

SEPARACIÓN DE CIRCONES: PRIMER INFORME



Servicio Geológico Minero Argentino (SEGEMAR)

Faustino A. LÓPEZ
Andrea L. ROMANO
Guillermo COZZI

Buenos Aires, Marzo 2019

INTRODUCCIÓN

En el marco del proyecto del Laboratorio de Geoquímica Isotópica, se realizan los primeros intentos de preparación de muestra. En este trabajo se utilizan exclusivamente las instalaciones del SEGEMAR ubicadas en el parque tecnológico Migueletes, edificios 25 y 14. Se pretende registrar la capacidad real, actual del SEGEMAR para procesar una muestra en bruto y extraer de la misma, una cantidad suficiente de circones para ser analizados por el LA-MCICP-MS adquirido por el organismo, ya sea para datación (U-Pb) o para análisis de elementos traza.

Tanto los criterios de selección del material en bruto como los métodos de extracción y transporte adecuados para realizar una separación de circones exitosa, no se analizan en este informe.

Tampoco se realizan análisis químicos ni petrográficos.

Se comenzó el proceso con una roca previamente molida hasta tamaños de entre 5 a 20 mm y, aunque la capacidad de moler una roca de mayor tamaño se encuentra disponible en SEGEMAR, no se analiza en este informe.

Queda pendiente también el armado de la montura, ya sea en pastilla epoxi o en corte delgado, estos aspectos están siendo analizados en conjunto con el proveedor del equipo.



Figura 1: Muestra 156 en las dos presentaciones en las que fue entregada.

Procedencia de la muestra

En este caso se estudiará una roca provista por el geólogo Jorge Chernicoff, que corresponde al Granito (sienogranito) Chacharramendi de la provincia de La Pampa. La muestra, a la que llamaremos muestra 156, fue extraída en la proximidad del poblado Chacharramendi (-37,32143 S/-65,71778 O). La roca fue previamente datada por el método de U-Pb en circones, dando una edad de $254,7 \pm 1,3$ Ma.

METODOLOGÍA

MOLIENDA Y TAMIZADO

Todos los procesos a los que se someten las muestras deben tener un estricto control de limpieza para evitar contaminaciones provenientes de otros trabajos. Pero, principalmente en los procesos de molienda y tamizado, se debe prestar especial atención debido a la naturaleza “sucia” de los métodos utilizados.

Todos los utensilios deben limpiarse correctamente, para ello se utiliza una pistola de aire comprimido y un pincel además de rigurosas inspecciones visuales en cada paso, sobre cada elemento utilizado.



(a) Maza y mortero

(b) Pincel y pistola de aire

(c) Torre de tamices

Figura 2: Fotografía de los elementos utilizados en la etapa de molienda y tamizado.

Para evitar la sobre molienda, que puede dañar los circones y dificultar el posterior proceso de separación por líquidos densos, se utilizan en la torre, tamices con mallas más grandes de la granulometría buscada y se realiza la molienda en el mortero en varias etapas, tamizando regularmente hasta que toda la muestra pase por la malla con la separación deseada. Con mortero, este proceso puede llevar desde unos pocos minutos hasta más de una hora dependiendo la dureza de la muestra, pero debido a no poseer complicadas partes mecánicas ni muchas partes móviles, las tareas de limpieza resultan mucho más simples y efectivas, reduciendo así los riesgos de contaminación.

La elección de un tamiz adecuado, puede llevarse a cabo mediante un análisis petrográfico previo sobre un corte delgado de la muestra. A la fecha de hoy SEGEMAR no genera estos cortes, pero desde el CIGA (ed. 14) se comenzó la puesta a punto de un equipo antiguo junto con la capacitación de un operario, también se adquirió un equipo nuevo para este fin que espera para su instalación en el nuevo laboratorio de Geoquímica isotópica.

Para este trabajo se analizaron distintas granulometrías de la muestra bajo lupa binocular. En este paso se evidenció que la presencia de circones correctamente separados, ocurre con mayor frecuencia en la fracción pasante malla 120, que corresponde a partículas con dimensiones menores a 125 μm . Cabe destacar que, por la forma alargada característica de los circones de rocas ígneas, algunos de los minerales pasantes malla 120 pueden tener longitudes mucho mayores a 125 μm .

ACLARACION: Todos los procesos a los que se someta la muestra deben ser debidamente registrados, para la manipulación de una fracción de la muestra se deben realizar cuarteos y

almacenar muestras testigo, en este ámbito nuestro referente fue el Director del CIGA, el Lic. Guillermo Cozzi.

SEPARACION POR LIQUIDOS DENSOS

Una vez finalizado el tamizado, se procede a la separación de los minerales pesados por líquidos densos.

Para este proceso se utilizó el dispositivo de la figura 3, donde se monta en un soporte (a), un embudo (b), que termina en una manguera (c) estrangulada por una pinza (d) para impedir el pasaje de líquido. La manguera termina dentro de un segundo embudo (e) que se reviste internamente con un filtro de papel (f). Esto completa la etapa mínima requerida para la separación, pero dado que los líquidos utilizados son muy costosos, se adicionan dos etapas para la recuperación de los mismos.

La primera etapa de recuperación se realiza mediante una ampolla de decantación (g), la cual se conecta a una bomba de vacío (h) y finaliza en un vaso de precipitado (i). La segunda etapa de recuperación (j) funciona de manera similar a la primera, pero se limpia la muestra con alcohol mientras se hace vacío en la ampolla, como resultado se recupera bromoformo con alcohol.

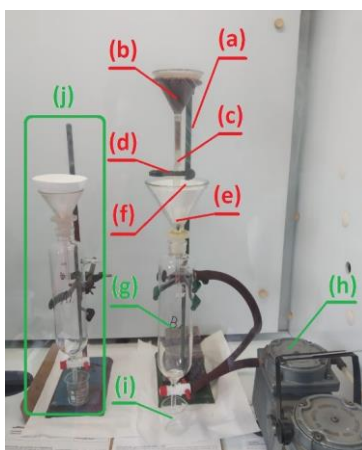


Figura 3: Dispositivo utilizado para la separación de minerales pesados por medio de líquidos densos y su posterior recuperación. A la fecha, este arreglo se encuentra disponible en las instalaciones del CIGA, listo para su uso.

PRECAUCION: Dada la naturaleza toxica de los líquidos utilizados, todo el proceso debe llevarse a cabo bajo campana, con los elementos de seguridad adecuados como se muestra en la figura 4.

En el caso analizado, con la muestra 156, fracción pasante malla 120, se introdujo al proceso de separación por líquidos densos 28,0 g de muestra y se extrajo 0,1339 g de minerales pesados, esto implica que la fracción pesada en la muestra analizada, es del orden de 1 por cada 200 evidenciando la importancia del proceso.



Figura 4: Captura del proceso de separación por líquidos densos, llevado a cabo por el técnico químico Juan Cruz Medina, bajo la supervisión del Lic. Guillermo Cozzi.

SEPARACION MAGNETICA

Para la separación magnética se utilizaron imanes de neodimio (figura 5) extraídos de discos rígidos donados.



Figura 5: Imanes de Nd utilizados para la separación magnética.

La fracción de minerales pesados obtenida en el proceso anterior, se deposita sobre una hoja de papel blanco común, el imán se envuelve en otra hoja de papel y se pasa sobre la muestra, acercándolo suficiente para extraer algunos granos paramagnéticos, pero no tanto como para extraer mucho volumen de muestra ya que el mismo puede atrapar granos diamagnéticos. Luego, aun sobre la muestra, pero alejando levemente el imán, se golpea suavemente el mismo para ayudar a que se desprendan los granos diamagnéticos arrastrados, la fracción que continúa siendo atraída por el imán se separa de la muestra. Este proceso se realiza varias veces, acercando cada vez más el imán a la muestra, hasta que ninguna fracción de la muestra sea atraída por el imán. El resultado obtenido al finalizar el proceso se muestra en la figura 6.

”PICKING” BAJO LUPA BINOCULAR Y ANALISIS SEM

Finalmente, los circones se separan de la fracción diamagnética uno a uno bajo lupa binocular y utilizando alguna herramienta de escaso magnetismo remanente y estática, esto

es para evitar que tanto los circones como otros minerales se adhieran fuertemente a la herramienta. Para este trabajo se utilizaron agujas hipodérmicas y fibra óptica a las que se les adoso un mango para un mejor manejo.

ACLARACION: Tanto el laboratorio de preparación de muestra del CIGA (ed. 14) como el laboratorio de microscopia del IGRM (ed. 25) poseen herramientas de separación para este fin, pero demostraron ser menos efectivas que las mencionadas. Ambos laboratorios también poseen personal capacitado para la identificación de los circones.



Figura 6: Resultado del proceso de la separación magnética, a la derecha se observan los granos paramagnéticos que fueron retirados de la muestra en varios pasos, a la izquierda (dentro del círculo rojo) se ve la fracción diamagnética que resulta ser de un color más claro.

En una primera instancia se separaron cinco granos, posibles circones, que luego de su separación se depositaron sobre una cinta bi-faz para analizarlos en el microscopio electrónico (figura 7).

ACLARACION: El análisis en el microscopio electrónico es indispensable al momento de realizar un análisis con la técnica LA-ICP-MS pero NO en esta etapa de la muestra. El análisis debe realizarse luego de tener la pastilla preparada y pulida, para ayudar a determinar los sitios óptimos donde realizar la ablación. Para este informe se observaron con microscopio electrónico los granos sueltos solo con el objetivo de confirmar si se trataba realmente de circones realizando un análisis semi cuantitativo.

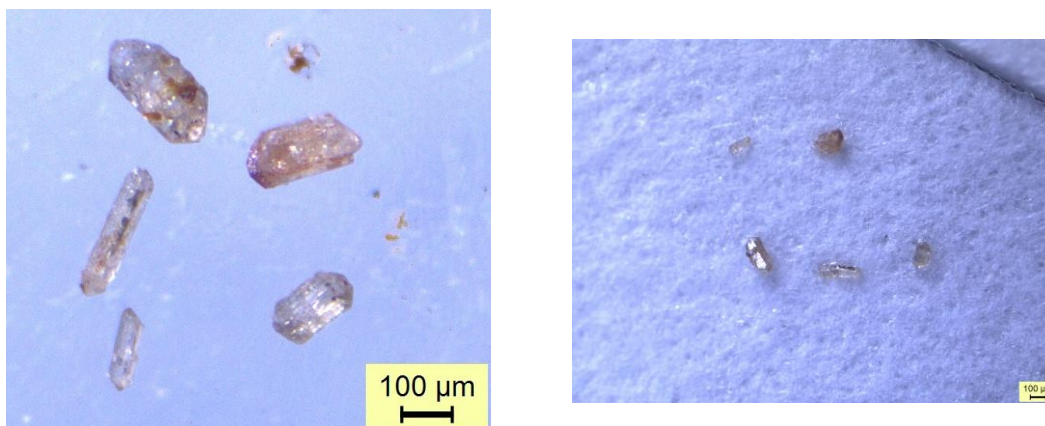


Figura 7: Imágenes de los primeros granos de la muestra 156 separados como posibles circones.

Gracias al análisis realizado en el microscopio de barrido electrónico por la Lic. Andrea Romano, se pudo determinar que los cinco granos separados de la muestra eran efectivamente circones. Luego de esta confirmación se continuo con la separación bajo lupa binocular hasta separar otros treinta y cuatro granos (figura 9). Estos circones fueron medidos posteriormente mediante el software ImageJ, los valores obtenidos se muestran en el cuadro 10.

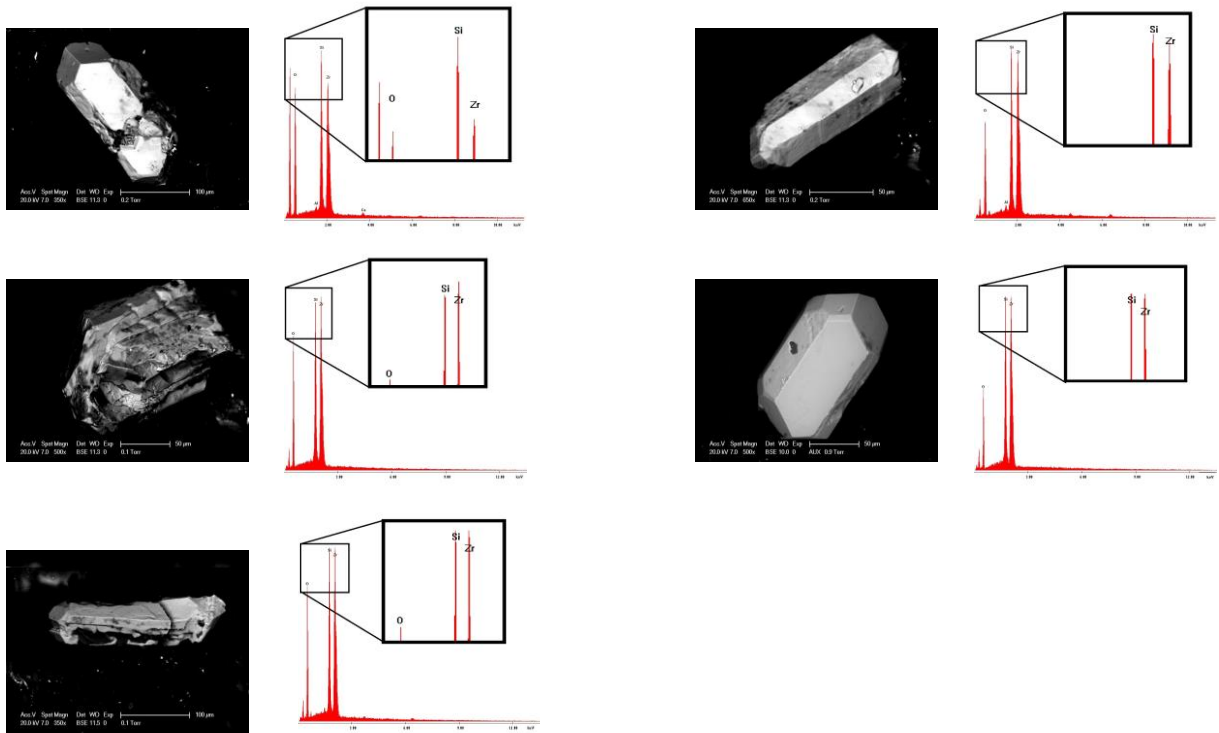


Figura 8: Imágenes capturadas con el microscopio de barrido electrónico, y gráficos obtenidos al realizar un análisis semi cuantitativo sobre cada circón. Se evidencian picos de Si y Zr en los cinco granos analizados.



Figura 9: Imagen de alta resolución reconstruida con múltiples capturas obtenidas con la lupa binocular disponible en el laboratorio de microscopia del IGRM.

Circón #	largo [μm]	ancho [μm]	aspecto (largo/ancho)
1	197	95	2.07
2	92	46	1.97
3	184	95	1.94
4	164	79	2.07
5	118	47	2.50
6	136	74	1.85
7	150	81	1.85
8	147	86	1.71
9	292	45	6.48
10	173	62	2.79
11	112	52	2.16
12	255	82	3.12
13	130	68	1.92
14	211	110	1.91
15	93	42	2.19
16	172	91	1.88
17	166	69	2.41
18	170	89	1.90
19	218	95	2.29
20	160	91	1.75
21	161	78	2.06
22	111	61	1.83
23	137	59	2.34
24	171	74	2.31
25	242	95	2.55
26	130	46	2.85
27	158	67	2.36
28	121	27	4.49
29	135	65	2.06
30	95	77	1.24
31	72	31	2.34
32	227	60	3.79
33	130	64	2.04
34	49	29	1.68
promedio	155	69	2.37

Cuadro 10: medidas de los granos separados.

Cabe destacar que puede ser de interés geológico, no solo tener las medidas expuestas en la tabla, sino también analizar si se trata de circones completos o con rupturas, u otros aspectos morfológicos o petrográficos. Esta tabla no pretende otorgar información de gran relevancia científica, sino solo dar una idea de las dimensiones promedio y las variaciones encontradas en la roca analizada, ya que esto puede ser de ayuda al momento de realizar otra separación.

CONCLUSIONES

Durante este trabajo se confirmó la capacidad del SEGEMAR para realizar separación de circones en una roca granítica. Este proceso es clave en el proyecto del Laboratorio de Geoquímica Isotópica ya que es el paso previo al análisis en el LA-ICP-MS, sea para dataciones por el método U-Pb o análisis de elementos traza en circones.

Se separaron cinco granos que fueron identificados como circones mediante un análisis semi cuantitativo y otros treinta y cuatro posibles circones.

Desde el Laboratorio de Geoquímica Isotópica alentamos a todas las áreas del SEGEMAR interesadas en el análisis de circones por LA-ICP-MS que comiencen con la búsqueda y recopilación del material geológico, y separen los circones para lograr un mejor flujo de trabajo luego de la inauguración del nuevo laboratorio.

Queda pendiente, para otro informe, la montura de la muestra, ya sea en pastilla o en vidrio. Actualmente se está trabajando con el proveedor del equipo a fin de determinar los consumibles a utilizar que no perjudiquen el correcto funcionamiento del LA-ICP-MS.

Este informe no pretende servir como guía estricta para la separación de circones, falta establecer un protocolo específico. Pero sí intenta ser útil como guía básica y para identificar herramientas, áreas, grupos de trabajo y personal del SEGEMAR con alguna competencia en el tema.

Referencias

- [1] Gayland Simpson, et al. (01 de febrero de 2012). MINERAL SEPARATION INSTRUCTION MANUAL. Extraído de: <https://sites.google.com/a/laserchron.org/laserchron/>