Observación en el SEM de Muestras sin Metalizar en Paleopalinología

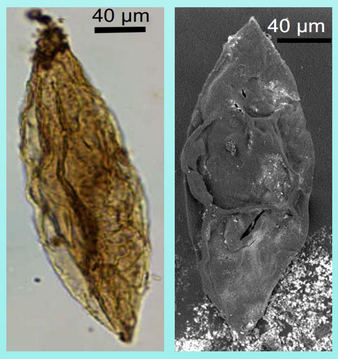
Mercedes di Pasquo[1] - José Félix Vilá[2]

[1]Laboratorio de Paleopalinología y Paleobotánica (medipa@cicyttp.org.ar)
[2]Laboratorio de Microscopía Electrónica (jfvila@cicyttp.org.ar)
Centro de Investigación Científica y Transferencia Tecnológica a la Producción – CICYTTP

La paleopalinología estudia el contenido orgánico (kerógeno) conservado en las rocas. De este contenido, los palinomorfos son esenciales para proporcionar información sobre la edad y el ambiente de dichas rocas. Para tener información sobre su origen biológico se dispone de diversas técnicas; algunas de ellas son no destructivas (por ejemplo, microscopía de luz blanca, fluorescencia, interferencia, láser confocal, FTIR) y otras son destructivas (por ejemplo, SEM, TEM, geoquímica). Si se desea estudiar los especímenes con varias metodologías, es importante mantenerlos libres de elementos extraños que puedan contaminarlos y evitar los métodos destructivos.

En los microscopios electrónicos de barrido (SEM) tradicionales, las muestras no conductoras deben metalizarse, generalmente con una película delgada de oro u oro / paladio, para obtener imágenes de alta calidad en alto vacío (HV). Por lo tanto, después de los análisis con SEM, no es posible llevar a cabo más estudios de las mismas muestras con otros métodos. Algunos equipos permiten la observación de materiales no conductores sin metalización utilizando la técnica de bajo vacío (LV), lo cual suele provocar una ligera pérdida de nitidez de las imágenes en comparación con las de HV. Teniendo en cuenta que las muestras se conservan libres de contaminantes, es una pérdida menor.

En el SEM de Mesa se pueden tomar imágenes de alta calidad en muestras no conductoras y sin metalizado en condiciones de bajo y alto vacío. Esto es posible gracias al uso de voltajes de aceleración más bajos, corrientes de haz más pequeñas y distancias de trabajo (WD) más cortas que en los modelos de piso. Además, este instrumento tiene otras ventajas, como una interfaz simplificada y un sistema de operación más rápido, un tamaño pequeño que lo hace relativamente portátil, espacio de trabajo reducido, tiempos de instalación y mantenimiento más cortos y un costo menor. Todas estas ventajas son más significativas que un volumen reducido de la cámara de muestra, menos posibilidades de elegir las condiciones de observación y menor resolución.



Dactylofusa correspondiente al Famenniano (Devónico) de Montana, USA.
El mismo ejemplar, recuperado del residuo orgánico, con microscopio óptico de luz blanca y SEM (sin metalizar).

Procesamiento de las muestras

Los palinomorfos se recuperaron del residuo orgánico manualmente (*picking*) y se montaron temporalmente en un portaobjetos (en agua) para observarlos en un microscopio fotónico. Se realizaron imágenes de luz transmitida y de fluorescencia.

Después, las muestras se transfirieron a un portaobjetos pequeño de vidrio, donde se dejaron secar al aire. Finalmente este portaobjetos a su vez fue montado en el portamuestras (*standard stub mount*) del microscopio electrónico.

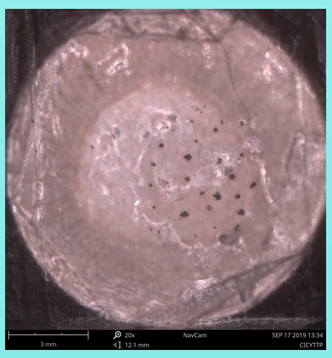
En el microscopio electrónico las muestras se estudiaron sin metalizar, con técnicas alto vacío (HV) y de bajo vacío (LV). Posteriormente, las muestras se metalizaron y se observaron nuevamente en HV y LV en el mismo microscopio.

El microscopio electrónico

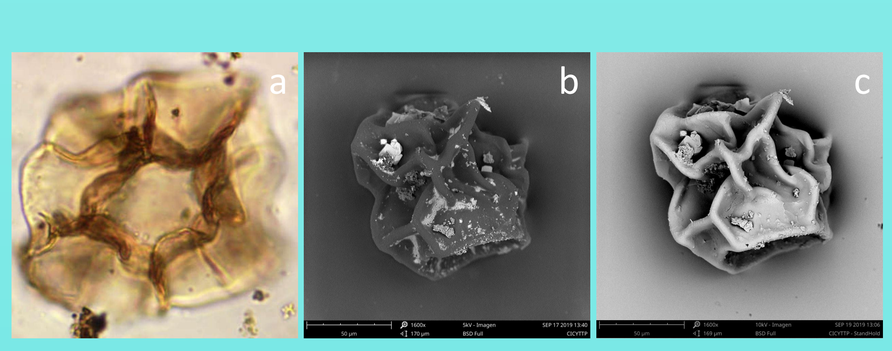
El microscopio utilizado es un SEM de Escritorio, marca Thermo Fisher Scientific modelo Phenom Pro.
Se obtienen imágenes de electrones retrodispersados (BSE) con magnificaciones entre 20X y 130.000X y resolución de 10nm.
Tiene una cámara óptica para obtener imágenes de la muestra con aumentos entre 20X y 135X.

High Vacuum (HV): se utilizó el postamuestras standard del microscopio.

Low Vacuum (LV): se utilizó un portamuestras para reducción de cargas eléctricas, que provee un ambiente de bajo nivel de vacío alrededor de la muestra.

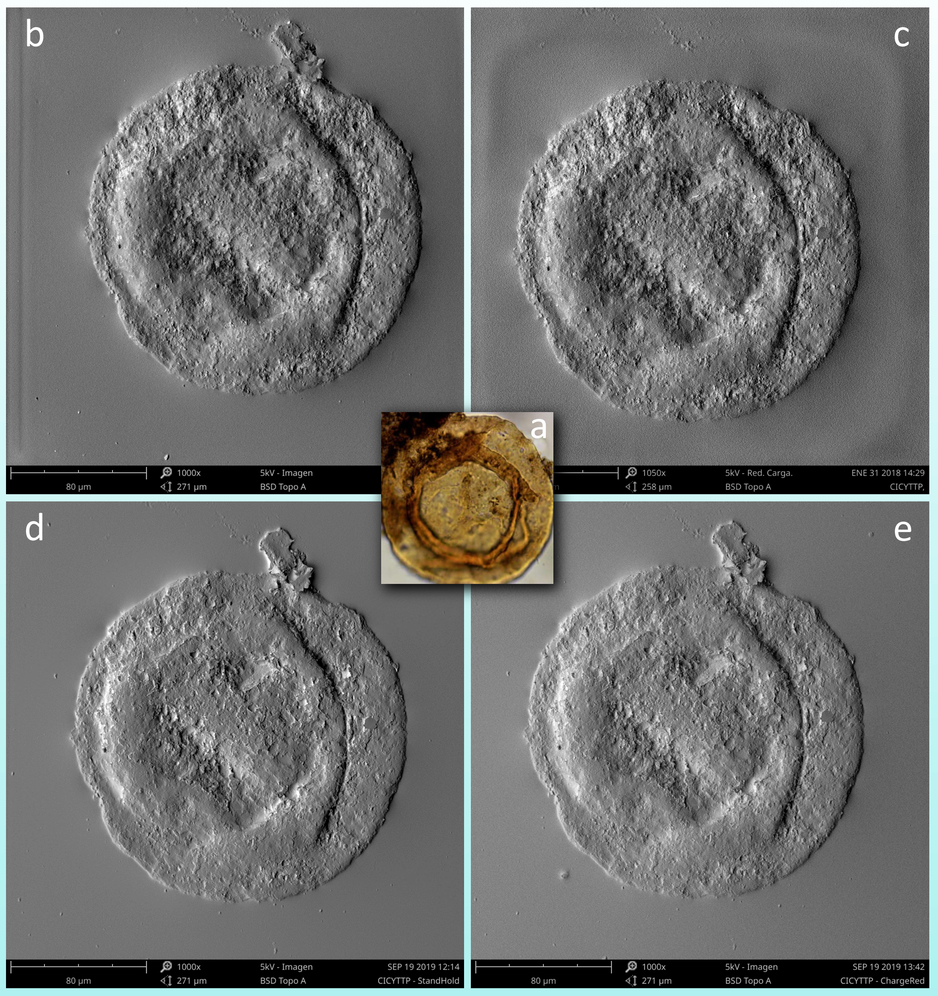


Muestra montada para su observación en el SEM.

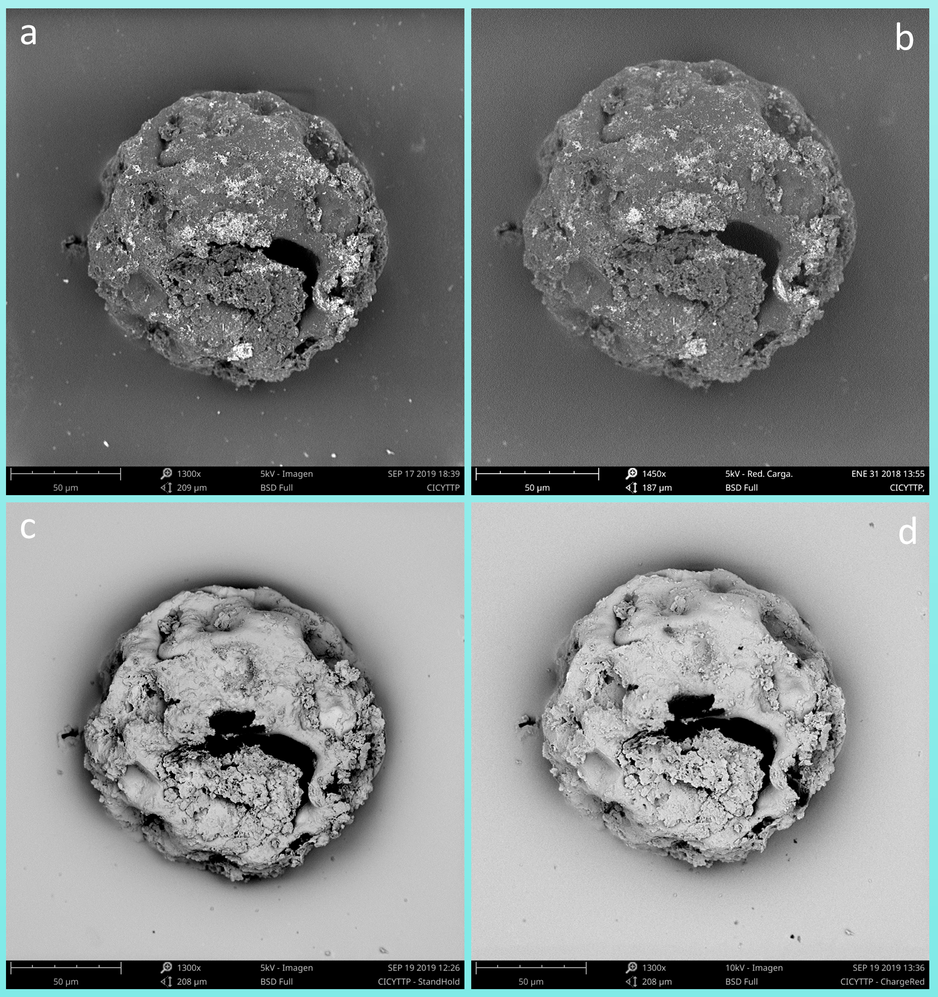


Muraticavea eintechia (a) microscopía de luz blanca, (b) SEM no metalizado en HV, (c) SEM metalizado en HV

Todas las imágenes obtenidas revelan detalles morfológicos similares no visibles en microscopía óptica y que son necesarios para definir o confirmar la asignación taxonómica (especie). Las áreas cargadas que típicamente se observan en muestras no conductoras y no metalizadas en un SEM estándar (HV) no se evidencian al usar un SEM de Mesa. Este resultado confirma que se puede usar este equipo como un método no destructivo antes de la aplicación de procedimientos destructivos.



Leiosphaeridia sp. 2 (número de depósito UI406): (a) microscopía de luz blanca, (b) no metalizado en HV, (c) no metalizado en LV, (d) metalizado en HV, (e) metalizado en LV (SEM Phenom Pro, 5 KV, modo TopoA)



Leiosphaeridia sp. 1 (número de depósito UI406): (a) no metalizado en HV, (b) no metalizado en LV, (c) metalizado en HV, (d) metalizado en LV (SEM Phenom Pro, 5 KV, modo Full)

Referencias

- P Mierzejewski, Cahiers de Micropaléontologie 1 (1981), p. 59–70.
- GD Abbott et al., Geochimica et Cosmochimica Acta 62 (1998), p. 1407–1418.
- AR Hemsley et al., Grana 32 (1993), p. 2-11.
- M Mastalerz, M Hower and JC Carmo, Organic Geochemistry 28 (1998), p. 57–66.
- S Dutta et al., Organic Geochemistry 38 (2007), p. 1625–1642.
- S Dutta et al., International Journal of Coal Geology 115 (2013), p. 13–23.
- AO Marshall et al., Palaeontology 58 (2015), p. 201–211.
- W Schopf et al., Review of Palaeobotany and Palynology 233 (2016), p. 169–175.
- M di Pasquo et al., Annals of the Brazilian Academy of Sciences (2019), en prensa.
- JF Vilá and M di Pasquo, Boletín de la ALPP 18 (2018), p. 135-136.
- M Quetglas, C Macluf and M di Pasquo, Anais Academia Brasileira de Ciências 91 (2019), p. 1-10.
- M di Pasquo et al., Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology (2019), en prensa.

Financia: PIP 0812 CONICET