

## Microanálisis Químicos con EPMA: Composición Química de Sulfuros de Zn, Cu, Pb y Ag de Yacimientos Minerales de Zacatecas, México

Carlos Linares L.,<sup>a</sup> Carles Canet,<sup>a</sup> Margarita Reyes S.,<sup>b</sup> Hugo Delgado Granados<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Instituto de Geofísica, Universidad Nacional Autónoma de México  
Av. Universidad 3000, Ciudad Universitaria, Distrito Federal, México.  
linaresc@geofisica.unam.mx

<sup>b</sup> Instituto de Geología, Universidad Nacional Autónoma de México  
Av. Universidad 3000, Ciudad Universitaria, Distrito Federal, México.

### RESUMEN

El Laboratorio Universitario de Petrología del Instituto de Geofísica de la UNAM realiza actualmente microanálisis químicos con su microsonda electrónica de barrido en minerales de rocas y yacimientos minerales, así como en aleaciones metálicas y materiales, entre otros. Para la calibración del equipo se utiliza un conjunto amplio de patrones de referencia de calidad internacional, que garantiza la obtención de datos de alta confiabilidad. Como ejemplo se muestran en este trabajo microanálisis en sulfuros de Zn, Cu, Pb y Fe de diversas zonas mineralizadas del Estado de Zacatecas, México.

### 1. INTRODUCCIÓN

En los últimos años, el Laboratorio Universitario de Petrología (LUP) ha participado relevantemente en el campo de la minería, con aportes al conocimiento sobre la génesis de los yacimientos minerales para adoptar estrategias de explotación en yacimientos conocidos y búsqueda de nuevos recursos minerales. El LUP apoya la investigación en yacimientos minerales analizando químicamente los minerales que los componen.

El LUP inició su labor en abril de 2001 y cuenta con una microsonda electrónica de barrido (MEB) JEOL 8900R y a la fecha cuenta con más de 250 patrones de minerales y materiales para su calibración y analizar silicatos, carbonatos, sulfuros, óxidos, aleaciones metálicas, vidrios volcánicos y sintéticos, entre otros. Los patrones de calibración son de la más alta calidad internacional y provienen del *Smithsonian Institution* (EUA), *USGS (United States Geological Survey)*, *University of Washington* o de compañías especializadas como *SPI (Structure Probe Inc.)*, entre otros.

Los análisis del LUP han participado satisfactoriamente en pruebas de intercomparación con otros laboratorios que cuentan con MEBs, siendo la de mayor relevancia la de G-Probe organizada por la Asociación Internacional de Geoanalistas (IAG por sus siglas en inglés). El objetivo de estas pruebas es caracterizar la composición elemental en una misma muestra distribuida entre todos los laboratorios participantes, para determinar las diferentes asociaciones

elementales e interpretar las diferentes facies mineralógicas.

### 2. TÉCNICA: MICROSONDA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

El microscopio electrónico se define como un sistema óptico en el cual se hace uso de un haz de electrones para formar imágenes magnificadas de muestras o especímenes muy pequeños.



Fig. 1 Microsonda electrónica JEOL 8900R  
Laboratorio Universitario de Petrología, UNAM.

La principal ventaja de utilizar electrones, sobre el uso de luz visible, natural o artificial, es que las imágenes formadas por el haz de electrones están provistas de mayor profundidad de campo e incrementan en el poder de resolución; de modo

que se pueden distinguir los más finos detalles, lo cual no sería posible por medio de ninguna otra técnica [1].

La MEB del LUP cuenta con 6 espectrómetros, uno de energía dispersada de rayos X (EDEX) y cinco espectrómetros de longitud de onda de energía dispersada de rayos X (EDLOX) (Fig. 1). Cada espectrómetro EDLOX cuenta con dos cristales (tipos LIF y PET de distintas especificaciones), entre todos los cristales se cubre un rango de elementos detectables que va del <sup>5</sup>Boro hasta el <sup>92</sup>Uranio.

### 3. METODOLOGÍA

#### 3.1. Microanálisis Cualitativo

Se seleccionan zonas de interés, en secciones pulidas de muestras de rocas, obteniendo imágenes con electrones retrodispersados (Fig. 2); en ellas se marca la ubicación de puntos por analizar. Con el EDEX se realizan análisis cualitativos (Fig. 3) y semicuantitativos de cada fase mineralógica. Con base en este análisis, se seleccionan los patrones para la calibración de la MEB.

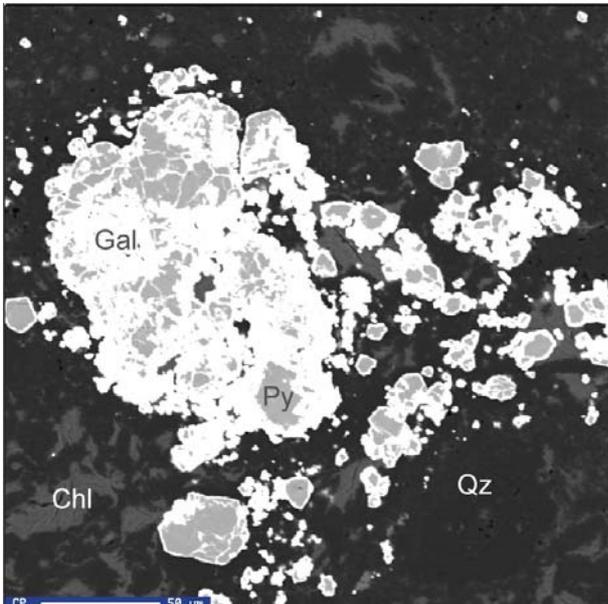


Fig. 2. Imagen elaborada con electrones retrodispersados que muestra Galena (Gal; PbS) y pirita (Py; FeS<sub>2</sub>), entre otras fases.

#### 3.2. Calibración del Instrumento

La Calibración del instrumento consiste principalmente en: 1) saturación del filamento de tungsteno, 2) alineación del haz de electrones y 3)

establecer las condiciones de medición que para medir sulfuros son:

- Tensión eléctrica: 20 KeV.
- Intensidad de corriente eléctrica: 20 nA.
- Diámetro del haz de electrones: 1 mm.
- Tiempo de adquisición 40 s por elemento.

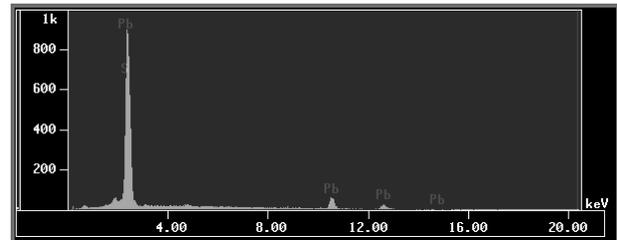


Fig. 3. Espectro de energía dispersada de rayos X, que permite identificar galena (PbS).

#### 3.3. Calibración de Analítica

La muestra se coloca en el portamuestras junto con los patrones de calibración y el conjunto es introducido a la platina de la MEB. La calibración se realiza midiendo 3~6 puntos en cada patrón elegido (sección 4.2). En esta fase se verifica que la desviación estándar no sea >0.01 en los elementos de mayor concentración en el patrón de referencia (mínimo 5 % en peso) y >0.1 en elementos de menor concentración (<5 % en peso). Para verificar la calibración se mide algún patrón de referencia como si fuera muestra desconocida; los resultados de la medición deben ser comparables con los datos del patrón de referencia. Una última fase de prueba se realiza midiendo tres puntos en la muestra, los puntos a medir deben ser cercanos entre ellos y el material lo más homogéneo posible. Para la ubicación de los puntos se usa la imagen de electrones retrodispersados con magnificaciones de 500 a 1,000X.

Es fundamental, habiendo calibrado el equipo, realizar análisis de prueba sobre los mismos patrones de referencia que sirvieron para tal calibración y en la muestra. En muchas ocasiones es necesario ajustar el juego de patrones de medición.

#### 3.4. Microanálisis Cuantitativo

Las coordenadas de los puntos para analizar la muestra se guardan en la memoria de la MEB. Entre puntos de medición de la muestra se intercalan mediciones en los patrones de referencia para verificar que las mediciones son adecuadas.

## 4. RESULTADOS

### 4.1. Condiciones de Trabajo de la MEB

Para medir la composición química de los sulfuros de Zn, Cu, Pb y Fe de yacimientos minerales de Zacatecas, México, se utilizaron las siguientes condiciones:

- Tensión eléctrica: 20 KeV
- Intensidad de corriente eléctrica: 20 nA.
- Diámetro del haz de electrones: 1mm.
- Tiempo de adquisición 40 s.

### 4.2. Patrones de Calibración de la MEB

Skutterudita (NiKa, AsKa, FeKa, CoKa), Esfalerita (ZnKa, SnLa), Cuprita (CuKa), Marcasita (SKa), Estibina (SbLa), Ag metálica (AgLa) y Crocoita (PbMa). Calculado STD-interno (TeLa, BiMa).

En la Tabla 1 se pueden muestran los análisis de los patrones de referencia. En este caso, el patrón de la esfalerita (std-1 y std-2) y de los minerales analizados que corresponden a: esfalerita rica en Fe (#1 hasta #3), arsenopirita (#4) y piritita (#5).

Tabla 1. Microanálisis seleccionados de muestras de sulfuros de yacimientos minerales de Zacatecas, las cantidades están dadas en porcentaje en peso (% en peso).

Elemento	std-1	std-2	#1	#2	#3	#4	#5
S	33.33	32.87	33.99	34.26	34.16	24.06	53.43
As	0.00	0.00	0.00	0.00	0.02	41.11	0.04
Zn	66.91	66.83	51.62	51.74	53.55	0.00	0.00
Ni	0.00	0.01	0.00	0.01	0.01	0.07	0.03
Co	0.00	0.00	0.02	0.00	0.02	0.10	0.05
Fe	0.00	0.02	12.91	12.93	11.49	31.88	47.12
Cd	0.03	0.00	0.03	0.10	0.01	0.00	-
Sb	0.00	0.00	0.01	0.01	0.00	1.36	0.02
Cu	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.01	-
Ag	-	-	-	-	-	-	0.01
<b>Total</b>	<b>100.27</b>	<b>99.72</b>	<b>98.60</b>	<b>99.05</b>	<b>99.26</b>	<b>98.61</b>	<b>100.69</b>

## 5. CONCLUSIONES

Para realizar microanálisis químicos confiables de especies mineralógicas, es indispensable reconocer las condiciones óptimas de análisis y calibración para la MEB del LUP. En este caso se han especificado las mejores condiciones para medir los

sulfuros de Zn, Cu, Pb y Fe de yacimientos minerales de Zacatecas, México,

## REFERENCIAS

- [1] Flenger S. L., Heckman J. W., y Klomprens K. L., *Scanning and transmission electron microscopy and introduction*, W. H. Freeman and Company, NewYork, (1993).