

B R E V I O R A

GEOLOGICA ASTURICA

AÑO XIX (1975)

OVIEDO

Núm. 1

INSTITUTO DE GEOLOGIA APLICADA DE LA FACULTAD DE CIENCIAS, UNIVERSIDAD.
CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTIFICAS

Joaquín Solans Huguet (*).—TAMAÑO DE MUESTREO PARA LA DETERMINACION DE LA DUREZA DE MICROHUELLA EN MONOCRISTALES.

La determinación de la dureza de microhuella o «microdureza» presenta un problema en su realización debido a la dispersión de los resultados obtenidos. Aplicando sobre un cristal un penetrador Vickers o Knoop, mediante una carga seleccionada se obtiene una huella. Se miden las dimensiones de dicha huella y se calcula la dureza por las fórmulas:

$$VH = \frac{1854.P}{d^2} \qquad KH = \frac{14220.P}{l^2}$$

siendo VH la dureza obtenida con la pirámide Vickers; KH, la dureza obtenida mediante la pirámide Knoop; P, la carga usada y d ó l, dimensiones características de las huellas obtenidas.

Al efectuar sucesivas penetraciones en el cristal con una de las pirámides y las correspondientes medidas de dimensiones, obtenemos una dispersión de los resultados obtenidos. Esta dispersión procede de diversas causas, unas son propias de la técnica y otras son el resultado de las características del cristal. Del primer grupo podemos citar:

a) El efecto producido por la geometría del penetrador; como la forma de la pirámide afecta al tensor esfuerzo en cada punto de aplicación los valores obtenidos con un penetrador no son comparables con aquellos que proceden de un penetrador de distinta geometría.

$$VH \neq KH$$

b) La variación producida por el tiempo de aplicación; como demostró NAKHLA (1956) por un efecto de fluencia, a mayores tiempos de aplicación del esfuerzo se obtienen menores durezas.

c) La dispersión de medidas producida por la naturaleza, más o menos llena de grietas, de la huella; ya que según sus características varía el grado de definición de los bordes de la huella.

(*) Departamento de Cristalografía y Mineralogía, Oviedo.

d) El error óptico existente por medir las dimensiones de la huella con un micrómetro óptico; este error viene dado por:

$$e(d) = \frac{\lambda}{2 \cdot AN}$$

siendo $e(d)$ el error óptico de la medida, λ la longitud de onda de la luz usada y AN la apertura numérica del objetivo empleado. No debe olvidarse que al trabajar a grandes aumentos si bien disminuye este error óptico, con el aumento de la apertura numérica, aparece una nueva causa de error por la pequeña profundidad de campo de enfoque del objetivo.

Como causas de la dispersión de resultados debidas al cristal podemos citar:

e) La variación de la dureza con la composición química, siendo dicho efecto sensible a variaciones no demasiado elevadas.

f) La anisotropía de la dureza, por lo que debe controlarse la orientación del cristal con respecto al penetrador.

g) La anisotropía discontinua existente en el cristal, producida por las inclusiones y defectos reticulares; este hecho provoca variaciones de los valores obtenidos que se realizan de modo brusco.

El problema de la dispersión de las medidas se ha intentado resolver por diversos métodos, tales como trabajar en condiciones standard (C. O. M. 1969 y 1970), o mediante el cálculo de un valor teórico a partir de las medidas obtenidas (GAHM 1967, DOMENECH CASELLAS et al. 1974); pero otra solución sería realizar un número suficiente de medidas de modo que estadísticamente se obtenga un resultado con una precisión aceptable.

Si relacionamos el error relativo obtenido en el valor de la dureza, $e(H)$, con el error relativo obtenido en la medida de las dimensiones de la huella, ε , obtenemos

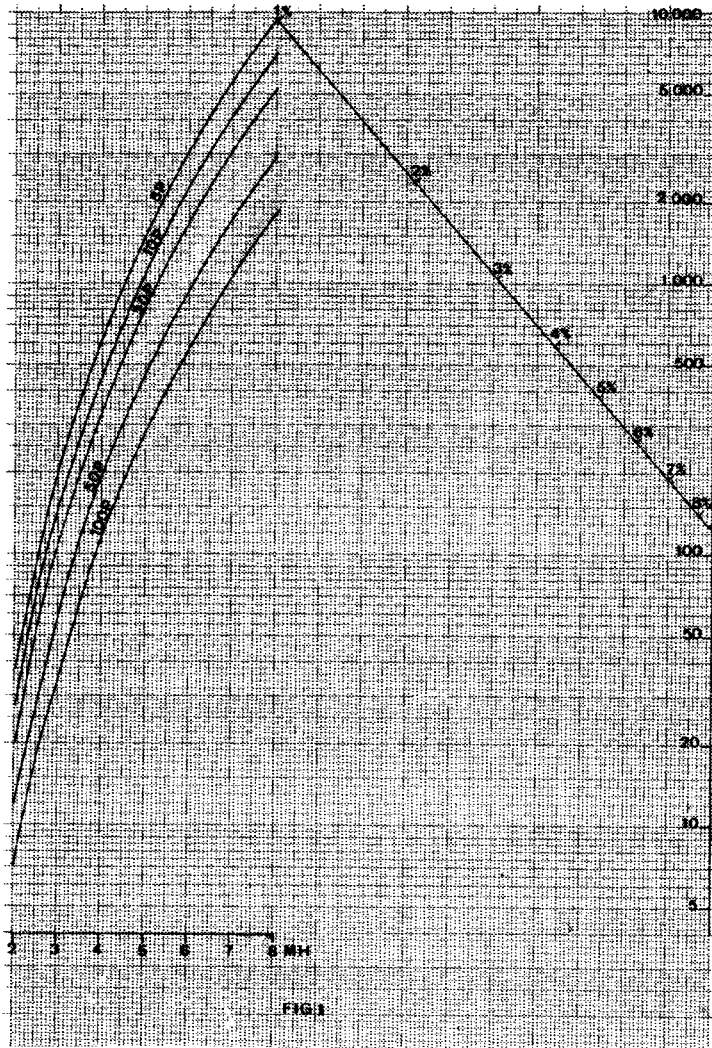
$$e(H) = \frac{\varepsilon(\varepsilon + 2)}{(\varepsilon + 1)^2} \approx \frac{2\varepsilon}{2\varepsilon + 1}$$

fórmula que demuestra que el error relativo que se obtiene para la dureza es mayor que el error relativo obtenido en las medidas de las huellas.

En dos ejemplares de galena y piritita, como representativos de sulfuros con propiedades mecánicas distintas, se han efectuado mediciones de microdureza. Se han calculado los estadísticos para lotes de medidas cuyo número corresponda en orden creciente a los números de la serie 8n. Estos resultados permiten observar la variación de ellos con el número de medidas empleadas y con la distinta dureza del material. Las cantidades calculadas en cada lote son: la longitud media de las diagonales, su desviación standard, el error relativo standard de las anteriores medidas, la dureza media, el exponente de la ley de Kick-Meyer, y el coeficiente estadístico de correlación lineal. Como era de esperar la dispersión de los valores de la dureza es mayor que la dispersión de las longitudes de las diagonales y existiendo una relación entre el error standard de las medidas con la dureza del material y con la carga empleada.

El tamaño de una muestra estadística viene dado por la fórmula:

$$N = \frac{K \varepsilon^2}{(\Delta\mu)^2}$$



en la que N es el tamaño de la muestra, K una constante que es función de la probabilidad de no cometer error en las conclusiones, ε el error relativo de las medidas y $\Delta\mu$ la precisión que deseamos. Como vemos en los datos experimentales el error relativo depende de la dureza del material y de la carga empleada. A partir de ellos se podrá obtener una función empírica que relacione estas tres magnitudes, y sustituida en la fórmula anterior obtendremos una ecuación que permita calcular de modo aproximado el número de medidas necesarios que con una cierta precisión y con una determinada probabilidad de no cometer error sean necesarias. Dada la complicación de la fórmula anterior se presenta el resultado en forma de ábaco que permite realizar de modo gráfico los cálculos (Fig. 1). La probabilidad de acierto aceptada es del 95 %. El ábaco consta de tres escalas y una familia de curvas. En la escala horizontal aparecen los valores de la dureza indicados como número de la escala de Mohs. La escala inclinada la precisión del resultado en porcentaje. La escala vertical el número de mediciones a realizar siendo dicha escala logarítmica. La familia de curvas, cada una de ellas para una carga distinta, nos dan la variación del número de muestras con respecto a la dureza Mohs necesario para obtener una media de las lecturas que sea significativa con una precisión del 1 %

El resultado en este ábaco se obtiene del modo siguiente: 1.º Se traza una vertical a partir de la dureza Mohs del material hasta cortar la curva correspondiente a la carga usada. (Punto A).

2.º A partir del punto A se traza una paralela a la escala inclinada cuya longitud corresponda en dicha escala a la precisión que deseemos. (Punto B).

3.º A partir del punto B se traza una horizontal y en su intersección con la escala vertical leemos el número de mediciones necesarias.

Un hecho que conviene indicar es que la dispersión de los valores del exponente de la ecuación de Kick-Meyer y su coeficiente de correlación son más independientes del número de medidas al intervenir en su cálculo los valores correspondientes a las diversas cargas, mientras que el efecto del valor de la dureza influye en mayor grado aunque manteniéndose dentro de límites aceptables.

C. O. M. (1965, 1967, 1969).—Minutes of meetings. *Econ. Geol.*, vol. 60, p. 1326; vol. 62, p. 278; vol. 65, p. 72.

DOMENECH CASELLAS, M. V. & SOLANS HUGUET, J. (1974).—Estudio estadístico de la microdureza de la galena. *Breviora Geol. Ast.*, año 18, pp. 20-23.

GAHM, J. (1967).—Tables for Vickers microhardness. Oberkochen.

LÓPEZ SOLER, A., NOGUES, J. & BOSCH FIGUEROA, J. M. (1973).—Estudio de la anisotropía de la dureza. *Acta Geol. Hisp.*, t. 8, pp. 59-62.

NAKHLA, F. M. (1956).—*Econ. Geol.*, vol. 51, p. 811.

C. T. Baldwin (*).—THE STRATIGRAPHY OF THE CABOS SERIES IN THE SECTION BETWEEN CADAVEDO AND LUARCA, PROVINCE OF OVIEDO, N. W. SPAIN.

The Cambro-Ordovician aged Cabos Series in Asturias is composed of over 4.0 km of shallow marine clastic sediments. Due to the near absence of faunal information from these rocks, both stratigraphic subdivisions and correlations as well as palaeoenvironmental interpretations have been largely neglected. FARBER & JARITZ (1964) and JARITZ & WALTER (1970) considered some of the sedimentological aspects of the Cabos Series but restricted their stratigraphic discussion to correlations of local lithostratigraphic data available at the time and proposed preliminary ages for some parts of the Series. Most workers agree on a Middle Cambrian age for the shales immediately below the base of the Cabos Series (FARBER & JARITZ, 1964; RUIZ, 1971; MARCOS, 1973) and a Llanvirn (Middle Ordovician) age for the black shales above.

Thus, the boundaries of the Arenig, Tremadoc and Upper and Middle Cambrian could all be within the unfossiliferous clastic Cabos Series.

While the Cabos Series contains few diagnostic fossils, much useful stratigraphic information can be derived from the morphology of contained tracks and trails. In this context, some of the trilobite trace fossils such as *Cruziana* (=trilobite furrows) and *Rusophycus* (=trilobite resting traces) are available and fairly sophisticated ichnostratigraphies have been developed in the United Kingdom (CRIMES, 1975), Europe and North America (SEILACHER, 1970).

Stratigraphic levels of trilobite trace fossils.—The positions of the various trace fossils described are shown on the continuously logged section (Fig. 1).

(*) University of East Anglia, School of Environmental Sciences,
University Plain, Norwich NR4 7TJ, Inglaterra.