COMUNICACION CORTA

Determinación por Difracción de Rayos X de ZnS (Esfalerita) en minerales donde el FeS_2 (Pirita) es una fase mayoritaria

E. Reguera y A. Dago

Centro Nacional de Investigaciones Científicas, Ciudad de La Habana, Cuba

Recibido: 21 de marzo de 1985

El mérito fundamental de la Difración de Rayos X (DRX) en el análisis de fases cristalinas, se fundamenta en que a cada fase le es característico un patrón de difracción definido por un conjunto de pares de valores de distancias interplanares d_{hkl} y de intensidades relativas I_r, lo que posibilita en principio, identificar una fase determinada aún cuando incluso estén presentes otras fases.

Si bien lo anterior es absolutamente cierto, en la práctica se pueden encontrar casos particulares en que tal identificación no es tan simple. Tal es por ejemplo, el de los sistemas multifases donde estén presentes fases secundarias cuyas líneas más intensas coinciden en posición con las reflexiones principales de la(s) fase(s) mayoritaria(s). En estos casos es práctica común, establecer la presencia o no de esas fases secundarias comparando las intensidades relativas medidas para los picos correspondientes a las fases mayoritarias con los que tendrían realmente si estuviesen aisladas. Este modo de proceder, aún cuando es correcto, puede conducir en ocasiones a resultados engañosos debido a que los valores de I_r medidos para las líneas de una fase no son independientes de la forma de preparación de la muestra, de particularidades de esa fase como son su origen, hábito cristalino, etc. Esta situación se ha encontrado durante el análisis de fase por DRX de muestras procedentes de yacimientos piríticos polimetálicos del Occidente de Cuba, en los cuales el Zn se encuentra por debajo de un 8 % en peso y con una distribución y morfología de sus portadores que hace suponer algunos problemas de cristalinidad en estos últimos[1,2]. Aquí la dificultad no radica en la interferencia de las reflexiones principales del ZnS-Esfalerita con las del FeS_2-Pirita (Tabla I) sino en que esta última fase presenta un pronunciado hábito cúbico y por tanto, las intensidades relativas dependen marcadamente de la preparación de la muestra. Para ejemplificar esto último, en la tabla se dan los valores de I_r encontrados por varios autores [3-5] para la pirita y los que debían obtenerse en una muestra libre de textura[6]. Sin embargo, si la muestra en que se desea establecer o no la presencia del ZnS-Esfalerita se somete a un tratamiento térmico en atmósfera inerte, en el rango de temperaturas de 550 a 700 °C, esta última permanecerá como fase estable mejorando al mismo tiempo su cristalinidad, mientras que el FeS_2 se descompone según el mecanismo, $(1-x)\ FeS_2 \longrightarrow Fe_{(1-x)}S^2 + (1-2x)\ S$ transformándose en pirrotina

($Fe_{(1-x)}S$) y azufre libre, el cual se puede arrastrar fuera de la muestra si el tratamiento se realiza a flujo de gas inerte. Este simple procedimiento fue aplicado a los minerales piríticos polimetálicos señalados, con flujo de N_2 de 2 a 3 dm^3/min en un horno tubular, estableciéndose inequívocamente la presencia de ZnS-Esfalerita y pequeñas cantidades de ZnS-Wurtzita en las muestras estudiadas, confirmándose al mismo tiempo las suposiciones respecto a problemas de cristalinidad en los portadores de Zn .

TABLA I

Intensidades relativas para la pirita y esfalerita

		FeS_2–Pirita					ZnS–Esfalerita	
(hkl)	d(Å)	I_r[a]	I_r[b]	I_r[c]	I_r[d]	(hkl)	d(Å)	I_r[a]
111	3,128	36	84	43	37	111	3,123	100
200	2,709	84	100	100	100	200	2,705	10
210	2,423	66	60	59	55	—	—	—
211	2,2118	52	48	49	42	—	—	—
220	1,9155	40	34	53	42	220	1,912	51
311	1,6332	100	55	67	76	311	1,633	30
222	1,5640	14	17	10	12	222	1,561	2
230	1,5025	20	17	15	11	—	—	—
321	1,4448	24	22	21	14	—	—	—

a: ref. 3; b: ref. 4; c: ref. 5 y d: ref. 6

REFERENCIAS

1 REGUERA E. Y PÉREZ REYES A. *Revista de Ciencias de Ciencias Químicas* (en publicación).

2. REGUERA E. Y PÉREZ REYES A. *Revista de Ciencias Químicas* (en publicación).

3. JCPDS, International Centre for Difraction Data, 1601 Park Lake, Swarthmore, P. A., USA.

4. MIJIEV V. I. Determinación Roentgenográfica de Minerales, 244 (en ruso) Moscú, 1957.

5. SMITH S. T., SHYDER R. L. AND BROWNELL W. E. *Advances in X-Ray Analysis, 22* 77, 1979.

6. CLARK C. N., SMITH D. K. AND JONHSON G. C. JR. "A Fortran IV Program for Calculating X-Ray Powder Diffraction Patterns Version 5" Department of Geosciences, Pensylvania State University, Univ. Parks, PA, USA.