

Capítulo 3. Procedimientos analíticos.

3.1. Introducción.

Se llevaron a cabo distintos procedimientos analíticos para obtener las concentraciones de los elementos mayores, traza y las relaciones isotópicas de cada muestra.

Una vez escogidas las muestras en campo, se hacen las láminas delgadas de cada una para comprobar si son aptas para análisis geoquímicos e isotópicos. Se procesan aquellas que presentan menor alteración en sus minerales. Como se trata de rocas con textura fanerítica se utilizaron por lo menos 4 kilos de muestra fresca (descostrada) para homogeneizar la composición de la roca, dependiendo del tamaño de grano. Todos los procesos se realizaron en las instalaciones del Laboratorio Universitario de Geoquímica Isotópica (LUGIS) del Instituto de Geofísica de la UNAM.

3.2. Molienda y separación de minerales.

Las muestras son trituradas y molidas para llevar a cabo los análisis geoquímicos e isotópicos, y la separación de minerales. Con la finalidad de garantizar resultados confiables, las máquinas utilizadas a lo largo del proceso de molienda y separación de minerales se lavan adecuadamente y se contaminan al quebrar una pequeña porción fresca de cada muestra antes de procesarla toda. Los recipientes e instrumentos utilizados deben ser debidamente lavados.

3.2.1. Limpieza superficial y lavado.

Cada muestra se descostra para quitar la alteración superficial de la roca con un marro de acero y se coloca la muestra sobre una base de cemento cubierta por un pedazo de cartón. Una vez removido el intemperismo superficial, que incluye oxidación en planos de fractura o vetas producto de alteración hidrotermal, se

quiebran con el marro hasta tener fragmentos frescos con tamaños no mayores a 4 cm de longitud.

Posteriormente se colocan los fragmentos de roca en una tarja con agua potable por lo menos durante tres horas, para remojar los restos de cartón incrustados en las oquedades de la roca. Después, con un cepillo de cerdas de plástico, se remueve el cartón y restos de suciedad en la roca con agua potable. Finalmente se lava cada fragmento con agua mili-Ro(MRo), se cepillan y se dejan secar cubiertos con papel para evitar contaminación por polvo, durante al menos doce horas.

3.2.2. Quebradora de quijadas.

Para quebrar las muestras se utilizó un molino de quijadas (Foto 9A) con la menor apertura posible (tamaño de grano 5 mm aproximadamente). Entre cada muestra, se limpian las quijadas y el interior de la quebradora con un cepillo de cerdas de metal, papel de rolo, acetona y aire comprimido, hasta desaparecer todo vestigio de muestra. Posteriormente, se muele la fracción para contaminar de cada muestra y se guarda en una bolsa de plástico. Con aire comprimido se limpia el interior de la máquina y el recipiente donde se colecta la muestra. Luego se quiebra toda la muestra restante y se guarda en una bolsa de plástico.



Foto 9. A. Molino de quijadas donde se quebraron las muestras. B. Molino de discos de acero endurecido para pulverizar las muestras para geoquímica e isotopía.

3.2.3. Cuarteo y pulverizado/tamizado de las muestras.

Las muestras en las que se harán análisis geoquímicos e isotópicos se cuarteo con la ayuda de un cuarteador o manualmente con la ayuda de una bolsa abierta por la mitad y una espátula. Se cuarteo la muestra hasta tener tres alícuotas de 100 gramos aproximadamente que se guardan en tres frascos de plástico previamente lavados con jabón, enjuagados con agua MRO, un poco de acetona y secados con aire comprimido. El resto de la muestra se guarda nuevamente en su bolsa. Se marcan y rellenan los diferentes frascos denominados contaminación, fluorescencia de rayos X e isotopía, conforme se obtienen las alícuotas. Posteriormente, se lava con jabón, agua potable, agua MRO y acetona el molino de discos de acero endurecido (Foto 9B), tanto el recipiente como su tapa y cada uno de los discos. Se agrega la muestra y se pulveriza la alícuota de contaminación durante 25 segundos aproximadamente para obtener un tamaño de grano de 60 μm , se colecta el polvo en una hoja de papel y se deposita nuevamente en su bote. Una vez contaminado el pulverizador, se limpia el excedente de la muestra con un poco de aire para después pulverizar de la misma manera las alícuotas marcadas como fluorescencia de rayos X e isotopía.

Para dos muestras en que se deseó obtener concentrado de minerales, el resto de la muestra fue cuarteada y alicuotizada, se puso en el molino de discos durante 5 segundos para reducir más el tamaño de grano obtenido con la mínima apertura de la quebradora de quijadas. Posteriormente, se tamizó la muestra con mallas con números 20, 40, 80, 100, 120 previamente lavadas con agua potable en un aparato de ultrasonido durante 5 minutos y habiendo removido todo grano de muestra restante en cada malla con la ayuda de un cepillo y una aguja.

3.2.4. Separación de hornblendas.

Se separaron hornblendas de una muestra (JLT-12) para obtener un fechamiento por Ar-Ar. El criterio para escoger la muestra fue que los cristales presentaran poca alteración o inclusiones. Se escogió la fracción de la malla número 80 (180 μm) para tener un tamaño de cristales homogéneo suficientemente grande para separarlos

adecuadamente. Se observó también que no hubiera cristales de plagioclasa en la periferia de las hornblendas o inclusiones de óxidos para evitar exceso de Ar.

Se lavó la fracción de la malla 80 decantándola con agua mili-Q (MQ), desionizada con una resistividad de 18.2 M Ω , en un vaso de precipitado para remover limos y arcillas pegados a los granos. Con un imán envuelto en una bolsa se removieron las esquirlas y minerales más magnéticos (óxidos). Ya que la hornblenda es un mineral magnético, una vez secada la muestra, se pasó por el separador magnético Frantz (Foto 10A) con una corriente de 0.05, 0.1, 0.15 y 0.20 volts respectivamente, con un ángulo de 10° de inclinación para separar minerales magnéticos de no magnéticos. Después se volvió a pasar la muestra con 0.20 volts y 15° de inclinación. Ya que más del 80% de hornblendas tienen inclusiones de óxidos, la separación con el Frantz no fue completamente efectiva, incluso al hacer variar la corriente, el ángulo de inclinación y la cantidad de muestra vertida. Ya que además muchas hornblendas tienen cristales de plagioclasa alrededor, la fracción de 0.20 volts y 15° se trituró en un mortero de ágata con 60 movimientos verticales suaves y con enjuagues con agua MQ. El tamaño de los cristales se redujo a un tamaño de 120 a 100 μm .



Foto 10. A. Separador magnético Frantz. B. Vaso de precipitado con politugstato de sodio y un embudo de separación.

Posteriormente se pasó la muestra por politungstato de sodio en un embudo de separación (Foto 10B) con una densidad máxima de 2.89 g/cm^3 para separar las hornblendas (con una densidad promedio de 3.23 g/cm^3) de las plagioclasas (flotantes). Se colectó la fracción que se precipitó al fondo del embudo después de 10 minutos de haber sido depositada la muestra en el politungstato, mientras se agitaba el embudo cada 3 minutos para revolver la muestra. Una vez lavada con agua MQ, filtrada y secada la fracción del fondo, se pasó por yoduro de metileno que tiene una densidad de 3.2 g/cm^3 . De la fracción de fondo se separó manualmente cada cristal de hornblenda con una aguja y la ayuda de un microscopio binocular para tener el mínimo de inclusiones de óxidos. Se obtuvieron dos concentrados de hornblenda (café y verde) de aproximadamente 60 miligramos cada uno (Foto 11B).

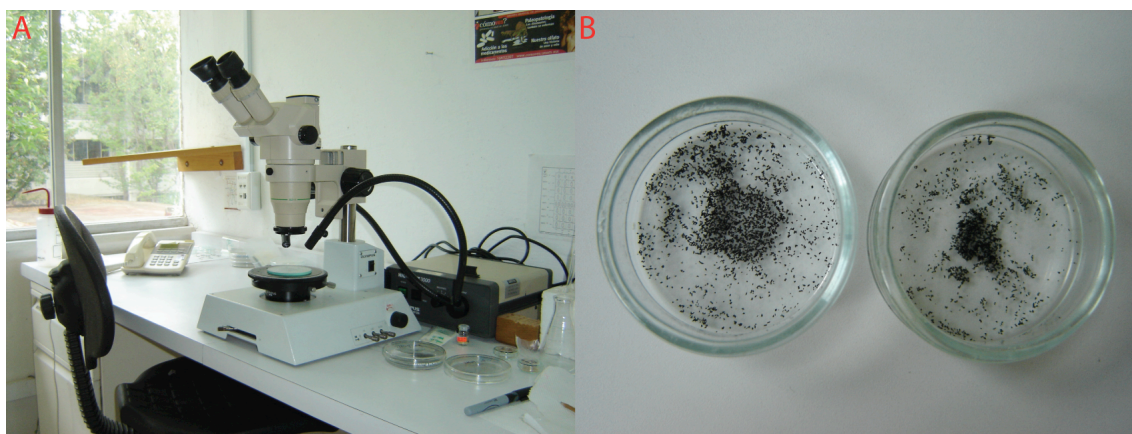


Foto 11. A. Microscopio binocular. B. Concentrado de cristales de hornblenda café (izquierda) y verde (derecha).

3.2.5. Separación de zircones.

Se separaron zircones de dos muestras de gabro (JLT-12 y JLT-32) para obtener dos fechamientos por U-Pb mediante ablación láser acoplado a un ICP-MS en el LaserChron de la Universidad de Arizona. Ya que se trata de rocas máficas con poca cantidad de zircones, para cada muestra se procesó toda la fracción con número de malla menor a 120. Se vertió la muestra en un recipiente de porcelana y se pasó sobre la muestra un imán envuelto en una bolsa de plástico para remover la mayoría de los fragmentos (esquirlas) y minerales magnéticos (óxidos) las veces necesarias hasta que ya no se adhirieran más minerales. Se pasó la muestra limpia a un vaso de

precipitado y con agua potable se decantaron las partes más ligeras (limos y arcillas) las veces necesarias hasta que el agua no se enturbió. Se colectaron, enjuagaron con agua MQ y secaron los sedimentos que precipitaron, ya que es donde se encuentran los zircones. Una vez limpia y seca la parte no magnética de la muestra, se pasó por el separador magnético Frantz con una corriente de 0.05, 0.1, 0.3, 0.5, 0.8, 1 volts respectivamente y 10° de inclinación para separar la parte magnética de la no magnética. La fracción no magnética se separó a su vez con politungstato de sodio en un embudo de separación (los zircones tienen una densidad promedio de 4.5 g/cm^3). Se colectó la fracción del fondo después de 15 minutos, mientras el embudo se agitaba cada 3 minutos para revolver la muestra. Una vez lavada con agua MQ y filtrada dicha fracción, se separaron los cristales de zircón manualmente con una aguja y la ayuda de un microscopio binocular. Se colectaron más de 300 cristales para la muestra JLT-12 pero no más de 150 para la JLT-32. Muchos cristales estaban rotos o fracturados, por lo que se escogieron los cristales con una o dos pirámides, los que tenían superficies más amplias y con el mínimo de fracturas. Se escogieron aproximadamente 40 a 45 cristales de cada muestra que se empacaron en papel encerado con la ayuda de una aguja y una pipeta. Los cristales más pequeños tenían longitudes de $100 \mu\text{m}$ y $33 \mu\text{m}$ de ancho, pero los más grandes llegaban a tener aproximadamente $200 \mu\text{m}$ de longitud (Foto 12).

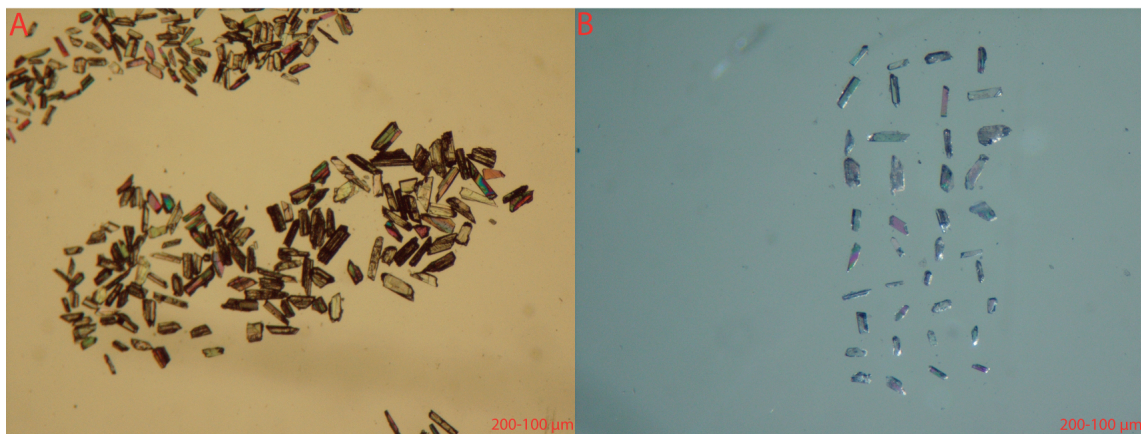


Foto 12. Cristales de zircones. A. Cristales colectados de la muestra JLT-12. B. Cristales de la muestra JLT-32 antes de empacarse para realizarles ablación láser. El tamaño de los cristales tiene un rango de 200 a $100 \mu\text{m}$ de longitud.

3.3. Análisis de hornblendas por microscopía electrónica.

De los dos concentrados de hornblenda, se analizaron 24 cristales de distinto color (verde oscuro, verde claro, café oscuro y café rojizo Foto 13B) con el microscopio electrónico de barrido del Instituto de Geología de la UNAM para identificar el tipo de anfíbol y la presencia de piroxenos, ya que el reducido tamaño de los cristales dificulta distinguir entre ambos tipos de minerales. El aparato utiliza energía dispersiva multicanal. Funciona cuando un haz de electrones primarios, generado a partir de una fuente con una intensidad de corriente dada (20 KVolts), pasa a través de la muestra, excita sus electrones y provoca que, al regresar a su estado energético inicial, emita una cierta cantidad de energía. Dicha energía se libera de dos maneras utilizadas para el análisis. Una presenta electrones secundarios de muy baja energía que son detectados y amplificados para desplegar la imagen aumentada del cristal (Foto 13A). La segunda consiste de rayos X cuyos espectros son analizados y comparados con espectros ya conocidos de los diferentes elementos para obtener la composición del cristal.

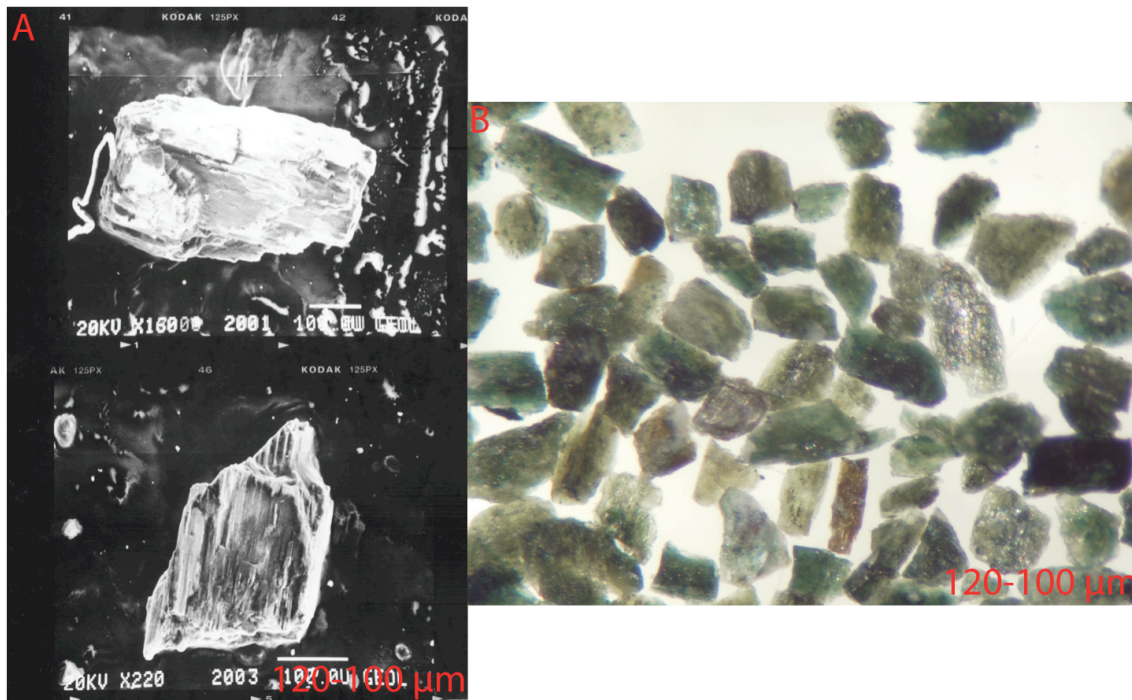


Foto 13. Muestra JLT-12. A. Cristales de hornblenda observados con el microscopio electrónico de barrido del Instituto de Geología. B. Cristales de hornblenda con distintos colores para realizar un fechamiento de Ar-Ar. El tamaño de los cristales tiene un rango de 120 a 100 μm de longitud.

Se determinó la composición de 24 cristales al comparar los valores obtenidos con los reportados para el grupo de los anfíboles y los piroxenos por Deer et al. (1966) utilizando un error relativo: $|\text{valor medido}-\text{valor reportado}|/\text{valor reportado} \times 100$. Para el caso de los anfíboles, a los cristales en que se midieron valores de vanadio (V) y cromo (Cr), se le restaron ambos valores a la suma total y se recalcularon los demás elementos medidos, ya que no se reportan dichos valores para ese grupo mineral. Para el caso de los piroxenos, se restó sólo el valor de V ya que el Cr sí es reportado.

18 de los cristales son hornblendas, de las cuales 7 son hornblendas de basalto (alto hierro y titanio), 7 cristales hornblendas de tonalita (composiciones intermedias), 2 hornblendas de roca ultrabásica (alto magnesio y aluminio), una kersutita y una actinolita, según los nombres dados por Deer. Los otros 6 cristales son clinopiroxenos, de los cuales 5 son ferroaugitas y 1 augita subcálcica.

La kersutita es una hornblenda rica en titanio que es típica de rocas volcánicas alcalinas. Aunque este no es el caso, petrográficamente se identificó la presencia de titanita, seguramente por el exceso de titanio producido al desintegrarse las posibles titanomagnetitas cuando cristalizaron las hornblendas principalmente. Eso explicaría el alto contenido de titanio en algunos de los cristales analizados. La actinolita es un mineral común en rocas metamórficas, pero puede estar presente en muchas rocas máficas en que los piroxenos se alteran marginalmente a un anfíbol verde pálido (uralita) de composición típicamente actinolítica. Se deriva de la acción pneumatolítica de fluidos magmáticos tardíos ricos en agua en los cristales de piroxeno previamente cristalizados.

No hay una correlación en el color de los cristales con su composición. Para el caso de los clinopiroxenos, 2 ferroaugitas y la augita son verde claro, y las 3 ferroaugitas restantes son verde oscuro, pardo rojizo y pardo oscuro respectivamente. Los distintos tipos de hornblenda se distribuyen en los cuatro grupos antes mencionados.

3.4. Fluorescencia de rayos X.

La concentración de elementos mayores se obtuvo mediante fluorescencia de rayos X en el Laboratorio de Fluorescencia de Rayos X (LFRX) del Instituto de Geología de la

UNAM. Como está explicado en su página de internet (Dirección electrónica 1), a partir de la alícuota nombrada así, la determinación de la concentración de elementos mayores (SiO_2 , TiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MnO , MgO , CaO , Na_2O , K_2O , P_2O_5) se realiza en muestra fundida (perla). Las perlas se preparan mezclando 1 g de muestra en polvo con 9 g de mezcla fundente $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ - LiBO_2 (50:50 wt%). La mezcla es vaciada a un crisol de Pt/5% Au y se calienta a 1100°C aproximadamente, en un hornillo equipado con quemadores Fisher y moldes para la preparación simultánea de 3 perlas (Fluxy Claisse). Previo al calentamiento se agregan 2 gotas de LiBr en solución acuosa con una concentración de 250 g/L, que actúa como agente no-mojante, para que la perla se desprenda del molde durante el proceso de enfriado. Para determinar la pérdida por calcinación (PXC), se calienta un gramo de muestra en "base seca" a 1000°C durante una hora en un crisol de porcelana y se deja enfriar lentamente hasta temperatura ambiente, para obtener el peso calcinado. El cálculo de la PCX se obtiene: $(\%) \text{PXC} = (\text{peso seco} - \text{peso calcinado}) \times 100$. La medición se realiza en un espectrómetro secuencial de rayos X (Siemens SRS 3000) equipado con tubo de rodio y ventana de berilio de 125 micrómetros, donde se determinan elementos mayores (Si, Ti, Al, Fe, Mn, Mg, Ca, Na, K y P) y algunos traza (Rb, Sr, Ba, Y, Zr, Nb, V, Cr, Co, Ni, Cu, Zn, Th y Pb). Los errores estimados en las determinaciones son menores a 1% en elementos mayores y menores a 4% en elementos traza. Las curvas de calibración son construidas con estándares internacionales.

Las alícuotas marcadas para isotopía se cuartearon sobre una hoja de papel con una espátula de acero inoxidable y se redujeron hasta tener suficiente polvo para una alícuota de 1.02 a 1 g aproximadamente para elementos traza, y una de 0.12 a 0.10 g para isotopía.

3.5. ICP-MS.

La alícuota de 1 a 1.02 g de cada muestra fue enviada al Laboratorio de Estudios Isotópicos (LEI) del Centro de Geociencias de la UNAM para determinación de las concentraciones de elementos traza.

En su página de internet (Dirección electrónica 2) se menciona que la preparación química de las muestras se realiza en un ambiente de alta limpieza libre de metales (clase 100-1000) con reactivos y materiales utilizados de alta pureza. Se utilizan balanzas de precisión, campanas de extracción y flujo laminar (clase 10), agua purificada con una resistividad de 18.2 M Ω y ácidos destilados (HF, HBr, HNO₃, HCl).

La determinación de las concentraciones se realizó en un espectrómetro de masas cuadrupolar con plasma acoplado por inducción (ICP-MS) modelo Thermo Series-Xii, equipado con una celda de colisión/reacción (He, N₂, NH₃ y O₂) para reducir interferencias espectrales. Durante la operación rutinaria, el Series-Xii se optimiza para alcanzar una sensibilidad nominal > 60 x 10⁶ cps/ppm In y > 100 x 10⁶ cps/ppm U con un ruido de fondo < 0.5 cps.

3.6. Geoquímica Isotópica y Espectrometría de Masas de Ionización Térmica (TIMS).

La alícuota de 0.1 a 0.12 g de cada muestra se procesó en el cuarto de química ultrapura del Laboratorio Universitario de Geoquímica Isotópica (LUGIS) del Instituto de Geofísica de la UNAM. A partir de roca pulverizada, mediante procesos químicos se concentra el elemento del que se determinan las masas y relaciones isotópicas (de Rb, Sr, Sm, Nd) mediante TIMS.

3.6.1. Geoquímica Isotópica.

Dilución isotópica.

La dilución isotópica es la forma más precisa para determinar concentraciones de elementos que contienen al menos dos isótopos, además de ser muy útil cuando éstas son bajas. Se utiliza un trazador (spike) casi monoisotópico con una concentración, composición isotópica y peso conocidos, que se mezcla con una muestra con peso conocido. Después de medirse las relaciones isotópicas en el espectrómetro, se sabrá la composición isotópica de la mezcla de trazador y muestra. Posteriormente,

mediante una fórmula se puede calcular la concentración de dicho elemento en la muestra. Determinar de manera exacta la concentración de los elementos de un sistema isotópico en una muestra es muy importante ya que a partir de ésta se calculan las relaciones isotópicas actuales que relacionan estos elementos ($^{87}\text{Rb}/^{86}\text{Sr}$ por ejemplo). Esto es vital para conocer las relaciones isotópicas iniciales de un elemento ($^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ por ejemplo) y la edad de la muestra.

El proceso de dilución isotópica se realiza en los cuartos de química ultrapura con guantes y bata (Foto 14A). Se prepara el área limpiando con alcohol destilado las superficies, usando papel que no deja pelusa. En caso necesario se limpia la balanza de precisión con alcohol destilado y una brocha. Se homogeniza la muestra que se encuentra en una de las dos alícuotas dándole vueltas durante 2 minutos aproximadamente antes de destaparla. Debe conocerse de forma previa la concentración del elemento al que se le hará dilución isotópica, por fluorescencia de rayos X, ICP-MS o activación neutrónica, para saber la cantidad de trazador que debe ser añadida. En términos generales a menor concentración se debe agregar más muestra y menos trazador. A mayor concentración se debe agregar menos muestra y más trazador. Se pesa el recipiente de teflón (bomba) y la cantidad de muestra deseada. Se pesa la botella de trazador antes y después de agregar la cantidad deseada a la muestra y se calcula la diferencia entre ambos valores (error) que no debe superar el 5% para tener un dato confiable. Para digerir las muestras se agrega un poco de ácido perclórico (HClO_4) y hasta 7 ml de ácido fluorhídrico (HF). Se tapa y digiere por 48 horas en parrillas de digestión (Foto 14B) para deshacer los silicatos, separándose el silicio (Si) y formar fluoruros. Se destapa y se evapora el ácido. Posteriormente se agrega HCl 6N y se mete en las parrillas de digestión durante 24 horas para eliminar los enlaces con oxígeno y formar cloruros. Se evapora y se agrega HCl 2N para tener los elementos en solución nuevamente, sin evaporarla.

Ya que el rubidio (Rb) tiene una masa 87 y el estroncio (Sr) también, se debe hacer una separación (split) para poder medirlos por separado. Así los isótopos de Rb se miden exclusivamente en un espectrómetro de masas NIST del Instituto de Geología de la UNAM.

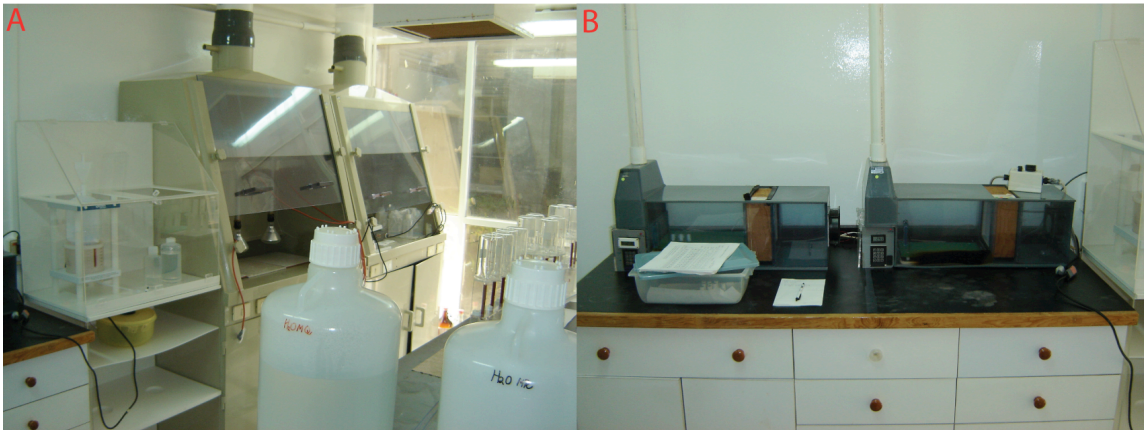


Foto 14. A. Cuarto de química ultrapura donde se observan campanas de evaporación y un destilador de ácidos. B. Parrillas de digestión de muestras.

Split de Rb-Sr

Una vez digerida la muestra, se pesa un vaso alto nombrado RE y se vierte toda la muestra en éste sin que se queden gotas de muestra. Se enjuaga la bomba con más HCl 2N, se agrega al vaso RE, se pesa y se hace la resta del peso del vaso (1). De esa solución se separará aproximadamente 10% en peso para medir el Rb, para lo cual se pesa un vaso pequeño vacío nombrado Rb antes de ser llenado con dicha cantidad aproximada de solución. Se pesa nuevamente el vaso con la solución y se hace la resta correspondiente (2). Se agrega una cantidad de trazador al vaso Rb al haber considerado los criterios antes mencionados. Se pesa la botella de trazador antes y después de agregar la cantidad deseada a la muestra y se calcula el error entre ambos valores que no debe ser mayor al 5%. Se pesa la solución restante en el vaso RE (3) y se le resta al valor de la solución inicial (1-3). Posteriormente se obtiene el error entre el último valor y el peso de la solución obtenida para el Rb (2) que no debe superar el 5%. Después se iguala el peso de la solución original (1) al 100% y se obtiene el porcentaje al que equivale la solución obtenida para el Rb (2). Por último se iguala al 100% el peso en gramos de la muestra original (el obtenido desde el principio de la dilución isotópica) y se obtiene a qué peso en gramos equivale el % obtenido para la solución del Rb. Éste será el peso de muestra usado para medir el Rb.

Se evaporan los vasos de Rb y RE con focos rojos. Para separar Rb, Sr y las Tierras Raras, se les agrega a los vasos 1 ml de HCl 2N procurando que todo el contenido del vaso se homogenice. Se vierte en un tubo de centrifugado para centrifugar la muestra y separar (sedimentar) principalmente el potasio que pueda tener la muestra, para asegurar que no se quede muestra en los vasos. Después de centrifugarse, se vierte en las columnas de intercambio iónico adecuadas la parte clara de cada muestra con una piseta de pasteur y se evita recoger la parte inferior (sedimento blanco) que es el residuo. Del vaso RE se separará en un mismo tipo de columnas el Sr y una fracción para las Tierras Raras llamada RE nuevamente. De esta última se separarán el samario (Sm) y neodimio (Nd) con columnas del mismo tipo pero con diferente geometría.

Columnas de intercambio iónico.

Las columnas de intercambio iónico están rellenas de una resina que es un polímero orgánico insoluble en agua que captura a los iones por adsorción. Variaciones en la geometría de la columna (un mismo volumen con distinta altura y grosor) provoca que distintos elementos sean adsorbidos de diferente manera. Se utilizan columnas tipo Dowex alargadas para separar el Rb, Sr y RE de la resina (Foto 15A y B). Posteriormente se utilizan columnas más cortas y delgadas para separar el Sm y Nd (Foto 15A y B).

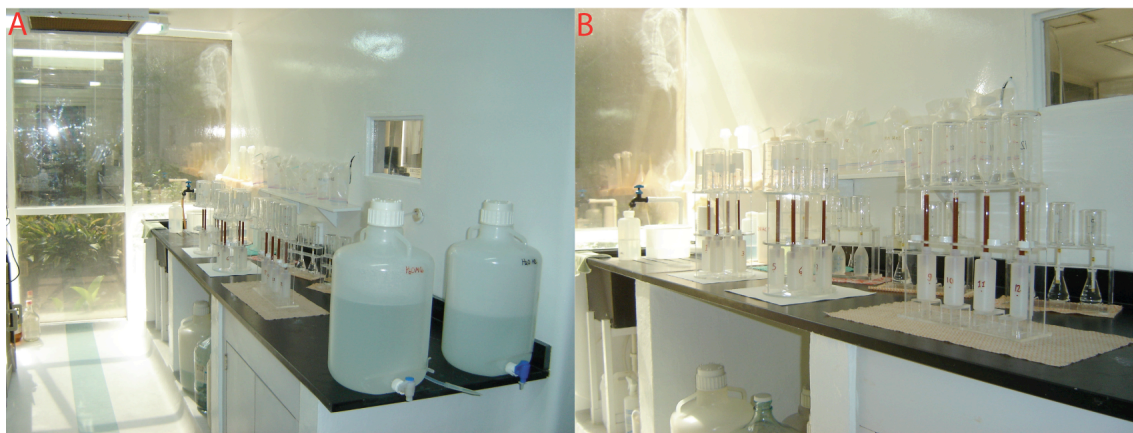


Foto 15. Columnas de intercambio iónico. A. Diferentes tipos de columnas Dowex, contenedores de agua MQ y MRo así como los ácidos empleados para la separación de elementos. B. Al frente columnas Dowex alargadas y atrás cortas y delgadas.

Diferentes iones se liberan de la resina con diferentes ácidos y de concentraciones variables, mediante intercambio iónico positivo o negativo. Para el caso de Rb, Sr, Sm y Nd, distintos volúmenes y concentraciones de HCl son utilizados para liberar por intercambio catiónico (+) los aniones (-) de dichos elementos de la resina. Hay hojas patrón que fueron elaboradas para indicar la concentración y el volumen de HCl que debe ser agregado para separar los elementos mencionados.

Los diferentes elementos se colectan en distintos vasos dependiendo del volumen que sea requerido y van disminuyendo hasta que el Rb se deja evaporar completamente en vasos de 1 ml mientras que el Sr, Sm y Nd se evaporan en vasos de 1.5 ml.

Para hacer la medición las muestras se diluyen en un volumen adecuado de HCl 2N para tener la cantidad adecuada (100-400 ng) y que el espectrómetro realice una medición lo más precisa posible. Las muestras diluidas se cargan con pipetas sobre filamentos de renio para ser introducidas y medidas por el espectrómetro.

3.6.2. TIMS.

Los análisis de Sr, Sm y Nd se realizaron con un espectrómetro de masas con fuente iónica térmica marca FINNIGAN MAT-262 en el LUGIS, Instituto de Geofísica de la UNAM (Foto 16). El espectrómetro cuenta con 8 colectores Faraday ajustables y todas las mediciones se hicieron de manera estática. Las mediciones de Rb se realizaron con un espectrómetro de masas NBS en el Instituto de Geología, UNAM.

Las muestras de Rb, Sr, Sm y Nd se cargaron como cloruros y se midieron como iones metálicos. Se analizaron 60 relaciones isotópicas de Sr y Nd, 40 para Rb y 20 para Sm por cada muestra. Los valores ($1sd = \pm 1\sigma_{abs}$) se refieren a los errores durante la medición, en los últimos dos dígitos. $2 SE(M) = 2\sigma_{abs} / \text{raiz } n$. Todas las relaciones isotópicas de Sr y Nd se corrigieron por fraccionamiento de masas vía normalización a $^{86}\text{Sr}/^{88}\text{Sr} = 0.1194$ y $^{146}\text{Nd}/^{144}\text{Nd} = 0.7219$, respectivamente. Valores del LUGIS para el estándar NBS 987 (Sr): $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr} = 0.710237 \pm 23^*$ ($\pm 1\sigma_{abs}$, $n = 391$), para el estándar La Jolla (Nd): $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd} = 0.511867 \pm 25^*$ ($\pm 1\sigma_{abs}$, $n = 204$).

(*): en las dos últimas cifras. n = número de relaciones medidas por corrida.

La incertidumbre relativa de $^{87}\text{Rb}/^{86}\text{Sr} = \pm 2\%$, y de $^{147}\text{Sm}/^{144}\text{Nd} = \pm 1.5\%$ (1σ). La reproducibilidad relativa (1σ) de las concentraciones de Rb, Sr, Sm y Nd es de $\pm 4.5\%$, $\pm 1.8\%$, $\pm 3.2\%$ y $\pm 2.7\%$ respectivamente.

Los blancos analíticos obtenidos en el tiempo de los análisis de las muestras de este trabajo resultaron: 0.22 ng Rb, 4.8 ng Sr, 0.20 ng Sm, 0.71 ng Nd (blancos de procedimiento total). Más detalles analíticos del procesamiento de muestras en el LUGIS están reportados en su página de internet (Dirección electrónica 3).

Cada muestra es calentada y ionizada y los iones introducidos a una cámara de vacío con un fuerte campo magnético producido por un electroimán. La corriente de iones sigue una trayectoria curva en el campo magnético. Los iones más pesados siguen una trayectoria con un radio de curvatura mayor por tener mayor momento. Los iones de cada masa son contabilizados conforme pasan en los canales de un detector cargado (colectores Faraday).



Foto 16. Espectrómetro de masas de ionización térmica Finnigan MAT-262. A. Se observa en primer plano la fuente donde se ionizan las muestras. B. Se observa el electroimán y los componentes electrónicos del aparato.

En la tabla 1 se resumen los procedimientos analíticos realizados a las muestras procesadas:

Muestra	Ubicación (Geográficas W, N; WGS 84)	Tipo de roca	Geoquímica+isotopía	Separación de minerales
JLT-8A	103°08'10.2"; 19°22'21.5"	microgabro	X	-
JLT-12	103°10'17.3"; 19°26'05.2"	microgabro	X	Hornblendas (Ar-Ar) y zircones (U-Pb)
JLT-13C	103°10'23.9"; 19°23'34"	dique basáltico	X	-
JLT-23	103°09'54.9"; 19°27'53.2"	cuarzo-monzodiorita	X	-
JLT-30-2	103°10'22.4"; 19°23'35.8"	microgabro	X	-
JLT-32	103°11'21.2"; 19°25'02.5"	microgabro	X	Zircones (U-Pb)
JLT-41	102°58'35.2"; 19°08'45.1"	microgabro	X	-
JLT-45	103°09'27.7"; 19°22'02.4"	microgabro	X	-
MZ-3	104°22'10.9"; 19°07'49.4"	microgabro	X	-
MZ-4	104°22'10.9"; 19°07'49.4"	gabro	X	-

Tabla 1. Muestras procesadas donde se observa la clave de la muestra, ubicación, tipo roca y los procedimientos analíticos realizados (X=se realizó, -= no se realizó). Su ubicación se muestra en la figura 6 y en la figura 1B (sólo JLT-41, MZ-3 y MZ-4).