

MINERAL DE U-Ta-Nb ESTUDIADO POR MICROSCOPIA ELECTRONICA

Autores:

O. Morello¹ y E.D. Cabanillas²

1 Departamento de Geología CNEA Av. del Libertador 8250 (1429) Buenos Aires, Argentina.

2 CONICET y Departamento de Combustibles Nucleares CNEA. Av. del Libertador 8250 (1429) Buenos Aires, Argentina.

correo electrónico: morello@cnea.gov.ar

RESUMEN

Partículas nanoscópicas de un mineral de U-Ta-Nb-O fueron analizadas por microscopía electrónica de transmisión (MET) y de barrido (MEB). Se midió la composición de los nano mono cristales por espectroscopía dispersiva en energía (EDS) y las distancias interplanares fueron calculadas de los patrones de difracción de electrones.

PALABRAS CLAVE: Uranio, nano partículas, microscopía electrónica.

INTRODUCCIÓN

El mineral estudiado, encontrado en Tanti provincia de Córdoba, República Argentina, fue reconocido como U-Nb-O y su importancia está asociada con aplicaciones de tipo nucleares, [1], en ese trabajo se calcularon los parámetros de red a partir de los patrones de difracción de Debye-Scherrer (DRX) proponiéndose que este mineral podría tener una simetría ortorrómbica [2,3]. Otras muestras provenientes de San Ignacio y Cumbre de los Pinos, en la frontera entre Catamarca y Tucumán de la República Argentina, fueron también estudiadas [4], en éstas se encontraron pequeñas diferencias con las primeras, [5] bservándose la existencia de mayor cantidad de Ta respecto al Nb, lo cual contradijo la primer referencia [1] donde las cantidades de Nb fueron mayores que las de Ta, ya que este elemento se encontró como minoritario. Un mineral similar fue estudiado y reportado en la bibliografía, [6]. El mineral que se estudia en este trabajo figura en la tarjeta 29-1373 de la base Mineral Powder Diffraction File, 1993, [7]. Con el propósito de determinar su estructura cristalina presentamos un estudio realizado por microscopía electrónica de transmisión y barrido con la idea de poder dar información que ayude en este propósito.

MATERIAL Y MÉTODOS

El mineral fue molido en un mortero de ágata para obtener un polvo fino de dimensiones tales que pudieran ser observados por MET. Se cubrieron unas grillas de Cu con una capa de carbón, por otra parte el mineral molido fue mezclado con etanol y separado por ultrasonido. Luego se tomó una gota de la mezcla del mineral. a mitad de altura para obtener partículas de densidad media y finalmente ser depositadas sobre la grilla.

Las muestras (MET) fueron observadas en un equipo Philips CM 200 con un analizador dispersivo en energía (EDS) a 200 kV. El material no molido fue observado por microscopía electrónica de barrido (MEB) en un equipo Philips PS EM 500 y analizadas por EDS.

RESULTADOS

La Fig. 1 muestra un conjunto de partículas de forma acicular, en la Fig. 2 se observa un patrón de difracción de electrones con anillos correspondientes a una muestra de pocos cristales difractantes, las coronas circulares que acompañan a las circunferencias provienen de la folia amorfa de C que sirve de soporte del polvo. Las Figs.3 y 4 son los correspondientes campos oscuro y claro obtenidos de un sector perteneciente al primer anillo de la Fig. 2. De los patrones de difracción de electrones se midieron los diámetros de los anillos y calcularon las distancias interplanares, ver Tabla 1 donde además se incluyeron los espaciados calculados por DRX. La constante de cámara fue verificada con una folia de Au. Los datos mostrados en la Tabla 2 muestran la composición nanoscópica del material, adquiridos por EDS en el MET en tres posiciones de las agujas: en ambos extremos y a mitad de su largo. También se midió la composición entre agujas. En el EDS, no mostrado en este trabajo, se observarían los picos de Nb, Ta y U acompañados por los elementos minoritarios: Si, Fe y Al presentes en este mineral. La imagen obtenida por MEB, Fig. 5 exhibe la forma microscópica acicular de las partículas no molidas.

DISCUSIÓN

El cristal microscópico reportado en la referencia [6] tiene la misma forma acicular que las partículas vistas en nuestras observaciones MEB y MET de este trabajo. Después de moler al mineral en el mortero las partículas mantuvieron la forma de agujas de dimensiones nanoscópicas. El largo de las nano agujas varía de 50 nm a 150 nm y su ancho es de aproximadamente 15 nm a 50 nm, manteniendo una relación entre el largo y el ancho de las agujas de 3. Las cristalitas observadas en campo oscuro, Fig. 3, son coincidentes con las mismas partículas por lo que se puede afirmar que las partículas son monocristalinas. La composición semicuantitativa proporcionada por EDS de las agujas es bastante uniforme. Las composiciones entre agujas es diferente probablemente por la forma de preparación de la muestra.

CONCLUSIONES

Se ha podido observar por MET nano cristales de este mineral de UNbTaO y hemos visto que conservan la forma de dimensiones microscópicas observadas por MEB. Las distancias interplanares presentadas en este trabajo son similares a las calculadas en [2,3] y [5] y la composición contiene mayor cantidad de Ta que Nb. Las nano partículas molidas son mono cristalinas. Trabajo adicional de difracción de rayos X está siendo realizado para determinar con mayor seguridad su estructura cristalina.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] E.C. Arcidiácono, Revista de la Asociación Geológica Argentina 29(2)(1974)171.
- [2] E.C. Arcidiácono and D. Bedlivy, Revista de la Asociación Geológica Argentina 31(3)(1976)232.
- [3] E.C. Arcidiácono and D. Bedlivy, Revista de la Asociación Argentina de Mineralogía, Petrología y Sedimentología 7(3-4)(1976)71.
- [4] M.E. Saulnier, Reports D.E.E. N/ 5-86 y 7-86. CNEA, unpublished, (1986).

- [5] M.E. Saulnier and O. Morello, 6/ Congreso de Mineralogía y Metalogenia. Fac. Cs. Exactas y Nat. Universidad de Buenos Aires. Buenos Aires, Actas (2002)412.
- [6] E.E. Foord, A.E. Soregaroli and H.M. Gordon, "The Zapot pegmatite, Mineral County, Nevada. USA", Mineralogical Record 30(1999)277.
- [7] Mineral Powder Diffraction File 1993. International Centre for Diffraction Data. USA.

ANEXOS



Figura 1 Morfología acicular de los cristales, la barra indica 200 nm



Figura 2 Patrón de difracción de electrones

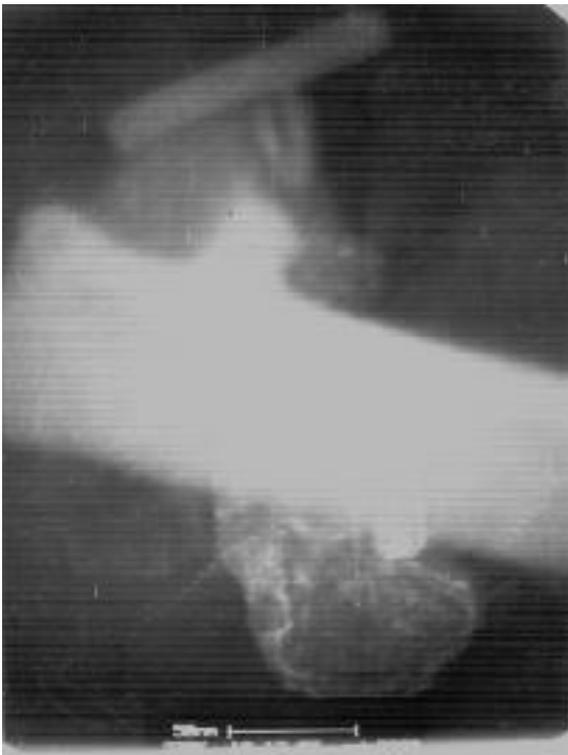


Figura 3 Campo oscuro de cristalitas. Barra: 50 nm



Figura 4 Campo claro correspondiente a Fig. 3, Barra: 50 nm

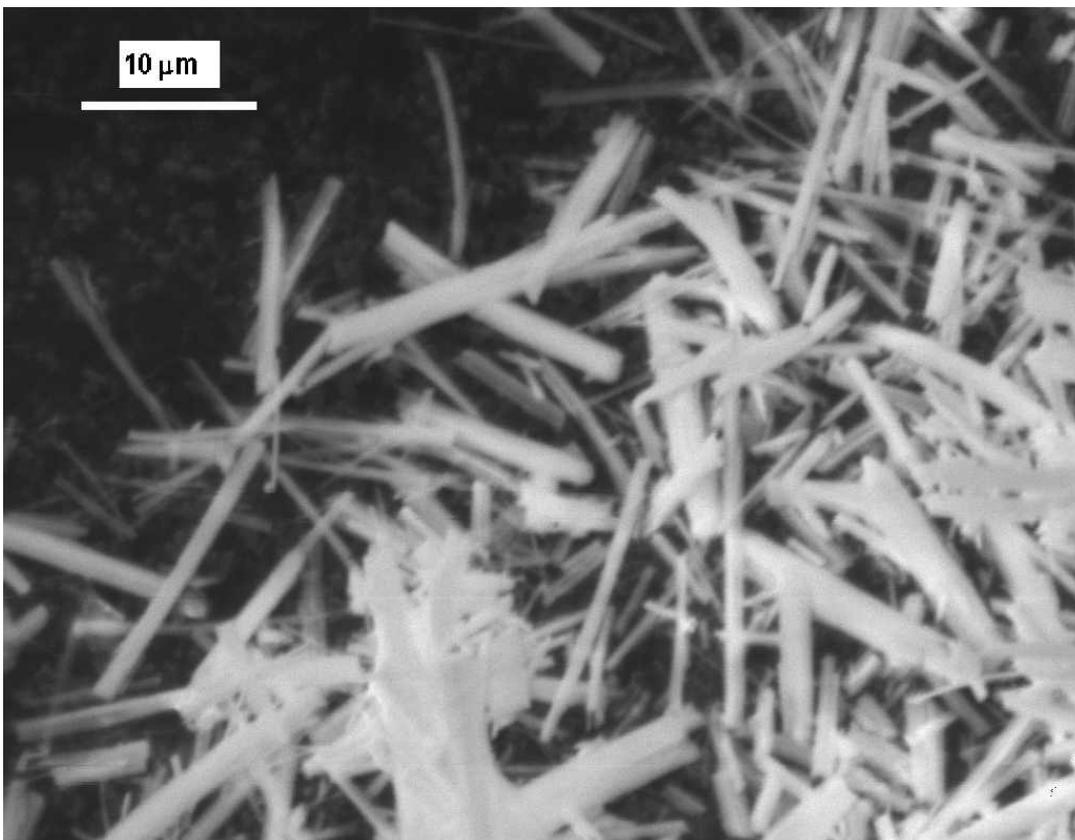


Figura 5 Micrografía MEB de los cristales. Barra

Tabla I Distancias interplanares obtenidas por DRX y patrones de electrones.

Calculados por MET (Å)	Calculados por DRX (Å)
1.05131	1.082
1.53144	1.528
1.87012	1.88
2.02597	2.03
2.11405	2.14
2.26154	2.27
3.47309	3.45
4.42029	4.44
4.52309	
6.94617	7.08

Tabla 2 Composiciones obtenidas por EDS en at %.

Posición de observación.		O	Al	Si	U	Nb	Ta	Ti	Fe	Ca
Aguja 1	Extremo	60.9	0.6	9.0	6.5	2.2	19		0.6	1.2
	Medio	61.7	0.5	9.3	6.4	2.2	18.8		0.6	0.5
	Extremo	58.3	0.9	10.1	6.5	2.7	19.4	0.4	0.9	0.7
Aguja 2 al medio		52.6	0.6	9.9	7.6	2.4	24.4	0.1	0.7	1.3
Aguja 3, al medio		57.5	0.9	10.5	6.4	2.1	20.7	0.5	0.8	0.6
Aguja 4, al medio		54.9	0.5	11.2	9.1	2.3	19.3	0.4	0.8	1.4
Aguja 5, al medio		50.8	0.7	5.9	3.7	2.7	34.1	0.9	0.6	0.4

AGRADECIMIENTOS

Al Departamento de Materiales de la Comisión Nacional de Energía Atómica por facilitar el empleo de sus equipos de microscopía electrónica.