pueden dar así la falsa impresión de tener una granulometría media (o una proporción de componentes densos) mayor de la real.

Aunque no hay una solución definitiva y completamente eficaz a este problema, sí que hay algunas acciones que pueden realizarse en esta primera fase para facilitar el proceso en las siguientes. En primer lugar, se recomienda lavar la muestra, preferiblemente con acetona para eliminar posibles restos de aceites o abrasivos y facilitar su secado. El objetivo es disgregar al máximo las aglomeraciones de material (Figura 2), ayudados por una espátula. Una vez evaporada la acetona, conviene secar la muestra en una estufa a 60 °C para que pierda toda la humedad. Por norma general, se dejará secar la preparación 2 horas, pero puede alargarse dependiendo del estado inicial del concentrado. Por lo general, a mayor cantidad de finos, mayor tiempo de secado requerirá.

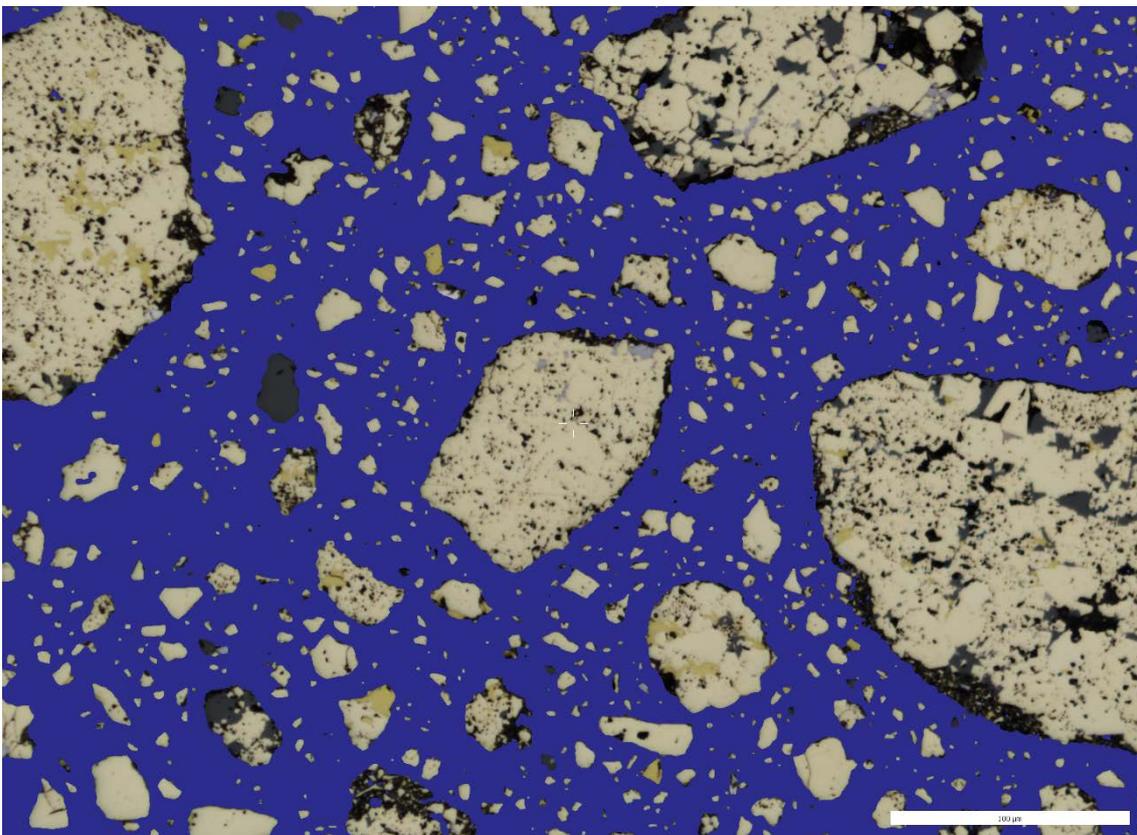


Figura 2. Ejemplo de partículas de diferente granulometría bien distribuidas. Máscara azul sobre la resina generada con el sistema AMCO.

Desde hace unos años, además, se está extendiendo poco a poco en la preparación de muestras para el estudio con microscopía electrónica la adición de partículas de grafito puro al concentrado mineral. Aunque no se ha demostrado un gran efecto a la hora de disminuir la segregación de partículas, sí que hay evidencias, tanto empíricas como teóricas (Røisi & Aasly, 2018), de su eficacia para impedir la formación de aglomerados de partículas, reflejándose directamente en una menor proporción de contacto entre ellas. El grafito, al ser un material conductor, no presenta ningún problema a la hora de hacer los análisis con sistemas de microscopía electrónica debido a que, de todas formas, las muestras deben ser recubiertas de un material conductor (normalmente grafito, aunque también pueden usarse

otros, como el oro) para poder efectuar los análisis. De esta forma, el sistema no es capaz de “ver” el grafito añadido, por lo que no afecta los resultados finales.

Independientemente del sistema utilizado, los grumos son un problema generalizado en el estudio a través de programas de análisis de imagen automáticos de concentrados de menas metálicas porque, sobre todo, dificulta o incluso imposibilita realizar un buen estudio granulométrico y de liberación de partículas, ya que no se puede determinar con exactitud el contorno de cada partícula individual.

Toda esta problemática no aparece si el objetivo es hacer una preparación a través de un fragmento de roca (para hacer una PP), debido a que lo único en lo que se debe cuidar durante la preparación es que no queden burbujas en la superficie que va a ser pulida y, más adelante, evitar arranques y pulidos diferenciales.

II. Embutido

Para el embutido de las muestras, actualmente la opción más extendida es utilizar moldes de silicona que permitan extraer la muestra una vez se complete el fraguado de la resina (Figura 3). Si se trata de un concentrado, es imprescindible utilizar una resina epoxi fluida, aunque es recomendable utilizar este tipo de resinas también para bloques.



Figura 3. Moldes de silicona cilíndricos. Este formato permite estudiar una misma muestra tanto en el sistema AMCO con en un sistema de microscopía electrónica o por métodos tradicionales.

Aunque hay una amplia gama de resinas en el mercado, un ejemplo extendido es el “*Epofix kit*” de *Struers*, que consta de dos partes: la parte A es la resina epoxi propiamente dicha; y la parte B correspondería al endurecedor.

Para incrementar la fluidez de las resinas, es importante trabajarlas en caliente. Lo ideal (si trabajamos con una resina con endurecedor como la *Epofix*) es separar en un bote de menor tamaño la parte A. De esta forma, este bote se puede mantener caliente en una estufa a 40-50 °C mientras dura el proceso de preparación de muestras.

Antes de mezclar la resina con el endurecedor, se preparan entre 2 y 3 gramos del concentrado que se quiere analizar en cada probeta. La muestra molida se deposita en el fondo de los moldes lo más extendida posible, sin que se amontonen en un punto. A continuación, se vierte poco a poco una pequeña cantidad de resina (ya mezcladas las partes A y B siguiendo las indicaciones del fabricante) para cubrir el concentrado (Figura 5). Se colocan los moldes en una campana de vacío para extraer las burbujas llevando la resina a efervescencia. La disminución de la tensión superficial hará que se mojen todas las partículas, evitando así la aglomeración del material. Hay que prestar especial atención a que no se desborde, reduciendo el vacío para dejar paso al aire en caso de necesidad. A continuación, se sacan las probetas y se terminan de llenar con la resina, haciendo de nuevo el vacío si fuese necesario. Para que las partículas se concentren en el fondo, se pueden centrifugar las muestras (Castroviejo, 1980).

CASO PARTICULAR: PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA EL SISTEMA AMCO

El sistema AMCO al ser un sistema de microscopía óptica de reflexión, aunque esté automatizado, utiliza secciones pulidas. Pueden ser probetas pulidas si el objetivo es hacer el análisis modal automático de una sección de roca, pero si se quiere sacar todo el potencial al sistema y realizar análisis granulométricos y de partículas sobre material molido, AMCO precisa láminas delgadas pulidas con un aditivo fluorescente en la resina.

Para poder discriminar entre la ganga y la resina, se desarrolló un procedimiento en el LMAAI, debido a que tanto la resina como la ganga tienen reflectancias muy similares y no se pueden distinguir. El objetivo es que el programa de análisis de imagen (AMCO, en este caso) sea capaz de crear una máscara sobre la resina para descontarla del proceso de clasificación de imagen, lo que exige alterar algún aspecto de la resina para que AMCO pueda detectarla y discriminarla. Mientras que las muestras de rocas enteras se embuten directamente en resina para formar bloques pulidos, las muestras de mineral molido tienen que mezclarse con resina epoxi a la que se añade un aditivo fluorescente (por ejemplo, "EpoDye", también de Struers). Posteriormente es necesario cortarlas y desbastarlas hasta obtener láminas transparentes pulidas de unos 30 μm de espesor, de forma que bajo los minerales transparentes de ganga no quede resina fluorescente que se refleje desde abajo (Grunwald *et al.*, 2019).

Este método de preparación de muestras permite una discriminación eficaz entre la matriz de resina fluorescente y las partículas minerales, incluidos los minerales de ganga. La solución se aplica de forma automática con el programa: primero se adquiere una banda adicional de fluorescencia de la lámina transparente pulida (Figura 4, izquierda), que resalta todas las regiones de resina teñida con fluoresceína. El procesamiento con AmcoAnalysis, genera finalmente una máscara sobre la resina, eliminando esos píxeles del análisis modal final (Figura 4, derecha).

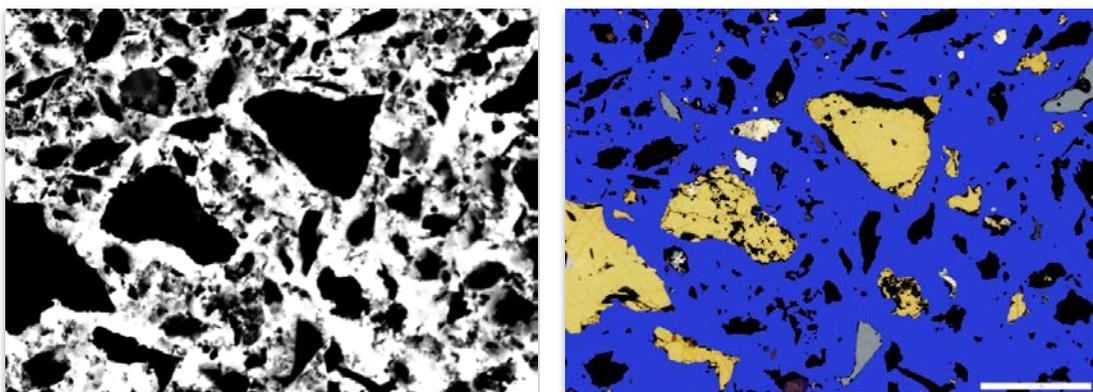


Figura 4: A la izquierda, imagen en fluorescencia de una lámina transparente pulida. A la derecha, máscara azul sobre la resina en la imagen digital final. Imágenes adquiridas con AmcoCapture y procesadas con AmcoAnalysis.



Figura 5. Embutido de las muestras de molienda en resina fluorescente

En este paso, si se quiere hacer una PP, únicamente habrá que cortar el fragmento de roca a unas dimensiones adecuadas para que entre en el molde y cubrirlo con la resina, asegurándose de que en la base del cilindro quede la cara del fragmento más plana y grande posible.

A continuación, hay que dejar secar las muestras en la estufa a 60° durante al menos tres horas. Pasado ese tiempo, se deja a temperatura ambiente mínimo media hora antes de sacarlas del molde para que termine de asentarse. Una vez fuera del molde, la probeta estará lo suficientemente endurecida como para hacer un desbaste preliminar con objeto de igualar la superficie.

Si en la preparación de la LTP se sospecha que la segregación del material ha sido muy acusada, podría ser interesante hacer dos muestras a partir del mismo concentrado: una tal y como se ha explicado y otra cortando la probeta verticalmente. De esta forma se puede estudiar la segregación de partículas según su tamaño y densidad y hacer un estudio granulométrico complementario o más fiable.

Hasta aquí el proceso para hacer un bloque pulido o una lámina transparente es el mismo. Si se desea hacer láminas transparentes pulidas, es necesario pegar la superficie donde se ha acumulado el material que se acaba de preparar a un cristal portaobjetos, tras realizar un desbaste inicial de la superficie. Si se desea continuar realizando una probeta pulida, se recomienda pasar directamente a la explicación del proceso de **pre-pulido** (pag. 11).

Una de las posibles secuencias de desbaste para preparar la superficie que va a ser pegada sería la siguiente:

1. Se realiza un desbaste manual sobre una pulidora con un papel de lija de grano medio (P600-P1200, según la dureza del material predominante en la muestra) utilizando agua como lubricante. El objetivo es conseguir una superficie plana y redondear los cantos del bloque para facilitar el pegado a un portaobjetos (Figura 6). Antes de pasar al siguiente paso, es importante limpiar las muestras para eliminar los restos del abrasivo.
2. El segundo desbaste se hará en una pulidora automática utilizando carborundo de 6-7 μm durante 6 minutos, o papeles de lija de grano fino (P2400).
3. Por último, se limpiarán los bloques con la ayuda de una bañera de ultrasonidos y se secarán con una pistola de aire a presión.

Para pegar las muestras al portaobjetos, lo más fácil es utilizar la misma resina epoxi empleada durante el embutido, pero en este caso sin el añadido del aditivo fluorescente. Es importante pegar con una resina epoxi transparente para no modificar el comportamiento bajo la luz fluorescente de los granos transparentes de ganga.

Si se desea que el ajuste del vidrio a las pulidoras sea óptimo, se recomienda pulir la cara del portaobjetos contraria al lado donde se pegará la muestra, así como redondear las esquinas y las aristas. Además, con el objetivo de marcar permanentemente el nombre de cada muestra y no confundirlas, se aconseja rayar el vidrio con el código correspondiente con un punzón o herramientas similares.

Para preparar el pegamento, se volverán a mezclar las partes A y B de la resina anteriormente mencionadas. Con un gramo de producto final para pegar 12 muestras es suficiente. Para evitar la creación de nuevas burbujas, es muy importante prestar atención al proceso de pegado del bloque al vidrio. La técnica perfecta requiere de práctica, pero como consejo general, se recomienda colocar unas gotas de la resina tanto en el portaobjetos como en la superficie de la muestra y a continuación, centrar la muestra y apoyarla con cuidado mientras se hacen pequeños movimientos circulares presionando el centro de la preparación para sacar todas las burbujas. Comprobar que no hay burbujas de aire levantando ligeramente y con cuidado la muestra. Si fuera necesario, despegar la probeta y volver a empezar (Figura 7). En el caso de que la superficie sea extremadamente porosa, utilizar la campana de vacío.



Figura 6. Preparación de la superficie de la probeta para pegarla al cristal porta objetos. Se realiza un ligero desbaste para igualar la superficie y se redondean los bordes con la misma pulidora para facilitar el pegado.

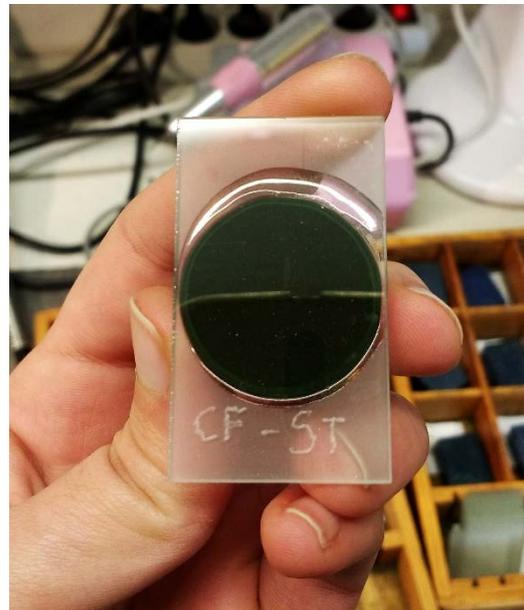


Figura 7. Ejemplo de un pegado ineficaz de la probeta al vidrio. Se puede apreciar que, mientras en la mitad de la probeta la resina epoxi para el pegado se ha adherido a la superficie correctamente, la otra mitad no ha llegado a pegarse. Además, se observa el nombre de la muestra marcado en el cristal con un cincel para evitar su pérdida.

Para terminar con el uso de la resina, colocar los vidrios sobre una placa calefactora a 45° (más temperatura podría favorecer la aparición de burbujas) con pesos en el centro de la preparación (Figura 8). Dejar secar entre una y dos horas.

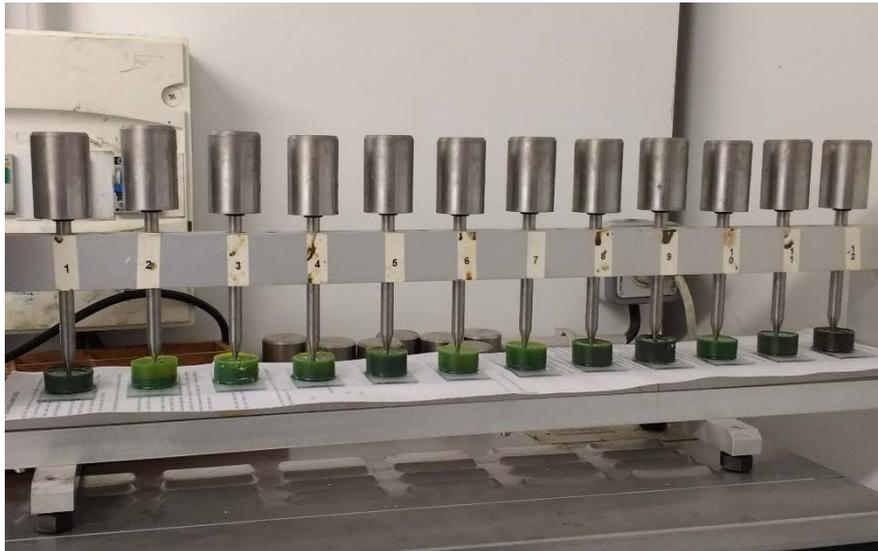


Figura 8. Secado de las probetas pegadas a un portaobjetos

III. Corte, desbaste y pre-pulido

Para agilizar el proceso y mantener la superficie de la muestra lo más plana posible, es imprescindible cortar la probeta utilizando un disco fino o cortadora de precisión (Figura 9). Idealmente, y si la máquina lo permite, hay que cortar a un grosor de aproximadamente 1 mm (Figura 10).



Figura 9. Disco de precisión para rebajar la probeta a 1mm



Figura 10. Resultado del corte con el disco de precisión.

A partir de aquí, existe una amplia gama de maquinaria que facilita el proceso. La más completa es del tipo "MULTIPLATE GRINDER" (Figura 11), una desbastadora que permite un adelgazamiento automático de la sección adherida a un portaobjetos, hasta un espesor determinado por el técnico (normalmente 100 μm , si se trata de una lámina transparente pulida, para evitar que desaparezca la preparación durante el

proceso de pulido). Este tipo de tecnología asegura que la superficie a pulir se mantenga paralela a la base de la muestra, a fin de garantizar la horizontalidad de dicha superficie cuando, una vez pulida, se vaya a estudiar al microscopio. Es ésta una condición indispensable para la validez de las medidas de reflectancia, que requieren la ortogonalidad del rayo incidente sobre la muestra. Para orientar al lector, un ejemplo comercial de este tipo de maquinaria puede ser el MULTIPLATE GRINDER 1.03.12 G, de BROTLAB, aunque hay una gran variedad en el mercado.



Figura 11. Multiplate Grinder

Si únicamente se dispone de una desbastadora o “*lapping-machine*” clásica, lo más común es utilizar carborundo mezclado con agua sobre el plato metálico específico sobre el rotor de la pulidora; o bien discos con abrasivo; o bien, papeles de lija pegados sobre superficies imantadas que se adhieren al rotor de la pulidora. Los consejos que se dan a continuación son para un caso general utilizando el papel de lija sobre soporte magnético.

La secuencia general del **desbaste** o **pre-pulido** se realiza con agua o un preparado comercial como lubricante, progresando desde diámetros de carborundo mayores hacia granulometrías cada vez más finas del abrasivo: P120, P240, P320, P400, P600, P800, P1000, P1200, P1500 (esta secuencia es solo un ejemplo dependiendo del fabricante, la variedad de granulometría del abrasivo puede cambiar; como orientación *Buehler* ofrece en su catálogo mayor cantidad de tamaños de grano que *Struers*, (Tabla 1). En el caso de trabajar con una LTP, se recomienda empezar directamente por P800 o P1000, dependiendo del espesor de partida. Esta secuencia no es rígida y se podrá adaptar según se necesite, teniendo en cuenta ir siempre de la granulometría más gruesa a la más fina y limpiar bien la muestra con agua y una bañera de ultrasonidos antes de cambiar de tamaño de abrasivo. Se realizarán varios ciclos cortos, sobre todo con las granulometrías más gruesas, de entre 5-10 min, cuidando que no le falte lubricación o abrasivo (en el caso de que se use carborundo en polvo). En cada ciclo se puede comprobar el resultado con un microscopio auxiliar para decidir si se repite o se pasa a la siguiente granulometría.

Tabla 1: Equivalencia entre tamaños de grano del abrasivo en μm y la normativa FEPA P. Fuente: Struers

Tamaño de grano (μm)	200	125	82	68	46	30	22	18	15	7	4
FEPA P (Europa)	P80	P120	P180	P220	P320	P500	P800	P1000	P1200	P2000	P4000

La frontera entre el desbaste o pre-pulido y el pulido es muy tenue, y estará condicionada más que por los materiales utilizados, por el tamaño de grano del abrasivo, las revoluciones y la presión ejercidas por la máquina y el tiempo de cada ciclo. En los primeros estadios de desbaste es normal utilizar entre 120-200 r.p.m (menos si los minerales son blandos) e ir disminuyendo la velocidad según se avanza en el pulido y el acabado final. Como orientación empírica, el desbaste finaliza cuando se empieza a transparentar la sección transparente, dando comienzo a las fases más delicadas de pulido y acabado. Si se trata de una probeta pulida, el pulido comienza cuando, con la muestra totalmente seca (como observación para un control intuitivo rápido; siempre es mejor comprobarlo con un microscopio) la superficie comienza a brillar cuando se coloca bajo la luz con una cierta inclinación.

IV. Pulido

Es el paso más delicado. Si se está realizando una LTP, se recomienda empezar con el pulido cuando la sección tenga un espesor de entre 60 y 40 μm . Antes de comenzar, es necesario comprobar el grosor y la horizontalidad con un micrómetro digital de precisión. Las indicaciones aquí recogidas son válidas para PP y LTP, con acabados utilizando paños y suspensión abrasiva con polvo de diamante de 6, 3 y 1 μm , pero los rasgos generales son fácilmente exportables a otros materiales.

Dependiendo del grosor y las rayas presentes se empezará el proceso con abrasivo de 6 o 3 μm . La presión de la muestra sobre el paño debe ser mínima, y el fluido abrasivo debe formar una película constante entre la preparación y el paño. Se recomienda no exceder las 100 r.p.m. Si debido a la cantidad y profundidad de las rayas es necesario empezar con el abrasivo de 6 μm , se recomienda que la sección tenga unas 50 μm de espesor, para evitar que se desgaste demasiado y baje de las 30 μm . Se realizarán ciclos cortos, de 5 min (más cortos si hay muchos contactos entre minerales blandos y duros) hasta que las rayas más profundas hayan desaparecido, cuidando y observando que no se cree relieve. El objetivo es llegar al abrasivo de una 1 μm con la muestra prácticamente pulida, para que este último paso sirva solo de acabado, a 50 r.p.m., durante la menor cantidad de tiempo posible haciendo ciclos de no más de 10 min. Por supuesto, hay que cambiar el paño con cada granulometría. Lo ideal es tener tres paños ya montados sobre soporte imantado, marcando a que tamaño de grano se destina cada uno, para así evitar contaminaciones cruzadas.

En caso de que el prepulido haya dejado marcas profundas o relieve, se recomienda continuar el pulido en soporte rígido con alúmina, carborundo o papel de lijas de granulometrías muy finas, entre P2000 y P4000 (equivalente a un tamaño de grano entre 7 y 4 μm). Pero si el daño es profuncod, duradero, será necesario volver al prepulido.

Los acabados finales, si es necesario, pueden realizarse con pasta de diamante, aplicada con un lubricante. El diámetro de los monocristales de diamante en las pastas ofertadas por las casas comerciales va de 15 a 0,25 μm . Sin embargo, para el pulido o acabado, se recomienda empezar con 6 o 3 μm e ir bajando la granulometría de la pasta de diamante hacia tamaños cada vez más finos, terminando con 0,25 μm . El acabado debe ser siempre con granulometría fina ($\leq 1 \mu\text{m}$)

3. ARTEFACTOS DE PULIDO

Cuando la preparación de muestras o pulido son defectuosos o insuficientes, pueden aparecer diferentes artefactos. A continuación, se muestran algunos ejemplos de los variados problemas, causados por defecto de pulido, que se pueden encontrar los mineralogistas durante el estudio de secciones pulidas.

- Grumos o agregados de material

Como se ha indicado, los grumos son el principal problema al que se enfrentan los sistema de análisis automatizados de imagen sobre concentrado de molienda fino (Figura 12).

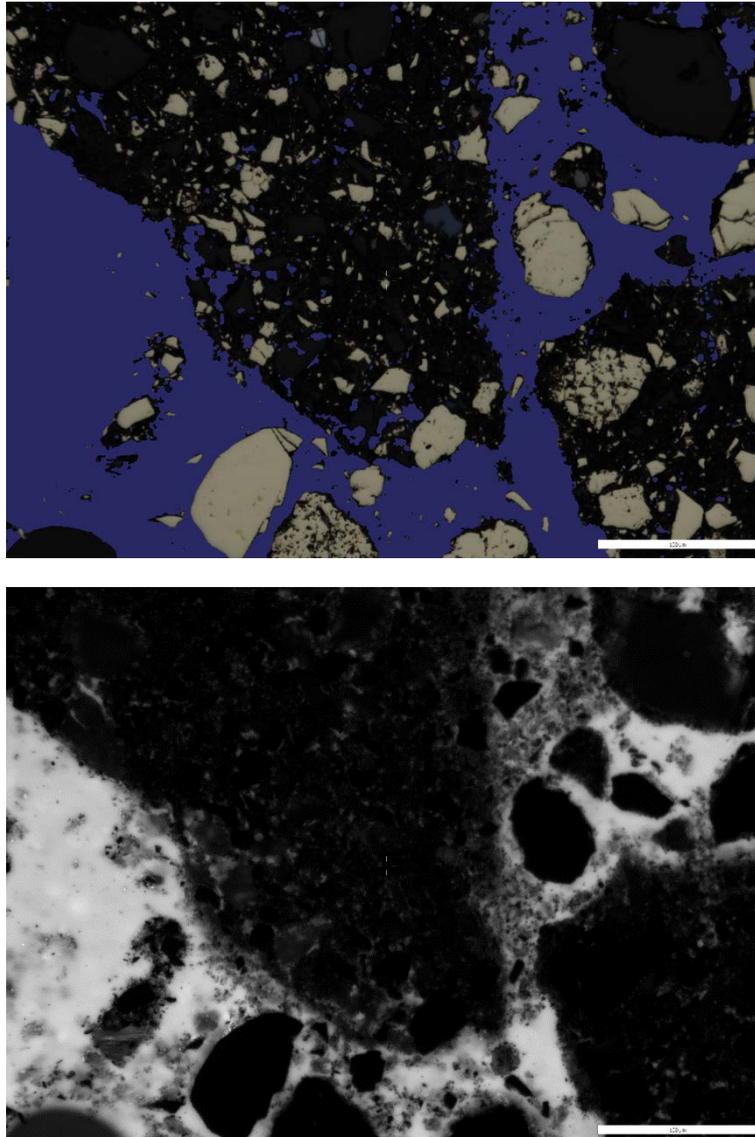


Figura 12. Un campo del barrido automático procesado con amcoAnalysis. Arriba, imagen con la máscara azul cubriendo la zona asignada a la resina. Debajo, imagen adquirida en el modo de observación de fluorescencia para identificar las zonas de resina fluorescente. Se puede apreciar que se han formado grandes grumos compuestos de diferentes partículas “pegadas” entre sí, debido a que, en su interior, hay zonas donde sí ha entrado la resina fluorescente.

- Mal fraguado de la resina

En la Figura 13, se muestran dos imágenes comparativas de una sección pulida, arriba tomada con luz polarizada y abajo con el prisma de Wollaston. El prisma resalta las diferencias del relieve. En este caso, una muestra aparentemente bien pulida, revela una superficie rugosa debido a un mal fraguado de la resina, que contrasta con la superficie suave y bien pulida de la ganga.

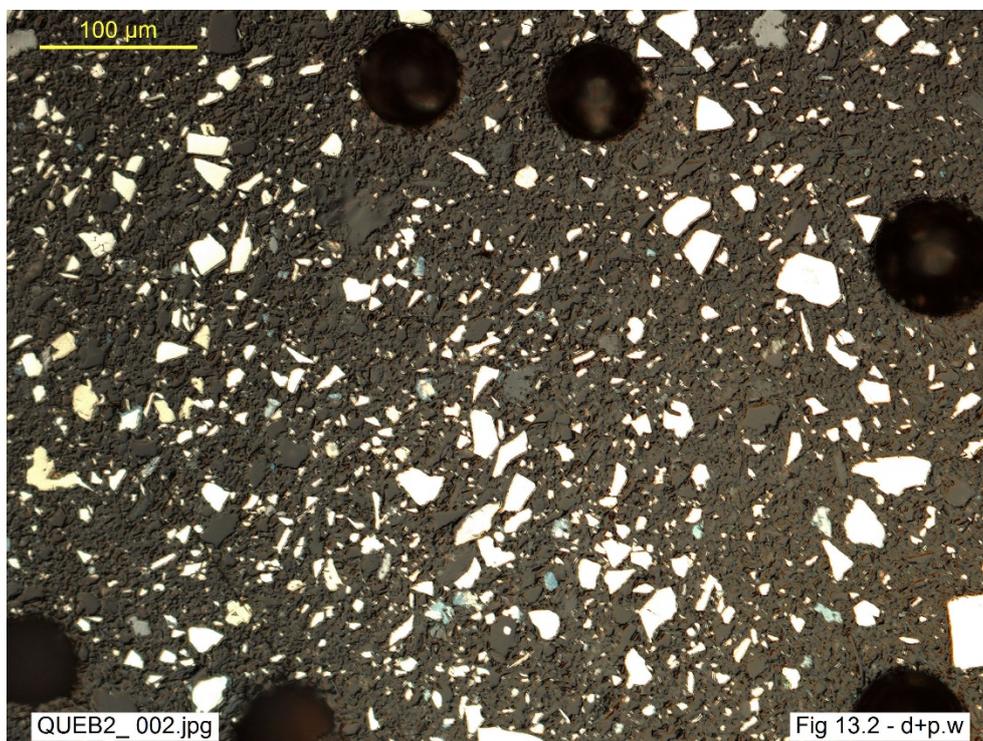
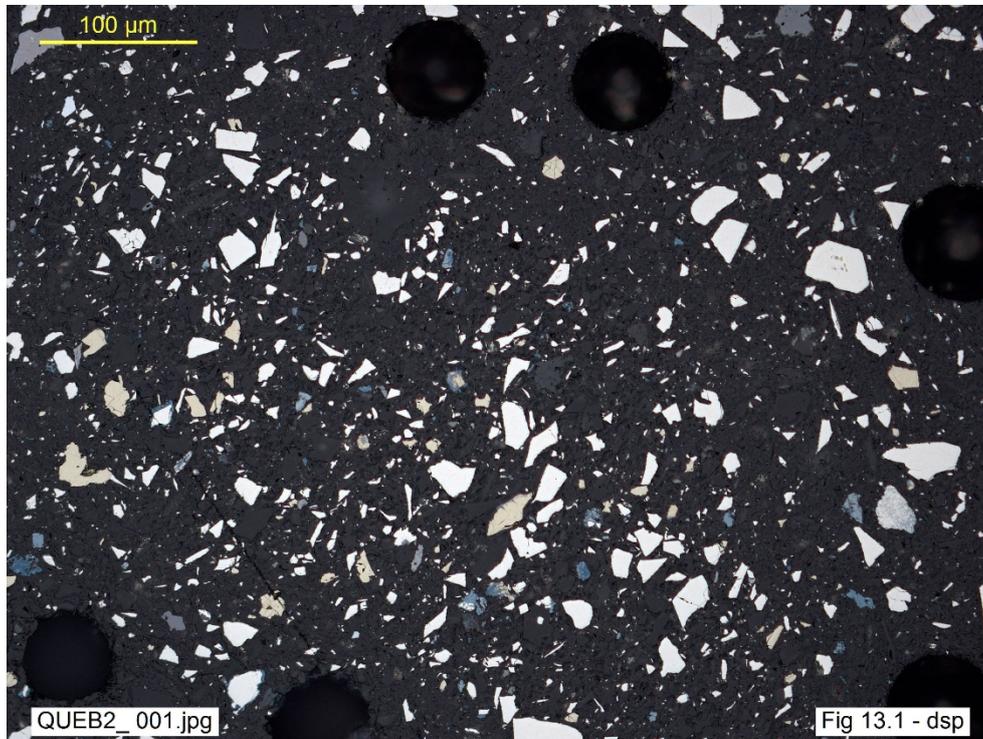


Figura 13. Arriba, imagen de una muestra mineral triturado tomada con el objetivo de 10x y el polarizador. Abajo, misma muestra con el prisma Wollaston, donde se aprecia el relieve.

- Pérdida de material, relieve y poros

La presencia de minerales de distinta dureza propicia la aparición de relieves en los bordes de los granos si no se actúa con cuidado. También es muy común que se produzca el arranque de partículas. Generalmente, como se ve en la Figura 14, Figura 15 y Figura 16, estos problemas suelen ir asociados a un pulido insuficiente.

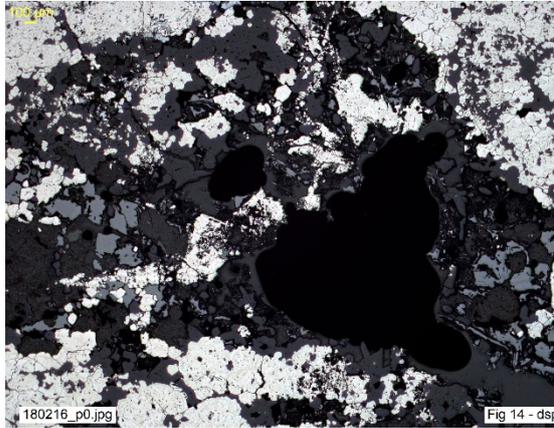


Figura 14. Presencia de poros y relieve en el pulido



Figura 15. Excesivo relieve en el borde de las partículas

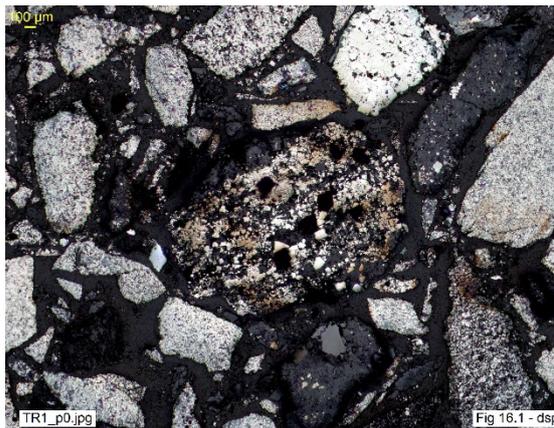


Figura 16. Irregularidades en la superficie de la preparación debido a diferentes durezas en el material: pérdida de granos minerales, poros y relieve.

- Exudado y pátina

La Figura 17 y la Figura 18 muestran la misma partícula, la 17 en aire y la 18 con objetivo de inmersión en aceite. En la Figura 17 se ve un zonado que no desaparece en nícoles paralelo, pudiéndose entender erróneamente como un zonado marginal secundario. Sin embargo, tras la inmersión en aceite, el zonado desaparece por completo, tanto en nícoles paralelos como cruzados, porque en realidad se trataba de restos exudados de aceite del pulido que se han disuelto en el aceite de inmersión. Precisamente por eso las exudaciones aparecen en bordes, poros y microfisurillas.

Un tipo similar de zonado puede darse debido a la presencia de pátina que se elimina tras la limpieza con hexano, por eso es muy importante limpiar las muestras siempre que se tengan dudas (Figura 19).

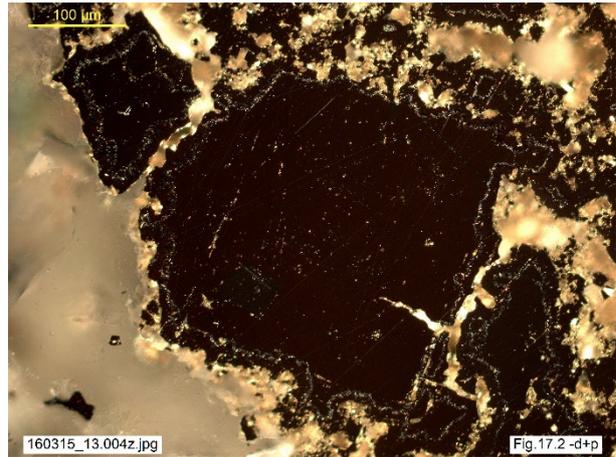
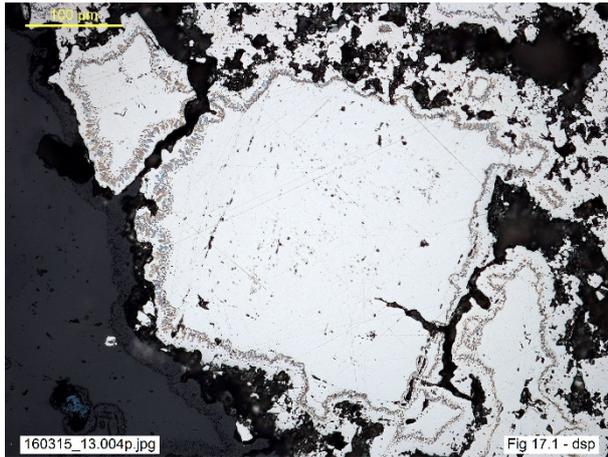


Figura 17. Teórico zonado marginal secundario en el borde de los granos. Se descarta el efecto de la pátina tras limpiar la muestra. A la izquierda imagen con luz polarizada y a la derecha con el analizador cruzado.

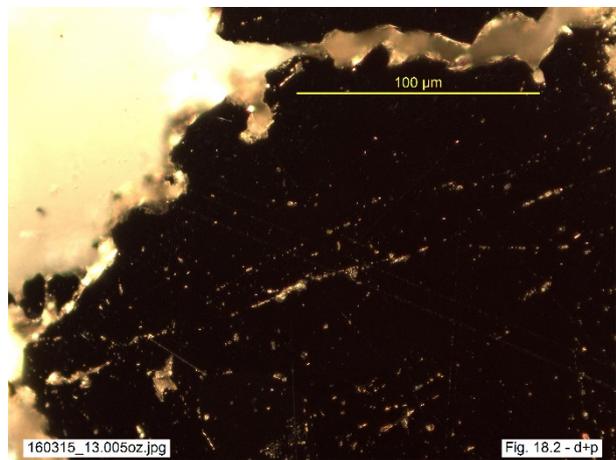
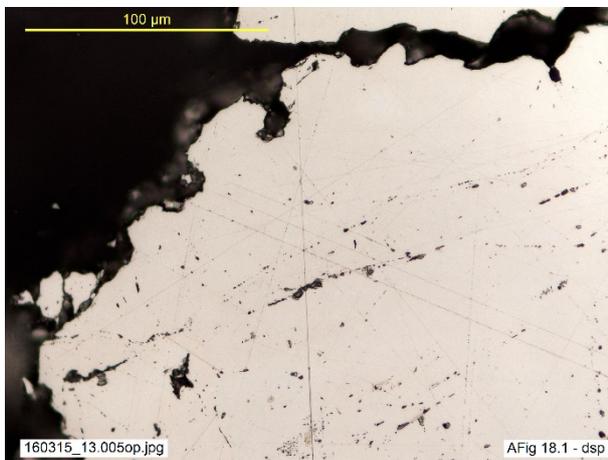


Figura 18. Detalle del campo de la Figura 17 tras la inmersión en aceite. Con el aceite, el zonado desaparece tanto sin analizador (izquierda), como con él cruzado (derecha).

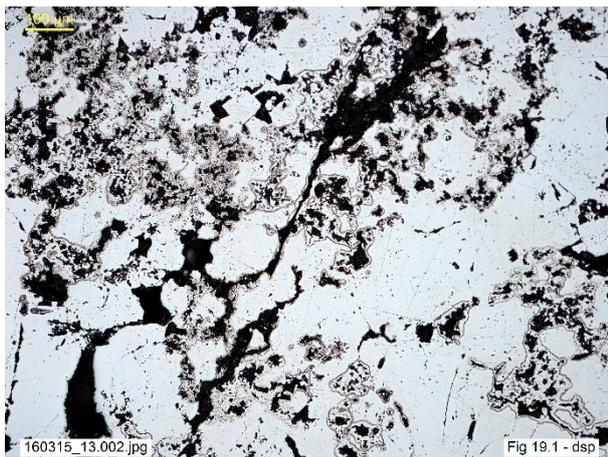


Figura 19. Artefacto de zonado (izquierda) que desaparece tras la limpieza con hexano al eliminar la pátina (derecha).

- Acabado final

Finalmente, la Figura 20 presenta, como ejemplo, un pulido de calidad de una mena compuesta (pirita, pirrotita, calcopirita, esfalerita, galena y cuarzo) con especies intercrecidas de distintas durezas.

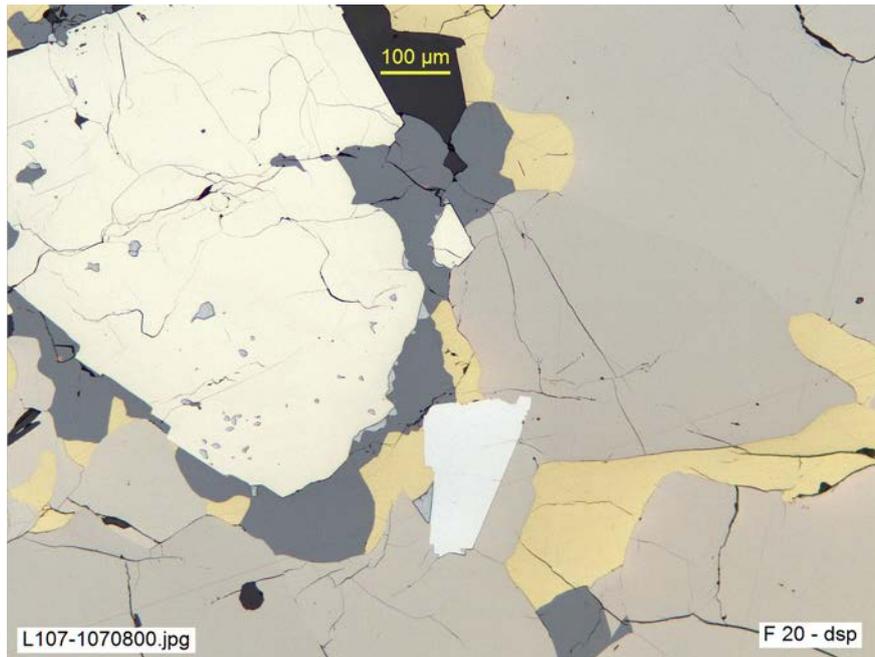


Figura 20. Ejemplo de pulido acabado con calidad (sin artefactos)

4. CONSIDERACIONES FINALES

Como se ha visto en las páginas anteriores, no hay un único camino ni fórmula para hacer secciones pulidas de buena calidad. De hecho, aquí únicamente se han abordado algunos de los métodos y productos presentes en el mercado que, sin duda, bien escogidos, pueden facilitar y mejorar el proceso.

Hay que tener en cuenta que, una vez la sección pulida esté acabada, se va a comenzar a generar una pátina de oxidación, que puede ser más o menos rápida dependiendo de los minerales presentes (por ejemplo, la bornita puede crear pátina en cuestión de unas pocas horas; el arsénico, en minutos). También se va a depositar polvo o incluso suciedad y grasa. Debido a ello, es importante comprobar la calidad del pulido y, si es necesario, limpiar correctamente la muestra antes de estudiarla. Aunque se recomienda estudiarla recién pulida.

Como ejemplo de una secuencia de limpieza general, de muy buenos resultados para eliminar pátina de mineralogías muy diversas, se recomienda la siguiente:

- 1º. Con las manos limpias, poner sobre la superficie pulida de la muestra a limpiar una pequeña cantidad (como un grano de arroz o una lenteja) de **pasta de diamante de ¼ de micra** ($0,25 \mu\text{m}$). Extender suavemente sin apretar con la yema del dedo por toda la preparación, prestando especial atención a las esquinas. Una vez esté bien distribuida, con un poco de papel higiénico de buena calidad o paño que no deje hebras, frotar suavemente la superficie realizando una presión lo más homogénea posible con el dedo pulgar, para evitar crear relieve. Si fuera necesario, echar otra gota de pasta de diamante y repetir la operación. Es importante asegurarse de que se está llegando bien al contorno de la muestra, debido a que suele ser la zona más difícil de limpiar y la que más se descuida. Excepcionalmente, si la pátina es muy marcada y generalizada y no se puede eliminar manualmente, se puede utilizar una pulidora manual colocando un paño de billar limpio y una pequeña cantidad de la pasta de diamante. A la menor cantidad de revoluciones posibles, sujetar la muestra con firmeza presionando suave y

uniformemente en el centro sobre la pasta de diamante y pulir durante un máximo de 1 o 2 minutos haciendo pequeños círculos.

- 2º. Con un cuentagotas, verter una pequeña cantidad de **hexano** sobre la superficie para retirar la pasta de diamante. El Hexano se evapora muy rápidamente, así que solo hay que dejarlo unos segundos para que actúe bien antes de retirarlo, con cuidado y sin frotar, con un trozo de papel higiénico suave. Hacer pequeños círculos con presión uniforme para llegar a toda la superficie.
- 3º. Por último, es necesario retirar los restos que hayan podido quedar en la superficie. Para ello, utilizar **alcohol** puro siguiendo el mismo procedimiento que con el hexano. Una vez retirado, secar con otra pieza de papel limpia para retirar las posibles marcas que hayan podido quedar.
- 4º. Con una pera de aire o un bote de **aire comprimido**, soplar la superficie de la preparación para retirar el polvo, hebras o partículas de papel que hayan podido quedar adheridas.

Una vez completado el proceso, es importante no volver a tocar la superficie de la muestra y manipularla con cuidado. Es necesario siempre comprobar el resultado de la limpieza bajo el microscopio. Si se observan gotas, marcas dactilares o pequeñas marcas de arrastre de material, volver al segundo paso. Si, por el contrario, se sigue viendo pátina sobre el mineral, volver al paso uno.

Dependiendo del estado inicial de la sección pulida, a veces solo se necesita realizar la limpieza desde el paso 2 o 3 (en el caso de que las marcas sean pequeñas huellas dactilares).

La limpieza es un proceso imprescindible que deberá realizarse siempre que el examen previo indique su necesidad (lo cual puede ocurrir con frecuencia cuando se trata con muestras de bornita, calcopirita o minerales de plata). Por ello, deberá hacerse siempre con sumo cuidado pues, aunque la pasta de diamante de ¼ de micra no va a adelgazar la superficie, sí que puede crear relieve en el contacto entre granos duros y blandos. Si las muestras se guardan correctamente, es posible que algunas mineralogías que no desarrollan una gran cantidad de pátina no necesiten el primer paso con pasta de diamante, lo cual mantendrá su superficie en mejores condiciones durante más tiempo.

5. APÉNDICE: INTRODUCCIÓN A LOS TIPOS DE ABRASIVOS Y SUPERFICIES

Hay que tener en cuenta 3 aspectos fundamentales: el tipo de abrasivo, el tamaño del abrasivo y la naturaleza de los minerales presentes en la sección pulida

1. Tipo de abrasivo: dependiendo del tiempo y los materiales disponibles y la naturaleza de la muestra, estará más indicada una tipología de abrasivo u otra, pero según sus características y terminados se dividen en cinco grupos, ordenados de mayor a menor eficacia, explicando las ventajas e inconvenientes de cada elección:
 - 1º. En forma de grano -ya sea carborundo, alúmina o diamante- que se mezcla con líquido lubricante (agua o aceite) para formar una pasta más o menos fluida, sobre la placa metálica dura preparada para ello del rotor de la pulidora, o bien utilizado directamente sobre un vidrio para desbastar o pulir de forma manual.

Es el método con el que se obtienen pulidos más perfectos, sobre todo cuando se tratan minerales de distinta dureza. Al estar el abrasivo sobre una superficie dura y plana, ésta no se deforma durante los trabajos, de forma que la superficie de la sección se mantiene horizontal y no se redondean los contactos entre granos al rebajarse todos por igual. Si

el abrasivo se extendiera sobre una superficie blanda, esta tendería a desgastarse también al pulir minerales duros. Por lo tanto, se crearían irregularidades en la superficie que favorecerían que el abrasivo se hundiera más en los minerales blandos, dejando profundas rayas y acentuando el relieve.

Pese a ser el método con mejores resultados, se trata de un proceso muy lento de unas 20h de duración divididas en 4 fases, siendo la tercera la más larga (14-16 horas) con una granulometría muy fina de abrasivo (0,5 μm). Además, hay que vigilar durante todas las fases que el abrasivo forme una película fina y continua sobre el disco y la superficie de las secciones. Si bien para un pulido manual el método es muy lento, el rendimiento aumenta considerablemente con máquinas pulidoras que trabajan con varias muestras simultáneamente. Por ejemplo, la ya clásica Rehwald-Depiereux pule 6 muestras a un tiempo, con resultados excelentes (cf. Castroviejo (1980) y alcanzando una calidad de pulido casi sin igual (vbgr. la de la colección Ramdohr-Rehwald, utilizada en Heidelberg para las descripciones fundamentales de Ramdohr, 1980).

- 2º. Más que una categoría en sí misma, serían una variante de la primera opción: los líquidos abrasivos comerciales ya preparados, como por ejemplo el DiaDuo-2 de Struers, una solución basada en agua con diamante monocristalino y lubricante. Al igual que el abrasivo en polvo, pueden utilizarse sobre una superficie metálica rígida o sobre paño; las implicaciones de cada elección se analizarán más adelante.

Según la experiencia propia, las suspensiones abrasivas comerciales son más útiles en las etapas finales de pulido sobre paño.

- 3º. Discos formados a partir de una aleación especial de metales (normalmente plomo y antimonio) que incrustan los granos del material abrasivo. Este tipo de soluciones son muy comunes y dan buenos resultados con muestras que contienen minerales de distinta dureza, pero hay que tener en cuenta que su uso óptimo conlleva un mantenimiento riguroso, que requiere desbastar e igualar la superficie periódicamente para que se mantenga horizontal y sin salientes que puedan crear relieve en la sección pulida.

Habitualmente, los laboratorios de preparación de muestras disponen de varias desbastadoras y pulidoras y llevan un proceso estandarizado de preparación, debido a que el cambio constante de los discos en cada granulometría es más lento que si se trabaja con los papeles de lija sobre soporte magnético. En vez de cambiar el abrasivo, cambian las preparaciones a otra máquina preparada previamente con un disco de otra granulometría inferior. Este método es útil y ahorra tiempo en producciones en cadena, pero es poco flexible a la hora de ajustarse a particularidades de cada muestra o lote de muestras.

El proceso de desbaste es más rápido, siendo suficientes dos o tres fases de unos 15 min por ciclo. La cantidad de ciclos necesarios dependerá del estado inicial de la muestra.

- 4º. Papeles de lija (normalmente impregnados de carborundo) sobre soporte magnético que se fijan fácilmente sobre el rotor de la pulidora. Los resultados son un punto medio entre la primera y tercera opción, siempre y cuando se utilicen en buen estado. Además, su mantenimiento es más rápido y sencillo. Cuando la superficie comienza a desgastarse

(normalmente tras 5h de uso) basta con despegar el papel del soporte magnético y colocar uno nuevo.

Son muy útiles para usar en laboratorios pequeños con poca infraestructura y para realizar el desbaste más grueso inicial (sobre todo cuando el objetivo es hacer una probeta pulida), debido a la versatilidad y facilidad para cambiar de uno a otro. Únicamente hay que cuidar que el papel de lija quede bien pegado al soporte, sin arrugas, y que la máquina este limpia del abrasivo anterior, limpiándola con un paño húmedo.

Es un sistema bastante rápido, pero tiende a dejar numerosas rayas de pulido. Lo normal es realizar tres o cuatro fases, de forma similar al anterior, cuidando no hacer ciclos de más de uno o dos minutos cuando se utilicen las granulometrías más gruesas en los primeros estadios de desbaste (P120-600-800). A partir de P1000 se pueden hacer ciclos más largos. En láminas transparentes se recomienda prescindir de granulometrías más gruesas que P800 para evitar que durante el desbaste desaparezca la muestra. En preparaciones con minerales blandos o de diferentes durezas, la experiencia propia aconseja empezar directamente con el papel P1000-1200, para evitar crear surcos gruesos en los minerales más blandos y un relieve excesivo.

- 5º. Paños y papeles de lija exentos. El paño de tejido o de billar es una alternativa al uso de discos duros metálicos con abrasivos en polvo o suspensión. En general, salvo ciertas excepciones que se verán en el siguiente punto, se recomienda evitar su uso generalizado. Sin embargo, personalmente, si recomiendo reservarlo para el acabado del pulido o incluso para limpiar muestras con pátinas de oxidación, a bajas revoluciones y en ciclos cortos para evitar al máximo crear relieve, debido a que permite eliminar gran parte de las rayas que se puedan haber quedado durante la última fase del pulido con abrasivo sobre soporte rígido.

Por último, aunque no se recomienda, también existe la opción de utilizar un papel de lija con carborundo incrustado pero exento, es decir, no se coloca sobre un soporte rígido, sino que se frota la preparación directamente sobre él. A veces, se puede fijar al rotor de la pulidora con un aro metálico que encaja en este. Sin embargo, siempre que sea posible, se desaconseja esta opción debido a que es más fácil que el papel se arrugue o se mueva, dando lugar a relieves en los bordes de grano e incluso arranques de partículas. Se trata de una técnica que desbasta rápidamente. A cambio, produce gran cantidad de rayas y relieve. Solo se aconseja su uso en situaciones que requieran una actuación rápida y los minerales presentes sean de dureza alta y homogénea.

2. Tamaño del abrasivo: Utilizar en cada fase, tanto del desbaste como del pulido, el tamaño de grano del abrasivo correcto es la base de toda preparación bien pulida. Hay que empezar siempre con el mayor tamaño de grano que necesite la muestra, cuidando siempre lavarla bien antes de pasar al siguiente abrasivo, así como de comprobar con un microscopio óptico de reflexión que cada fase se ha ejecutado correctamente, prestando especial atención a la horizontalidad de la muestra (es decir, el paralelismo de la superficie con la base) y a la aparición de rayas. En cada fase hay que eliminar las rayas dejadas por la anterior. Si se reduce demasiado rápido el diámetro del abrasivo o no se utiliza el correcto, puede alargarse demasiado el proceso, no avanzar o incluso estropear la preparación creando relieves o haciendo saltar partículas de la superficie de

la muestra. Hay que tener en cuenta que si, por ejemplo, estamos desbastando con carborundo con una secuencia P800-P1000-P1500, las rayas de pulido más gruesas creadas con P800 que no hayan sido eliminadas con P1000, no se van a quitar desbastando con P1500. Por eso es importante comprobar periódicamente el desbaste y no cambiar de fase hasta no estar seguros de que el paso anterior está completo. No se recomienda volver atrás hacia granulometrías más gruesas una vez se haya cambiado el tipo de abrasivo.

3. Naturaleza de la sección pulida: Cada preparación habrá que tratarla de acuerdo con la composición mineral predominante. Sin embargo, es muy común encontrar preparaciones con altos contenidos en minerales duros y blandos, como podría ser una muestra compuesta principalmente por pirita, bornita, galena y ganga. Esta heterogeneidad hace normalmente imposible elegir un método de pulido para minerales exclusivamente duros o blandos, por lo que tiene que alcanzarse un compromiso. Habitualmente, esto implica hacer pulidos más suaves, con granulometrías más finas, aumentando la duración de los ciclos a bajas revoluciones (máximo 50 revoluciones por minuto si hay minerales blandos y de difícil pulido presentes).

Aunque por lo general se aconseja pulir sobre superficies duras, si sabemos de antemano que la muestra contiene minerales difíciles por su tendencia a generar arranques o por su baja dureza, quizá sea interesante utilizar un paño con una suspensión de abrasivo en agua y lubricante, siempre y cuando no haya minerales mucho más duros presentes (por las razones explicadas anteriormente). También algunos minerales duros, como la pirita, pueden beneficiarse de este tipo de materiales durante la fase de acabado (Galopin & Henry, 1972).

REFERENCIAS

- Castroviejo, R. (1980). Sobre el desarrollo de técnicas auxiliares para la investigación de menas metálicas: Preparación de secciones pulidas para su estudio microscópico con luz reflejada. *Jornadas Minerometalúrgicas (VI Nacionales y IV Internacionales)*, (págs. 529-559). Huelva.
- Galopin, R., & Henry, N. (1972). *Microscopic Study of Opaque Minerals*. Cambridge: W. Heffer & Sons Ltd.
- Grunwald Romera, U., Catalina, J., Alarcón, D., López Benito, A., & Castroviejo, R. (2019). A reliable method for the automated distinction of quartz gangue and epoxy resin with reflected light microscopy for geometallurgical characterization. *15 Biennial SGA Meeting - Life with ore deposits on earth. 4*, págs. 1528-1531. Glasgow: Society for Geology Applied to Mineral Deposits.
- Ramdorh, P. (1980). *The ore minerals and their intergrowths*. Pergamon Press.
- Røisi, I., & Aasly, K. (2018). The effect of graphite filler in sample preparation for automated mineralogy – a preliminary study. *Mineralproduksjon(8)*, A1-A23.