

## SEPARACIÓN DE PARTÍCULAS INCLUIDAS EN HIELOS NATURALES POR SUBLIMACIÓN ADAPTADA

## SEPARATION OF PARTICLES INCLUDED IN NATURAL ICE BY ADAPTED SUBLIMATION

L. E. Arena <sup>\*1</sup>

<sup>1</sup>*Facultad de Matemática, Astronomía, Física y Computación. Universidad Nacional de Córdoba, Argentina (FAMAF-UNC)  
Observatorio Hidrometeorológico Córdoba, Córdoba, Argentina*

Recibido: 05/10/23 ; Aceptado: 05/11/23

Las partículas no solubles atrapadas en los hielos naturales (glaciares, permafrost, granizos, etc.) dan información valiosa sobre los ambientes en los que se formaron. La extracción de las partículas habitualmente se realiza a través de la fusión del hielo y el filtrado posterior del agua obtenida. Aquí se presenta una metodología novedosa de extracción de partículas del hielo desde la fase sólida, que resulta eficiente, de bajo costo en infraestructura y que minimiza las posibles fuentes de contaminación. Esta metodología de separación de partículas por sublimación adaptada, permite determinar la distribución espacial y la concentración de partículas, así como sus tamaños (sin las limitaciones de las filtraciones), la forma, estructura y composición química elemental de las mismas. El método se aplica a un granizo recolectado durante el programa COSECHEROS, el cual tiene en su centro una partícula de tamaño mediano de 40  $\mu\text{m}$ .

*Palabras Clave: granizo, permafrost, hielo glaciar, sublimación, microscopía SEM y CLSM, programa COSECHEROS*

Non-soluble particlestrapped in natural ice (glaciers, permafrost, hail) provide valuable information about the environments in which they were formed. The extraction of the particles is usually carried out through the melting of ice and subsequent filtering of the water obtained. Here, a novel methodology for extracting ice particles from the solid phase is presented, which is efficient, lowcost in infrastructure, and minimizes possible sources of contamination. This methodology of adapted sublimation particle separation allows to determine the spatial distribution and concentration of non-soluble particles, as well as their sizes (without the limitations of filtration), their shape, structure and elemental chemical composition. The method is in this case applied to hail collected during the program COSECHEROS, which has a medium-sized particle of 40  $\mu\text{m}$  at its center.

*Keywords: hail, permafrost, glacial ice, sublimation, SEM and CLSM microscopy, COSECHEROS program*

<https://doi.org/10.31527/analesafa.2024.35.2.25>



ISSN - 1850-1168 (online)

---

\* lucia.arena@unc.edu.ar

## I. INTRODUCCIÓN

Las partículas de hielos naturales (glaciares, permafrost, granizos, etc.) dan información valiosa de los ambientes en los que estos se formaron. En los testigos antárticos, cada sección tiene partículas que estuvieron en el ambiente y burbujas de aire correspondientes al período de tiempo asociado a la sección del testigo estudiado. Esta información es sumamente importante para reconstrucciones paleoclimáticas [1-4]. También las partículas no solubles que forman parte del permafrost informan sobre la materia orgánica que lo conforman [5]. Por otro lado, las partículas atmosféricas desempeñan un papel crucial en la microfísica de nubes [6]. Los granizos, pensados a priori como un conglomerado de gotas de agua, cristales de nieve y burbujas, son reservorios del ambiente en que se formaron: los contaminantes detectados en los granizos aportan datos de los vientos y de los suelos que éstos barrieron en su camino a la nube [7-11].

La extracción de las partículas no solubles, de las muestras glaciares o de los granizos, habitualmente se realiza a través de la fusión del hielo y el filtrado posterior del agua obtenida, lo que requiere “sala limpia” de trabajo y la limpieza externa de hielo glacial y la filtración de partículas desde la fase líquida [12]. A continuación se presenta una metodología novedosa de extracción de partículas no solubles del hielo desde la fase sólida, que resulta eficiente, de bajo costo en infraestructura y que minimiza las posibles fuentes de contaminación.

## II. METODOLOGÍA DE EXTRACCIÓN DE PARTÍCULAS POR SUBLIMACIÓN ADAPTADA

El hielo se sublima fácilmente a temperaturas menores y cercanas a 0°C. Por lo tanto, las partículas no solubles que contenga una muestra de hielo, pueden separarse por sublimación. Simplemente se coloca una lámina delgada de la muestra sobre un sustrato (un vidrio) y se espera a que el hielo sublime en un ambiente seco (por ejemplo un desecador con silicagel). Las partículas quedan depositadas en el sustrato. Como la muestra siempre está en estado sólido, la probabilidad de contaminación por contacto, con los instrumentos de trabajo y los dispositivos que la contienen, se reduce fuertemente en comparación con el caso en que se realiza la separación de las partículas desde la fase líquida: para la sustancia agua la difusión en fase líquida es varios órdenes de magnitud mayor que en el sólido; como ejemplo, la autodifusión a 0°C del agua líquida es del  $4 \times 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$  [13] y del hielo  $4 \times 10^{-15} \text{ m}^2/\text{s}$  [14].

La metodología de separación de partículas por sublimación fue adaptada para minimizar las fuentes de contaminación durante y después de la sublimación y para preservar las partículas. En este caso, la lámina de hielo se recubre con una capa muy fina de un plástico poroso que, si bien ralentiza el proceso de sublimación, protege las partículas atrapadas para que no sean arrastradas ni contaminadas mientras se manipula la muestra. Este procedimiento es esencial cuando una muestra debe ser sometida a microscopías como la electrónica de barrido que requiere la realización de vacío tanto en la etapa de metalizado como para la propia de barrido electrónico. Se ha comprobado, que un recubrimiento plástico de polivinil formal disuelto en 1-2 dicloroetano (Formvar) en una dilución baja (1 %-3 %) es adecuado [15].

## III. APLICACIÓN DEL MÉTODO EN UN GRANIZO GIGANTE

El granizo, JILO, de la tormenta del 8 de febrero de 2018 [16-18], fue recolectado por Jorgelina, en el marco del programa de Ciencia ciudadana COSECHEROS [19, 20] en Villa Carlos Paz, Córdoba, Argentina y conservado a -14°C en el laboratorio de Física de la Atmósfera Laura Levi-FAMAF-UNC.

El granizo JILO, fue mecanizado en las cámaras bajo cero del mismo laboratorio. Primero, es cortado por el plano ecuatorial, unos milímetros por encima de la zona identificada en la que se encuentra el embrión del mismo (ver Fig. 1) A partir de una de las mitades del granizo, se obtiene una lámina muy delgada (1 mm de espesor) que coloca sobre un vidrio y se deja sublimar en ambiente seco de silicagel [15]. En este caso no se realizó el recubrimiento plástico recomendado para estudios de microscopía que requieran técnicas de vacío. La lámina delgada de hielo fue expuesta a la sublimación durante 4 días. Luego, el sustrato con el depósito de partículas fue observado en el microscopio confocal del laboratorio de microscopía LAMARX. En la Fig. 2, se muestra una partícula que se encontró en el centro del depósito de partículas del granizo JILO, tiene un tamaño medio de 40  $\mu\text{m}$  y planos de clivaje que hace pensar en un silicato. En general, en los granizos de las campañas COSECHEROS, se encontraron partículas con tamaños que van desde el límite inferior de detección del microscopio hasta unos 150  $\mu\text{m}$ .

## IV. DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

El método de separación de partículas por sublimación adaptada permite identificar las partículas no solubles de pequeños volúmenes de muestras sólidas respetando la distribución superficial de las partículas y estimar el número de partículas por unidad de volumen. El límite del tamaño de las partículas, está en los instrumentos de detección microscópica, ya que no requiere la intervención de filtros. Además, al observar cada partícula aislada, se puede determinar la forma, estructura y composición química elemental de las mismas. Finalmente, el método desarrollado, es poco sensible a fuentes de contaminación de agentes externos ya que se trabaja siempre en la fase sólida del agua.

Se espera que esta metodología favorezca estudios de muestras naturales, hielos glaciares, permafrost y granizos, en los que las partículas juegan un papel fundamental. Claramente, la separación y preservación de partículas por sublimación adaptada puede ser utilizada para otros sólidos que sublimen en el rango de temperaturas adecuado.

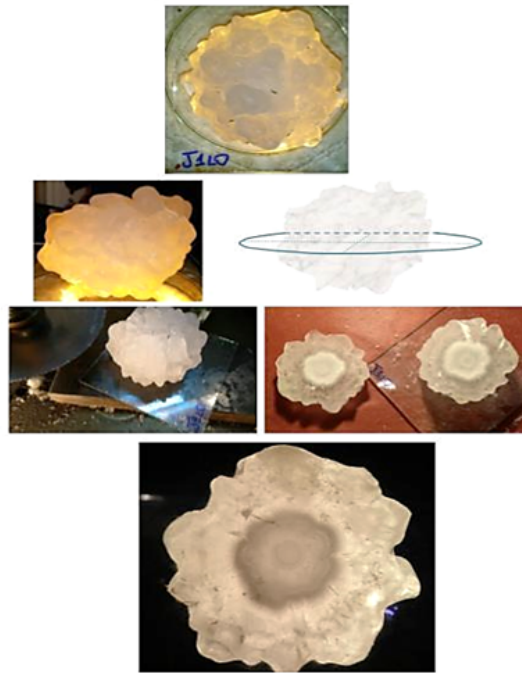


FIG. 1: Granizo JILO gigante, de 8.5 cm longitud máxima, Identificación del plano ecuatorial. Sistema de corte con sierra. Las dos mitades del granizo JILO seccionado. Abajo, una de las mitades iluminada desde atrás con luz blanca.

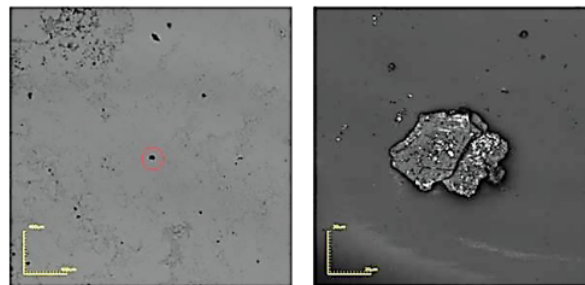


FIG. 2: Micropartículas encontradas en el embrión del granizo JILO. A la derecha se observa en detalle la partícula central marcada en la microfotografía de la izquierda.

## V. Agradecimientos

Al Lic. Sebastián García, Mg. Anthony Crespo Ayala y a la Dra. Matilde Velia Solís por sus aportes y discusiones. A la SECYT-UNC por el financiamiento. A Maite Grando por su colaboración en la clasificación de granizos 2018

## REFERENCIAS

- [1] A. Royer, M. De Angelis y J. R. Petit. A 30000 year record of physical and optical properties of microparticles from an East Antarctic ice core and implications for paleoclimate reconstruction models. *Climatic Change* **5**, 381-412 (1983).
- [2] K. Kawamura, A. Abe-Ouchi, H. Motoyama, Y. Ageta, S. Aoki, N. Azuma, Y. Fujii, K. Fujita, S. Fujita, K. Fukui, T. Furukawa, A. Furusaki, K. Goto-Azuma, R. Greve, M. Hirabayashi, T. Hondoh, A. Hori, S. Horikawa, K. Horiuchi, M. Igarashi, Y. Iizuka, T. Kameda, H. Kanda, M. Kohno, T. Kuramoto, Y. Matsushi, M. Miyahara, T. Miyake, A. Miyamoto, Y. Nagashima, Y. Nakayama, T. Nakazawa, F. Nakazawa, F. Nishio, I. Obinata, R. Ohgaito, A. Oka, J. Okuno, J. Okuyama, I. Oyabu, F. Parrenin, F. Pattyn, F. Saito, T. Saito, T. Saito, T. Sakurai, K. Sasa, H. Seddik, Y. Shibata, K. Shinbori, K. Suzuki, T. Suzuki, A. Takahashi, K. Takahashi, S. Takahashi, M. Takata, Y. Tanaka, R. Uemura, G. Watanabe, O. Watanabe, T. Yamasaki, K. Yokoyama, M. Yoshimori y T. Yoshimoto. State dependence of climatic instability over the past 720, 000 years from Antarctic ice cores and climate modeling. *Science Advances* **3** (2017).
- [3] J. Cole-Dai, E. Mosley-Thompson, S. P. Wight y L. G. Thompson. A 4100-year record of explosive volcanism from an East Antarctica ice core. *Journal of Geophysical Research: Atmospheres* **105**, 24431-24441 (2000).
- [4] L. H. Hartman, A. V. Kurbatov, D. A. Winski, A. M. Cruz-Uribe, S. M. Davies, N. W. Dunbar, N. A. Iverson, M. Aydin, J. M. Fegyveresi, D. G. Ferris, T. J. Fudge, E. C. Osterberg, G. M. Hargreaves y M. G. Yates. Volcanic glass properties from 1459 C.E. volcanic event in South Pole ice core dismiss Kuwae caldera as a potential source. *Scientific Reports* **9**, 14437 (2019).

- [5] D. Trombotto Liaudat, P. Wainstein y L. U. Arenson. *Terminological Guide of the South American Geocryology* (Vázquez Mazzini Editores, Buenos Aires., 2014).
- [6] H. R. Pruppacher, J. D. Klett, H. Pruppacher y J. Klett. Microstructure of atmospheric clouds and precipitation. *Microphysics of clouds and precipitation*, 10-73 (2010).
- [7] T. Šantl-Temkiv, K. Finster, T. Dittmar, B. M. Hansen, R. Thyraug, N. W. Nielsen y U. G. Karlson. Hailstones: A Window into the Microbial and Chemical Inventory of a Storm Cloud. *PLoS ONE* **8** (ed. Bertilsson, S.) e53550 (2013).
- [8] X. Li, Q. Zhang, T. Zhu, Z. Li, J. Lin y T. Zou. Water-soluble ions in hailstones in northern and southwestern China. *Science Bulletin* **63**, 1177-1179 (2018).
- [9] A. Beal, L. D. Martins, J. A. Martins, A. P. Rudke, D. S. de Almeida, L. M. Costa y C. R. Tarley. Evaluation of the chemical composition of hailstones from triple border Paraná, Santa Catarina (Brazil) and Argentina. *Atmospheric Pollution Research* **12**, 184-192 (2021).
- [10] M. Kozjek, D. Vengust, T. Radošević, G. Žitko, S. Koren, N. Toplak, I. Jerman, M. Butala, M. Podlogar y M. K. Viršek. Dissecting giant hailstones: A glimpse into the troposphere with its diverse bacterial communities and fibrous microplastics. *Science of The Total Environment* **856**, 158786 (2023).
- [11] A. B. Michaud, J. E. Dore, D. Leslie, W. B. Lyons, D. C. Sands y J. C. Priscu. Biological ice nucleation initiates hailstone formation. *Journal of Geophysical Research: Atmospheres* **119** (2014).
- [12] B. C. Christner, J. A. Mikucki, C. M. Foreman, J. Denson y J. C. Priscu. Glacial ice cores: A model system for developing extraterrestrial decontamination protocols. *Icarus* **174**, 572-584 (2005).
- [13] H. R. Pruppacher. Self-Diffusion Coefficient of Supercooled Water. *The Journal of Chemical Physics* **56**, 101-107 (1972).
- [14] V. F. Petrenko y R. W. Whitworth. *Physics of ice* (Oxford University, 1999).
- [15] L. E. Arena. Identificación de partículas incluidas en hielos naturales (glaciares, permafrost, granizo) por sublimación adaptada. Repositorio digital UNC, Universidad Nacional de Córdoba (2023).
- [16] L. E. Arena. Granizos gigantes de Córdoba-Argentina I. El Coloso Victoria. Repositorio digital UNC, Universidad Nacional de Córdoba (2020).
- [17] M. R. Kumjian, R. Gutierrez, J. S. Soderholm, S. W. Nesbitt, P. Maldonado, L. M. Luna, J. Marquis, K. A. Bowley, M. A. Imaz y P. Salio. Gargantuan Hail in Argentina. *Bulletin of the American Meteorological Society* **101**, E1241-E1258 (2020).
- [18] A. C. Bernal Ayala, A. K. Rowe, L. E. Arena y A. R. Desai. Evaluation of Satellite-Derived Signatures for Three Verified Hailstorms in Central Argentina. *Meteorology* **1**, 183-210 (2022).
- [19] L. E. Arena. Recopilación de estudios primarios de caracterización cristalográfica de granizos y de las tormentas que los originan. Repositorio digital UNC, Universidad Nacional de Córdoba (2019).
- [20] Programa COSECHEROS DE GRANIZOS CÓRDOBA <https://www.youtube.com/watch?v=yw10IZfRUvc> y <https://www.argentina.gob.ar/ciencia/sact/ciencia-ciudadana/cosecheros-de-granizo-cordoba>.