
CARACTERIZACIÓN DE CRISTALES DE APATITO Y CIRCÓN DEL ESTÁNDAR INTERNACIONAL *FISH CANYON TUFF* PARA SU USO EN UN LABORATORIO DE TERMOCRONOLOGÍA

MAURICIO BERMÚDEZ-CELLA, ARTURO LÓPEZ, MIGUEL BALCÁZAR-GARCÍA, GRACIELA ZARAZÚA-ORTEGA y ROMMEL BONA

RESUMEN

Cristales de apatito y circón del estándar internacional FCT (Fish Canyon Tuff, Montañas San Juan de Colorado, EEUU) para el método de huellas de fisión fueron caracterizadas usando difracción y fluorescencia de rayos X, microscopía electrónica de barrido de bajo y alto vacío, y petrografía de secciones finas, para identificar la disposición de estos minerales en la matriz de la muestra. Un total de 19 cristales de apatitos fueron fecha-

dos mediante esta técnica de datación arrojando una edad de $27,2 \pm 0,2\text{Ma}$, la cual esta en concordancia con la edad K-Ar ($27,8 \pm 0,5\text{Ma}$). El estudio realizado permitió reconocer la existencia de diferentes especies cristalinas de circones y apatitos, así como la validación de cada uno de los procedimientos para la datación de apatitos en el Laboratorio de Termocronología de la Universidad Central de Venezuela.

Los minerales pesados (apatito y circón) de la toba volcánica de *Fish Canyon Tuff* (FCT) en las Montañas de San Juan de Colorado, EEUU, son un estándar internacional para el fechado de muestras de edad desconocida por el método de huellas de fisión (MHF; Fleischer *et al.*, 1975; Hurford y Green, 1982, 1983; Wagner y van den Haute, 1992), el evento geológico asociado a la formación de estos minerales, fue una extrusión volcánica violenta ocurrida hace $27,8 \pm 0,5\text{Ma}$ según el método de datación potasio-argón (K-Ar), (Lipman, 1975).

El uso de estándares en los métodos de datación radiométrica (Fau-

re, 1986) es importante por dos razones; la primera porque permite calibrar los procedimientos de laboratorios y la segunda porque a través de ellos se deducen parámetros necesarios en la ecuación de edad proveniente del decaimiento radioactivo de isótopos inestables. En el caso de la termocronología por huellas de fisión, el FCT es utilizado con este mismo doble propósito. En este caso los parámetros a obtener son el factor Z y/o, la fluencia de neutrones aplicada en el reactor nuclear, para luego incorporar éstos en la ecuación de edad práctica del MHF (Wagner y van den Haute, 1992) y posteriormente fechar otras muestras de edad desconocida.

El objetivo principal de este trabajo fue llevar a cabo la caracterización de los granos de apatito y circón del FCT por fluorescencia (FRX) y difracción (DRX) de rayos x, microscopía electrónica de barrido (MEB) de alto y bajo vacío, y análisis petrográfico de secciones delgadas, con el fin de validar cada una de las etapas realizadas en el Laboratorio de Termocronología de la Universidad Central de Venezuela (UCV) y fechar cristales de apatitos por el MHF.

Marco Geológico

La toba volcánica FCT es el producto de la expulsión de lava

PALABRAS CLAVE / Apatito / Circón / Difracción / Fluorescencia / Huellas de Fisión / Microscopía Electrónica de Barrido / Minerales Pesados /

Recibido: 07/04/2008. Modificado: 05/04/2009. Aceptado: 08/04/2009.

Mauricio Bermúdez-Cella. M.Sc. en Matemáticas, Universidad Central de Venezuela (UCV). Estudiante de Doctorado, Université Joseph Fourier, Francia. Docente-Investigador, UCV, Venezuela. Dirección: Laboratorios de Termocronología y Geomatemáticas, Escuela de Geología, Minas y Geofísica, UCV, Venezuela. e-mail: maberce@gmail.com

Arturo López. Químico, M.Sc. en Química Nuclear, Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), Científico, Departamento de Estudios del Ambiente, Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ), México.

Miguel Balcázar. Ph.D. en Física, Birmingham University, UK. Líder de Proyecto, Departamento de Estudios del Ambiente, ININ, México.

Graciela Zarazúa-Ortega. Doctora en Ingeniería. Universidad Autónoma del Estado de México, Científica, Departamento de Estudios del Ambiente, ININ, México.

Rommel Bona. Ingeniero Geólogo, UCV. Estudiante de Doctorado, UNEFA, Venezuela.

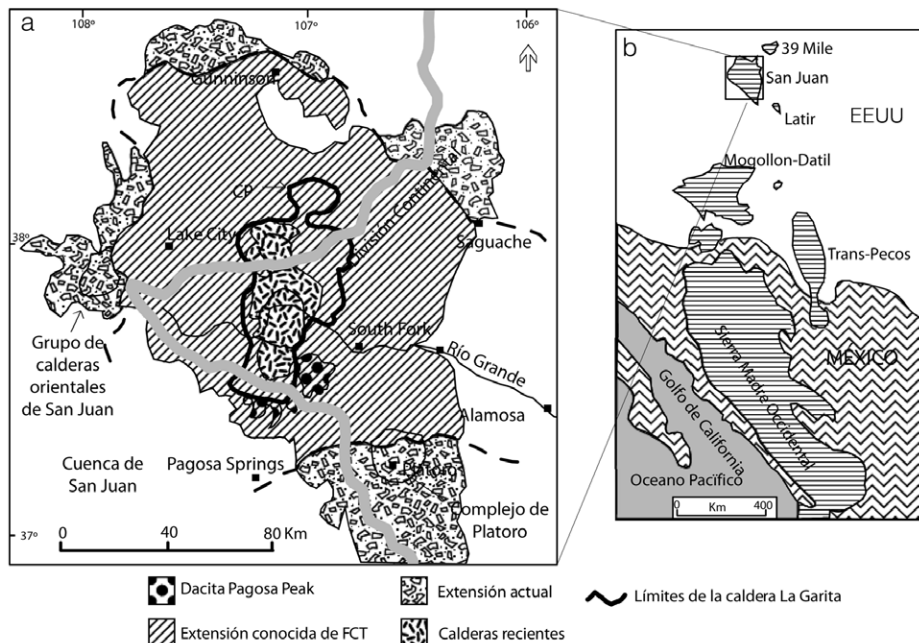


Figura 1. a: Mapa de ubicación del campo volcánico de San Juan y distribución aproximada del FCT. b: Orientación de los campos volcánicos del Terciario Medio al momento de la subducción de la Sierra Madre Oriental (Modificada de Bachmann *et al.*, 2002).

ocurrida durante el Terciario a través de la Caldera Garita y otras fisuras en el Parque Nacional Black Canyon, localizado en el río Gunnison, a ~7 millas al NO de Montrose, Colorado. Este parque nacional está formado por un conjunto de campos volcánicos extintos (Figura 1) y el cañón actual es el resultado de la erosión de estructuras preexistentes (Charlier *et al.*, 2007).

Estos campos volcánicos, de acuerdo a Bachmann *et al.* (2002) están relacionados a los procesos de magmatismo ocurridos durante la extensión causada por la subducción de la Sierra Madre Occidental al campo volcánico San Juan. En la Figura 1b puede observarse la orientación de los campos volcánicos del Terciario Medio al momento de la subducción de la Sierra Madre Oriental.

La Caldera Garita, según diversos autores (Lipman, 2000; Bachmann *et al.*, 2002) es una larga caldera volcánica localizada en el campo de San Juan, en las montañas del mismo nombre al suroeste de Colorado, EEUU (Figura 1). Esta es una de las numerosas calderas formadas durante un proceso masivo de litificación de flujos de cenizas o depósitos piroclásticos en Colorado, Utah y

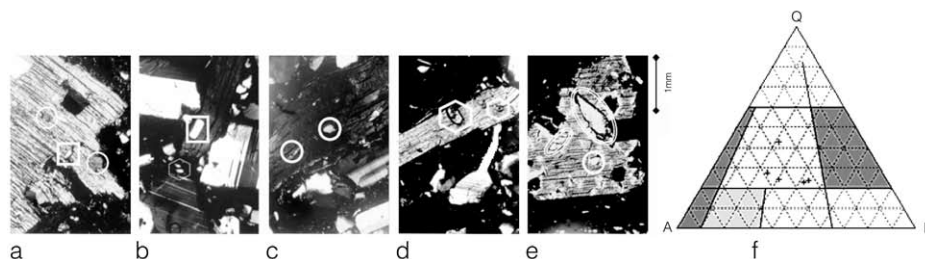


Figura 2. Fotografía de las secciones delgadas en nícoles cruzados (NX). Objetivo 0:/0,12x. Ocular: 12,5x para las secciones FCT-1 al FCT 5 (a-e); f: diagrama ternario para la clasificación de rocas volcánicas según Streckeisen (1979), elaborado en Matlab y modificado de Middleton (1999). Ver Tabla I.

Nevada en el intervalo 40–25Ma. La Garita fue probablemente el sitio donde hubo una mayor cantidad de erupciones entre 26 a 28Ma (Oligoceno). El depósito resultante de este vulcanismo es conocido como *Fish Canyon Tuff*, el cual tiene

apatito en corte transversal (delimitados por circunferencias), 2) el mismo mineral en corte basal (encerrados en cuadrados), y 3) cristales de circón (delimitados por un hexágono) en biotita. En la Figura 2b se observan áreas blancas correspondientes a cristales de plagioclasas. La Figura 2d representa la muestra FCT-4, donde se observan granos de circón con hábito prismático encerrados en hexágonos y alta figura de interferencia incluidos en biotita. Puede observarse en la Figura 2e (FCT-5) inclusiones de esfenas (encerrada en una elipse) y apatito (encerrado en circunferencia), ambas como inclusión en el fenocristal de biotita. Los resultados de este análisis

TABLA I
RESULTADOS DEL ANÁLISIS PETROGRÁFICO DE LAS CINCO SECCIONES DE FCT

Mineral	FCT-1	FCT-2	FCT-3	FCT-4	FCT-5
Ortosa	6	8	5	8	6
Biotita	18	18	13	18	13
Horblenda	2	3	4	4	4
Accesorios (esfena, apatito y circón)	1	1	1	1	1
Cuarzo	20	17	25	25	28
Microclino	1	1	NC	NC	1
Albita (0-5% an)	3	5	6	10	8
Albita (5-10% an)	15	10	8	9	8
Anortoclasa	5	9	12	5	7
Oligoclasa	19	13	10	5	10
Sanidina	10	12	10	8	11
Clorita	NC	3	2	4	3
Piroxeno	NC	NC	4	3	3

Los valores están en porcentaje. Estos valores son mostrados en forma de diagrama ternario en la Figura 2f. NC: no cuantificable.

un volumen de ~5000km³ (Charlier *et al.*, 2007).

Metodología

Análisis petrográfico

Se seleccionaron cinco muestras de mano con variaciones laterales visibles de una muestra de *Fish Canyon Tuff* proporcionada por John Garver, del Union College, EEUU, a Jorge Mora, del Laboratorio de Termocronología de la UCV.

Las Figuras 2a-e representan las secciones delgadas de las muestras de FCT estudiadas. En términos generales, éstas poseen características de una roca volcánica, es decir, abundancia de vidrio en la roca y fenocristales, los cuales algunas veces se encuentran embebidos en una matriz vítrea. Así, es posible asignar una cristalinidad de tipo hipocristalina. En las muestras FCT-1, FCT-2 y FCT-3, representadas por las Figuras 2a, b y c, respectivamente, se observan: 1) inclusiones de

se resumen en la Tabla I, y son presentados en la Figura 2f en forma de diagrama ternario (triángulo APQ) para clasificación de rocas volcánicas según Streckeisen (1979). De esta figura se deduce que el tipo de roca volcánica es una riolita dacítica que pudo generarse como producto de la expulsión rápida del magma a la superficie.

Separación de minerales pesados

Para esta separación se llevó a cabo la siguiente secuencia: 1) Concentración primaria de minerales mediante el sistema automatizado para la separación de minerales (SASMP), que además incluye el triturado y tamizado para homogeneizar la muestra en fracciones entre 0,074 y 0,250mm. 2) Separación magnética mediante el Magnet Lift. 3) Concentración mediante la técnica de líquidos pesados, discriminándose tres fracciones de diferente densidad (d), a saber: F1 ($2,96 \leq d \leq 3,3$), F2 ($3,095 \leq d \leq 3,225$) y F3 ($d \geq 3,3$).

Fluorescencia de rayos X (FRX)

La fracción F1 fue llevada al Laboratorio de Trazas de Fisión del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares de México (ININ) donde se dividió la muestra en dos partes; la primera mediante una separación manual de apatitos bajo lupa, a la cual se le realizó un análisis mediante FRX, y la segunda formada por el remanente de cristales.

Microscopía electrónica de barrido (MEB)

La misma fracción F1 utilizada para el análisis de fluorescencia de rayos X fue sometida a un análisis por microscopía electrónica de alto y bajo vacío, utilizando los denominados espectrómetros de energía dispersiva de rayos X (EDX).

Difracción de Rayos X (DRX)

Se realizaron tres tipos de sesiones. La primera sobre las mismas muestras de mano, la segunda sobre la muestra analizada por fluorescencia y mi-

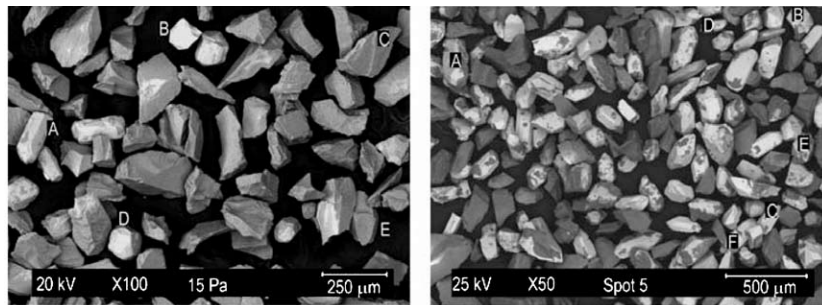


Figura 3. Vista de cristales y fragmentos de rocas en MEB de bajo vacío (a) y de alto vacío (b).

TABLA II
VALORES DEL ANÁLISIS POR FLUORESCENCIA CUANTITATIVA DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BAJO VACÍO PARA LOS CRISTALES A Y B*

Cristal A				Cristal B			
Elemento	Elmt %	Sigma %	Atomic %	Elemento	Elmt %	Sigma %	Atomic %
C	22,38	0,32	33,91	C	40,16	0,37	57,82
O	39,05	0,41	44,43	O	28,70	0,36	31,02
F	3,28	0,37	3,14	Na	0,48	0,05	0,36
Na	0,57	0,06	0,45	Al	1,28	0,04	0,82
Al	1,52	0,05	1,02	Si	9,25	0,10	5,70
Si	3,39	0,07	2,20	P	0,59	0,13	0,33
P	9,66	0,12	5,68	Ca	1,02	0,05	0,44
Cl	0,40	0,04	0,20	Zr	18,52	0,26	3,51
Ca	19,76	0,19	8,97				

* Ver Figura 4,

croscopía electrónica de barrido, y la tercera sobre la fracción F2.

Método de huellas de fisión (MHF) bajo la técnica del detector externo (TDE)

Se realizó la siguiente secuencia de pasos: 1) Montado de la fracción F2 en resina epóxica y pulido de muestras. 2) Revelado de huellas de fisión espontáneas. 3) Montaje del detector externo o mica. 4) Preparación del contenedor para su irradiación en el reactor nuclear: en el contenedor se colocan dos vidrios estándares de densidad de uranio conocida (IRMM-540), dos pastillas con muestras de edad conocida como el apatito de Durango, cuya edad es de $31,4 \pm 0,5$ Ma, y entre estos dos estándares se colocan las muestras a ser fechadas. 5) Revelado de huellas de fisión inducidas sobre la mica. 6) Preparación de la sección para conteo en el microscopio. 7) Conteo y obtención de la edad en apatitos utilizando la ecuación práctica de edad por el método de huellas de fisión. (Wagner y van den Haute, 1992).

Resultados

MEB de bajo vacío con fluorescencia semicuantitativa

Este análisis fue realizado a la fracción F1, sobre un conjunto de gra-

nos discriminados previamente de acuerdo a sus características cristalográficas. La Figura 3a muestra los cristales de minerales y fragmentos de rocas a los cuales se les realizó este estudio con una presión en cámara de 15psi y una energía de 20keV. En la figura se indican (A-E) los diferentes tipos de granos observados. Aquí se presentan solamente los resultados obtenidos para los cristales A y B, que se resumen en la Tabla II, puesto que el cristal D es muy similar al B y los cristales C y E son fragmentos de roca cuya composición fue analizada con mayor detalle por MEB de alto vacío. La Figura 3b representa la imagen de la fracción estudiada por MEB de alto vacío.

En la Figura 4a puede apreciarse con mayor ampliación (500x) un cristal analizado, sobre el cual se señala con un cuadrado el área donde fue aplicado el análisis por fluorescencia de rayos X (FRX). El análisis efectuado sobre esta zona del cristal arrojó el espectro mostrado encima de la figura, donde el eje x representa la energía aplicada. Se observan tres picos significativos que corresponden a la presencia de Ca, P y O, mientras los picos más pequeños corresponden a Si, Al, Na, F y Cl. La concentración (%) de cada uno

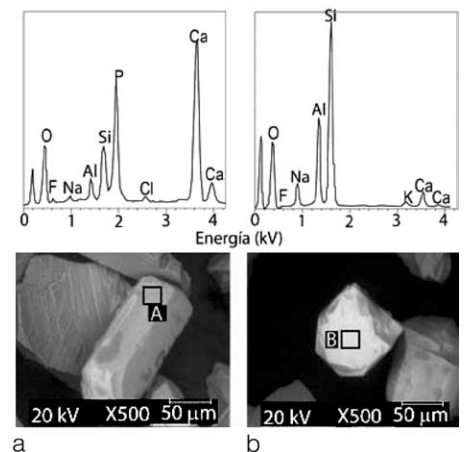


Figura 4. Espectro generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para grano A (a) y grano B (b). Ver Tabla II.

de estos elementos es resumido en la Tabla II para este cristal. En este caso, en virtud de que la concentración del flúor es mayor que la de cloro, pareciera tratarse de un fluorapatito.

En la Figura 4b se ilustra el espectro semicuantitativo arrojado por el análisis por MEB al grano B, que aparece debajo del mismo con el señalamiento de la zona donde fue aplicada la sonda para el estudio por FRX. Aunque en este espectro no se visualizan los picos correspondientes a C y Zr, los resultados mostrados en la Tabla II para este cristal permiten aseverar que se trata de un cristal de circón. La razón por la cual no se visualizan estos elementos en el espectro es que sus concentraciones son relativamente bajas, por lo cual están por debajo del límite de detección y el "ruido" oculta sus picos, haciéndolos indistinguibles.

MEB de alto vacío con sonda dispersiva de energía por rayos X

En la Figura 3b se muestra la vista de la misma fracción F1 analizada anteriormente, a 50x bajo el microscopio de barrido electrónico de alto vacío del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ) de México, con una energía dispersiva de 25keV y presión de 200psi. De estos cristales se seleccionaron al azar cinco granos y se les realizó un análisis por área en la parte central de cada uno de ellos. Los granos estudiados fueron denotados con las letras A a F. A continuación se presentan los resultados de los análisis realizados sobre los granos B, C, D y F.

TABLA III
VALORES ARROJADOS POR LA Sonda EDX DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE ALTO VACÍO APLICADO SOBRE EL CRISTAL B*

Elemento	Wt %	At %	K-Ratio
O K	35,61	67,31	0,06
SiK	15,22	16,39	0,11
ZrL	49,17	16,30	0,37

* Ver Figura 5.

TABLA IV
VALORES ARROJADOS POR LA Sonda EDX DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE ALTO VACÍO APLICADO SOBRE LAS ZONAS B₁ Y B₂ DEL CRISTAL B*

Elemento	Zona B ₁			Zona B ₂			
	Wt %	At %	K-Ratio	Elemento	Wt %	At %	K-Ratio
O K	36,27	55,53	0,05	O K	39,82	54,44	0,09
F K	2,23	2,87	0,00	NaK	1,12	1,07	0,00
SiK	0,93	0,81	0,01	AlK	8,19	6,64	0,05
P K	20,56	16,26	0,16	SiK	42,91	33,41	0,29
ClK	0,95	0,66	0,01	K K	6,97	3,90	0,05
CaK	39,06	23,87	0,35	CaK	0,99	0,54	0,01

* Ver Figura 5.

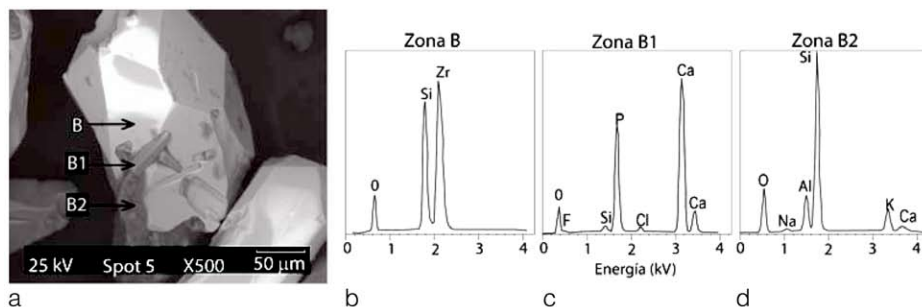


Figura 5. Grano B (en a) y las tres zonas donde se aplicó la sonda EDX del MEB. Espectro generado sobre zona B (b), inclusión B₁ (c) y zona B₂ (d). Ver Tablas III y IV.

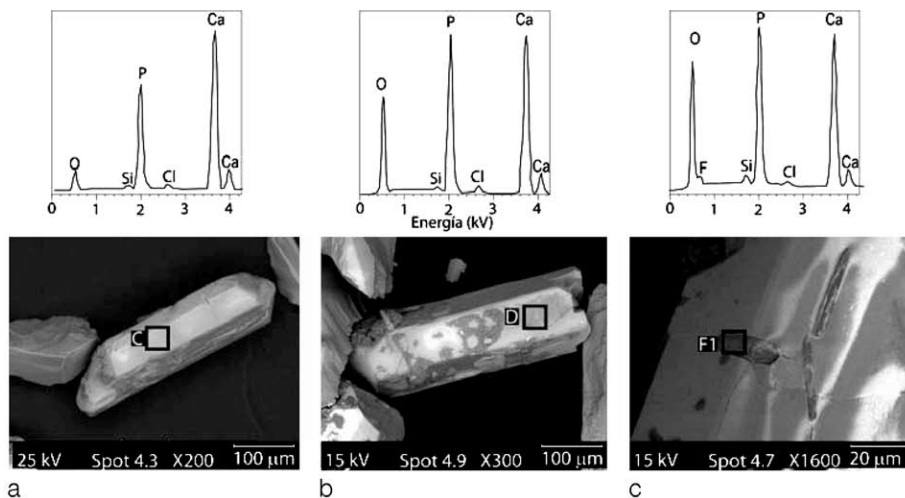


Figura 6. Espectro generado por la aplicación de la sonda EDX del MEB sobre cristal C (a), cristal D (b) y sobre la inclusión F₁ del cristal F (c). Ver Tablas V y VI.

En la Figura 5a se muestra un ejemplar del cristal B, y a la derecha tres espectros arrojados por EDX en tres diferentes zonas del grano, señalados como B, B₁ y B₂. En la Figura 5b se observan picos significativos de Zr sobre la capa L y de O, reconocido sobre la capa K. En la Tabla III, se muestran los valores semicuantitativos obtenidos de este estudio. Según los elementos encontrados, Zr (49,17%) y O (35,61%), se deduce que el grano analizado es un circón. Sobre el grano estudiado se observan algunas inclusiones y otro material adherido al mismo. Se seleccionaron dos zonas, una sobre la in-

clusión (B₁) y otra zona (B₂) cuyos respectivos espectros se presentan en las Figuras 5c y d. Los resultados del estudio sobre ambas zonas están resumidos en la Tabla IV. En el caso de la zona B₁ la inclusión corresponde a un cristal de apatito, por los altos valores de Ca, P y O, y como la proporción de F (2,93%) es mayor a la de Cl (0,95%) puede afirmarse que es un fluorapatito. Con respecto a la zona B₂, las concentraciones de elementos mostrada en la Tabla IV permiten inferir que se trata de restos de fragmentos de la matriz.

Los cristales C y D mostrados en las Figuras 6a y b, respectivamente, fueron seleccionados de acuerdo a su geometría hexagonal, por lo cual se sospechaba que podrían ser cristales de apatitos. El análisis realizado sobre el cristal C indica y confirma dicha sospecha. En este caso no es posible la cuantificación del flúor; sin embargo, se observa en su respectivo espectro (Figura 6a) la presencia de dos picos de calcio (Ca) activados sobre la capa K y el valor de Cl (1,08%) en la Tabla V permiten aseverar que es un cristal de cloroapatito. Análogamente al caso anterior, el análisis realizado sobre el cristal D, mostrado en la Figura 6b y la Tabla V (Wt% Cl= 1,29) confirman que se trata

de un cristal de cloroapatito. En la figura 6c se aprecia la inclusión F₁ del cristal F, correspondiente a un grano de circón; la presencia de los elementos P, Ca y O revelan que la inclusión es un fluorapatito, por ser el porcentaje de F mayor que el de Cl (Tabla VI).

Fluorescencia de rayos X

Debido a que en las sesiones de microscopía electrónica de barrido se distinguieron básicamente apatitos (tipo fluor- y cloro-apatitos), circones y fragmentos de la matriz, se realizaron dos sesiones de FRX, la primera correspondiente a la matriz o granos sobrantes de la separación visual bajo una lupa 10x y la segunda perteneciente a la selección de granos estudiados por MEB.

Los resultados de la FRX del segundo grupo mostraron un espectro formado por diferentes elementos de los cuales 14 (K, Ca, Mn, Fe, Hf, As, Bi, Br, Rb, Th, U, Sr, Y y Zr) son los más significativos. La presencia de tierras raras como U y Th es completamente normal, debido a que los minerales accesorios al cristalizar introducen estos átomos dentro de su estructura; de allí la utilidad que tienen estos minerales para la datación radiométrica. La presencia del hafnio en el espectro se debe a que este elemento es un catión que determina la presencia del mineral circón, ya que en este silicato el circonio (Zr), frecuentemente se encuentra junto con el Hf y ocasionalmente con U, Th e Y. El mineral circón es parte del grupo de los silicatos y está compuesto de minerales con fórmula general XSiO₄, donde X es el catión tetravalente X⁴⁺. Si este catión es Zr, el mineral es circón, si el catión es Hf el mineral recibe el nombre de hafnón, en el caso del Th recibe el nombre de torita y en el caso del U es denominado cofinita.

El intercambio se favorece con el Hf debido a que el Zr y el Hf se encuentran en la misma familia de la tabla

TABLA V
VALORES ARROJADOS POR LA Sonda EDX DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE ALTO VACÍO APLICADO SOBRE LOS CRISTALES C Y D *

Cristal C				Cristal D			
Elemento	Wt %	At %	K-Ratio	Elemento	Wt %	At %	K-Ratio
O K	33,19	52,99	0,04	O K	39,00	59,13	0,08
SiK	0,82	0,75	0,01	SiK	0,43	0,38	0,00
P K	21,91	18,07	0,17	P K	20,97	16,42	0,18
ClK	1,08	0,78	0,01	ClK	1,29	0,88	0,01
CaK	43,00	27,41	0,39	CaK	38,30	23,18	0,36

* Ver Figura 6.

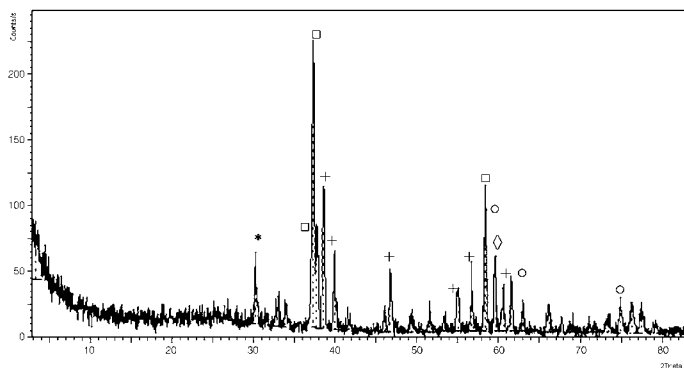


Figura 7. Espectro generado del estudio de difracción de rayos X para la muestra de FCT refinada entre 3,095 y 3,225 grs/cm³, donde el eje x se refiere a la penetración del rayo con un ángulo de incidencia 2α, y el eje y se refiere al número de emisiones contadas por segundo (cps). Los símbolos sobre el espectro denotan la especie de apatito reconocida a partir de ese valor y están identificados en la leyenda de la Tabla VII.

periódica de los elementos, por lo que sus propiedades químicas para formar compuestos son similares. El mineral circón, puede contener un 20% de hafnón en su estructura, y si éste excede ese porcentaje se le designa como hafnón. La presencia de estos elementos en la estructura del silicato es debida a las especies iónicas que se forman de los elementos, que permiten un fácil intercambio químico entre los átomos de Zr con los de Hf, Th o U. Por esta propiedad química los circones contienen una concentración más alta de U, situándose ésta usualmente en el rango de 100 a 1500ppm, aunque varía dependiendo del tipo de roca fuente que contiene el circón y del tamaño del cristal (Sakamoto *et al.*, 1980; Duddy y Kelly, 1999).

Por su parte, la variación en la concentración de Hf depende de las condiciones fisicoquímicas del entorno donde se encuentre la muestra. Sin embargo, hasta el momento no se ha realizado un estudio de cómo influye la presencia de este elemento en la estimación de la edad proporcionada por el método de huellas de fisión.

Difracción de rayos X

El primer análisis de difracción de rayos X hecho a las muestras

de mano y realizado en el Laboratorio de Difracción y Fluorescencia de Rayos X de la Escuela de Geología, Minas y Geofísica de la Universidad Central de Venezuela (UCV) indicó cuatro especies cristalinicas: apatito (fluorapatito, hidroxilapatito), plagioclasas, circón y gestantita. Otro análisis realizado en la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), sobre la fracción F1 arrojó la presencia de a) feldspatos: plagioclasa de composición intermedia entre albita (NaAlSi₃O₈) y anortita (CaAl₂Si₂O₈); b) piroxenos: enstatita ferrosa, (Mg, Fe) SiO₃ y c) apatitos: hidroxilapatito y fluorapatito. La última sesión del estudio se realizó en la UCV sobre la fracción F2 y proporcionó el espectro mostrado en la Figura 7.

Los valores máximos de la Figura 7 están resumidos en la Tabla VII. Utilizando la biblioteca de reconocimiento de especies existentes en el laboratorio fue posible discriminar las cinco especies de apatitos señalados en la leyenda de la Tabla VII e indicados con los mismos símbolos en la Figura 7.

Datación de Apatitos del FCT por MHF

La fracción F2 fue procesada completamente bajo la metodología presentada anteriormente con el fin de fechar apatitos de *Fish Canyon Tuff* (FCT) por el método de huella de fisión (MHF). Después de irradiadas las muestras, se revelaron las huellas de fisión inducidas (N_f) sobre las micas colocadas a cada una de las pastillas (resina con cristales pulidos). A continuación se calculó la densidad del flujo (ρ_m) de neutrones sobre el monitor, mediante el conteo de huellas inducidas sobre las micas colocadas sobre (o en) cada vidrio IRMM540. Posteriormente, se

TABLA VI
VALORES ARROJADOS POR LA Sonda EDX DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE ALTO VACÍO APLICADA SOBRE LA INCLUSIÓN F₁ DEL CRISTAL F*

Elemento	Wt %	At %	K-Ratio
O K	55,91	71,24	0,11
F K	6,56	7,04	0,01
SiK	0,73	0,53	0,00
P K	16,41	10,80	0,12
ClK	0,41	0,24	0,00
CaK	19,98	10,16	0,18

* Ver Figura 6.

TABLA VII
RESULTADOS SEMICUANTITATIVOS PARA LA MUESTRA DE FCT
REFINADA ENTRE 3,095 Y 3,225 GRS/CM³

Espacio-d (Å)	Rel. nt. (%)	Ángulo (°2Theta)	Altura (counts/s)	Background (counts/s)	Ancho (°2Theta)	Significación
3,43 *	24,56 *	30,22 *	53,54 *	10,31 *	0,12 *	1,41 *
2,79 □	100 □	37,31 □	217,99 □	7,17 □	0,28 □	6,34 □
2,76 □	36,1 □	37,70 □	78,7 □	6,95 □	0,24 □	1,32 □
2,70 +	49,54 +	38,55 +	108 +	6,59 +	0,28 +	4,52 +
2,62 +	27,25 +	39,91 +	59,39 +	6,05 +	0,24 +	2,92 +
2,25 +	22,01 +	46,71 +	47,97 +	4,24 +	0,16 +	1,06 +
1,93 +	15,01 +	55,07 +	32,72 +	4,39 +	0,28 +	1,43 +
1,88 +	24,17 +	56,66 +	52,7 +	4,43 +	0,2 +	1,47 +
1,83 □	50,72 □	58,34 □	110,57 □	4,46 □	0,16 □	1,2 □
1,83 ○	41,81 ○	58,47 ○	91,15 ○	4,47 ○	0,1 ○	100 ○
1,79 ◇	26,44 ◇	59,61 ◇	57,63 ◇	4,49 ◇	0,28 ◇	3,14 ◇
1,77 +	15,94 +	60,59 +	34,76 +	4,51 +	0,48 +	3,03 +
1,74 ○	18,9 ○	61,50 ○	41,21 ○	4,53 ○	0,16 ○	1,04 ○
1,47 ○	12,1 ○	74,91 ○	26,37 ○	3,4 ○	0,32 ○	1,25 ○

Los símbolos al lado derecho de cada cifra denotan la especie de apatito reconocida a partir de ese valor. □: calcium chloride phosphate hydroxide (hydroxylapatite chlorian Ca₅(PO₄)₃(OH.Cl.F)), +: calcium fluoride phosphate (fluorapatite, Ca₅(PO₄)₃F), ○: calcium phosphate hydroxide (hydroxylapatite, Ca₅(PO₄)₃(OH)), ◇: calcium fluoride carbonate phosphate hydroxide (carbonatefluorapatite Ca₁₀(PO₄)₅CO₃F_{1,5}(OH)_{0,5}) y *: calcium carbonate phosphate hydroxide (carbonatehydroxylapatite Ca₁₀(PO₄)₃(CO)₃(OH)₂). Ver Figura 7.

obtuvo el Factor Z, de acuerdo a la expresión

$$Z = \frac{\exp(\lambda_{\alpha} t_{\text{estándar}}) - 1}{\frac{\lambda_{\alpha}}{2} \left(\frac{N_s}{N_i} \right) \rho_m}$$

donde N_s y N_i: número de huellas de fisión espontáneas e inducidas, respectivamente, las cuales son determinadas sobre áreas idénticas en la pastilla para N_s y sobre la mica para N_i; λ_α=1,55125×10⁻¹⁰ año⁻¹: constante de decaimiento radioactivo por emisión de partículas α; ρ_m: densidad; y t_{estándar}: edad del estándar utilizado para el cálculo de Z, en este caso del apatito de Durango (31,4 ±0,5Ma).

El factor Z fue calculado a partir del conteo de N_s, N_i y A (área sobre la cual fue realizado el conteo) sobre 30 cristales del apatito de Durango, cuyo valor promedio fue

$$\bar{Z} = \frac{1}{30} \sum_{k=1}^{19} Z_k = 307,46\text{Ma}$$

el cual fue sustituido en la ecuación de edad práctica para el MHF (Wagner y van den Haute, 1992) para determinar la edad individual de cada cristal de la muestra del FCT, la cual para cada grano j= 1,..., m viene dada por

$$t = \frac{1}{\lambda_{\alpha}} \ln \left[\frac{\lambda_{\alpha}}{2} \left(\frac{\rho_s}{\rho_i} \right)_j Z \rho_m + 1 \right]$$

La Tabla VIII muestra la forma estándar (Naeser *et al.*, 1979) de pre-

TABLA VIII
RESULTADOS DE LOS ANÁLISIS POR TRAZAS
DE FISIÓN PARA LA MUESTRA DE FCT

ρ _s (x10 ⁶ cm ⁻²)	N _s	ρ _i (x10 ⁶ cm ⁻²)	N _i	Square	U ppm	t _j
0,196	13	0,738	49	80	16	27,31
0,169	14	0,639	53	100	14	27,19
0,253	21	0,952	79	100	21	27,36
0,161	12	0,589	44	90	13	28,07
0,136	9	0,512	34	80	11	27,25
0,301	12	0,115	46	48	26	26,85
0,181	9	0,683	34	60	15	27,25
0,169	7	0,675	28	50	15	25,74
0,258	15	0,981	57	70	22	27,09
0,265	22	1,010	84	100	23	26,96
0,136	9	0,482	32	80	11	28,95
0,145	12	0,566	47	100	13	26,28
0,138	8	0,516	30	70	12	27,45
0,056	3	0,189	11	70	4	28,07
0,201	10	0,763	38	60	17	27,09
0,301	7	1,200	28	28	27	25,74
0,181	9	0,663	33	60	15	28,07
0,120	8	0,452	30	80	10	27,45
0,602	5	0,229	19	100	5	27,09

ρ_s, ρ_i: densidad de huellas de fisión espontáneas (N_s) e inducidas (N_i); Square: número de celdas contadas, para 100 celdas el área es de 8,30x10⁻⁷cm²; U: concentración de uranio en el grano en partes por millón (ppm); y t_j: edad para cada grano j. Los parámetros para el cálculo de la edad por el método de huellas de fisión fueron Z= 307,46Ma, la densidad del monitor utilizado (vidrios monitores IRMM540) ρ_m= 0,671x10⁶ huellas/cm². La edad promedio y desviación estándar obtenida por el método de huellas de fisión para esta muestra es de 27,2 ±0,2Ma.

sentar los resultados provenientes del MHF sobre 19 cristales de apatito del FCT. Al incorporar estos valores en el programa TrackKey (Dunkl, 2002) se obtuvo una edad promedio de 27,2Ma con una desviación estándar de 0,2Ma, la cual está en concordancia con las edades encontradas mediante los métodos K-Ar, ⁴⁰Ar/³⁹Ar, Rb-Sr y U-Pb para el FCT (Lanphere, 2004) y para el MHF (Miller *et al.*, 1985; Lim y Lee, 2000).

Conclusiones

La muestra de FCT analizada es del tipo riolita dacítica. En ésta, el contenido de tierras raras como U, Th y la presencia de Hf, permite concluir que existen varias especies de circones. Sin embargo, la resolución de los equipos aquí utilizados no permitió diferenciar las especies de este mineral. En cuanto a la disposición de los minerales pesados dentro de la matriz del FCT, los circones se encuentran en dos formas, libres en la matriz y encajados en la biotita. En cuanto a los apatitos, una parte de éstos se encuentran encajados en la biotita (cloroapatitos), otra parte libre en la matriz y el resto como inclusiones dentro de los granos de circón (fluorapatitos).

Sobre la fracción F2 (3,095-3,225 grs/cm³) fue posible reconocer cinco tipos de apatitos diferentes: hidroxil-apatito, carbonato-fluor-apatito, carbonato-hidroxil-apatito, fluor-apatito e hidroxil-apatito clórico. La edad proporcionada por el método de huellas de fisión fue de 27,2 ±0,2Ma, la cual concuerda con la edad K-Ar (27,8 ±0,5Ma), lo cual indica una buena aplicación de los procedimientos del método de huellas de fisión bajo la técnica del detector externo en el laboratorio. No obstante, se desconoce si la presencia de cristales de apatitos con diferentes composiciones químicas afecta el estimado de la edad y el error.

Con respecto al tamaño y distribución de los cristales en la muestra, los fluorapatitos y cloroapatitos son los de mayor tamaño, aunque se necesita incrementar el tamaño de la muestra y hacer un estudio más detallado sobre la dimensión de los cristales y su composición química. Además, su distribución depende del tamaño de apertura de los tamices utilizados. Otro importante estudio futuro ha de ser el intento de datar cada una de las especies para reconocer diferencias en el estimado de la edad. El presente trabajo representa el primer esfuerzo en conjunto entre laboratorios de termocronología en Latinoamérica para estandarizar los procedimientos llevados a cabo en ambos laboratorios.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a John Garver, Union College, Schenectady, EEUU y Jorge Mora, UCV, Venezuela, por proporcionar la muestra; al personal de microscopía electrónica de barrido de alto y bajo vacío, ININ, México; al Laboratorio de Trazas de Fisión, Departamento de Ciencias de la Tierra, UNAM, México; al Laboratorio de Difracción y Rayos X, Escuela de Geología, Minas y Geofísica, UCV, Venezuela; al International Nuclear Track Society (INTS) por habernos proporcionado el Vladimir P. Perelygin Prize; y el financiamiento del CDCH-UCV (proyecto PI. 08.00.6219.2006).

REFERENCIAS

- Bachmann O, Dungan MA, Lipman PW (2002) The Fish Canyon Magma Body, San Juan Volcanic Field, Colorado: Rejuvenation and Eruption of an Upper-Crustal Batholith. *J. Petrol.* 43: 1469-1503.
- Charlier BLA, Bachmann O, Davidson JP, Dungan MA, Morgan JD (2007) The Upper Crustal Evolution of a Large Silicic Magma Body: Evidence from Crystal-scale Rb-Sr Isotopic Heterogeneities in the Fish Canyon Magmatic System, Colorado. *J. Petrol.* 48: 1875-1894.
- Duddy IR, Kelly PR (1999) Uranium in mineral sands: measurement and uses. *Aust. Inst. Geosci. Bull.* 26: 1-5.
- Dunkl I (2002) Trackkey: a Windows program for calculation and graphical presentation of fission track data. *Comp. Geosci.* 28: pp. 3-12.
- Faure G (1986) *Principles of Isotope Geology*. 2ª ed. Wiley. Nueva York, NY, EEUU. 589 pp.
- Fleischer RL, Price PB, Walker RM (1975) *Nuclear Tracks in Solids. Principles and Applications*. University of California Press. Berkeley, CA, EEUU. 605 pp.
- Hurford AJ, Green PF (1982) A user's guide to fission track dating calibration. *Earth Planet. Sci. Lett.* 59: 343-354.
- Hurford AJ, Green PF (1983) The ζ age calibration of fission-track dating. *Isot. Geosci.* 1: 285-317.
- Lanphere M (2004) Reply to comment on "Precise K-Ar, $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, Rb-Sr and U-Pb mineral ages from the 27.5 Ma Fish Canyon Tuff reference standard" by M.A. Lanphere and H. Baadsgaard. *Chem. Geol.* 211: 389-390.
- Lim HS, Lee YII (2000) Fission-track dating calibration of age standards in a Korean reactor, HANARO. *Geosci. J.* 4: 251-254.
- Lipman PW (1975) *Evolution of the Platoro Caldera Complex and Related Volcanic Rocks, Southeastern San Juan Mountains, Colorado: A Study of Relations between Ash-flow Eruptions, Lava-flow Activity, and Caldera Structure at a Mineralized Volcanic Center*. Geological Survey Professional Paper N° 852. Govt. Print. Off. Washington, EEUU. 128 pp.
- Lipman PW (2000) Central San Juan Caldera Cluster. En Bethke PM, Hay RL (Eds.) *Ancient Lake Creede: Its Volcano-Tectonic Setting, History of Sedimentation, and Relation to Mineralization in the Creede Mining District*. GSA Special Paper. 346 pp. 9-69.
- Middleton GV (1999) *Data Analysis in the Earth Sciences Using Matlab*. Prentice Hall. NJ, EEUU. 260 pp.
- Miller DS, Duddy IR, Green PE, Hurford AJ, Naeser CW (1985) Results of interlaboratory comparison of fission-track age standards: fission-track workshop 1984. *Nucl. Tracks* 10: 383-391.
- Naeser CW, Gleadow AJW, Wagner GA (1979) Standardization of fission-track data reports: *Nucl. Tracks* 3: 133-136.
- Sakamoto K, Hamajima Y, Itoh K, Yamazaki K (1980) Uranium determinations by ^{133}Xe in terrestrial zircon, apatite and chromite: comparative study of thermal releases of fissionogenic xenon from terrestrial and meteoritic minerals. *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 60: 343-352.
- Streckeisen A (1979) Classification and nomenclature of volcanic rocks, lamprophyres, carbonatites and mellitic rocks: recommendations and suggestions of the IUGS Subcommittee on the Systematics of Igneous Rocks. *Geology* 7: 331-335.
- Wagner G, van den Haute P (1992) *Fission Track Dating in Solid*. Earth Sciences Library, Kluwer. Dordrecht, Holanda. 285 pp.

CHARACTERIZATION OF ZIRCON AND APATITE CRYSTALS FROM FISH CANYON TUFF INTERNACIONAL STANDARD FOR USE IN A THERMOCRONOLOGY LABORATORY

Mauricio Bermúdez-Cella, Arturo López, Miguel Balcázar-García, Graciela Zarazúa-Ortega and Rommel Bona

SUMMARY

Batches of apatite samples and zircons, collected from the international standard Fish Canyon Tuff (FCT) in San Juan Mountains, Colorado, USA, for fission-track dating method (FTDM) were characterized using, x-ray diffraction, x-ray fluorescence, scanning electron microscopy of low and high vacuum with energy dispersive x-ray spectrometer, apatite FTDM and thin section analysis. A total of 19 apatite crystals were dated by FTDM pro-

viding an age of $27.2 \pm 0.2\text{Ma}$, in agreement with the K-Ar age ($27.8 \pm 0.5\text{Ma}$). The studies performed allowed recognition of the existence of different crystalline species of zircons and apatites, as well the validation of each one of the procedures for this dating method in the thermo-chronology laboratory of the Universidad Central de Venezuela.

CARACTERIZAÇÃO DE CRISTAIS DE APATITA E ZIRCÃO DO PADRÃO INTERNACIONAL FISH CANYON TUFF PARA SEU USO EM UM LABORATÓRIO DE TERMOCRONOLOGIA

Mauricio Bermúdez-Cella, Arturo López, Miguel Balcázar-García, Graciela Zarazúa-Ortega e Rommel Bona

RESUMO

Cristais de apatita e zircão de padrão internacional FCT (Fish Canyon Tuff, Montañas San Juan de Colorado, EEUU) para o método de traços de fissão foram caracterizadas usando difração e fluorescência de raios X, microscopia eletrônica de varredura de baixo e alto vácuo, e petrografia de seções delgadas, para identificar a disposição destes minerais na matriz da amostra. Um total de 19 cristais de apatita foram datados mediante esta

técnica de datação mostraram uma idade de $27,2 \pm 0,2\text{Ma}$, a qual está em concordância com a idade K-Ar ($27,8 \pm 0,5\text{Ma}$). O estudo realizado permitiu reconhecer a existência de diferentes espécies cristalinas de zircões e apatitas, bem como a validação de cada um dos procedimentos para a datação de apatitas no Laboratório de Termocronologia da Universidade Central de Venezuela.