

II-WORKSHOP OF INORGANIC MASS SPECTROMETRY – 2017

PROTOCOLO DE PREPARAÇÃO DE MINERAIS PARA ANÁLISE U-Pb *IN SITU* POR ESPECTROMETRIA DE MASSAS

D.B. da Silva¹, I. J. Sayeg², A. T. Onoe¹, M. Silva¹, W. B. Silva¹, M.H.B.M. Hollanda¹

(1) Centro de Pesquisas Geocronológicas (CPGeo), Instituto de Geociências Universidade de São Paulo 05508-080, São Paulo SP.

(2) Departamento de Geologia Sedimentar e Ambiental, Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, 05508-080, São Paulo-SP.

Palavras Chave: Mineralografia, zircão, U-Pb *in situ*, SHRIMP, LA-ICPMS

O Laboratório de Mineralografia (LabMin) do Centro de Pesquisas Geocronológicas (CPGeo) IGc-USP foi implementado para trabalhar exclusivamente com concentrados de minerais para fins geocronológicos. Dentre os minerais que usualmente são manipulados no LabMin está o **zircão**, um silicato de zircônio ($ZrSiO_4$) rico em urânio (U), muito comum em rochas ígneas, metamórficas e sedimentares.

O produto confeccionado no LabMin é uma montagem de resina (*mount*), na forma de um disco de diâmetro de aproximadamente 2,5 cm, onde vão estar embutidos grãos de zircão que serão analisados nos laboratórios SHRIMP (*Sensitive High Resolution Ion Micro Probe*) e LA-ICPMS (*Laser Ablation Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry*) do CPGeo.

Antes da confecção do *mount* o concentrado de zircão produzido no Laboratório de Preparação de Amostras Geológicas passa por um processo criterioso de seleção (catação) sob lupa binocular, cujos critérios dependem dos objetivos analíticos. Em geral, grãos de zircão são analisados para determinação de idades U-Pb seja para fins de proveniência sedimentar, onde são analisados grãos detríticos extraídos de rochas (meta) sedimentares, ou para obtenção de idades de cristalização e/ou metamorfismo de rochas cristalinas. A depender do propósito, é feita a catação de aproximadamente: (1) 150-200 grãos para estudos de proveniência em zircões detríticos, ou (2) 80-100 grãos para os demais estudos. Características físicas tais como morfologia, transparência, cor, ausência de fraturas e/ou inclusões são levadas em consideração na etapa de seleção dos grãos.

Após a seleção, os grãos são colados um a um em uma fita dupla-face fixada em uma placa de vidro, buscando-se evitar a inclusão de outros minerais que não o zircão. Esse cuidado minimiza efeitos indesejados que podem interferir no imageamento dos grãos por catodoluminescência (Onoe et al., 2017). Quando os grãos são analisados por SHRIMP é obrigatório colocar junto aos grãos das amostras de interesse, uma sequência de fragmentos de padrão internacional. O padrão utilizado em rotina no CPGeo é o

TEMORA-2, um cristal de zircão natural, com idade e razões isotópicas conhecidas (Black et al., 2004).

Na sequência da catação e montagem, segue-se a etapa de embutimento a frio dos grãos com resinas específicas para confecção do disco/*mount*. Utilizamos a proporção de 8:1 mL de resina-endurecedor. A mistura é homogeneizada manualmente e vertida cuidadosamente num molde circular vazado de teflon, fixado sobre a fita dupla-face contendo os grãos selecionados. O tempo de cura em estufa é de (no máximo) 24 horas, a temperatura média de 25°C, mas pode variar a depender das especificações do fabricante da resina.

Após a cura, o *mount* é cortado a uma altura de aproximadamente 0,5cm, lixado e polido. Durante o corte deve-se manter o paralelismo entre as superfícies, motivo pelo qual é feito em um mini-torno semi-automatizado. O lixamento e polimento são executados em politriz semi-automática usando-se lixas de carbetto de silício e abrasivos de suspensão diamantada.

Na sequência de lixamento usamos as granulometrias P1200, P2400 e P4000 (Padrão Europeu-Fepa), buscando-se retirar toda a cola deixada pela fita dupla-face na superfície do *mount*, deixando-a o mais plana possível de forma a expor a metade dos grãos.

O polimento objetiva retirar as imperfeições (ranhuras) na superfície dos grãos, deixadas durante o lixamento. Para isso, utilizamos panos de feltro embebidos em abrasivos de suspensão diamantadas nas granulometrias de 3 µm, 1 µm e ¼ µm, sequencialmente. Após o polimento, o *mount* é limpo com éter de petróleo (30°-70°) P.A.-ACS para, em seguida, ser metalizado com ouro e, subsequentemente, imageado por Microscopia Eletrônica de Varredura (Onoe et al., 2017). A metalização é feita em uma metalizadora modelo *Scancoat – Six*, em condições de pressão controlada onde o alvo de ouro recebe um bombardeio com átomos de gás argônio e os íons são depositados sobre a superfície do *mount*.

Esse recobrimento permite a condução de elétrons através da superfície do *mount* durante o imageamento via catodoluminescência (CL) e elétrons secundários (SE). As micrografias de CL e SE, e ainda imagens de luz transmitida, são essenciais para investigar a estrutura interna dos grãos e melhor conduzir o usuário na identificação dos melhores sítios onde a análise U-Pb *in situ* pode ser feita.

A limpeza do *mount* após o imageamento e pré-análise por SHRIMP ou LA-ICPMS é feita em uma primeira etapa em banho ultrassônico, imerso em água destilada, seco e enxuto com lenço de papel KimTech umedecido em éter de petróleo. Uma segunda etapa de limpeza é feita em ambiente controlado, dentro de capela de fluxo laminar, procedendo um banho ultrassônico com água destilada aquecida, e seco em estufa a temperatura de 60°C. Após isso espera-se eliminar qualquer quantidade mínima de Pb que possa agir como contaminante para as análises U-Pb.

Referências

Black, L.P., Kamo, S.L., Allen, C.M., Aleinikoff, J.N., Davis, D.W., Korsch, R.J., Foudolis, C. 2003. **TEMORA 1: a new zircon standard for Phanerozoic U-Pb geochronology**. *Chemical Geology*, 200: 155-170.

Onoe, A. T., Silva, M., Sayeg, I.J., Silva, D. B. da. 2017. **Microscopia Eletrônica de Varredura no Laboratório de Mineralografia – CPGeo**. II workshop of Inorganic Mass Spectrometry- 2017.

Rohde, R. A. 2010. **Metalografia - Preparação de amostras: uma abordagem prática**. <http://www.urisan.tche.br/~lemm/metalografia.pdf>.

