

DATAÇÃO DE OBSIDIANAS PELO MÉTODO DOS TRAÇOS DE FISSÃO: SOBRE A PREPARAÇÃO DA AMOSTRA

ANA MARIA OSORIO ARAYA¹; PIO NORELLI²

A reprodutibilidade dos dados utilizados dentro do método de datação pelos traços de fissão depende, entre outras coisas, de fatores tais como superfícies polidas adequadamente. Levando em conta a relativa falta de informação sobre o assunto, apresentamos de forma detalhada a metodologia utilizada, na obtenção de seções polidas em amostras de obsidianas, incluindo a padronização do ataque químico utilizado na revelação dos traços de fissão de urânio-235 e urânio-238.

FISSION TRACK DATING: PREPARATION OF OBSIDIANS SAMPLES –
Reproducibility of the results obtained from the fission track method are conditioned by the quality of polished surfaces, among other factors. Since information on this topic is not easily available, we present a detailed description on the preparation of polished surfaces from obsidians, including the standardization of the etching utilized to develop the fission track from both U-235 and U-238.

1. INTRODUÇÃO

Na datação de obsidianas pelo Método dos Traços de Fissão (MTF), a preparação da amostra a ser datada consiste em: embutimento da amostra numa resina, lixamento, polimento e finalmente o ataque químico que vai revelar os traços cuja contagem permite a obtenção da idade da obsidiana. Dentro do MTF analisa-se dois tipos de traços de fissão: os originados da fissão espontânea do urânio-238 (que contém a informação sobre a idade) e os originados da fissão do urânio-235 induzida por neutrons térmicos. Desde o início deste método de datação (Fleischer & Price, 1964), mostrou-se que a irradiação com neutrons permitia que idades fossem obtidas com menor erro e sem a necessidade da determinação do conteúdo de urânio de cada mineral a ser datado.

A obtenção de uma boa seção polida parece ser trivial, mas a experiência mostra que o vidro vulcânico é um tipo de material difícil de se polir porque, em geral, apresenta impurezas que juntamente com “defeitos” produzidos durante o polimento, podem conduzir a erros sistemáticos na contagem dos traços ao microscópio óptico. Estes defeitos podem ser confundidos com traços de fissão, principalmente se o observador é inexperiente (Bigazzi et al., 1988a).

2. PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

2.1. Corte e seleção

Geralmente as amostras coletadas de derrames,

ou lavas vulcânicas, vêm em fragmentos da ordem de poucos cm³, que devem ser cortados num tamanho apropriado para a montagem na resina. O tamanho da superfície a ser escolhida depende da densidade superficial (número por unidade de área) de traços de fissão espontânea (que é proporcional à quantidade de urânio e à idade da amostra). Por isto é conveniente, antes da montagem, fazer um ataque químico num pedaço da amostra para se ter uma estimativa da densidade superficial.

Uma vez cortadas as amostras, deve-se separar aquelas que vão ser irradiadas no reator nuclear, para se produzir traços de fissão induzida. A quantidade de amostra a ser irradiada depende, por exemplo, da necessidade de se levantar uma curva de ataque químico e/ou uma curva de correção (Osório, 1987). A este respeito ver ítem 5, sobre ataque químico.

2.2. Montagem

O embutimento das amostras deve ser feito a frio em resinas auto-polimerizáveis, pois aquecimentos têm como efeito a diminuição dos diâmetros e da densidade superficial dos traços. Sugere-se que as amostras sejam colocadas num molde que tenha, preferencialmente, uma tampa de encaixe removível; finalmente despeja-se sobre elas a resina já misturada com um catalizador, que acelera o endurecimento da resina.

3. LIXAMENTO

No caso de vidros vulcânicos pouco transparen-

¹ Departamento de Raios Cósmicos e Cronologia, IFGW-UNICAMP, Campinas, SP.

² Istituto di Geocronologia e Geochimica Isotopica, CNR, Pisa, Itália.

tes à luz do microscópio é conveniente se trabalhar com amostras de pouca espessura. Quando as amostras se esfurelam ao serem cortadas, de modo que é difícil a obtenção de lâminas finas, é recomendável começar o lixamento com uma lixa de granulometria 800. Quando as amostras são quase transparentes, inicia-se o lixamento com granulometria 1000. O lixamento pode ser feito manualmente ou utilizando-se uma politriz. Neste último caso ele deve ser feito observando-se o seguinte procedimento: 1) utilizar lixas de granulometria cada vez menor de 800 ou 1000, até a lixa de granulometria 4000, para assim apagar gradualmente riscos de lixamentos anteriores, 2) refrigerar as amostras com água durante o lixamento, 3) para cada tipo de lixa, lixar durante um intervalo de tempo que seja o dobro do lixamento anterior. Se for necessário, no último lixamento o tempo deve ser o suficiente para se obter superfícies brilhantes e livres de qualquer tipo de defeito, 4) utilizar um número mínimo de 250 revoluções por minuto, 5) utilizar o menor peso possível sobre a amostra (~ 100 g) e 6) lavar as amostras após cada lixamento e, de preferência, secá-las com ar comprimido para sua completa limpeza. Uma boa seção polida depende dos cuidados na limpeza após cada passo.

O lixamento também pode ser feito à mão tomando os cuidados mencionados em 1), 2) e 6). O importante é o resultado final: superfícies brilhantes e lisas.

4. POLIMENTO

Após o processo de lixamento, as amostras podem, por exemplo, ser polidas com pasta diamante. A Tab. 1 apresenta os tipos de panos e tempo estimados para cada passo.

Se no último lixamento utilizou-se uma lixa 4000, que corresponde a um tamanho de grão de 5 μm , no polimento pode-se começar com pasta de diamante de 2,5 μm . O mesmo pano não deve ser utilizado para diferentes pastas ou diferentes minerais.

Como pode ser observado na Tab. 1, conforme o tempo de polimento aumenta, as revoluções por minuto e a granulometria das pastas diminuem. Trabalhando-se desta maneira os riscos e/ou defeitos produzidos pelo próprio polimento vão sendo gradualmente apagados. Após cada estágio, é conveniente observar a superfície da amostra ao microscópio para verificar a qualidade do polimento efetuado até ali.

5. ATAQUE QUÍMICO

Ao se observar ao microscópio óptico amostras de obsidianas, atacadas quimicamente, tanto traços de fissão espontânea como os de fissão induzida tem forma arredondada ou elipsoidal, devido à isotropia do ataque (Fleischer et al., 1975), e dimensões bastante

Tabela 1. Descrição dos parâmetros envolvidos no polimento com pasta de diamante. A lubrificação é feita com DP azul (Struers) e o peso que se coloca sobre as amostras é ~ 500 g.

Tipo de pano*	Granulometria da pasta (μm)	Tempo (min.)	Revoluções por minuto
DUR (seda)	6	15	150
DUR (seda)	2,5	20	120
MOL (lã)	1	30	100
NAP (veludo)	0,25	40	50-80

* Produtos da Struers

semelhantes (para o caso dos vidros vulcânicos, o que se mede ao microscópio óptico é o diâmetro dos traços), se os primeiros não foram alterados por eventos térmicos ocorridos a partir da solidificação do derrame vulcânico (Bigazzi et al., 1988b). Quando isto é verificado, o diâmetro dos traços fósseis é menor que o dos traços induzidos. Neste caso, curvas de correção tem que ser utilizadas (Fleischer et al., 1975 e Bernardes et al., 1986), o que não será discutido aqui porque foge do objetivo do presente trabalho.

Para padronizar o ataque químico em nosso laboratório, escolhemos uma amostra de vidro vulcânico de Monte Arci, Itália, e revelamos os traços de fissão uti-

lizando como reagente o ácido fluorídrico numa concentração de 25% e temperatura de $(15 \pm 0,5)^\circ\text{C}$. Mediu-se a densidade superficial dos traços de fissão espontânea e induzida em função do tempo de ataque. Os dados obtidos são apresentados na Fig. 1. Nela observamos que a curva apresenta uma rápida subida até aproximadamente 210", que corresponde à revelação química dos traços cujos danos se estenderam até a superfície da amostra. Normalmente o tempo de ataque padrão em minerais e em vidros vulcânicos é tomado logo após o fim do crescimento rápido do número de traços: em nosso caso, então, escolhemos 240" como tempo de ataque padrão. Outras curvas de padroniza-

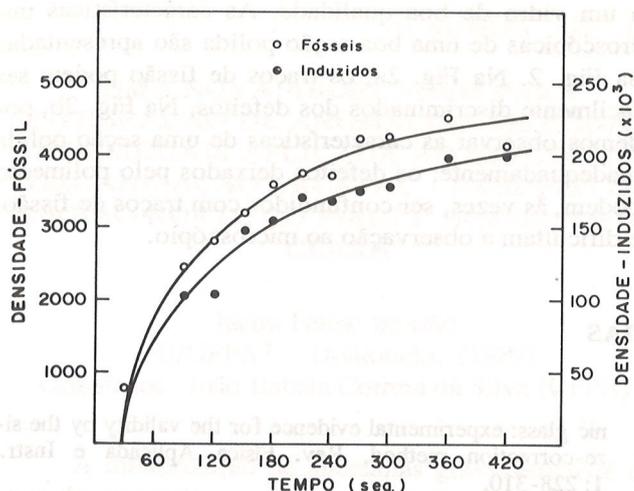


Figura 1. Densidade superficial de traços fósseis e induzidos em função do tempo de ataque (25% HF a 15°C), para a obsidiana de Monte Arci (Itália). Observa-se que, até 210", a curva apresenta uma rápida subida que corresponde à revelação química dos traços cujos danos se estenderam até a superfície externa da amostra. O tempo escolhido para o nosso ataque químico padrão foi 240".

ção de ataque químico, construídas em condições de temperatura e concentração de HF diferentes daquela citada acima, são apresentadas em Osório (1987), aonde se poderá verificar que curvas feitas em outras condições experimentais têm o mesmo comportamento mostrado na Fig. 1, embora os tempos de ataque escolhidos (logo após o fim do crescimento rápido do número de traços por unidade de área) sejam diferentes.

Como a idade dentro do MTF é proporcional à razão entre as densidades superficiais de traços fósseis e induzidos é aconselhável que as frações da amostra contendo estes dois tipos de traços sejam atacadas juntas. Este procedimento minimiza possíveis erros sistemáticos decorrentes de um ataque químico não uniforme.

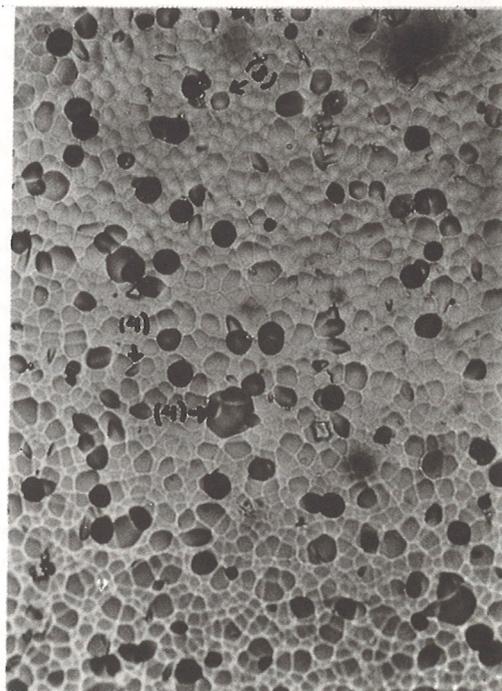
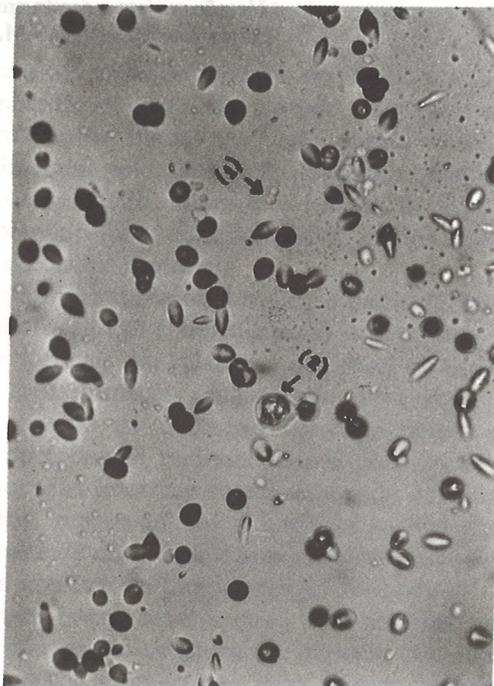


Figura 2. Fotomicrografias de traços de fissão induzidos do urânio-235 em vidro vulcânico. Na foto 2a) os traços de fissão são facilmente identificados e distinguidos de defeitos vindos do polimento, (1), ou inclusões da própria amostra, (2), enquanto que na foto 2b) os traços podem ser facilmente confundidos com defeitos produzidos pelo polimento, (3), ou podem ser perdidos durante a contagem, já que eles ficam confinados entre os efeitos do polimento, (4). Cada fotomicrografia corresponde a uma área de 250 μm x 190 μm e elas foram obtidas num microscópio Leitz (luz transmitida), ocular 12,5x e objetiva 40x.

6. CONCLUSÕES

Quanto ao aspecto macroscópico, uma boa seção polida deve apresentar: superfícies de um tamanho adequado que permitam a obtenção de dados estatisticamente representativos, transparência para facilitar o trabalho de microscopia, e superfícies limpas, brilhantes e lisas de tal forma que se assemelhem bastante

a um vidro de boa qualidade. As características microscópicas de uma boa seção polida são apresentadas na Fig. 2. Na Fig. 2a, os traços de fissão podem ser facilmente discriminados dos defeitos. Na Fig. 2b, podemos observar as características de uma seção polida inadequadamente: os defeitos deixados pelo polimento podem, às vezes, ser confundidos com traços de fissão, e dificultam a observação ao microscópio.

REFERÊNCIAS

- BIGAZZI, G., HADLER, J.C.N., NORELLI, P., ARAYA, A.M.O., PAULINO, R., POUPEAU, G. & NAVIA, L.S. de - 1988a - Dating of glass: the importance of correctly identifying fission tracks. *Nuclear Track Radiat. Meas.*, 1-4: 711-714.
- BIGAZZI, G., HADLER, J.C.N., IUNES, P.J. & OSORIO, A.M.A. - 1988b - Fission tracks D_S/D_I measurement in artificial glass at conditions free from fading and radiation. VI Conference International sur la Datation por Traces de Fission, Besançon, França. *Nuclear Track Radiat. Meas.* (submetido para publicação).
- BERNARDES, C., BIGAZZI, G., BONADONNA, F.P., CESAR, M.F., HADLER, J.C., LATTES, C.M.G. & OSORIO, A.M.A. - 1986 - Fission track dating of volcanic glass: experimental evidence for the validity by the size-correction method. *Rev. Física Aplicada e Instr.*, 1: 228-310.
- FLEISCHER, R.L. & PRICE, P.B. - 1964 - Techniques for geological dating of minerals by chemical etching of fission fragment tracks. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 28: 1705-1714.
- FLEISCHER, R.L., PRICE, P.B. & WALKER, R.M. - 1975 - *Nuclear Tracks in Solids, Principles and Application*. University of California Press, 605 pp.
- OSORIO, A.M. - 1987 - Estudo metodológico da datação de vidros vulcânicos pelo método do traço de fissão. Dissertação de mestrado, IFGW, Universidade Estadual de Campinas, SP.

Versão recebida em: 21/09/89

Versão revista e aceita em: 02/07/90

Editor Associado: M.S.M. Mantovani