

## **TRABAJO ESPECIAL DE GRADO**

# **CARACTERIZACIÓN DE APATITOS PERTENECIENTES A LA TOBA DEL FISH CANYON, MONTAÑAS SAN JUAN DE COLORADO, U.S.A. ESTÁNDAR INTERNACIONAL DE FECHADO POR HUELLAS DE FISIÓN.**

Trabajo Especial de Grado Presentado  
ante la Ilustre Universidad Central de  
Venezuela para optar al título de  
Ingeniero Geólogo, por el Br. Bona  
Abreu, Ronmel Adolfo.

Caracas, Febrero de 2004

# **TRABAJO ESPECIAL DE GRADO**

**CARACTERIZACIÓN DE APATITOS PERTENECIENTES A LA TOBA DEL  
FISH CANYON, MONTAÑAS SAN JUAN DE COLORADO, U.S.A.  
ESTÁNDAR INTERNACIONAL DE FECHADO POR HUELLAS DE FISIÓN.**

Tutor Académico: MSc. Mauricio Bermúdez

Trabajo Especial de Grado Presentado  
ante la Ilustre Universidad Central de  
Venezuela para optar al título de  
Ingeniero Geólogo, por el Br. Bona  
Abreu, Ronmel Adeldo.

Caracas, Febrero de 2004

Los abajo firmantes, miembros del Jurado designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Geología, Minas y Geofísica, para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por el bachiller, titulado:

**“Caracterización de apatitos pertenecientes a la toba del Fish Canyon, montañas San Juan de Colorado, U.S.A. Estándar internacional de fechado por huellas de fisión”.**

Consideran que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el plan de estudios conducente al Título de Ingeniero Geólogo, y sin que ello signifique que se hacen solidarios con las ideas expuestas por los autores, lo declaran APROBADO.

Prof.

---

Jurado

Prof.

---

Jurado

---

MSc. Mauricio A., Bermúdez C.  
(Tutor)

*A mi Dios, mi guía, mi luz, gracias señor por nunca desampararme...*  
*A mi adorado y extrañado hijo, motivo de mi inspiración y dedicación.*  
*A ti madre, por tu amor, apoyo y grandes consejos esenciales para la culminación de*  
*éste mi primer paso.*  
*A mi amor Neruska, por todo tu apoyo, confianza y mucho amor en la culminación de*  
*esta etapa de mi vida.*

## AGRADECIMIENTOS

Agradezco a la Universidad Central de Venezuela. Recinto universitario donde me formé académicamente y pasé parte de mi vida.

A mi tutor académico, Profesor Mauricio Bermúdez por su gran apoyo, dedicación y consejos.

Al Profesor Jorge Mora por su colaboración, y sus sabios consejos.

A los investigadores M. Balcázar. G. Zarazúa y A. López del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares de México (ININ) por hacer posible esta caracterización.

A las personas que laboran en la Biblioteca Virgil Winkler de la Escuela de Geología, en especial a la Lic. Morella y el Ing. Eduardo.

A la persona más bondadosa, amable, dedicada, perseverante, luchadora y amiga incondicional, Gracias por ser mi madre.

A mi padre, hombre ejemplar en mi vida, Gracias por tu apoyo.

A mi futura esposa Neruska, gracias por amarme y siempre darme palabras de aliento cuando las necesité, por atreverte a compartir a mi lado los momentos alegres y tristes de mi vida.

A mis abuelos Josefa y Heriberto, por su apoyo moral y sus valiosos y sabios consejos.

A mis queridos hermanos y compañeros Carlos y Dinardo, gracias por creer en mi.

A mi hermana Dina, mujer luchadora ejemplar, gracias por ayudarme siempre.

A mi hermana Livia, gracias por tu apoyo moral.

A mi hermana Dileidy, gracias por llenarme de alegría.

A todos mis familiares por su buena fe y apoyo moral, en especial a mi tía Marina, y a mis tíos Luis y Hernando.

A mi amigo y compañero Magno, nunca me abandonaste, gracias amigo. A su esposa Maylen, amiga ejemplar digna de admiración.

A mi amigo y fiel compañero de aulas Freddy.

A mi compadre y amigo Miguel, por contar siempre con tu amistad incondicional.

**Bona A., Ronmel A.**

**CARACTERIZACIÓN DE APATITOS PERTENECIENTES A LA  
TOBA VOLCÁNICA DEL FISH CANYON, MONTAÑAS SAN  
JUAN DE COLORADO, U.S.A. ESTÁNDAR INTERNACIONAL  
DE FECHADO POR HUELLAS DE FISIÓN.**

**Tutor Académico: MSc. Mauricio A., Bermúdez C. Tesis. Caracas, U. C. V.  
Facultad de Ingeniería. Escuela de Geología, Minas y Geofísica (Geología). 2004,  
143 páginas.**

**Palabras Claves:** Método de Huellas de Fisión, Técnica del Detector Externo,  
Datación, Formación Fish Canyon, apatito, circón.

**Resumen**

Debido a que los minerales apatito y circón de la Toba Volcánica de Fish Canyon ubicada en las Montañas San Juan de Colorado, USA, representan un estándar internacional para el fechado por huellas de fisión, ha sido utilizado con la finalidad de calibrar y realizar intercomparaciones entre cada uno de los laboratorios de huellas de fisión en el mundo. Además gracias a estas muestras estándares es posible determinar uno de los parámetros necesarios para poder calcular la edad a otras muestras de edad desconocida, este parámetro es conocido como Factor Z (Wagner, 1992).

La edad de estos minerales según el método de datación Potasio Argón (K-Ar) (Faure, 1986), es de  $27.4 \pm 0.4$  millones de años. Sin embargo, al fechar algunas muestras pertenecientes a esta toba, se encuentran discrepancias en la edad proporcionada por el método de huellas de fisión. Por esta razón se realizó una caracterización de estos minerales mediante análisis de secciones finas, fluorescencia y difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido de alto y bajo vacío y datación por el método de huellas de fisión según la técnica del detector externo. Esta caracterización tenía como propósito identificar algunos fenómenos físico-químicos que causen tal discrepancia.

Los resultados arrojados indicaron que el mineral apatito tiene tres tipos de minerales cajas: el más conocido la biotita, otros apatitos crecen espontáneamente en la matriz de la toba y el resto crecen como inclusiones dentro del mineral circón. Se reconocieron cinco especies distintas de apatitos entre ellos: Hidroxilapatito clórico, hidroxilapatito, carbonatofluorapatito, carbonatohidroxilapatito, y fluorapatito. También se observó que los apatitos que provienen de los circones son cloroapatitos y los que provienen de la biotita son fluorapatitos.

La discrepancia en la edad de este estándar al datar los circones sobrepasa a menudo los 2 Ma de edad y esta puede ser producida por el hecho de que al haber inclusiones de apatitos dentro de los circones, al momento de irradiar existe una sobrestimación de huellas inducidas y éstas influyen en la edad de forma determinante. Algunas discrepancias en granos de apatitos pueden ser atribuidas a diferentes comportamientos de los patrones de difusión según varía la composición química del apatito.

## ÍNDICE

LISTA DE FIGURAS.....	VIII
LISTA DE TABLAS.....	XII
INTRODUCCIÓN.....	1
1 MARCO INTRODUCTORIO.....	3
Introducción.....	3
Problemas reportados.....	3
Planteamiento del Problema.....	4
Ubicación Geográfica.....	5
Antecedentes.....	7
Importancia de este estudio.....	8
Metodología.....	9
<i>Oficina</i> .....	9
<i>Disponibilidad de la muestra</i> .....	10
<i>Laboratorio</i> .....	10
2 MARCO GEOLÓGICO DEL CAMPO VOLCÁNICO SAN JUAN.....	12
Introducción.....	12
Cañón Negro del Monumento Nacional Gunnison.....	12
<i>Estratigrafía</i> .....	12
Geología Local de la Montaña McIntosh.....	16
Grandes Erupciones Explosivas Ocurridas en el Campo San Juan.....	21
Geología Estructural del Campo Volcánico de San Juan.....	22
Teoría de Formación de Magma del Fish Canyon.....	27
Petrología.....	34
Análisis Petrográfico de Secciones Delgadas.....	36
<i>Sección delgada FCT-1</i> .....	36
<i>Sección delgada FCT-2</i> .....	39
<i>Sección delgada FCT-3</i> .....	41
<i>Sección delgada FCT-4</i> .....	43
<i>Sección delgada FCT-5</i> .....	45
3 PROCESAMIENTO Y PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS.....	49
Introducción.....	49
Fase 1: Preparación de la muestra a concentrar mineralógicamente.....	49
<i>Equipos</i> .....	49
<i>Materiales</i> .....	50
<i>Procedimientos</i> .....	50
Trituración.....	51
Pulverizado.....	51
Tamizado.....	52
Lavado y Limpieza de la muestra con el equipo Ultrasónico.....	52
Secado.....	53
Separación magnética manual.....	53
Fase 2: Separación gravimétrica y magnética.....	54
<i>Equipos</i> .....	54
<i>Materiales</i> .....	55
<i>Procedimientos</i> .....	55
Separación por densidad (Bromoformo (CHBr <sup>3</sup> )).....	56
Recuperación del Bromoformo.....	57
Separación refinada por densidad de líquidos pesados.....	59
Primera refinación.....	59
Segunda refinación.....	60



Separación Magnética usando el Separador Isodinámico Frantz .....	63
Fase 3: Selección de Apatitos.....	64
<i>Equipos</i> .....	64
<i>Materiales</i> .....	64
<i>Procedimientos</i> .....	65
Preparación para análisis de Difracción de rayos X.....	65
<i>Primer análisis: Muestras de mano</i> .....	66
<i>Segundo análisis: cristales entre 2.98 y 3.3 grs/cm<sup>3</sup></i> .....	66
<i>Procedimientos</i> .....	68
<i>Tercer análisis: cristales entre 3.095 y 3.225 grs/cm<sup>3</sup></i> .....	69
Fluorescencia de rayos X .....	69
Microscopía electrónica de barrido de bajo y alto vacío .....	71
Métodos de Huellas de Fisión .....	74
<i>Equipos</i> .....	74
<i>Materiales</i> .....	74
<i>Procedimientos</i> .....	75
Montaje y preparación de la pastilla.....	75
Pulido .....	76
Revelado, montaje del detector externo (mica).....	77
Revelado.....	77
Montaje del detector externo (escama de mica) .....	78
Revelado de la mica después de la irradiación .....	80
Arreglo del montaje para el conteo .....	81
4 RESULTADOS Y ANÁLISIS.....	83
Introducción .....	83
Análisis de Microscopía Electrónica de Bajo Vacío .....	83
<i>Primera sesión</i> .....	83
<i>Segunda sesión</i> .....	91
<i>Tercera sesión</i> .....	95
Análisis de Microscopía Electrónica de Alto Vacío.....	100
Fluorescencia de Rayos X.....	110
Análisis de Difracción de Rayos X .....	113
<i>Primera sesión</i> .....	114
<i>Segunda Sesión</i> .....	114
Datación por el Método de Huellas de Fisión .....	117
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES .....	124
REFERENCIAS.....	126

## LISTA DE FIGURAS

<i>Figura 1.1: Mapa de Localización Geográfica Fish Canyon Tuff.....</i>	<i>6</i>
<i>Figura 2.1: Columna litoestratigráfica del Monumento Nacional Cañón Negro, Colorado, USA. ....</i>	<i>13</i>
<i>Figura 2.2: Estado actual de los diques del Campo Volcánico de San Juan. (A) Dique existente en la Caldera Creed, (B) Muralla de la Caldera Creed con diques internos, (C) Paredes de la Caldera Garita, está última contiene la Caldera Creed. ....</i>	<i>14</i>
<i>Figura 2.3: Mapa geológico a escala 1:30000 del sector de la Montaña McInstosh, en este cuadrante se encuentra el Volcán West Elk y el sector donde afloran las brechas del Elk. ....</i>	<i>17</i>
<i>Figura 2.4: Vista del Cañon Blanco de Gunnison donde se muestra el corte realizado por los rellenos del canal del Paleo-Gunnison. ....</i>	<i>18</i>
<i>Figura 2.5: Vista del “Cañon Blanco de Gunnison”, con la geología superimpuesta., esta incluye las Formaciones Sapinero Mesa Tuff (27.9 Ma, Carpenter Ridge Tuff (27.2 Ma) y Fish Canyon Tuff (27.6 Ma y la Brecha volcánica del West Elk.....</i>	<i>20</i>
<i>Figura 2.6: Vista similar a la figura 2.5 hacia el Oeste del Volcán, mostrando la continuación de los canales. El fuerte acantilado que se encuentra formando una unidad es el Salinero Mesa Tuff depositado directamente sobre el West Elk Breccia. Las unidades en la leyenda excepto el Tspg representan la grava polimíctica y registran la traza del Paleo Gunnison establecido entre el Sapinero Mesa y el Fish Canyon Tuff.....</i>	<i>21</i>
<i>Figura 2.7: Mapa geológico generalizado de la caldera Garita.....</i>	<i>24</i>
<i>Figura 2.8: Evolución estructural del Campo Volcánico San Juan, Colorado, USA. 26</i>	<i>26</i>
<i>Figura 2.9: Diaclasas columnares en rocas dacíticas ubicadas en el centro de la cuenca San Juan. ....</i>	<i>27</i>
<i>Figura 2.10: Cambios temporales de la temperatura en el medio y en el tope de una masa silícica durante los regímenes de esparcimiento de gas y conducción de calor.....</i>	<i>28</i>
<i>Figura 2.11: Clasificación y características del flujo de rocas volcánicas. ....</i>	<i>30</i>
<i>Figura 2.12: Diagrama esquemático del esparcimiento del gas en sistemas magmáticos.....</i>	<i>32</i>
<i>Figura 2.13: Muestras de mano de 9 cm<sup>2</sup> Aprox. Seleccionadas de la Toba de Fish Canyon para el análisis petrográfico.....</i>	<i>36</i>
<i>Figura 2.14: Vista de la sección delgada FCT-1 bajo luz polarizada con N.X. Nótese la diferencia de colores entre los apatitos con corte basal (encerrados en las circunferencias blancas) y el corte transversal (encerrados en las elipses rojas). ....</i>	<i>39</i>
<i>Figura 2.15: Vista de la sección delgada FCT-2, en NX, donde se muestran inclusiones de circón (blanco) y apatitos (rojo), en biotita, a su alrededor se encuentran cristales de plagioclasas.....</i>	<i>41</i>
<i>Figura 2.16: Vista de la sección delgada FCT-3, en NX, donde se muestran inclusiones de apatitos (circunferencia blanca).....</i>	<i>43</i>

<i>Figura 2.17: Vista de la sección delgada FCT-4, en NX, circón con hábito prismático y alta figura de interferencia (ver circunferencia blanca) dentro de un fenocristal de biotita.</i>	45
<i>Figura 2.18: Vista de la sección delgada FCT-5, en NX, inclusiones de cristal de esfena (rojo) y apatito (blanco) en biotita.</i>	47
<i>Figura 2.19: N.X. Cristales euhedrales de apatitos incluidos en un fenocristal de biotita, bajo luz polarizada. Los cristales muestran la geometría hexagonal, que lo caracteriza.</i>	47
<i>Figura 2.20: Diagrama ternario para la clasificación de rocas volcánicas según Streckeisen (1979), elaborado en Matlab y modificado de Middleton, 1987.</i>	48
<i>Figura 3.1: Recuperación del Bromoformo (líquido amarillo) por separación de densidades (metanol, agua destilada y bromoformo).</i>	58
<i>Figura 3.2: Separación de apatitos por combinaciones de líquidos pesados. (A) Minerales entre 3.09 y 3.1 grs/cm<sup>3</sup> y (B) Separación de minerales entre 3.1 y 3.2 grs/cm<sup>3</sup>.</i>	62
<i>Figura 3.3: Partes que conforman el separador magnético Frantz modelo L-1.</i>	64
<i>Figura 3.4: Pasos necesarios en la separación de minerales. Estos pasos son similares al Laboratorio de Termocronología hasta la separación por Bromoformo.</i>	67
<i>Figura 3.5: Separador magnético FRANTZ L-1, con controlador de intensidad de corriente.</i>	68
<i>Figura 3.6: Procedimiento para colocar la muestra en el aparato de fluorescencia del ININ, México.</i>	70
<i>Figura 3.7: Lugar donde se colocan los portamuestras en el aparato de fluorescencia del ININ, México.</i>	70
<i>Figura 3.8: Espectrómetro de fluorescencia de rayos X, TX2000, del ININ, México.</i>	71
<i>Figura 3.9: Microscopio electrónico de barrido de bajo vacío existente en el ININ, donde se analizaron las muestras de este Trabajo Especial de Grado.</i>	72
<i>Figura 3.10: pinzas utilizadas para introducir el portamuestras en el compartimiento del microscopio.</i>	73
<i>Figura 3.11: Microscopio electrónico de barrido de alto vacío del ININ, se utilizaron presiones entre 20 y 50 Kpa.</i>	73
<i>Figura 3.12: Separación de la mica necesaria para el montaje según la técnica del detector externo.</i>	79
<i>Figura 3.13: Sistema automatizado de conteo de huellas de fisión existente en el Laboratorio de Termocronología de la UCV.</i>	81
<i>Figura 3.14: Montaje de la pastilla y de la mica para su posterior conteo.</i>	82
<i>Figura 4.1: Vista de granos de apatito y circón en alta resolución fotográfica, las letras corresponden a los granos estudiados en detalle.</i>	84
<i>Figura 4.2: Difractograma generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano A.</i>	85
<i>Figura 4.3: Difractograma generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano B.</i>	86
<i>Figura 4.4: Difractograma generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano C.</i>	87

<i>Figura 4.5: Difractograma generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano D.</i>	88
<i>Figura 4.6: Difractograma generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano E.</i>	89
<i>Figura 4.7: Difractograma generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano F.</i>	90
<i>Figura 4.8: Vista de granos en alta resolución fotográfica, las letras corresponden a los granos estudiados en detalle.</i>	91
<i>Figura 4.9: Difractograma generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano A.</i>	92
<i>Figura 4.10: Difractograma generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano B.</i>	93
<i>Figura 4.11: Difractograma generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano C.</i>	94
<i>Figura 4.12: Vista de granos pulidos en alta resolución fotográfica, las letras corresponden a los granos estudiados en detalle.</i>	95
<i>Figura 4.13: Difractograma generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano A.</i>	96
<i>Figura 4.14: Difractograma generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano B.</i>	97
<i>Figura 4.15: Difractograma generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano C.</i>	98
<i>Figura 4.16: Difractograma generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano D.</i>	99
<i>Figura 4.17: Imagen general de cristales en alta resolución fotográfica, tomada en MEB de alto vacío a 50X, las letras corresponden a los granos estudiados en detalle.</i>	100
<i>Figura 4.18: Difractograma generado por el microscopio electrónico de alto vacío para el grano A.</i>	101
<i>Figura 4.19: Cristal de circón (grano A) con inclusiones de mineral apatito y algunos fragmentos de matriz sobre su superficie. Las zonas B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub> y B<sub>3</sub> fueron seleccionadas para análisis detallados.</i>	101
<i>Figura 4.20: Difractograma generado por el microscopio electrónico de alto vacío para el grano B<sub>1</sub>.</i>	102
<i>Figura 4.21: Cristales de apatitos B<sub>1</sub> incluidos en el cristal de circón.</i>	103
<i>Figura 4.22: Difractograma generado por el microscopio electrónico de alto vacío para el grano B<sub>2</sub> del cristal A.</i>	104
<i>Figura 4.23: Difractograma generado por el microscopio electrónico de alto vacío para el grano B<sub>3</sub> del cristal A.</i>	105
<i>Figura 4.24: Difractograma generado por el microscopio electrónico de alto vacío para el grano C.</i>	106
<i>Figura 4.25: Difractograma generado por el microscopio electrónico de alto vacío para el grano D.</i>	107
<i>Figura 4.26: Cristal de circón E con inclusiones de dos cristales de apatito (E<sub>1</sub> y E<sub>2</sub>).</i>	108

<i>Figura 4.27: Difractograma generado por el microscopio electrónico de alto vacío para el grano E.....</i>	<i>108</i>
<i>Figura 4.28: Cristal de circón F con inclusiones de apatito (F<sub>1</sub>) y fragmento de matriz.....</i>	<i>109</i>
<i>Figura 4.29: Difractograma generado por el microscopio electrónico de alto vacío para el grano F<sub>1</sub>. ....</i>	<i>109</i>
<i>Figura 4.30: Espectro producido por fluorescencia de rayos X sobre los granos sobrantes de la separación visual de cristales por propiedades ópticas. ....</i>	<i>111</i>
<i>Figura 4.31: Espectro producido por fluorescencia de rayos X sobre los cristales separados visualmente por propiedades ópticas bajo la lupa. ....</i>	<i>113</i>
<i>Figura 4.32: Difractograma generado para la muestra de FCT refinada entre 3,09 y 3,225 grs/cm<sup>3</sup>. ....</i>	<i>115</i>
<i>Figura 4.33: Ajustes por isócrona para el conjunto de datos pertenecientes a la muestra FCT-1. ....</i>	<i>122</i>
<i>Figura 4.34: Ajustes por isócrona para el conjunto de datos pertenecientes a la muestra FCT-2. ....</i>	<i>123</i>

## LISTA DE TABLAS

Tabla 2.1: Resultados del estudio de la sección delgada FCT-1.....	38
Tabla 2.2: Resultados del estudio de la sección delgada FCT-2.....	40
Tabla 2.3: Resultados del estudio de la sección delgada FCT-3.....	42
Tabla 2.4: Resultados del estudio de la sección delgada FCT-4.....	44
Tabla 2.5: Resultados del estudio de la sección delgada FCT-5.....	46
Tabla 4.1: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano A, de la primera sesión.....	85
Tabla 4.2: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano B, de la primera sesión.....	86
Tabla 4.3: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano C, de la primera sesión.....	87
Tabla 4.4: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano D, de la primera sesión.....	88
Tabla 4.5: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano E, de la primera sesión.....	90
Tabla 4.6: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano F, de la primera sesión.....	91
Tabla 4.7: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano A, de la segunda sesión.....	92
Tabla 4.8: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano B, de la segunda sesión.....	94
Tabla 4.9: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano C, de la segunda sesión.....	95
Tabla 4.10: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano pulido A, de la tercera sesión.....	96
Tabla 4.11: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano pulido B, de la tercera sesión.....	97
Tabla 4.12: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano pulido C, de la tercera sesión.....	98
Tabla 4.13: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV, para el grano pulido D, de la tercera sesión.....	99
Tabla 4.14: Resultados semicuantitativos del análisis de MEAV, para el grano A.....	102
Tabla 4.15: Resultados semicuantitativos del análisis de MEAV, para el grano B <sub>1</sub> , del cristal A.....	103
Tabla 4.16: Resultados semicuantitativos del análisis de MEAV, para el grano B <sub>2</sub> , del cristal A.....	104
Tabla 4.17: Resultados semicuantitativos del análisis de MEAV, para el grano B <sub>3</sub> , del cristal A.....	105
Tabla 4.18: Resultados semicuantitativos del análisis de MEAV, para el grano C.....	106

Tabla 4.19: Resultados semicuantitativos del análisis de MEAV, para el grano D .....	107
Tabla 4.20: Resultados semicuantitativos del análisis de MEAV, para el grano F <sub>1</sub> , del cristal F .....	109
Tabla 4.21: Resultados semicuantitativos para la muestra de FCT refinada entre 3,09 y 3,225 grs/cm <sup>3</sup> .....	116
Tabla 4.22: Especies de apatitos reconocidos por difracción de R.X, la muestra de FCT refinada entre 3,09 y 3,225 grs/cm <sup>3</sup> .....	117
Tabla 4.23: Parámetros necesarios para obtener el Factor Z .....	119
Tabla 4.24: Valores de Z individuales y globales para el estándar apatito de Durango .....	120
Tabla 4.25: Edades individuales y globales según las diferentes estimaciones para la muestra FCT-1 .....	121
Tabla 4.26: Edades individuales y globales según las diferentes estimaciones para la muestra FCT-2 .....	123

## INTRODUCCIÓN

El uso de estándares en todos los métodos de datación radiométrica es muy importante por dos razones: la primera de ellas es que permite calibrar los procedimientos de laboratorios y la segunda razón y la más importante es que permite obtener parámetros que son necesarios en la ecuación de tiempo proveniente del decaimiento radioactivo de isótopos inestables.

En el caso particular de este trabajo, se caracterizó el estándar conocido como apatito de Fish Canyon, con la finalidad de determinar posibles fenómenos físico químicos que hacen que la edad proporcionada por el método de huellas de fisión en algunos granos no coincida con la edad proporcionada por el método de datación por potasio-argón (K-Ar).

Por este motivo el presente trabajo especial de grado se ha dividido en cinco capítulos: El primero trata acerca de los objetivos que se persiguen en la caracterización del apatito, así como el planteamiento del problema en cuanto a los fenómenos reportados por Green (1986) acerca de las severas discrepancias que existen en la edad de este mineral, la metodología aplicada en el laboratorio y oficina, así como la disponibilidad de la muestra y se presentan los antecedentes de la zona de estudio.

En el segundo capítulo se presenta el marco geológico del campo volcánico San Juan, tomando en cuenta la estratigrafía de la zona, estructuras que resistieron la erosión y que aún se encuentran presente, tales como diques y diaclasas columnares, la posible secuencia evolutiva de la cuenca San Juan. Se estudia la petrología de los minerales constituyente de esta toba volcánica según Lipman 1976, así como la teoría de formación y rejuvenecimiento del cuerpo magmático del campo San Juan, según Bachmann 2003. Se hace una descripción de secciones petrográficas efectuadas a la toba y clasificación de la roca, usando el triángulo APQ según Streckeisen (1979).



El tercer capítulo presenta los procedimientos llevados a cabo para obtener la fracción de separados de minerales pesados y la metodología aplicada para la preparación de la muestra con la finalidad de caracterizarla mediante de análisis de difracción y fluorescencia de rayos X, microscopía electrónica de barrido de bajo y alto vacío y datación por el método de huellas de fisión.

En el cuarto capítulo se analizan los resultados obtenidos de cada uno de los análisis. Por último se presentan las recomendaciones y las conclusiones.

# CAPÍTULO I

## MARCO INTRODUCTORIO

### **Introducción**

Los minerales pesados de apatito y circón de la toba volcánica de Fish Canyon representan un estándar internacional para el fechado de muestras de edad desconocida por el método de huellas de fisión (Wagner, 1992), el evento geológico asociado a la formación de estos minerales es una extrusión volcánica de hace  $27.4 \pm 0.4$  Ma según el método de datación Potasio Argón (K-Ar) (Faure, 1986), en todos los laboratorios de termocronología en el ámbito mundial se comienza con la datación de tales minerales a fin de calibrar la técnica. En este capítulo se presenta la importancia de este estándar, el problema planteado y la metodología de trabajo que se aplicó para resolver el problema.

### **Problemas reportados**

Sin embargo, a pesar de que la edad ya está establecida hay severas discrepancias en la edad proporcionada por el método de huellas de fisión, parte de esos fenómenos fueron reportados por Green en 1986 y se debe básicamente a dos factores:

- 1) La existencia de errores experimentales en la separación, montaje, revelado, pulido e irradiación de las muestras según el método de datación por huellas de fisión.
- 2) La presencia de una distribución de uranio-238 no uniforme.

Estos dos factores se discriminan en la literatura (Green, 1986) como errores poissonianos y no poissonianos respectivamente.

La determinación en el laboratorio de tales datos se hace aplicando el test  $\chi^2$  de Galbraith (Galbraith, 1981). Sin embargo, al tomar los datos que pasan el test y al hacer los análisis estadísticos sigue existiendo discrepancias.

### **Planteamiento del Problema**

Inicialmente se utilizaba la técnica de poblaciones para estimar la edad y por la gran diferencia de edades reportadas se pensó que podía ser por la alta distribución del uranio-238 en las muestras de circón y muy pocas en cristales de apatitos (Wagner, 1992). Con el fin de eliminar la influencia de la distribución del uranio surge la Técnica del Detector Externo. Sin embargo en la actualidad aún existen este tipo de datos que generalmente son eliminados de los reportes, otros análisis estadísticos realizados (Bermúdez, 2002) sugieren que posiblemente la influencia de la distribución heterogénea grano por grano no haya sido eliminada totalmente. Por tal razón, partiendo del último problema, se realizará una caracterización de cristales de apatitos por el método de huellas de fisión y por técnicas convencionales que permitan calibrar el método de huellas de fisión en el Laboratorio de Termocronología de la UCV, esta caracterización permitiría reportar algunos fenómenos físico-químicos que tal vez causen las altas discrepancias en la edad y que son corregidos matemáticamente en el trabajo de Bermúdez (2002).

En el siguiente trabajo especial de grado se utilizará el Método de Huellas de Fisión basados en la técnica del detector externo, en conjunto con otras técnicas convencionales a fin de caracterizar los apatitos pertenecientes a la Toba Volcánica del Fish Canyon ubicada en las Montañas San Juan de Colorado. Por lo que se hará un estudio detallado tomando en cuenta:

1. Descripción de la geología local y eventos geológicos que produjeron la extrusión ígnea, esto se hará mediante una recopilación bibliográfica y hemerográfica.
2. Preparación petrográficas de cinco secciones delgadas de esta toba volcánica con la finalidad de identificar minerales constituyentes y validar alguna de las diferentes teorías de la extrusión ígnea que la originó.
3. Separación de minerales pesados para la obtención de apatitos.
4. Realizar análisis de difracción y fluorescencia de Rayos X para la identificación de minerales y para la determinación de elementos químicos en el separado de apatitos, esto permitirá determinar los constituyentes, es decir, si es flúor apatito, hidróxil apatito o cloro apatito. El grabado de las huellas de fisión en este mineral depende de la composición química del apatito.
5. Aplicación de la técnica del detector externo (TDE) sobre los separados de apatito.

### **Ubicación Geográfica**

La zona de estudio se ubica en el Estado de Colorado, en Estados Unidos de América (USA), específicamente en la Población de Gunnison entre las Montañas San Juan de Colorado y la Meseta del Colorado. Con una Latitud de  $38^{\circ} 26' N$  y una Longitud de  $107^{\circ} 19' O$ . Esta se puede apreciar en la Figura 1.1.

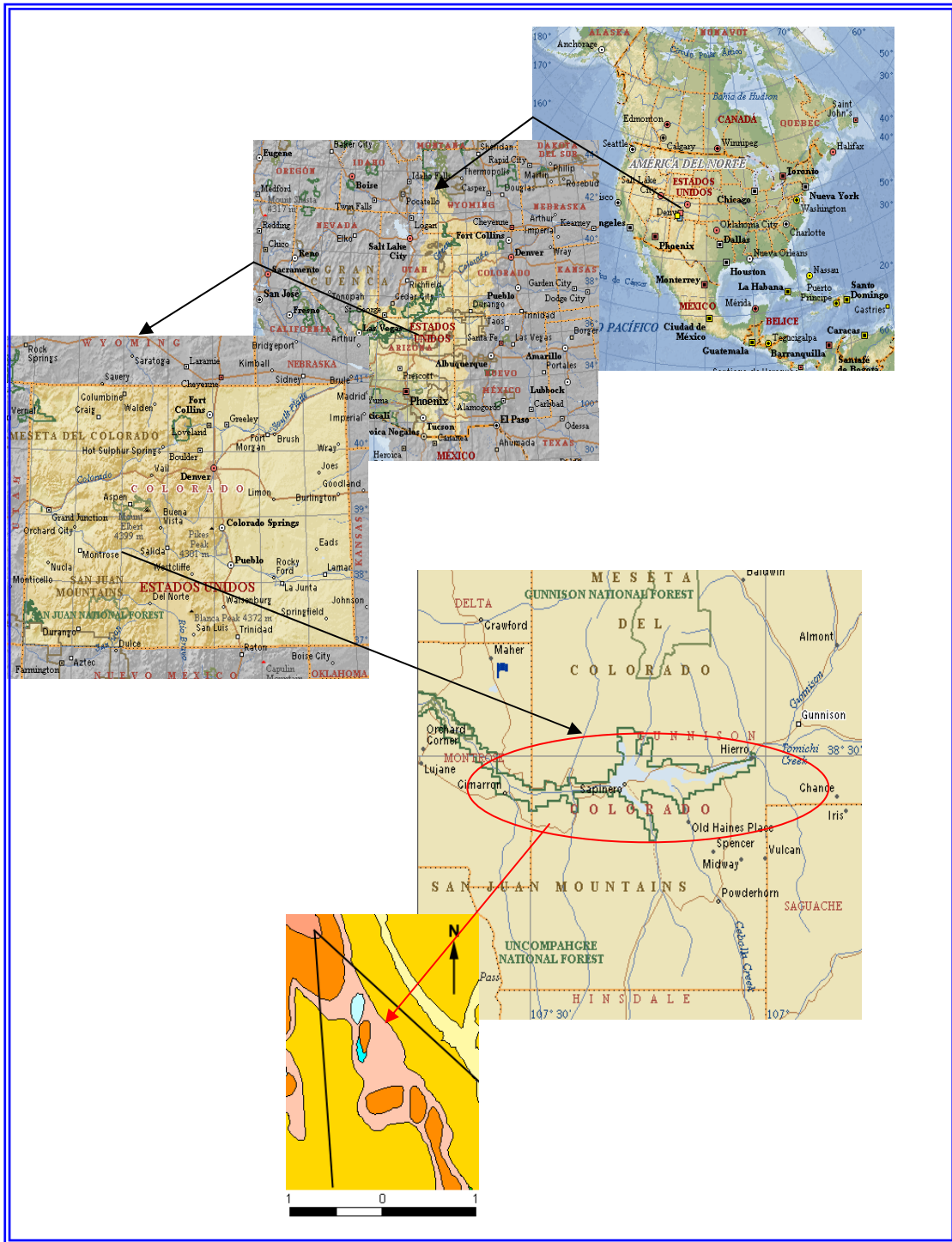


Figura 1.1: Mapa de Localización Geográfica Fish Canyon Tuff.  
 (Tomada y modificada de Microsoft Encarta 2003 y de [www.western.edu/geology](http://www.western.edu/geology))

## **Antecedentes**

Olson. J, Hedlund. D y Hansen.W (1968) estudiaron la estratigrafía volcánica del Terciario del Cañón Negro en la región de Gunnison y Montrose, Colorado. Posteriormente Steven. T, Lipman. P y Olson. J, (1974) realizaron estudios sobre la estratigrafía de las cenizas fluidas y las estructuras presentes en la caldera en el campo volcánico San Juan al Sur-Oeste de Colorado Cañón Negro. Luego Leary. W y Whitney. J, (1981) estudiaron la génesis magmática de las tobas de cenizas fluidas del Fish Canyon, en las montañas de San Juan Central, Colorado. Self. S y Wright. J, (1983) estudian las grandes ondulaciones y formas generadas en el Fish Canyon, Colorado. Larson. P y Taylor. P, (1984) relacionan en el Terciario las tobas de cenizas fluidas desde las complejas calderas estructurales en el Norte, en las montañas de San Juan Central.

Posteriormente Naeser. C y Cebula. C, (1985) realizan una recolección del Fish Canyon Tuff por estandarización de huellas de fisión. Whitney. J y Stormer. J, (1985); describen la mineralogía, petrología y las condiciones magmáticas del Fish Canyon Tuff, campo volcánico San Juan Central, Colorado. Naeser. C, (1986) describe al Fish Canyon Tuff, como un potencial estándar de argón 40, por el método de datación de huella de fisión. Lipman. P, Lanphere. M, Reynolds. R, Rosenbaum. J y Sawyer. D, (1987) realizaron nuevos estudios estratigráficos y estructurales, así como las implicaciones por mineralización en la caldera del grupo San Juan Central, Colorado. También Fleisher. C, Whitney. J y Stormer; describen la petrología, estratigrafía y geoquímica del Fish Canyon Tuff, en la caldera monte esperanza, montañas de San Juan, Colorado.

Johnson. M y Rutherford. M, (1987) determinan las condiciones de temperaturas, presiones y contenido de agua en la cámara magmática como determinación experimental. Dungan. M y Lipman, (1988) estudian los comportamiento de contracciones volátiles en grupo en el Fish Canyon Tuff, como también aplicaciones de apatitos en soluciones sólidas.

Wadatsumi. K y Masumoto. S, (1990) realizaron medidas de longitudes en huellas de fisión, sobre circones del Fish Canyon Tuff. También Brien. A, (1994) estudia el desvanecimiento característico de huellas de fisión espontáneas y inducidas en circón del Fish Canyon Tuff.

Dungan. M, Lipman y Bachmann, (1996) estudiaron el magmatismo y el multiestado eruptivo del Fish Canyon Tuff, en el campo volcánico San Juan.

Odin. G, (1999) Realizó evaluaciones de edades en minerales del Fish Canyon Tuff, intercomparando con otros minerales estándar.

Dungan. M, Lipman y Bachmann, (2000) determinaron cuerpos voluminosos de lava como mayores precursores de la cenizas fluidas en el campo volcánico San Juan, Colorado.

Garver, J (2001) reporta que existen diversas formas para revelar las huellas espontáneas en muestras de circón de Fish Canyon Tuff.

Lanphere. M y Baadsgaard. H, (2001) determinaron edades que sirven como referencias estándar de 27.5 millones de años en minerales pertenecientes al Fish Canyon Tuff, bajo el método de datación K/ Ar, Rb/Sr y U/Pb. Posteriormente Bachmann, describe la vulcanología, petrología y geocronología del sistema magmático del Fish Canyon en el campo volcánico San Juan, Colorado. También Dungan. M, Lipman y Bachmann, (2002) describieron el rejuvenecimiento y erupción de la corteza superior batolítica en el cuerpo magmático del Fish Canyon, campo volcánico San Juan, Colorado.

Bermúdez (2002) plantea que los problemas de inhomogeneidades de uranio no han sido todavía resueltas por la técnica del detector externo.

### **Importancia de este estudio**

Esta toba del Fish Canyon, es de gran importancia debido a que esta es una de las tobas de cenizas laminares fluidas más extensas reconocidas en el mundo, que consiste de alto contenido de ricos fenocristales dacíticos. También es de gran

importancia, ya que ella mantiene una composición uniforme en toda su extensión (5000 Km<sup>3</sup>) durante el Terciario y por lo rápido del evento geológico que la produjo, todas las huellas espontáneas tienen la misma longitud.

Las tobas, por ser de origen ígneo volcánico contienen buena información radiométrica que permite su datación por estos métodos, además estas tobas se depositaron como sedimentos provenientes de la expulsión de un volcán en erupción, y contienen grandes cantidades de minerales en los cuales existen pequeñas proporciones de elementos radiactivos naturales.

A raíz de tales características, en todos los laboratorios de termocronología en el ámbito mundial, se datan los minerales pesados (apatito, circón y esfenas) de la toba volcánica de Fish Canyon, a fin de calibrar la técnica y de determinar uno de los parámetros necesarios para poder calcular la edad a otras muestras de edad desconocida, este parámetro es conocido como Factor Z (Wagner, 1992).

### **Metodología**

Esta etapa fue dividida en dos sub-etapas: oficina y laboratorio.

#### *Oficina*

La metodología usada en esta sub-etapa consistió de:

- (a) Uso de la base de datos: GeoRef (Termocronología de la UCV), Science Citation Index (IVIC), las bibliotecas nacionales (Intevep, PDVSA, ULA, UDO, LUZ, USB), Ministerio de Energía y Minas, Instituto de Ingeniería (MCT) e Internet.
- (b) Estudiar el método de huellas de fisión a través de la técnica del detector externo y técnicas de poblaciones, aplicados a la muestra seleccionada con el fin de determinar su edad por el método de huellas de fisión.



- (c) Familiarizarse con técnicas convencionales como: Difracción y Fluorescencia de rayos X, e interpretar los espectros arrojados de tales técnicas para roca total y para el separado de apatitos.
- (d) Familiarizarse con cada uno de los equipos de laboratorio, lectura de cada uno de los manuales y aprender las medidas de seguridad en el laboratorio.
- (e) Realizar una comparación entre las distintas técnicas estadísticas aplicadas a poblaciones de grano y los métodos grano a grano con el fin de validar las edades proporcionadas por esta.

#### *Disponibilidad de la muestra*

Debido a que la zona de estudio no pertenece al territorio venezolano, es difícil organizar un trabajo de campo, sin embargo disponemos de más de 30 kilogramos de muestras de tobas seleccionadas en la zona planteada para este trabajo especial de grado, dichas muestras de tobas fueron suministradas por el Prof. Jorge Mora del Departamento de Geología, mientras estuvo en Estados Unidos. Además de esto, se cuenta con el apoyo de instituciones en el ámbito internacional quienes están interesadas en la caracterización de este estándar internacional, como lo son: United States Geological Survey, Denver-Colorado, USA. Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares de México (ININ), Union College, Schenectady New York y Geotrack International, Australia.

#### *Laboratorio*

La metodología consistió de lo siguiente:

- (a) Preparación de cinco (05) secciones delgadas a las muestras de la toba volcánica de Fish Canyon para la interpretación petrográfica de minerales, estas secciones se escogerán de manera que contengan la mayor cantidad de variaciones laterales de la extrusión ígnea.

- (b) Extracción de los granos de apatitos por los diferentes métodos (gravimétrica, magnética y visual).
- (c) Realizar análisis de difracción y fluorescencia de rayos X, y microscopía electrónica de barrido de bajo y alto vacío.
- (d) Preparación de la muestra y su clasificación por el método del detector externo con la finalidad de estudiar las huellas inducidas y espontáneas.
- (e) Seguir la metodología para la preparación de la muestra antes de irradiarlas, según la técnica del detector externo.

## CAPÍTULO II

### MARCO GEOLÓGICO DEL CAMPO VOLCÁNICO SAN JUAN

#### **Introducción**

Los procesos geológicos de formación y evolución del Campo Volcánico San Juan, serán estudiados en detalle en este capítulo. En virtud de que esta es una cuenca que tiene una amplia extensión, se presenta la información tomando en cuenta los siguientes aspectos: el Cañón Negro de Gunnison; estratigrafía de éste; geología local de la montaña McIntosh; las grandes erupciones explosivas ocurridas en el campo; geología estructural del campo volcánico de San Juan; las diversas teorías de formación de magma en esta cuenca, la petrología de las rocas volcánicas pertenecientes a la Formación Fish Canyon, y por último, el análisis petrológico de cinco secciones delgadas de muestras de roca (toba) pertenecientes a esta formación.

#### **Cañón Negro del Monumento Nacional Gunnison**

Según Shaw (2002), el monumento nacional Cañón Negro está localizado en el río Gunnison a unas 7 millas al NE de Montrose, Colorado. Recibe este nombre por la oscuridad que se forma debido a la profundidad con respecto a lo ancho del canal. El Cañón Negro fue cortado en su mayor parte por el río Gunnison el cual cae 2150 pies en 50 millas, la máxima pendiente en el monumento alcanza cerca de las 95 pulgadas en una milla. Este cañón es el resultado de la erosión de estructuras preexistentes. La figura 2.1 ilustra las formaciones que conforman el Cañón Negro.

#### *Estratigrafía*

La antigua formación rocosa localizada en la región del Cañón Negro es de roca metamórfica pre-cámbrica. Estos Esquistos y Gneis se encuentran en la roca basamento. Composicionalmente en un rango desde Cuarzo-Mica Gneis y Migmatitas a Micas-Esquistos y Anfibolitas.

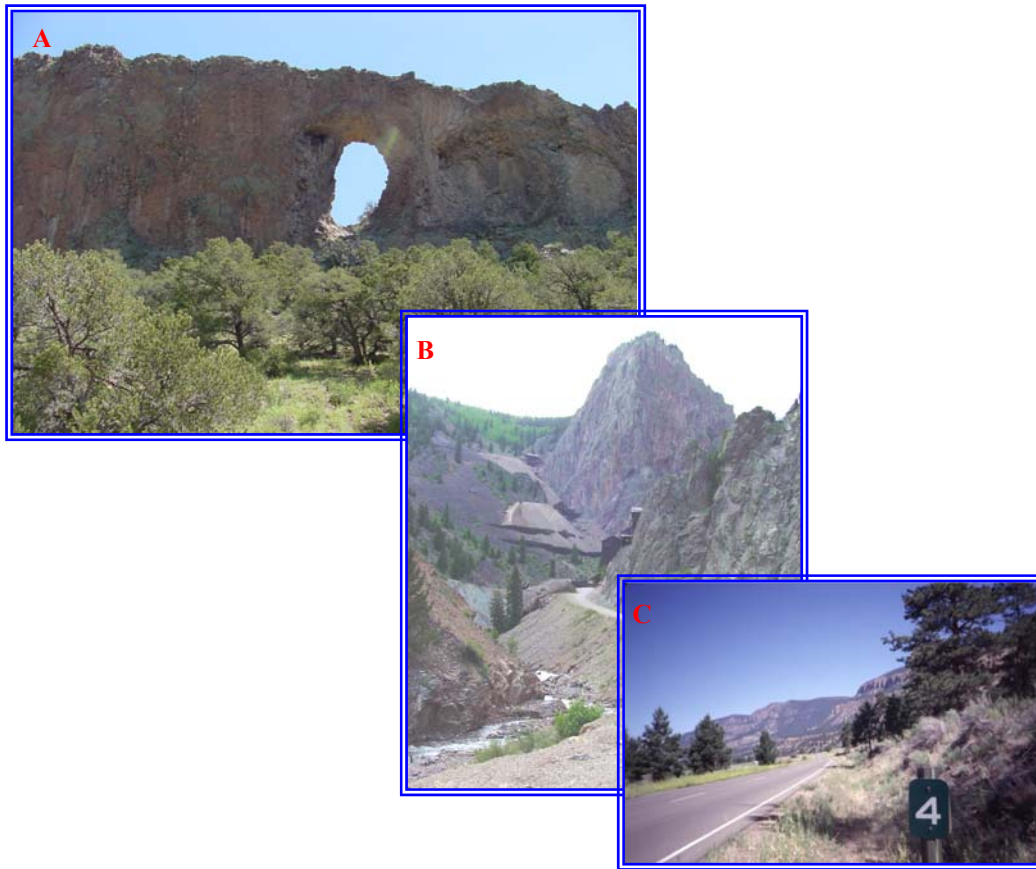
Por encima de la roca basamento se encuentran varias formaciones de roca ígnea de edad pre-cámbrica. Desde lo más antiguo a lo más joven, se observan hoyos o desgarres de Granodioritas, compuesta por dos formaciones: Vernal Mesa Quartz Monzonite y Curecanti Quartz Monzonite. Presente dentro de estas formaciones está la Pegmatita, frecuentemente formando intrusiones ígneas de diques verticales y horizontes de sills. Este grupo de rocas ígneas forman en su mayoría la actual muralla del cañón.

Erathean System		Formation	Member	Age (Ma.)	
Cenozoic	Quaternary	ss		1	
	Tertiary	Hinsdale Formation		18.5	
		Carpenter Ridge Tuff		27.5	
		Fish Canyon Tuff		27.8	
		Sapinero Mesa Tuff		28	
		Dillon Mesa Tuff		>28	
		Blue Mesa Tuff		>28	
		West Elk Breccia		32	
Mesozoic	Cretaceous	Mancos Shale		80	
		Dakota Sandstone		105	
		Burno Canyon Formation		110	
	Jurassic	Morrison Formation	Brushy Basin Member		145
			Salt Wash Member		
		Wanakah Formation	Junction Creek Sandstone Pony Express Limestone		155
Entrada Sandstone			170		
Paleozoic	Ordovician	Diabase		510±60	
	Cambrian				
Precambrian		Pegmatite		1700	
		Curecanti Quartz Monzonite		1420±15	
		Vernal Mesa Quartz Monzonite		1480±40	
		Pitts Meadow Granodiorite		1730±190	
		Metamorphic Rocks		>1700	

After Hansen, 1987

Figura 2.1: Columna litoestratigráfica del Monumento Nacional Cañón Negro, Colorado, USA.

Dentro de esta área se encuentran murallas como la pared de la Caldera Garita, y en su interior otras murallas como la de la Caldera Creed, y a su vez paredes formadas por murallas más pequeñas de diques que se han resistido a la erosión. El mecanismo estructural que rige la formación de estas murallas será presentado en las siguientes secciones. La figura 2.2, muestra los diques expuestos en forma de paredes en el campo volcánico San Juan, además se aprecian las paredes de la Caldera Garita, la Caldera Creed y algunos diques internos dentro de esta última.



*Figura 2.2: Estado actual de los diques del campo volcánico San Juan. (A) Dique existente en la Caldera Creed, (B) Muralla de la Caldera Creed con diques internos, (C) Paredes de la Caldera Garita, está última contiene la Caldera Creed.*

En el periodo Cámbrico al Ordovícico, la diabasa intrusión la roca existente en forma de dique, mientras la diabasa es limpiamente y poco común en el área, los diques muestran espesores de hasta tres millas, tal como se muestra en la Figura 2.2.

En las rocas no se encuentran evidencias dejadas durante el periodo Silúrico hasta el Pérmico. Mientras esas rocas eran probablemente depositadas, la erosión causada por el gran levantamiento de la región montañosa en Pensilvania, removió algún vestigio o traza (huella) existente en el área. En el Jurásico, la gran región montañosa comenzó a subsidir. Pero las formaciones no fueron depositadas hasta el final.

En cuanto a la depositación en el Jurásico, se encuentra la Formación Sandstone Entrada, se cree que esta formación es no-marina y que pudo ser depositada como un margen de poca profundidad hacia el mar, caracterizándose por poseer areniscas de color naranjas de pocos pies que contienen marcas de rizaduras (“ripple marks”), indicativo de una transgresión marina.

La Formación Wanakah, se depositó encima de la Sandstone Entrada. Esta formación se divide en dos miembros: el miembro Pony Express Limestone y Junction Creek Sandstone, estos probablemente se formaron como un brazo adjunto al mar. Evidencias de depositación eólica son indicadas por dunas sobre el lecho del mar extinto de Wanakah.

También de edad Jurásico, se encuentra la Formación Morrison. Formada sobre tierra, se representa el Cañón Negro por el miembro Salt Wash y el miembro Brushy Basin. Estos dos miembros se depositan como parte de un gran y fecundo aluvión. La Formación Burro Canyon se formó en el Cretácico y en cauces de arroyos y lagos, encima está la roca más común perteneciente a la Formación Dakota Sandstone. Similar a la formación Burro Canyon, Dakota estuvo estrechamente relacionada con la Formación Mancos Shale. Las arcillas que constituyen esta última Formación fueron depositadas cuando las aguas marinas inundaron el área. Posteriormente hubo una subsidencia de estas arcillas.

Después de una discordancia, volvieron volcanes al área, y la roca registró o grabó los eventos producidos por las rocas ígneas Terciarias pertenecientes a la

Formación West Elk Breccia, formadas en gran cantidad. Posteriormente se produjeron eventos individuales de actividad volcánica, las cuales depositaron cinco formaciones de tobas: Blue Mason Tuff, Dillon Mesa Tuff, Sapinero Mesa Tuff, Fish Canyon Tuff y Carpenter Ridge Tuff. Concluido el volcanismo en el Terciario fluyen los basaltos de la Formación Hinsdale.

### **Geología Local de la Montaña McIntosh**

En el verano de 1999 el Departamento de Geología del Western State Collage (WSC) mapearon dos cuadrantes para el servicio del parque nacional con el fin de ayudar a completar el mapa digital del Cañón Negro del parque nacional Gunnison y el área recreacional Curecanti. El mapeado de la Montaña McIntosh se hizo a una escala de 1:24000. Como parte de aquellos estudios se descubrió algunas interesantes interacciones entre el gran volumen de láminas de cenizas fluidas del Volcán San Juan y una secuencia de continua marcha de corriente que drena la Montaña Elk al Este. (Drenajes del Paleo-Gunnison, Taylor, y Tomichi).

En el Terciario temprano, los drenajes en la cuenca del río Gunnison debieron estar dominados por las corrientes fluidas al Oeste y el NO fuera del alto relieve de la Montaña Elk para el Este y el bajo relieve Gunnison elevado al SE, ambos de los cuales son estructuras Laramides. Estas estructuras forman el SO, Sur y margen oriental de la cuenca Piceance en esta área. Estos drenajes fueron interrumpidos 30-29 Ma en el pasado (Coven, et al.,1999 y Murphy et al. 2000) por lavas y restos fluidos desde el Volcán West Elk y la intrusión del grupo lacolítico Gunnison. Esta actividad ígnea de bloques en corrientes fluidas al Oeste y NO dentro del centro de la cuenca Piceance produce actualmente el desvío del río Gunnison hacia el Sur y hacia el Este. Desviando el río Gunnison directamente al área recreacional Curecanti y el Cañón Negro, situados en el Parque Nacional Gunnison. Con una edad de 28 Ma; los sistemas drenados en el área fueron interrumpidos por el emplazamiento de grandes volumen de flujos de cenizas laminares, tanto en la parte oriental y central de la

caldera del volcán San Juan, que rellenan la topografía baja entre las montañas San Juan y West Elk.

El cuadrante Montaña McIntosh está localizado en el área donde esta interacción es mejor expuesta. Hay numerosas gravas fluviales expuestas entre las tobas, siendo este uno de los mejores ejemplos de afloramiento en el mundo.

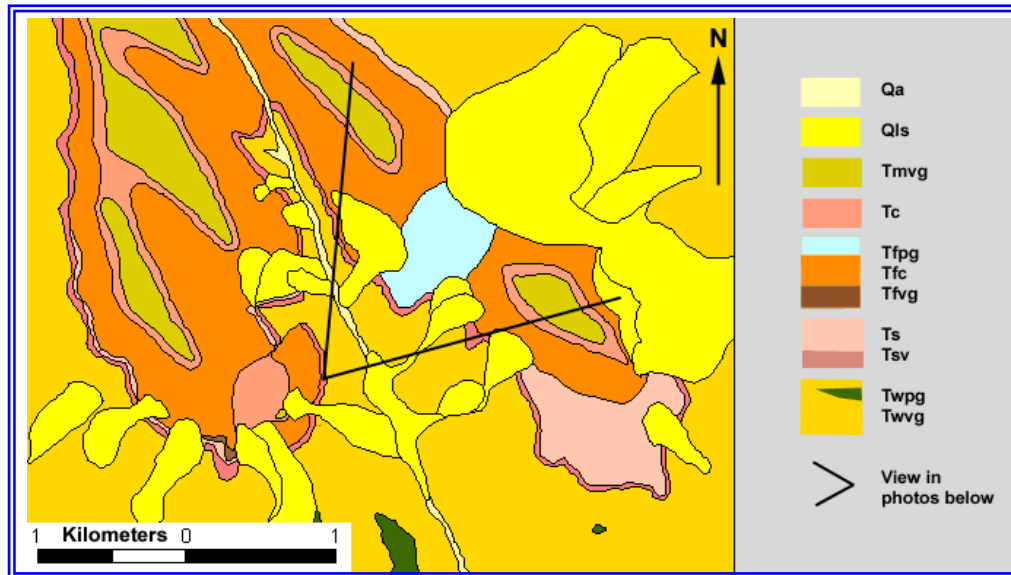


Figura 2.3: Mapa geológico a escala 1:30000 del sector de la Montaña McIntosh, en este cuadrante se encuentra el Volcán West Elk y el sector donde afloran las brechas del Elk.

La Figura 2.3 muestra en detalle el mapa geológico a escala 1:30000 del sector de la Montaña McIntosh donde aflora actualmente el Volcán Elk. Esta área está sobre la ladera SO del Volcán West Elk (Twvg). En este sector se encuentran brechas volcánicas (Formación West Elk Breccia) las cuales registraron los diferentes procesos de volcanismo, y producto de estas erupciones la topografía fue alterada, haciendo subir la baja inclinación. Esta brecha, consiste de restos fluidos y basto material derivado del volcán (Twvg). Los clastos en esta unidad son enteramente volcánicos, dominado por lavas medias e intermedias. Hacia el Sur, y justamente en la vista de la figura anterior, se encuentran las gravas fluviales que grabaron los canales del paleo-río Gunnison (Twpg). Estas gravas contienen rocas ígneas precámbricas y metamórficas, rocas sedimentarias paleozoicas y mesozoicas en



adición a volcanes. El Volcán West Elk estuvo activo por un corto tiempo ( $<0.5$  Ma) alrededor de 30 Ma (Coven et al., 1999).



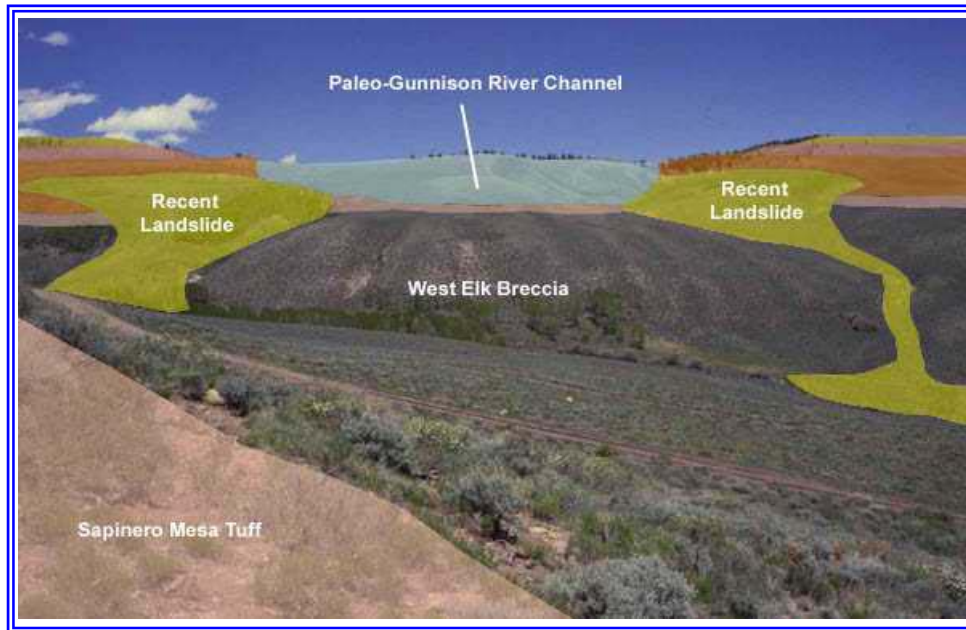
*Figura 2.4: Vista del Cañón Blanco de Gunnison donde se muestra el corte realizado por los rellenos del canal del Paleo-Gunnison.*

La inclinación del volcán fue después modificada por el emplazamiento de grandes volúmenes de flujos de cenizas provenientes del Volcán San Juan, el cual relleno el canal del paleo río Gunnison, formando una rampa sobre la ladera del Volcán West Elk. Los antiguos flujos de cenizas sobre este mapa (Figura 2.3) corresponden a la mesa volcánica conocida como Sapinero Mesa Tuff de edad 27.9 Ma (Bove et al. 2001), el cual fue emplazado directamente sobre el West Elk Breccia en esta área. El emplazamiento de esta toba interrumpió el drenaje del antiguo río Gunnison, el cual fue reafirmado y relleno con gravas polimícticas que cortaron el Sur de esta área. Los drenajes del Volcán West Elk fueron también reafirmados y rellenos con gravas volcánicas en este tiempo. Uno de estos canales es cortado en esta área (Tfvg).

Estos drenajes fueron modificados por el emplazamiento de la Toba Volcánica de Fish Canyon (27.6 Ma; Lipman 2000). Después de este tiempo el drenaje del Paleo-Gunnison fue movido al Norte y cortado en un grande y relativamente angosto

canal dentro la toba (Tfpg). La mejor exposición del canal está en el área mostrada en la Figura 2.3. El canal, donde este cruza la Mesa, está a 175 m de profundidad y 580 m de una parte a otra, y completamente cortado continúa el Fish Canyon Tuff bajo el Sapinero Mesa Tuff. Con el tiempo, éste fue un enorme desfiladero que exhibía tobas claras y coloreadas, por lo que actualmente se le denomina a este sector el “Cañón Blanco de Gunnison”. Estos canales son también únicos, los cuales son expuestos sobre el lado del Volcán West Elk aproximadamente 350 m encima de la depresión o valle formado por el tope del Fish Canyon Tuff entre los Volcanes San Juan y West Elk. La Figura 2.4 muestra los cortes y rellenos formados por gravas polimícticas actualmente en la zona de estudio, esta misma zona ha sido marcada en la figura 2.3, por líneas negras a fin de mostrar la disposición de los rellenos.

Las gravas polimícticas fueron enterradas por el Carpenter Ridge Tuff (Tc), el cual erupcionó a los 27.4 Ma (Lipman, 2000). Con el tiempo el drenaje del Paleo-Gunnison estuvo siempre moviéndose hacia el Sur, y los drenajes del Volcán West Elk fueron reafirmados en esta área y se depositaron las gravas volcánicas sobre el tope del Carpenter Ridge Tuff (Tmvg). La Figura 2.5, muestra la misma imagen que la Figura 2.4, con la diferencia de que cada uno de estos eventos geológicos es marcado sobre el paisaje. En esta figura también se observan los canales incisos y la forma en que la toba volcánica interrumpe los drenajes, siendo posteriormente rellenados con gravas volcánicas, que luego estos son cubiertos por el Carpenter Ridge Tuff (27.2 Ma) y las Brechas Volcánicas del West Elk son depositadas sobre las estructuras preexistentes.



*Figura 2.5: Vista del “Cañón Blanco de Gunnison”, con la geología superimpuesta., esta incluye las Formaciones Sapinero Mesa Tuff (27.9 Ma), Carpenter Ridge Tuff (27.2 Ma) y Fish Canyon Tuff (27.6 Ma) y la Brecha volcánica del West Elk.*

En la Figura 2.6 se observa el mapa y las fotos con la continuación de estos canales hacia el Oeste. Esta vista es desde lo alto, sobre una Paleo-inclinación del Volcán West Elk. Se forma un fuerte acantilado formando una unidad y en la media distancia está el Sapinero Mesa Tuff depositado directamente sobre la Brecha del Volcán West Elk. El primer plano está densamente unido a Carpenter Ridge Tuff con el Sapinero Mesa abajo. La mesa situada en la media distancia tiene restos o remanentes del Fish Canyon Tuff y dos canales de gravas separados. El más grande está a continuación del canal antes nombrado. El más lejano es una huella del activo río Gunnison entre el emplazamiento del Sapinero Mesa y Fish Canyon Tuff. En la parte alta del cerro se encuentra la Garita Oeste de la Garita (Fish Canyon) y las Calderas Bachelor del Volcán (Carpenter Ridge) detrás del cerro.

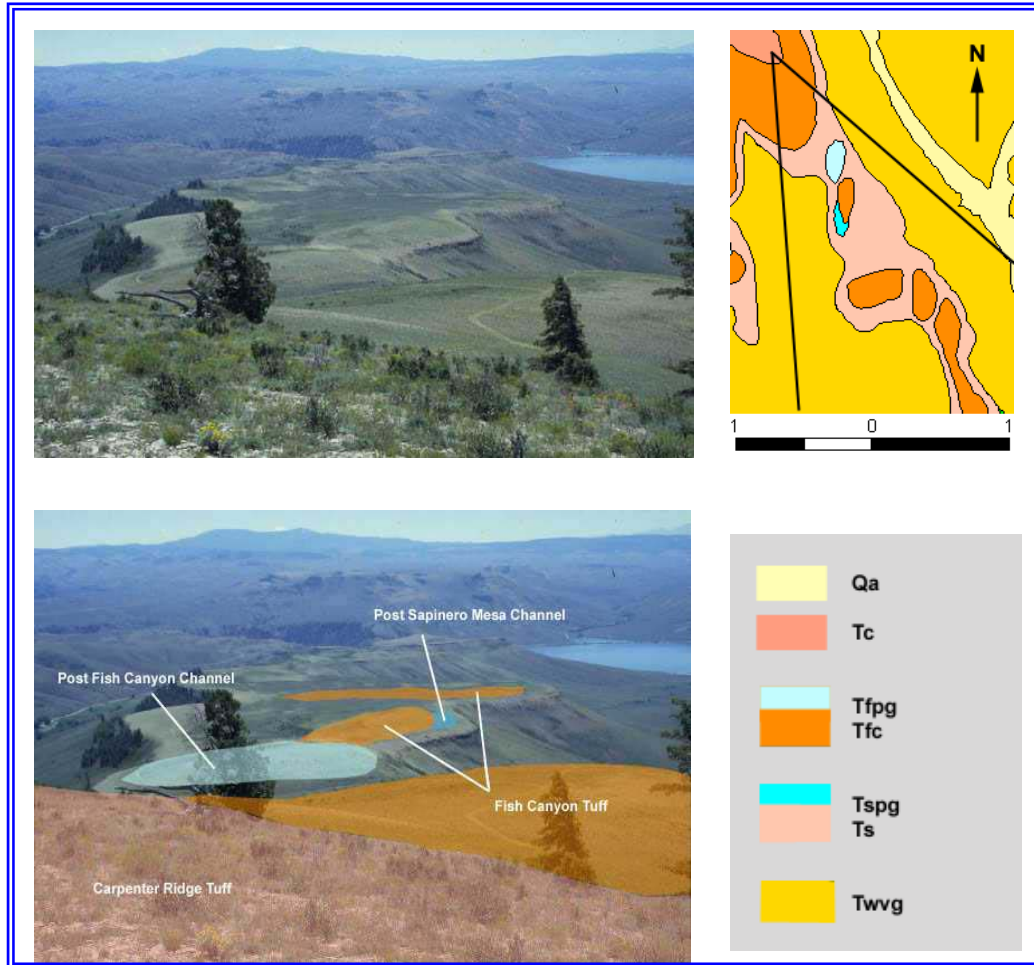


Figura 2.6: Vista similar a la figura 2.5 hacia el Oeste del Volcán, mostrando la continuación de los canales. El fuerte acantilado que se encuentra formando una unidad es el Sapinero Mesa Tuff depositado directamente sobre el West Elk Breccia. Las unidades en la leyenda excepto el Tspg representan la grava polimíctica y registran la traza del Paleo Gunnison establecido entre el Sapinero Mesa y el Fish Canyon Tuff.

### Grandes Erupciones Explosivas Ocurridas en el Campo San Juan

Reciente estudios petrológicos de campo en el grupo de la caldera central del Oligoceno en el campo volcánico San Juan, pueden mostrar que la edad de 27.8 Ma, asociada al Fish Canyon Tuff y a la Caldera Garita son más voluminosas y complejas que la reconocida anteriormente (27.6 Ma). Esta toba, se reconoce mundialmente como una extensión de grandes flujos de cenizas laminares, estas cenizas consisten de

fenocristales uniformes ricos dacíticos que se extiende a gran distancia y hasta el centro de la caldera formando lagos; el Fish Canyon representa un tipo de ejemplo de “intermedios monótonos”, es decir, erupciones desde una cámara que carece de gradiente composicional. Entre los diecisiete grandes flujos de cenizas laminares (100 a 1000km<sup>3</sup>) del Terciario en el campo San Juan (Steven y Lipman, 1976), el Fish Canyon Tuff representa el mayor de estos volúmenes (ahora estimado como aproximadamente 5000km<sup>3</sup>), basado sobre el gran espesor de la intracaldera Tuff y otras extensiones de fluidos composicionalmente uniforme (67.5%-68.5% SiO<sub>2</sub>), el alto contenido de fenocristales (35-50%), y sólidos parecidos a fenocristales (plagioclasa, sanidina, cuarzo, biotita, horblenda, esfena, apatito, circón, Fe-Ti óxidos). Esto solamente representa la composición de los flujos laminares de cenizas de San Juan, es decir, fenocristales de horblenda sin auquita. A pesar de este volumen, la toba laminar entera forma un único enfriamiento formando una unidad dacítica, aunque es una dacita por el contenido de los fenocristales, su matriz es riolítica (75-76% SiO<sub>2</sub>).

### **Geología Estructural del Campo Volcánico de San Juan**

Un gran cuerpo de rocas semejantes a lava (30 Km. de extensión, 0.5 a 1 Km. de espesor, y 200-300 km<sup>3</sup> de volumen) a lo largo del recientemente reconocido margen Sur de la Caldera Garita, y una pequeña Postcaldera de lava fluida en el foso Norte, son composicionalmente indistinguibles de las tobas de fluidas cenizas, mostrando varios procesos eruptivos desde un gran cuerpo magmático. La dacita precaldera fue previamente interpretada como un espesor unido al Fish Canyon Tuff (Steven y Lipman, 1976) estancadas dentro de una caldera existente, pero carecía de fragmentos líticos y estaba localmente estratificada. La dacita exhibe complejas texturas y estructuras que son transicionales entre lavas silíceas típicas y depósitos piroclásticos.

Las erupciones iniciales fueron pumitas, y el principal cuerpo dacítico contiene fragmentos esparcidos texturales de brechas “blob” distintivas (fragmentos

redondeados de 2 m), indicativo de una erupción con escupidas relativamente densa en una pobremente escogida matriz fragmental. No se han encontrado evidencias que indique erupciones iniciales como lavas fluidas, igualmente algunos materiales cercanos están fuertemente estratificados y cuyas texturas han sido eliminadas. El esparcimiento gravitacional puede localmente generar grandes rampas estructurales (buzando 70°) en depósitos distales. Lipman et al (1997) interpretó las rocas semejantes a lava como el producto de una fuente de baja energía piroclástica, mejor dicho con lava fluida. Aunque petrológicamente diversas lavas y tobas fueron expulsadas lejanamente en la región de San Juan antes de las erupciones del Fish Canyon, la lava semejante dacítica es solamente un precursor composicional de las voluminosas cenizas fluidas del Fish Canyon.

El mapeo detallado de las precaldersas semejantes a lava fueron documentados como grandes complejos de fallas que acompañan las erupciones de este cuerpo enigmático. Aunque no ha sido completamente analizado, estas fallas definen un amplio complejo de graben con tendencia Norte que fueron truncadas por una subsidencia subsecuente de la Caldera Garita. Muchas de estas fallas de tipo graben cortan las rocas dacíticas semejantes a lava pero son cubiertas discordantemente por el Fish Canyon Tuff. A lo largo de algunas fallas, la dacita se adelgaza abruptamente o se deposita contra escarpes de línea de falla. A lo largo de otras fallas, la dacita está variablemente interrumpida localmente, mostrando extrema brecciación o intensos flujos reomorficos. Sobre todo estas fallas definen trozos o piezas de bloques de fallas subsidentes asociadas con la erupción de la dacita, la primera de estas geometrías de subsidencia han sido reconocidas en la región de San Juan. Notablemente los fragmentos de graben están asociados con actividades de baja energía piroclástica, más que las principales erupciones de flujo de cenizas y subsidencia de la caldera.

En la Figura 2.7, se muestra el mapa geológico de la Cuenca de San Juan, este mapa incluye el depósito de Fish Canyon Tuff, La Caldera Garita y flujos de lavas asociados.

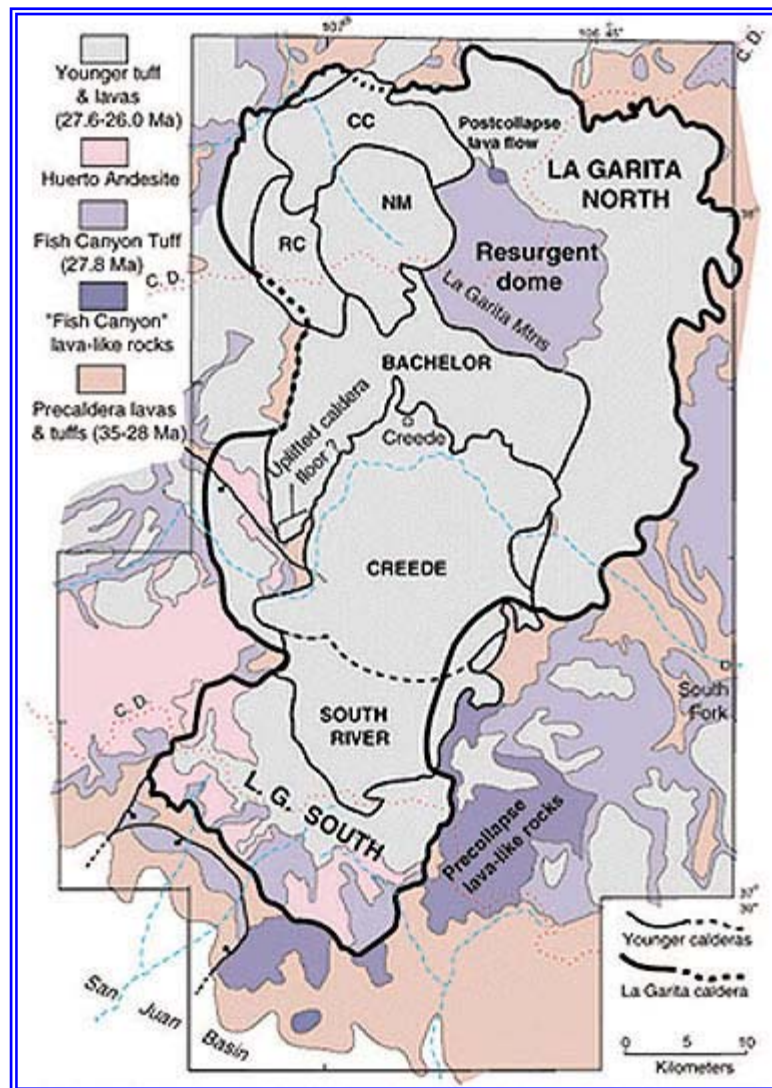


Figura 2.7: Mapa geológico generalizado de la Caldera Garita.

La gran Caldera Garita (40 × 30 Km), se creía que el margen Sur estaba oculto debajo de Calderas jóvenes subsidentes. (Steven y Lipman, 1976). En el verano de 1995, se encontró en el margen Sur de la Caldera Garita un pozo expuesto dentro del abrupto Weminuche Wilderness, situado entre 30-35 Km al Sur de la posición anteriormente determinada. La actividad eruptiva, la profunda subsidencia y el postderrumbe surgido variaba entre estos tres sectores, a pesar de que sólo existió un único flujo laminar de cenizas asociado con la caldera. En cada sector de la caldera, la toba expulsada se encuentra truncada a lo largo de las paredes de ésta, contra la cual

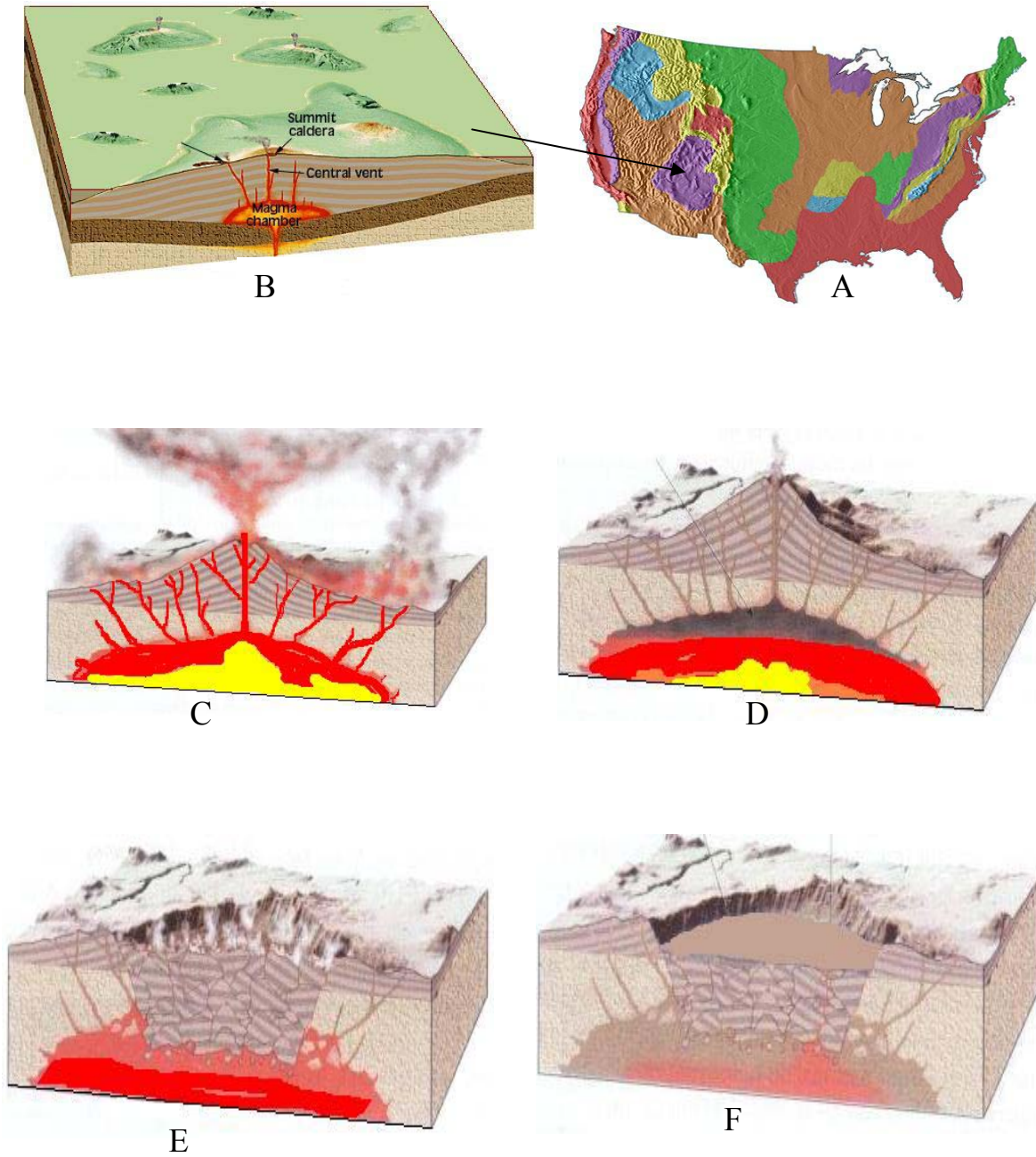
la toba intracaldera se encuentra deposicionalmente acuñada. Ambas tobas intracalderas y extracalderas tienen el mismo grupo de fenocristales, composición mineral, polaridad paleomagnética, edad isotópica, y composición elemental, proporcionando una segura correlación, a lo largo de la zona de estudio, según Lipman (1976).

En el sector Norte de la Caldera, la montaña Garita es el resultado de un nuevo levantamiento del bloque de la toba intracaldera del Fish Canyon a más de 1200 m de espesor, sin exponer el contacto basal (Steven y Lipman, 1976). A lo largo del lado Oeste del sector central se encuentra un bloque inclinado el cual puede representar otro foco de resurgencia expuesto sobre una sección incompleta de la toba intracaldera (350 m) descansando sobre una vieja unidad volcánica del fondo de la Caldera. A 800 m, se muestran niveles erosionales tanto en el sector Sur, como en el Norte, sin alcanzar el suelo de la Caldera la resurgencia está ausente en el sector Sur, en cambio, fallas lineales periódicamente cortan el relleno de la Caldera, el cual incluye las lavas andesíticas de la Formación Huerto que crecieron en el sector Sur después del colapso o derrumbe. El “nuevo desarrollo” de la Caldera Garita encierra completamente la fuente de la Caldera de las siete erupciones más grandes de flujos de cenizas del campo central de la Cuenca de San Juan durante los próximos 1.5 millones de años.

En la figura 2.8, se resume desde un punto de vista estructural, la geología del campo volcánico San Juan, el cual es explicado gráficamente a continuación: En la figura 2.8-A, Se aprecia la ubicación de la cuenca San Juan; luego en la Fig. 2.8-B, se observa el abombamiento de la corteza continental, producto de una cámara magmática ascendente poco profunda. En la Fig. 2.8-C, comienza la erupción explosiva de un magma muy viscoso y cargado de gases; posteriormente en la Fig. 2.8-D, se observa la cámara magmática parcialmente vacía. Seguidamente en la figura 2.8-E, se observa como la estructura volcánica se hunde sobre la cámara magmática parcialmente vacía, acompañada de una serie de fallas normales, en esta



misma figura F, se aprecia la configuración final de la caldera o cuenca, en la que se generan diaclasas columnares, las cuales se forman conforme el cuerpo magmático se va enfriando (ver Fig. 2.9).



*Figura 2.8: Evolución estructural del Campo Volcánico San Juan, Colorado, USA.*

(Tomada y modificada de Tarbuck, 2002)



*Figura 2.9: Diaclasas columnares en rocas dacíticas ubicadas en el centro de la cuenca San Juan.*

### **Teoría de Formación de Magma del Fish Canyon**

Las erupciones batolíticas son consideradas como voluminosas, pocas zonadas, ricas en fenocristales, y grandes depósitos piroclásticos, características que reflejan a gran escala los procesos eruptivos de sílice. Estos rasgos son únicos en estos tipos de erupción y proporcionan la oportunidad de entender el carácter temporal de grandes sistemas magmáticos. Las tobas del Fish Canyon, según Bachmann (2000), es un ejemplo bien documentado de ignimbritas monótonas, exhibiendo evidencias petrográficas y geoquímicas que muestran disolución simultánea de feldespato y cuarzo, con la cristalización de fases hídricas de forma gradual cerca de recalentamientos isobáricos de 720 a 760 °C. Estas observaciones, junto con una alta cristalinidad, sugieren que el magma del Fish Canyon se enfrió en una masa de cristal solidificada antes de ser parcialmente refundida en una nueva

erupción. De tal forma, la trayectoria de esta lenta progradación es una consecuencia de intrusiones voluminosas poco profundas de magma rico en agua. La ausencia de cualquier gradiente apreciable en el magma del Fish Canyon no pueden asociarse con eventos de calentamientos por conducción o convección de calor, mezclados con el magma máfico; esto requiere la dispersión de calor a lo largo de la cámara batolítica en forma rápida y penetrante por un conductor químicamente casi invisible.

En la figura 2.10, se muestran los cambios temporales de temperatura en el medio y en el tope de una masa silícica de 3 Km de espesor durante el esparcimiento de gas, nótese en esta figura, que a medida que el gas se acerca a la base de la masa silícica la temperatura aumenta como resultado de los volátiles, induciendo calor sobre el cuerpo magmático, en el caso particular de 1.5 Km de la base de la masa silícica el gradiente geotérmico es mayor, mientras que a mayor profundidad, se mantiene cercano a los de menor profundidad, pero mucho mayor que en el régimen de transferencia de calor por conducción, debido a la mala propiedad de conducción de calor en estos fluidos.

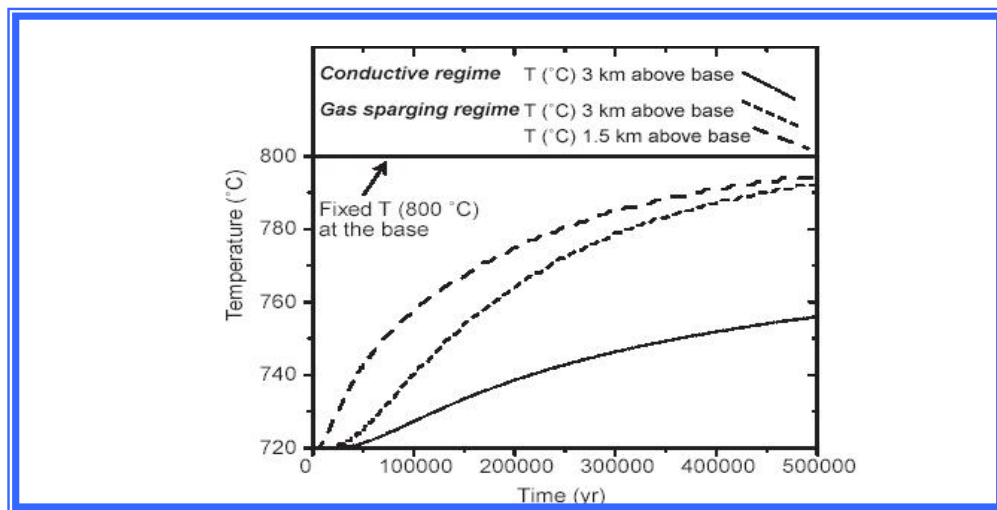


Figura 2.10: Cambios temporales de la temperatura en el medio y en el tope de una masa silícica durante los regímenes de espargimiento de gas y conducción de calor.

(Tomada de Bachmann, 2002)

Se han realizado diferentes simulaciones numéricas (Bachmann, 2002) de coladuras ascendentes de un fluido caliente de una baja-densidad ( $H_2O-CO_2$ ), fase fluida (“esparcimiento de gas”), a través de un armazón cristalino saturado con silicatos fundidos con alta viscosidad, para evaluar la eficacia de un proceso de rejuvenecimiento de sílice denso. Las simulaciones reproducen el evento de recalentamiento, registrando texturalmente y químicamente la toba del Fish Canyon. El esparcimiento de gas es capaz de recalentar un volumen mayor a los  $5000\text{ km}^3$  de cristales densos  $\approx 40^\circ\text{C}$  en 150-200 miles de años, con sólo  $100 - 150\text{ km}^3$  de (4-6 wt%  $H_2O$ ) material silicio en un magma máfico. También los gases esparcidos producen un aumento en la presión interior del sílice sobre las masas cristalinas y se produce un filtrado de gases comprimidos en estas masas, siendo considerado un proceso potencial para la formación de silicatos riolíticos. Sin embargo, las simulaciones predicen que ese esparcimiento conductivo mediante el filtrado de gas comprimido, no es un mecanismo para generar grandes masas de cristales pobremente riolíticos.

El mecanismo en el cual la roca volcánica resulta una riolita, está estrechamente relacionada con la fase de movilidad del magma y en la tasa de movilidad de los flujos de lava, producido por el ascenso del magma, debido a que este último es muy lento; la tasa de movilidad de la lava en superficie es aun más lenta, y según el modelo explicado anteriormente los recalentamientos del cuerpo magmático están en un orden entre  $720$  a  $760^\circ\text{C}$ , esto último puede ser apreciado en la figura 2.11, donde a medida que la lava en superficie se hace más resistente al flujo, es decir, más pesada o más viscosa, el contenido de sílice aumenta.

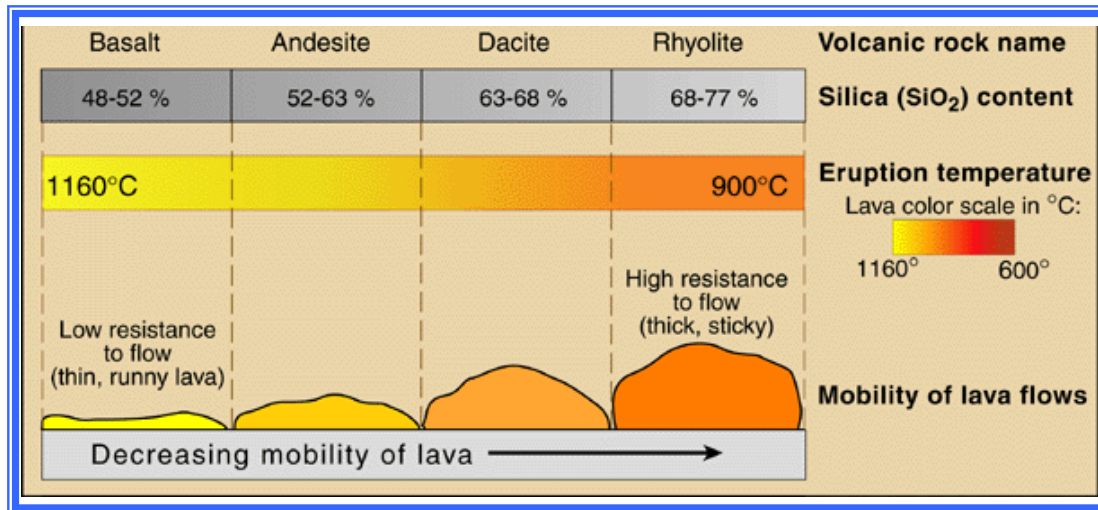


Figura 2.11: Clasificación y características del flujo de rocas volcánicas.

(Tomada del U.S.G.S, USA, web site)

La longevidad de magmas silicios en la corteza superior ha sido polémica desde que tres métodos de geocronología diferentes han sugerido diversas edades a lo largo del tiempo. (Van den Bogard y Schirnick, 1995; el Reid et al. 1997; Davies y Halliday, 1998). Un escenario que podría reconciliar esta contradicción es probar que ese magma de la corteza superior oscila termalmente: bien sea, por diferentes episodios de enfriamiento de un estado cristalino a otro, o por un periodo de reactivación del cuerpo magmático inducido por la entrada de otros magmas más calientes (llamado “magma descongelante” por Mahood, 1990).

La movilidad de las grandes masas magmáticas y las diferentes erupciones han sido reportadas por diversos autores (Keller, 1970; Nakamura, 1995; el Matthews et al, 1999; Murphy et al., 2000; el Bachmann et al, 2002), pero los mecanismos de rejuvenación permanecen inciertos. Por ejemplo, la cantidad de volúmenes de nuevo magma que se necesitan para que los gases existentes se filtren y provoquen una nueva erupción no han sido cuantificados. Proponiéndose de esta manera, un nuevo mecanismo de rejuvenación donde sea necesario estudiar la probabilidad de que los gases calientes ascendente se cuele como un “agente descongelador” del magma ya casi solidificado. La idea del esparcimiento de gas proviene del reconocimiento en que magmas volátiles ricos en sílice en la corteza superior contienen a menudo una

fase volátil (e.g., Wallace, 2001). Favorablemente la fase de viscosidad flotante y baja tiende a separarse de su fuente y subir a la superficie, para evitar calentamientos por advección a niveles de poca profundidad. Usando simulaciones numéricas de flujo multifase en medios porosos, se puede desarrollar un modelo para predecir la cantidad de calor y masa transferida por el esparcimiento del gas en un ambiente magmático denso, con el fin de evaluar su impacto sobre la evolución termal de cuerpos de magma poco profundos.

Bachmann demostró que el volumen extenso ( $>5.000 \text{ km}^3$ ) del sistema magmático del Fish Canyon satisface este modelo de “rejuvenecimiento de gases”. Lo cual se evidencia en una erupción sucesiva de tres unidades composicionalmente idénticas con edades cercanas a los 28 millones de años a lo largo del campo volcánico San Juan, éstas unidades corresponden a las Formaciones Sapinero Mesa, Fish Canyon y Carpenter Ridge. Todos estos cuerpos magmáticos han sufrido un recalentamiento progresivo entre 720 y 760 °C, posiblemente motivado al ascenso de una colada producida por una fase volátil caliente liberada de un magma máfico muy profundo (Bachmann y Dungan, 2002; Bachmann et al, 2002).

La figura 2.12, ilustra el rejuvenecimiento del magma mediante la percolación de gas caliente volátil en la cámara magmática. Una intrusión poco profunda de magma máfico volátil se establece y se cristaliza contra la base de un magma estable frío, con mayor contenido de sílice. En este ambiente poco profundo se activan las soluciones volátiles, las fases fluidas calientes de baja densidad percolan a través de una masa silícea rejuveneciendo potencialmente a este último.

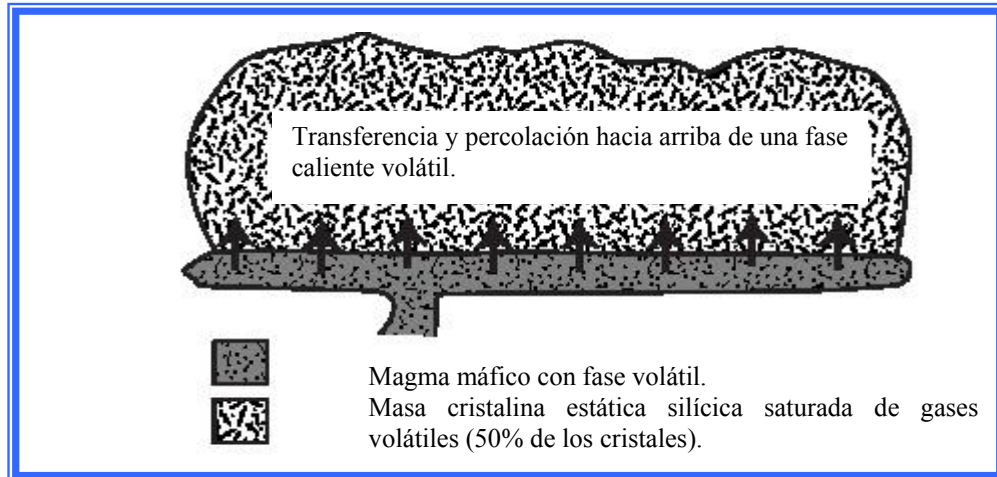


Figura 2.12: Diagrama esquemático del esparcimiento del gas en sistemas magmáticos.

(Tomado de Bachmann, 2000)

Otras evidencias como el crecimiento de anfíbolita y biotita en un ambiente progresivamente más caliente junto con la reabsorción de cuarzo y feldespato, y la ausencia de un gradiente termal o composicional en los depósitos sugieren que:

1) El calor fue suministrado para evitar lentamente disequilibrios en las fases hídricas, pero conducido rápidamente de manera de afectar la mayor cantidad de masa ( $> 5.000 \text{ km}^3$ ).

2) Una mayor fusión máfica no pudo haber sido el mecanismo de transporte de una gran fuente calorífica, debido a la ausencia de un gradiente composicional.

3) El magma retuvo un alto volumen volátil, a pesar de que se generó parcialmente al refundir las fases anhidras.

En el caso del sistema del Fish Canyon, el tiempo máximo disponible de rejuvenación para ocurrir es de aproximadamente 600 miles de años. Esta estimación es basado en la diferencia en edad de la erupción entre la toba del Fish Canyon, fechado a 28 Ma (Renne et al., 1998) y las edades precedidas de las ignimbritas

mayores en el Campo Volcánico San Juan Central, Parque Masónico Tuff, fechado a 28.6 Ma (Lipman et al, 1996). Como el emplazamiento de volúmenes grandes de magma de sílice en la corteza superior no es instantáneo, la duración real de rejuvenación debe ser más corta que 600 miles de años (Ka).

Más de 5000 km<sup>3</sup>, composicionalmente de cristales homogéneos dacíticos (68 wt% SiO<sub>2</sub>: 45% Pl + Kfs + Qtz + Hbl + Bt + Spn + Mag + Ilm + Ap + Zrn + Po) hicieron erupción en el cuerpo magmático del Fish Canyon durante tres fases:

1) La pre-caldera Pagosa Peak Dacítica (raros y pobremente fragmentos piroclásticos depositados en un volumen de 200 km<sup>3</sup>).

2) El Fish Canyon Tuff no derrumbado dentro de la caldera (una de las ignimbritas conocidas como la más grande del mundo, 5000 km<sup>3</sup>).

3) El post-derrumbamiento del Nutras Creek Dacítico (una lava volumétricamente menor).

La evolución tardía del magma del Fish Canyon está caracterizada por el rejuvenecimiento del cuerpo intrusivo de dimensiones batolíticas cercano a la corteza superior. El mecanismo termal inicial fue proporcionado por una intrusión poco profunda de un magma más máfico representado en la superficie por esparcimiento andesítico de los materiales piroclásticos del Fish Canyon Tuff y por el postcaldera Huerto Andesita. Los márgenes solidificados de esta intrusión son representados por xenolitos holocristalinos con mineralogía del Fish Canyon, un agregado poliminerálico parcialmente refundido y distribuido ampliamente. Los magmas máficos subyacentes pueden haber evolucionado fluidos ricos en H<sub>2</sub>O–F–S–Cl. Las manifestaciones de la evolución de magma de temperatura tardía son: (1) Reabsorción de cuarzo, así como de feldespato, lo cual muestra un amplio espectro de texturas indicativas de reabsorción y crecimiento, incluso las texturas tipo Rapakivi; (2) altos contenidos de Sr, Ba, y Eu en los silicatos indican una matriz riolítica vítrea que no coincide con una cristalización fraccionaria de feldespato; (3) crecimiento



oscilatorio e inverso de muchos fenocristales de hornblenda. La homogeneidad en la composición del magma a gran escala dentro de la cámara, contrasta con rasgos texturales y químicos complejos a pequeñas escalas (de cm a mm) es consistente con un ambiente dinámico, en el que, se sobreimpusieron cristales con una variedad de crecimiento e historias de reabsorción muy cortas antes de la erupción por corrientes convectivas.

Los minerales existentes en la Toba del Fish Canyon, definen una secuencia de cristalización del magma, y debido a los fenómenos de recristalización del magma, no es posible conseguir la trayectoria ideal dentro de la serie de reacción Bowen, sin embargo, la mayoría de los minerales que constituyen esta toba se encuentran al final de la serie, entre estos minerales tenemos: plagioclasas, biotitas, feldespatos potásico y cuarzo.

### **Petrología**

Los rasgos petrológicos de la toba del Fish Canyon y flujos asociados de rocas semejantes a lava son más complejos que los rasgos descritos anteriormente. Nuevos estudios (Lipman *et. al*, 1997) de la toba de Fish Canyon demostraron que las erupciones de dacitas homogéneas (68-69% SiO<sub>2</sub>) estaban en contacto con un subyacente magma andesítico, y líquidos feldespáticos que no estaban en equilibrio químico. La segunda observación explica formalmente una discrepancia termobarométrica, lo que pudo ocasionar problemas para la utilización de los minerales del Fish Canyon como estándares geocronológicos, e importantes contradicciones sobre el origen y ubicación de estos minerales en el cuerpo magmático del Fish Canyon.

Grandes sanidinas poiquilítica, acompañadas de plagioclasas, cuarzos y otros minerales; borde de granos fundidos por el contacto con esas inclusiones, se encuentran frecuentemente en un estado avanzado. El equilibrio de difusión parcial adyacente a un conjunto de granos soldados o fundidos, al lado de granos de sanidina, producen un gran gradiente composicional que truncan sanidinas pre-existentes

zonadas. Raramente aparecen contactos intactos de plagioclasa y sanidina, los cuales preservan las altas temperaturas del gradiente de difusión superimpuesto sobre gradientes de bajas temperaturas. Tales rasgos indican que el yacimiento del magma del Fish Canyon se enfrió rápidamente, a poca profundidad con fusión parcial de un batolito existente, o por refundición del magma solidificado.

La reabsorción de cuarzo refleja un mayor evento termal, que no necesariamente es el responsable de la disminución de las presiones durante el ascenso del magma (la reducción de  $\text{SiO}_2$  muestra estabilidad relativa de feldespatos). A pesar de que las rocas dacíticas semejantes a lava y las tobas del Fish Canyon Tuff, muestran composiciones uniformes, un componente máfico estuvo involucrado. El mayor número de la precaldera dacítica es homogénea, pero andesitas raras tipo blebs (1-5 cm diámetro, 58%  $\text{SiO}_2$ ) y concentraciones de minerales porfiríticos máficos en forma de manchas a lo largo de capas fluidas, proveen evidencias de mezclas con magma andesítico anterior a la erupción. El primer volcanismo postcolapso alrededor del margen Sur y Oeste de la caldera (voluminosas lavas del Huerto Andesítico) también produjo composiciones máficas horadadas.

Pequeños fragmentos esparcidos de granofiros (granophyres) comagmáticos en la erupción tardía de la toba intracaldera, tienen una composición mineral indistinguible, desde fenocristales en la toba y roca semejante a lava, hasta grandes complejos o eventos complicados en la cámara del Fish Canyon, justo antes y durante la erupción (Lipman et al. 1997). Fenocristales de sanidina zonadas en los granofiros preserva evidencias de mezcla con magma andesítico. Estos fragmentos se producen por descompresión y pérdidas volátiles acompañadas de erupciones tempranas del Fish Canyon, por lo tanto hay un sobrecrecimiento por granofiros. El desequilibrio textural y químico indica que la erupción resulta de una remobilización a la altura del batolito, desde una cámara subvolcánica poco profunda, activada por la incorporación de magma máfico que hace erupción antes que el equilibrio químico o textural fuera reestablecido, esto resulta contrario a las interpretaciones anteriores de almacenamiento de magma y el crecimiento de fenocristales en la corteza superior.

Con la finalidad de estudiar en detalle la petrología de las rocas ígneas de la Formación Fish Canyon, se seleccionaron cinco muestras de mano, con variaciones laterales visibles; en la figura 2.13, se observan las muestras de mano seleccionadas y estas variaciones laterales. Los resultados son mostrados en la siguiente sección:



Figura 2.13: Muestras de mano de  $9 \text{ cm}^2$  Aprox. Seleccionadas de la Toba de Fish Canyon para el análisis petrográfico.

### **Análisis Petrográfico de Secciones Delgadas**

#### *Sección delgada FCT-1.*

La sección delgada en cuanto a su relación en el grado de cristalización de la roca (cristalinidad), se presenta con característica de una roca volcánica, es decir con presencia de vidrio en la roca y presencia de fenocristales, los cuales algunas veces se encuentran embebidos en una matriz vítrea. Por lo que se le denominó cristalinidad *Hipocristalina*.

En cuanto a la propiedad en que se encuentra relacionada con el tamaño de grano de los cristales, se puede decir que la sección delgada tiene una granularidad *Afanítica*, en donde los cristales que la componen son visibles bajo el microscopio.

La fábrica (relación entre las formas de los granos) es *Inequigranular Porfírica Idiomórfica*, es decir la variación del tamaño de grano en la muestra se

presenta en forma aleatoria, y a la vez los granos presentan caras cristalinas con buen desarrollo. En cuanto a la distribución de los granos esta se presenta de forma regular.

*Texturas observadas:*

- *Porfídica*: Cristales gruesos, generalmente embebidos en una matriz fina (matriz de grano fino), estos son generalmente fenocristales idiomorfos de una o más especies.
- *Vitrofídica*: Cristales o fenocristales embebidos en una matriz vítrea.
- *Traquítica*: Microlitos de feldespato no alcalino (plagioclasas) de la matriz que se encuentran dispuesto de manera paralela o subparalela en torno a unos o varios fenocristales.
- *Afeltrada*: Donde microlitos de feldespato no alcalino no se encuentran orientados con respecto a uno o varios fenocristales.
- *Simplectítica*: Interdigitación entre cualquier par mineral.
- *Zonada*: Variación composicional de una especie mineral en un cristal.
- *Poiquilitica*: Inclusiones de pequeños cristales dentro de pórfidos (fenocristales).
- *Subofítica*: Crecimiento de cristales de plagioclasas en la periferia de los cristales de piroxenos.

Tabla 2.1: Resultados del estudio de la sección delgada FCT-1.

<i>Sección delgada FCT-1</i>	
<i>Mineral</i>	<i>Porc. (%)</i>
Ortosa	6%
Biotita	18%
Horblenda	2%
Accesorios (Esfena, apatito y circón)	1%
Cuarzo	20%
Microclino	1%
Albita (0-5% an)	3%
Albita (5-10% an)	15%
Anortoclasa	5%
Oligoclasa	19%
Sanidina	10%

Puede observarse en la figura 2.14 una imagen de la sección delgada FCT-1, en esta se aprecia inclusiones de apatito con corte basal y transversal, incluidos en el fenocristal biotita, encerrados en circunferencias de color blanco y elipses de color rojo respectivamente. Nótese la gran variedad de cristales de apatitos en este fenocristal.

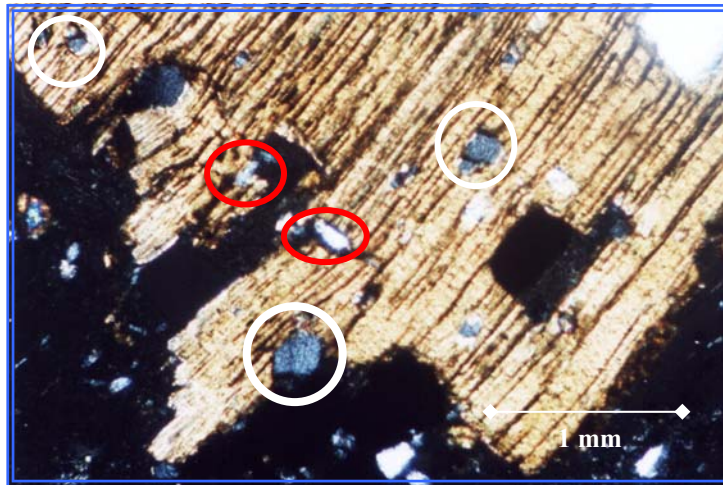


Figura 2.14: Vista de la sección delgada FCT-1, bajo luz polarizada con N.X, Obj: 40/0,12x.Ocular:12,5x. Se aprecia la diferencia de colores entre los apatitos con corte basal (encerrados en las circunferencias blancas) y el corte transversal (encerrados en las elipses rojas).

#### *Sección delgada FCT-2.*

Esta sección delgada presenta las siguientes características:

Cristalinidad: *Hipocristalina.*

Granularidad: *Afanítica.*

Fábrica: *Inequigranular Porfírica idiomorfica.*

Texturas: *Subfítica Simplectítica, Porfídica, Poiquilítica* (inclusiones de apatito y circón en biotita), *Mimerkítica* y *zonada.*

Distribución de los granos: Regular.

Tabla 2.2: Resultados del estudio de la sección delgada FCT-2.

<i>Sección delgada FCT-2</i>	
<i>Mineral</i>	<i>Porc. (%)</i>
Ortosa	8%
Biotita	18%
Horblenda	3%
Accesorios (Esfena, apatito y circón)	1%
Cuarzo	17%
Microclino	1%
Albita (0-5% an)	5%
Albita (5-10% an)	10%
Clorita	3%
Oligoclasa	13%
Sanidina	12%
Anortoclasa	9%

Puede observarse en la figura 2.15 una imagen de la sección delgada FCT-2, en donde se aprecian fenocristales de plagioclasas al borde de un fenocristal de Biotita. Dentro del cristal Biotita se observa una inclusión de un cristal de Apatito con corte transversal (circunferencia roja) y una inclusión de circones (circunferencia blanca).

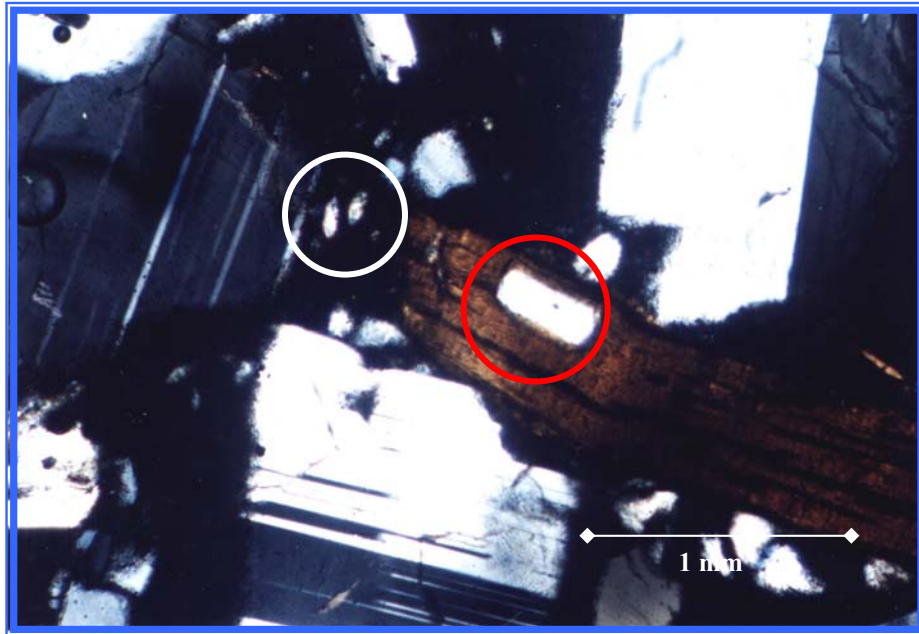


Figura 2.15: Vista de la sección delgada FCT-2, NX, Obj: 40/0,12x.Ocular:12,5x. Se muestran inclusiones de circón (blanco) y apatitos (rojo), en biotita, a su alrededor se encuentran cristales de plagioclasas.

### *Sección delgada FCT-3.*

Esta sección delgada presenta las siguientes características:

Cristalinidad: *Hipocristalina.*

Granularidad: *Afanítica.*

Fábrica: *Inequigranular Porfírica idiomorfa.*

Texturas: *Simplectítica, Porfídica, Poiquilítica* (inclusiones de apatito en biotita, esfena y Cuarzo en horblenda), *traquítica y zonada.*

Distribución de granos: Irregular.



Tabla 2.3: Resultados del estudio de la sección delgada FCT-3.

<i>Sección delgada FCT-3</i>	
<i>Mineral</i>	<i>Porc.(%)</i>
Ortosa	5%
Biotita	13%
Horblenda	4%
Accesorios (Esfena, apatito y circón)	1%
Cuarzo	25%
Anortoclasa	12%
Albita (0-5% an)	6%
Albita (5-10% an)	8%
Clorita	2%
Oligoclasa	10%
Sanidina	10%
Piroxeno	4%

Puede observarse en la figura 2.16 una imagen de la sección delgada FCT-3, en donde se observan inclusiones de Apatito (circunferencia blanca) con corte basal, en fenocristal de Biotita.

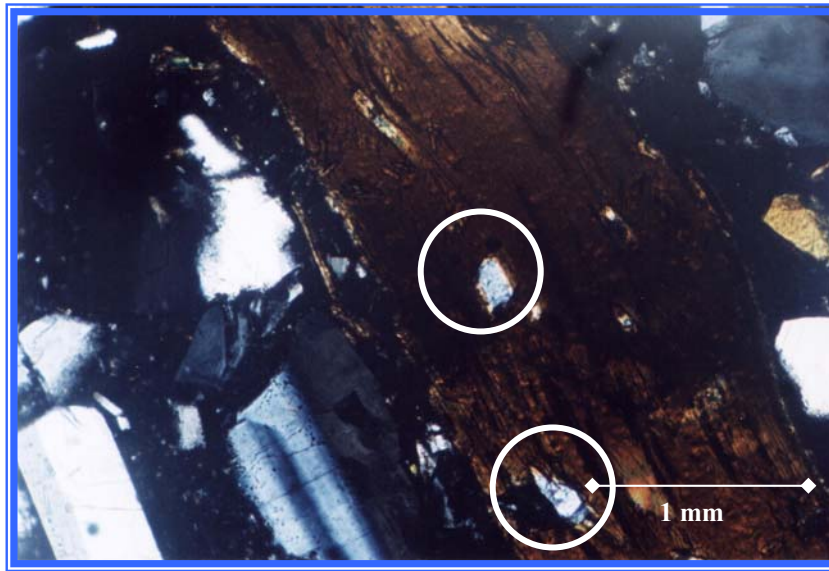


Figura 2.16: Vista de la sección delgada FCT-3, en NX, Obj: 40/0,12x.Ocular:12,5x. Se muestran inclusiones de apatitos (circunferencia blanca).

#### *Sección delgada FCT-4.*

Esta sección delgada presenta las siguientes características:

Cristalinidad: *Hipocristalina.*

Granularidad: *Afanítica.*

Fábrica: *Inequigranular seriada y Porfírica idiomorfica.*

Textura: *Simplectítica, Porfídítica, Poiquilitica, Subofítica, Simplectítica, Esferulítica, Vitrofidica, Eutaxítica, traquítica y zonada.*

Distribución de granos: Regular.

Tabla 2.4: Resultados del estudio de la sección delgada FCT-4.

<i>Sección delgada FCT-4</i>	
<i>Mineral</i>	<i>Porc.(%)</i>
Ortosa	8%
Biotita	18%
Horblenda	4%
Accesorios (Esfena, apatito y circón)	1%
Cuarzo	25%
Anortoclasa	5%
Albita (0-5% an)	10%
Albita (5-10% an)	9%
Clorita	4%
Oligoclasa	5%
Sanidina	8%
Piroxeno	3%

Puede observarse en la figura 2.17 una imagen de la sección delgada FCT-4, se aprecia una inclusión de cristal de circón con corte transversal (circunferencia blanca) en fenocristal de Biotita. El circón muestra su hábito prismático y color de interferencia.



Figura 2.17: Vista de la sección delgada FCT-4, NX, Obj: 40/0,12x. Ocular: 12,5x. Circón con hábito prismático y alta figura de interferencia (circunferencia blanca) incluido en biotita.

#### *Sección delgada FCT-5.*

Esta sección delgada presenta las siguientes características:

Cristalinidad: *Hipocristalina.*

Granularidad: *Afanítica.*

Fábrica: *Inequigranular Porfírica idiomorfica.*

Textura: *Simplectítica, Porfidítica, Poiquilítica, Subofítica, Simplectítica, Vitrofidica, Eutaxítica, traquítica, Mimerkítica y zonada.*

Distribución de granos: Regular.

Tabla 2.5: Resultados del estudio de la sección delgada FCT-5.

<i>Sección delgada FCT-5</i>	
<i>Mineral</i>	<i>Porc. (%)</i>
Ortosa	6%
Biotita	13%
Horblenda	4%
Accesorios (Esfena, apatito y circón)	1%
Cuarzo	28%
Microclino	1%
Albita (0-5% an)	8%
Albita (5-10% an)	8%
Anortoclasa	7%
Oligoclasa	10%
Sanidina	11%
Piroxeno	3%

Puede observarse en la figura 2.18, una imagen de la sección delgada FCT-5, en la que se aprecian inclusiones de cristal de esfena (encerrada en una elipse roja) y apatito (encerrada en una circunferencia blanca), ambas se encuentran como inclusión en el fenocristal de biotita. La biotita presenta los bordes corroídos y un poco alterada, mientras que las inclusiones no.

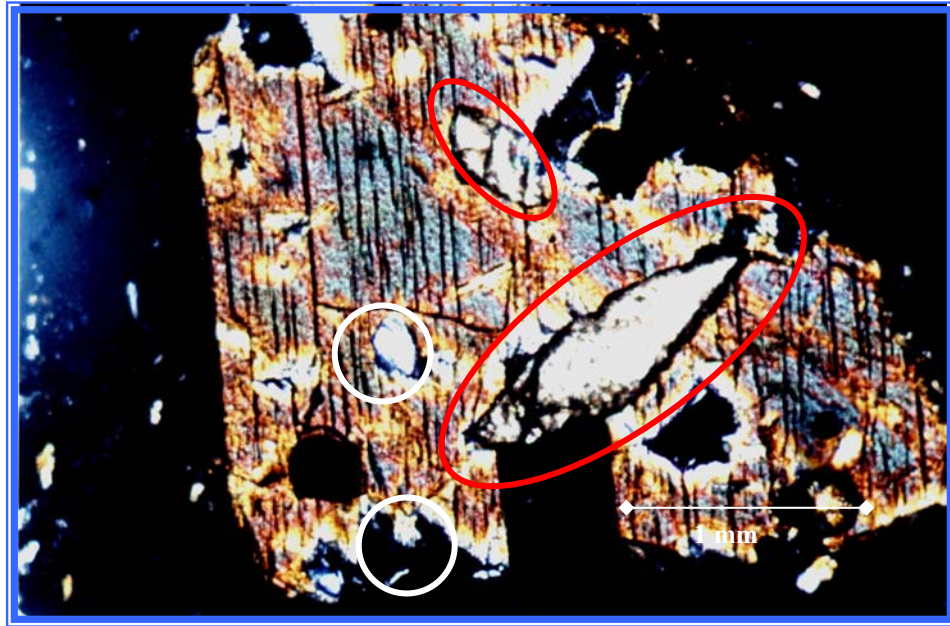


Figura 2.18: Vista de la sección delgada FCT-5, en NX. Obj: 40/0,12x. Ocular: 12,5x. Inclusiones de cristal de esfena (elipse roja) y apatito (circunferencia blanca) en biotita.

En la figura 2.19 se aprecian cristales de apatitos con corte basal (encerrado en una circunferencia roja) e incluidos en cristal de biotita.

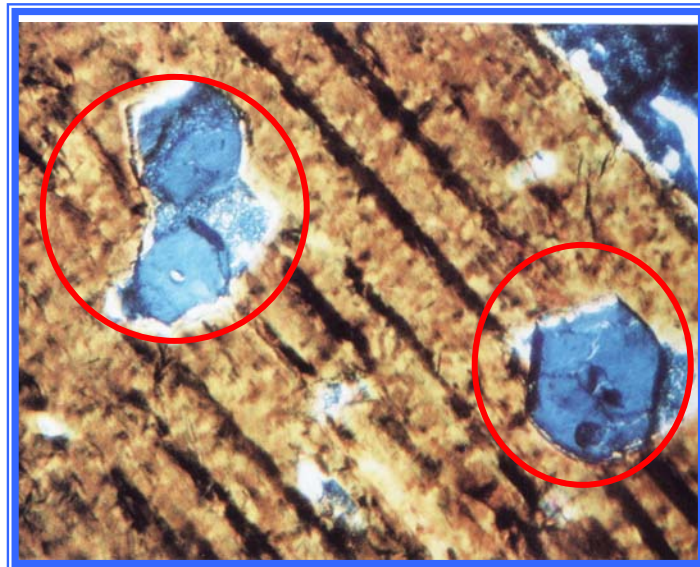


Figura 2.19: N.X. Cristales euhedrales de apatitos incluidos en un fenocristal de biotita, bajo luz polarizada. Los cristales muestran la geometría hexagonal, que lo caracteriza.

(Tomada de Scholle, 1979)

Para obtener las conclusiones de los porcentajes obtenidos de estos cinco análisis de secciones delgadas, se graficó en un Diagrama ternario (triángulo APQ), para clasificación de rocas volcánicas según Streckeisen (1979), elaborado en Matlab y modificado de Middleton, 1987.

Los resultados de la composición mineralógica de estas secciones se pueden observar en la figura 2.20, la que muestra que el tipo de roca volcánica es una riolita, que pudo generarse producto de la expulsión rápida del magma a la superficie, motivo por el cual, la matriz es muy vítrea. Otro mecanismo posible para explicar esto, fue que el magma pudo haberse enfriado a velocidades variables, lentamente al principio, lo que le dio la oportunidad de generar fenocristales euhedrales, y con mayor rapidez después, para así poder formar vidrios.

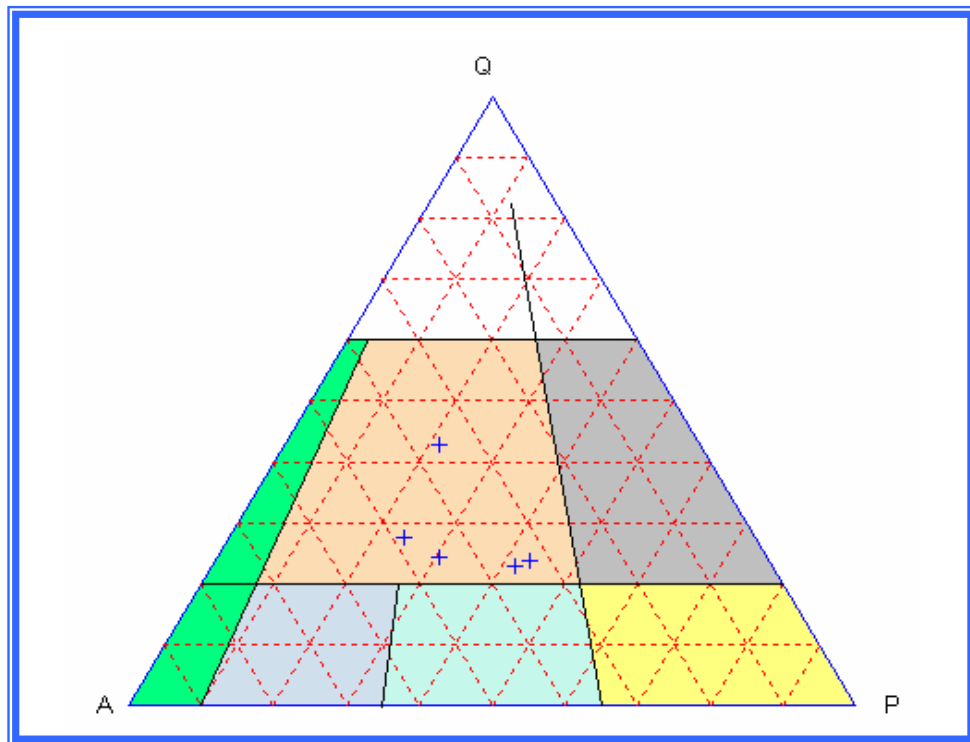


Figura 2.20: Diagrama ternario para la clasificación de rocas volcánicas según Streckeisen (1979), elaborado en Matlab y modificado de Middleton, 1987.

## **CAPÍTULO III**

### **PROCESAMIENTO Y PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS**

#### **Introducción**

A continuación se describirá la metodología realizada para caracterizar las muestras de la Toba Volcánica de Fish Canyon, esta metodología incluye los procedimientos realizados desde el inicio para obtener los separados de apatitos, con la finalidad de fecharlos por el método de huellas de fisión según los procedimientos del Laboratorio de Termocronología de la UCV, tomando en cuenta la preparación de la muestra para análisis de difracción y fluorescencia de rayos X, y microscopía electrónica de barrido de bajo y alto vacío.

#### **Fase 1: Preparación de la muestra a concentrar mineralógicamente**

Esta etapa incluye la trituración, pulverización, tamizado, deslemado (limpieza) secado y separación magnética manual a través de imanes.

#### *Equipos*

- Trituradora de mandíbula.
- Trituradora de discos.
- Compresor de Aire Comprimido.
- Pesa con capacidad 20 Kg. X 0.050 Kg. Clase III, modelo M.I.C.
- Tamizadora.
- Destilador de agua.
- Separador Ultrasónico, modelo 57X, 43-47 KHz.
- Horno Isotérmico, marca Fischer Scientific, modelo 725F y 725G.



### *Materiales*

- Bata larga o braga de trabajo.
- Mascarilla anti-polvo.
- Guantes de goma.
- Brocha de pelos gruesos.
- Material de oficina y limpieza.
- Sacos y bolsas para colocar las muestras.
- Base para cambiar mallas de los tamices. Marca Vorti-Siv, modelo H-59915-80.
- Tamices de mallas N° 200 y malla N° 60.
- Cepillo para la limpieza de los tamices.
- Bandeja de secado resistente a altas temperaturas. Marca Pyrex.
- Agua destilada.
- Limpiador en polvo de Oxalato de Sodio ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) grado enzima.
- Imán de mano.
- Bolsa plástica para cubrir el Imán.
- Vasos precipitados de 400 y 2000 ml para el lavado de las muestras.
- Removedores de vidrios y espátulas de metal.

### *Procedimientos*

Se tomaron 20 Kg. de muestras de mano, con tamaños de aproximadamente 16 y 9 cm<sup>2</sup> pertenecientes a la zona Fish Canyon Tuff, Colorado, USA. Utilizando como criterio de selección la variación en el bandeo lateral que la muestra presenta.

### Trituración

- Antes de comenzar se debió estar protegido con una máscara antipolvo, guantes y bata larga o braga gruesa.
- Se limpió y descontaminó la trituradora de mandíbula.
- La muestra de mano se pasa por la trituradora de mandíbula, para reducir el tamaño del grano a un tamaño aproximado de  $0.5 \text{ cm}^2$ . En este proceso se perdió parte de la muestra, ya que debido a la vibración de la máquina estos saltan y se contaminan.
- Las muestras contaminadas son desechadas para evitar alterar la mineralización y posterior fechado de la muestra de interés.

### Pulverizado

- Es indispensable el uso de guantes, bata larga y máscara antipolvo.
- Debe limpiarse la máquina, pulverizando un poco de cuarzo puro o vidrio de color verde, el cual es retirado con una brocha de pelos gruesos. Se pulveriza una pequeña fracción de la muestra, la cual también es retirada con una brocha, para así descontaminar y curar la máquina.
- Luego de la limpieza de la máquina, se procedió a pasar la muestra lentamente por el alimentador del pulverizador de discos, ya que si se hace de manera rápida la máquina podría trancarse y además correría el riesgo de que la muestra se rebose en el depósito de la misma.
- En cada proceso se graduó el controlador del tamaño de grano, esto con el fin de aproximarse al rango de tamaño de grano de interés: Entre 0.25 mm (tamiz N° 60) y 0.074mm (tamiz N° 200) requerido para aplicarse en el Método de Huella de Fisión.
- En este proceso se pierde muestra, una que se va en forma de polvo en el aire debido a la vibración del equipo y otra que se desecha por contaminarse en el proceso de curado de la máquina.

### Tamizado

- Se limpió el equipo tamizador con aire comprimido.
- Se le colocó mallas nuevas (N° 60 y 200) al aro del tamiz, en caso de no contar con mallas nuevas, se deben limpiar las mallas usadas con cepillos de celdas metálicas finas y aire comprimido.
- Se procesó la muestra en el equipo tamizador, utilizando el tamiz N° 60, y al mismo tiempo se recolectó esta muestra por medio de bolsas plásticas ubicadas en las bocas de salidas del equipo (el tamaño de grano pasante menor a 0.25 mm, y el tamaño de grano mayor a 0.25 mm, no pasante por este tamiz. La muestra recolectada de granos no pasantes se volvió a pulverizar, utilizando el procedimiento anterior para luego volver a pasar por este tamiz, hasta pasar toda la muestra y obtener los granos menores de 0.25 mm.
- Luego se colocó el tamiz N° 200 en el equipo y se procesó la muestra obtenida de granos menores de 0.25 mm, obteniendo los granos pasante ( $< 0.074$  mm) los cuales serán desechados y los granos no pasantes ( $> 0.074$  mm) de interés.
- La muestra obtenida con tamaños de granos  $< 0.25$  mm. y  $> 0.074$  mm. se pesó y etiquetó.
- En este proceso se pierde muestra, en forma de polvo debido a la vibración de la máquina, este polvo es perjudicial, puesto que podría traer como consecuencia enfermedades respiratorias, razón por la cual se recomienda el uso de máscaras antipolvo.

### Lavado y Limpieza de la muestra con el equipo Ultrasónico

- Se agregan cuatros litros de agua potable con temperatura ambiente en el interior del equipo Ultrasónico.

- Se colocó la muestra en fracciones de 150 gr en cuatro vasos precipitados de 400 ml con 200 ml de agua destilada en cada vaso, posteriormente se introdujo en el equipo ultrasónico, para el lavado.
- Al encender el equipo, se le colocó una vibración media y se dejó por media hora aproximadamente. Al cabo de este tiempo se le cambió el agua destilada a cada vaso precipitado. Este procedimiento se debe hacer por lo menos cinco veces o hasta que el agua contenida en el vaso se aclare, cuando esto sucedió se aplicó una pequeña cantidad de Oxalato de Sodio ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) grado enzima, que termina de limpiar y quitar las impurezas que se adhieren a los minerales.

#### Secado

- Una vez que la muestra se procesó en el limpiador ultrasónico, ésta se tendió sobre una bandeja de cristal Pyrex, seguidamente se introdujo en el horno isotérmico, para secarla a una temperatura constante de  $50^\circ\text{C}$  con un error de  $\pm 2^\circ\text{C}$  (no se puede incrementar la temperatura puesto que esta podría desvanecer la huella de fisión lo cual influiría directamente en la edad del mineral a fechar), la muestra se dejó el tiempo necesario para su secado.
- En este procedimiento no se pierde muestra alguna.
- Debe colocarse guantes de tela o en su defecto usar un paño, cuando se valla a verificar el secado de la muestra en el horno, ya que se corre el riesgo de sufrir quemaduras en las manos.

#### Separación magnética manual

- Sobre la bandeja de cristal (Pyrex) y con la muestra totalmente seca, se procedió a pasarle el imán de mano, previamente cubierto completamente con una bolsa plástica. El fin de la bolsa es, una vez que los minerales

ferromagnéticos se adhieran al imán, se retira esta bolsa plástica y estos caerán, dejando la superficie del imán totalmente limpia.

- En el proceso se removió la muestra con una espátula de metal, repitiendo el pasado del imán varias veces hasta eliminar completamente los minerales ferromagnéticos (magnetita y pirrotita).
- En el procedimiento, debe conservarse una distancia mínima de 1 cm, entre el imán y la muestra, para evitar atraer granos que poseen pequeñas cantidades de magnetita y pirrotita.
- En este proceso de separación, se pierde muestra, (minerales ferromagnéticos que se desechan).
- Es muy importante que la muestra no tenga grumos y que este uniforme, es decir, debe estar diseminada para poder lograr una buena separación magnética manual.

## **Fase 2: Separación gravimétrica y magnética**

Esta fase incluye la separación de la muestra por densidades, utilizando líquidos pesados como Bromoformo, Benzyl Benzoato y Diodometano. Primeramente se hace una separación de la muestra a través de bromoformo con una densidad de  $2.98 \text{ grs/cm}^3$ . Luego se hace una segunda separación, en la que se preparan por medio de combinación entre el Benzyl Benzoato y Diodometano, soluciones con densidades de  $3.095$  y  $3.225 \text{ grs/cm}^3$  dado que en este rango se encuentran los minerales a fechar (apatito), posteriormente se le aplica una separación magnética en el equipo Frantz a la muestra obtenida, para descartar los minerales ferromagnéticos y paramagnéticos.

### *Equipos*

- Campanas para extracción de gases.
- Horno Isotérmico, marca Fischer Scientific, modelo 725F y 725G.

- Balanza digital de precisión, marca OHAUS. Modelo TP200S, capacidad 200 gr.
- Separador Magnético Isodinámico, marca Frantz, 2.2 Amperes, modelo L-1.

### *Materiales*

- Balón de 1000 ml.
- Vasos precipitados de 100, 200, 400 y 2000 ml.
- Embudos de cristal con conductos rotos a fin de ahorrar líquidos.
- Removedores de vidrio.
- Espátulas de metal.
- Cápsulas de vidrios con densidades 3.23, 3.22, 3.10 y 3.09 gr/cm<sup>3</sup>.
- Pinzas de metal con adhesivos en las puntas (evita que la cápsula resbale).
- Mascarilla para gases doble filtro.
- Bata manga larga.
- Papel de filtro N° 8 Y N° 10.
- Servilletas de papel absorbente.
- Guantes de goma.
- Alcohol absoluto (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O).
- Agua destilada (H<sub>2</sub>O).
- Acetona ((CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CHOH).
- Bromoformo (CHBr<sub>3</sub>).
- Diodometano (CH<sub>2</sub>I<sub>2</sub>).
- Vencía Benzoato (C<sub>14</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>).
- Jabón neutro.

### *Procedimientos*

Este proceso se aplica, una vez que la muestra esté lavada, seca y desmagnetizada con el imán de mano y posteriormente pesada.

### Separación por densidad (Bromoformo ( $\text{CHBr}_3$ ))

- Se encendió la campana de extracción de gases. Obligatoriamente debe usarse la máscara antigases, guantes y bata larga.
- Se vertió 300 ml de Bromoformo líquido puro (densidad  $2.98 \text{ gr/cm}^3$ ) sobre un vaso precipitado de 400 ml y se agregaron posteriormente pequeñas cantidades de muestra.
- Con el removedor de vidrio se removió suavemente la muestra con el Bromoformo hasta que toda la muestra estuvo sumergida en el líquido, se dejó reposar hasta que el Bromoformo aclaró, es decir, hasta que precipitaron los minerales pesados y se formó en la superficie una nata de minerales livianos.
- Se procedió a retirar la nata con una espátula de metal, colocando esta nata en un vaso de precipitado de 400 ml. que previamente contenía un embudo de cristal con un filtro de papel N° 8 con forma cónica. Para recuperar así el Bromoformo puro que se filtra y la nata de minerales livianos en el papel de filtro.
- El Bromoformo que se filtra, se vierte nuevamente en el vaso precipitado inicial.
- Se repite el procedimiento de colocar muestra y sacar muestra liviana (nata) varias veces.
- Cuando se observó que había precipitado una fracción importante de minerales pesados en el vaso precipitado, se retiró la nata completamente y luego se vertió el líquido con la fracción pesada en un nuevo vaso precipitado de 400 ml con embudo y filtro. Recuperando así la fracción pesada en el papel de filtro y el Bromoformo puro que se filtra.
- Se repitieron todos estos pasos hasta procesar la totalidad de la muestra.
- Las fracciones pesadas (precipitada) y livianas (nata) que se encuentra en el filtro de papel, son lavadas con alcohol absoluto o metanol sobre un vaso precipitado de 2000 ml hasta que el alcohol disuelva el Bromoformo que la

muestra contiene, posteriormente esta mezcla será utilizada para separar el Bromoformo.

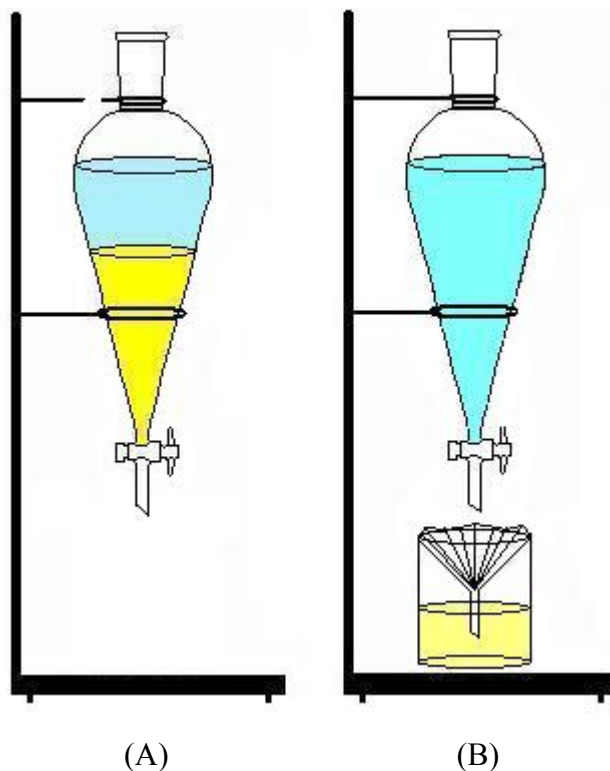
- La fracción liviana (nata) lavada se desecha y la fracción pesada ya lavada (la ubicada en el fondo del vaso), se coloca en el horno sobre un recipiente de vidrio a una temperatura constante de 50°C.
- Deben lavarse todos los materiales utilizados con alcohol y jabón neutro y después deben ponerse a secar a temperatura ambiente.
- Es obligatorio mantener la campana encendida y el vidrio protector de la campana lo más bajo posible, durante todo el procedimiento.

### Recuperación del Bromoformo

1. Se debe recuperar el Bromoformo de la mezcla alcohol-bromoformo, colocando una cantidad de 400 ml de esta mezcla junto con 600 ml de agua destilada en un embudo de separación de 1000 ml. Se deja durante 8 horas aproximadamente o hasta que precipite y se desligue el Bromoformo del alcohol y del agua destilada, esto se manifiesta por un líquido de color amarillo en el fondo del embudo.
2. Se coloca un vaso precipitado con su respectivo embudo y filtro de papel, debajo del embudo de separación. Posteriormente se abre la llave lentamente, dejando pasar el Bromoformo y dejando menos de un milímetro de éste en el embudo de separación. Obteniéndose el Bromoformo puro, el cual se guardará para separaciones futuras de minerales pesados.
3. La mezcla de agua destilada y alcohol es desechada por la cañería de la campana de extracción de gases (siempre y cuando no existan rastros de Bromoformo) debido a que esta mezcla se convierte en agua y no contamina el ambiente.



Este procedimiento de recuperación del Bromoformo mediante combinación de agua y metanol se puede apreciar en la figura 3.1. En la figura 3.1 (A) se observa la mezcla Bromoformo, agua destilada y metanol, después de unas horas el Bromoformo se asienta al final del embudo, luego se abre la llave y se filtra el Bromoformo (ver Fig. 3.1(B)), el cual se colocará en su frasco inicial para un posterior uso.



*Figura 3.1: Recuperación del Bromoformo (líquido amarillo) por separación de densidades (metanol, agua destilada y bromoformo).*

La mitad de la muestra obtenida en este procedimiento, fue llevada al Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ) de México por el Prof. M. Bermúdez para ser analizadas bajo el microscopio electrónico de barrido y con la finalidad de irradiarlas en el reactor nuclear existente en ese centro de investigación. El resto de la muestra es tratada en una segunda refinación, como sigue:

## Separación refinada por densidad de líquidos pesados

### Primera refinación

Inicialmente se debe buscar en la base de datos existente en el Laboratorio de Termocronología, la tabla de mezclas de densidades, con el fin de ubicar la cantidad de cada uno de líquidos pesados a utilizar según el volumen y la densidad óptima requerida. En este caso (densidad de  $3.095 \text{ gr/cm}^3$ ) utilizando los líquidos Benzyl Benzoato (densidad  $1.120 \text{ gr/cm}^3$ ) y Diodometano (densidad  $3.32 \text{ gr/cm}^3$ ). Posteriormente se comprueba que se ha logrado la densidad óptima, utilizando dos cápsulas con diferentes densidades,  $3.10$  y  $3.09 \text{ gr/cm}^3$ , en donde la primera se sumergirá y la segunda flotará.

- En un vaso precipitado de 100 ml se preparó 80 ml de solución de Diodometano y Benzyl Benzoato para lograr una densidad de  $3.095 \text{ gr/cm}^3$ .
- Se colocó según la base de datos, la cantidad de 71.84 ml de Benzyl Benzoato y 8.16 ml de Diodometano, para lograr la densidad óptima buscada.
- Posteriormente para comprobar si la mezcla tenía la densidad óptima de  $3.095 \text{ gr/cm}^3$ , se le agregaron las cápsulas con densidad de  $3.09$  y  $3.10 \text{ gr/cm}^3$ , en donde la más liviana flotó verticalmente al ras de la superficie y la otra, la más pesada, se sumergió hasta el fondo verticalmente. Esto puede ser observado en la figura 3.2 (A). Seguidamente se retiran las dos cápsulas con mucho cuidado, utilizando una pinza de metal con adhesivo en las puntas para evitar que estas resbalen o se dañen.
- Los 80 ml de líquido con densidad óptima de  $3.095 \text{ gr/cm}^3$ , se vertió sobre un embudo de separación o vaso precipitado y luego se le agregó pequeñas porciones de la muestra y se mezcló lentamente con el removedor de vidrio,

dejando reposar por un tiempo esta mezcla hasta que se formó una nata en la superficie del embudo de separación (fracción de minerales livianos con densidades menores a  $3.095 \text{ gr/cm}^3$ ) y a su vez había precipitado la fracción pesada de interés (minerales con densidades mayores de  $3.095 \text{ gr/cm}^3$ ), encontrándose en esta última el mineral apatito, el cual posee una densidad de  $3.2 \text{ gr/cm}^3$ , ver figura 3.2 (A).

- Luego con mucho cuidado se abrió la llave del embudo y se dejó colar la fracción pesada que se encontraba en el fondo, sobre un vaso precipitado de 100 ml con su respectivo embudo de vidrio y filtro de papel, para recuperar así el líquido puro filtrado, el cual es reutilizado, colocando este nuevamente en el embudo de separación que está en uso.
- La fracción liviana (nata) es colocada sobre otro vaso con su respectivo filtro.
- Las fracciones, tanto pesada como liviana, se lavan con acetona, depositando esta mezcla (acetona, Diodometano y Benzyl benzoato) en un botellón previamente rotulado, para la posterior recuperación de la acetona, Diodometano y Benzyl benzoato.
- Finalmente las fracciones pesadas y livianas se colocaron en el horno con una temperatura constante de  $60^\circ\text{C}$  y posteriormente se pesó y se etiquetó.
- La fracción liviana se desecha o se guarda y la fracción pesada es tratada nuevamente en una segunda refinación.

### Segunda refinación

Igual que en la primera refinación se requirió preparar 80 ml de solución, mezclando Diodometano y Benzyl Benzoato, pero esta vez, requiriendo una densidad óptima de  $3.225 \text{ gr/cm}^3$ , por lo que se requirió, según la tabla de mezclas de densidades: 75.46 ml. de Diodometano y 4.54 ml de Benzyl Benzoato.

- Se colocó la cantidad específica indicada por la tabla, sobre el vaso precipitado y posteriormente se introducen las dos cápsulas de densidades 3.22 y 3.23  $\text{gr/cm}^3$ , en donde la primera flotó y la segunda se sumergió, indicando que se había llegado a la densidad óptima buscada.
- Una vez obtenido el líquido con la densidad óptima, igual que en la primera refinación, se vertió este líquido en el embudo de separación y posteriormente se agregó en pequeñas cantidades la fracción obtenida en el paso anterior. Seguidamente se removió lentamente, se dejó reposar por un tiempo, hasta que se formó la nata y hubo precipitado la fracción pesada. Luego se retiró el material que estaba en el fondo del embudo, el cual fue guardado en un frasco rotulado, seguidamente se recuperó la fracción flotante de interés (nata), que contendrá los minerales con densidades entre 3.095  $\text{gr/cm}^3$  y 3.225  $\text{gr/cm}^3$ , entre ellos el apatito. Esto se puede apreciar en la figura 3.2 (B).
- La fracción flotante recuperada, se colocó en el horno a una temperatura de 50°C hasta secar completamente. Posteriormente se pesó, se etiquetó y se guardó en un frasco de cristal rotulado.
- Todos estos procedimientos son resumidos gráficamente en las figuras 3.2 (A) y (B) respectivamente. La figura 3.2 (A) ilustra la primera refinación de la muestra entre 3.09 y 3.1  $\text{gr/cm}^3$  de densidad, en ésta se observa la posición de las cápsulas, indicando que se ha logrado la densidad óptima de 3.095  $\text{gr/cm}^3$  para que precipite la fracción pesada que contiene el mineral Apatito. Las cápsulas están colocadas en el dibujo, a manera ilustrativa. La figura 3.2 (B) muestra el procedimiento realizado para la segunda refinación, en ésta, la posición de las cápsulas indica la densidad óptima del líquido (3.225  $\text{gr/cm}^3$ ). Posteriormente se retiran las cápsulas y se coloca la fracción obtenida en la primera refinación. En este caso la fracción que precipite se desechará y la que forme la nata será la que se utilizará.

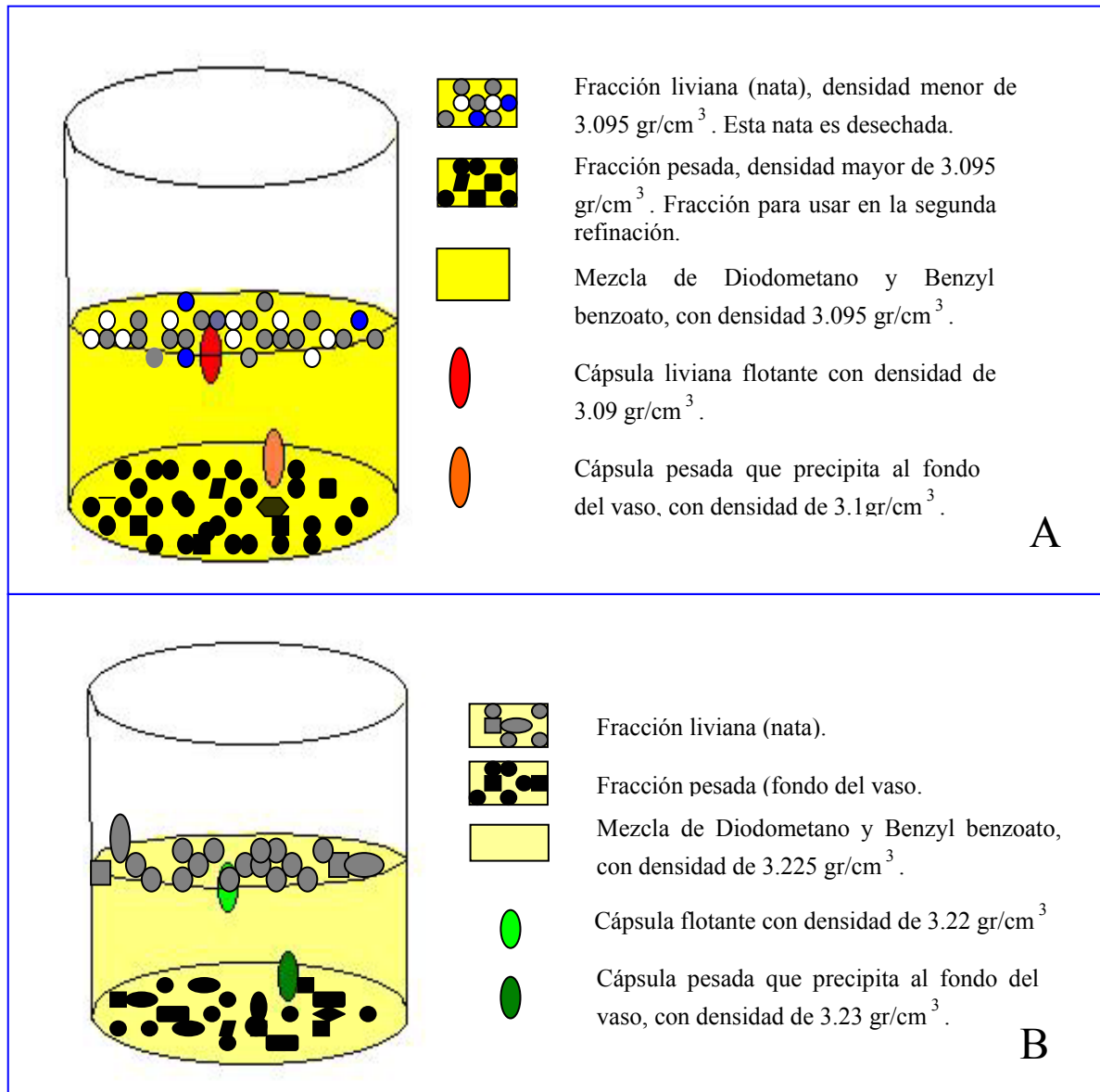


Figura 3.2: Separación de apatitos por combinaciones de líquidos pesados. (A) Minerales con densidades entre  $3.095$  y  $3.1 \text{ gr/cm}^3$  y (B) Separación de minerales entre  $3.1$  y  $3.2 \text{ gr/cm}^3$ .

### Separación Magnética usando el Separador Isodinámico Frantz

- Se procedió a pasar la muestra refinada anteriormente con densidades entre  $3.095 \text{ gr/cm}^3$  y  $3.225 \text{ gr/cm}^3$  por el separador Frantz, utilizando las variables estándar usadas por Hess (1959) para la obtención del Apatito, que consiste de una pendiente frontal de  $5^\circ$ , una pendiente lateral de  $20^\circ$ , a 1.2 AMP y con el controlador de vibración en el N° 8. Debiendo hacer el recorrido desde 0.2 AMP hasta 1.2 AMP. Cada 0.2 AMP. La parte magnética se fue guardando en un tubo de ensayo y luego se etiquetó, procesando siempre la parte no magnética que es donde va a quedar el mineral de interés.
- En el equipo existen dos rieles, al final del cual se encuentran los contenedores de las fracciones magnéticas y no magnéticas, en el proceso debe colocarse lentamente la muestra en el alimentador, debido a que los rieles son muy angostos, esta alimentación lenta permite una mejor separación y evita que se pierda muestra. En la figura 3.3 se ilustran las partes del separador magnético Frantz, modelo L-1, existente en el Laboratorio de Termocronología.
- Debe limpiarse el equipo antes de iniciar la primera corrida y después de cada una de ellas, para ello se retiran los envases de las fracciones magnéticas y no magnéticas, se le disminuye hasta cero el amperaje, y se aumenta la vibración al máximo esto con el fin de evitar una posible contaminación en los pasos siguientes.
- A partir de 1.2 Amperes, y conservando las variables descritas por Hess (1959), se obtuvo la fracción pura no magnética que contiene el mineral de interés (Apatito). Finalmente se pesó esta muestra y se colocó en un cilindro de vidrio rotulado.

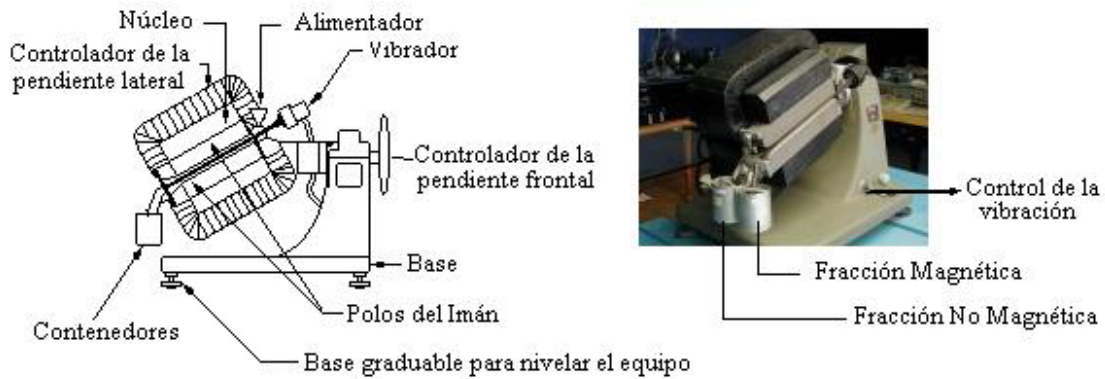


Figura 3.3: Partes que conforman el separador magnético Frantz modelo L-1.

### Fase 3: Selección de Apatitos

Esta fase incluye la selección de minerales de apatitos para poder realizar los análisis de difracción, fluorescencia de rayos X y microscopía electrónica de barrido, así como la datación de éstos por el método de huellas de fisión.

#### *Equipos*

- Lupa de 8X, 10X, 30X y 50X con luz reflejada.
- Difractómetro de Rayos X.
- Molino automático Spex Shatterbox con una cámara de carburo de tungsteno.
- Espectrómetro de rayos X Philips, Minipal PW4025.
- Minipal Software V 1.0 A (1999)

#### *Materiales*

- Pincel de un pelo.
- Papel especial para colocar los cristales de Apatito.
- Lámina de vidrio.
- Plancha de acero.

- Piqueta.
- Alcohol, papel bond y papel absorbente.
- Fragmentos de Cuarzo.
- Bolsas tipo clip.
- Pincel de un pelo.
- Papel especial para colocar los cristales de Apatito.
- Fichas de compilados por la comisión internacional para datos de Difracción de Rayos X (ICDD, 1947), disponibles en libros.

#### *Procedimientos*

- Se colocó la muestra pasada por el Frantz con densidad ( $3,095$  y  $3,225 \text{ gr/cm}^3$ ) sobre una lámina de vidrio y posteriormente se montó sobre la platina de la lupa con luz reflejada para poder visualizar y pescar los minerales de Apatito.
- Luego con el pincel de pelo se procedió a la pesca de los cristales de Apatito, tomando en cuenta sus características físicas y propiedades ópticas.
- Finalmente los cristales de Apatito pescados se pesaron y luego se colocaron sobre un cilindro de vidrio con tapa, previamente rotulado.

#### **Preparación para análisis de Difracción de rayos X**

Se realizaron tres tipos de análisis de difracción de Rayos X a la muestra. El primer análisis se hizo sobre la muestra de mano, determinando los elementos mayoritarios. El segundo análisis se realizó sobre la fracción de muestras obtenidas en el procedimiento de separación por medio de líquidos pesados con densidades entre  $2.98$  y  $3.3 \text{ gr/cm}^3$ , el cual se realizó en la ciudad de México. El tercer análisis se realizó sobre una fracción de cristales de apatitos puros refinados y seleccionados con el pincel de un pelo. El primer análisis y el último se realizó en el Laboratorio de Difracción y Fluorescencia de Rayos X de la Escuela de Geología (UCV).



*Primer análisis: Muestras de mano*

- Primeramente se limpió la cámara de tungsteno con cuarzo puro, colocando algunos pedazos de muestra de aproximadamente  $1\text{ cm}^3$  en el interior de la cámara, posteriormente se puso en funcionamiento por un lapso no mayor de 50 seg, luego se desechó el cuarzo molido del contenedor usando una brocha pequeña, seguidamente se limpió con alcohol y papel absorbente. Se repitió nuevamente el proceso, pero esta vez con un poco de la muestra de interés para curar la cámara, igualmente esta muestra una vez molida es desechada y posteriormente se limpia la cámara con alcohol y papel.
- Seguidamente se colocó 150 gr de muestra, la misma se cubre con hojas de papel Bond y luego se coloca sobre una plancha de acero, para ser golpeada con la piqueta, a manera de reducir su tamaño, disgregándola. El fin del papel es evitar contaminar la muestra con la piqueta o la plancha.
- Luego se procedió a colocar la muestra disgregada dentro de la cámara de tungsteno para su molienda, durante un lapso de 8 minutos aproximadamente.
- El polvo resultante es el utilizado para hacer el análisis de difracción.
- El polvo resultante se colocó sobre un porta muestra de metal y luego se introdujo en el Difractómetro de Rayos X.
- Finalmente se obtiene el difractograma que será analizado en el siguiente capítulo.

*Segundo análisis: cristales entre  $2.98$  y  $3.3\text{ grs/cm}^3$*

Este análisis fue realizado en el Laboratorio de Trazas de Fisión del Departamento de Ciencias de la Tierra, Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM). Se tomó una pequeña fracción de muestra del Fish Canyon Tuff, separada con Bromoformo en el Laboratorio de Termocronología de la UCV, y posteriormente el Prof. Mauricio Bermúdez en una visita a la UNAM, concentró los minerales de

apatitos según la metodología de ese laboratorio, la cual es la misma que sigue el Dr. Naeser del USGS, USA. Ésta es mostrada en la figura 3.4.

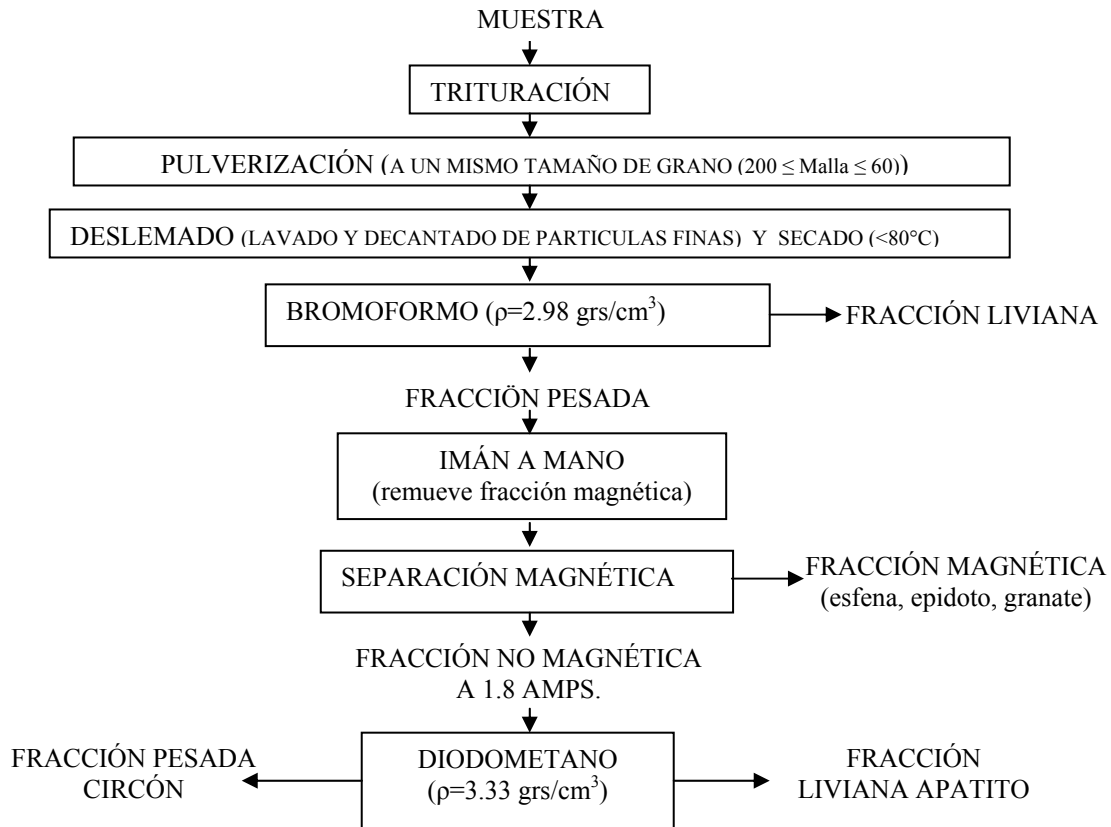


Figura 3.4: Pasos necesarios en la separación de minerales. Estos pasos son similares al Laboratorio de Termocronología hasta la separación por Bromoformo.

(Tomada y modificada de Naeser, et. al. 1989)

En esta figura, inicialmente se tritura y se pulveriza la muestra, se tamiza entre 60 y 200 de malla, se hace un lavado de la muestra, se deja secar a una temperatura menor de 80°C, se pasa la muestra por Bromoformo, la fracción liviana se guarda y la fracción pesada se pasa a través de un imán a mano, luego se realiza la separación magnética por el separador Frantz.

El procedimiento para la separación magnética fue similar al realizado en Venezuela, con un equipo de la misma marca y modelo, pero con un regulador de

amperaje, este equipo es mostrado en la figura 3.5, en donde encerrado en la circunferencia roja, se encuentra el controlador digital del campo magnético y de vibración, y encerrado en el cuadro azul está la consola donde se muestran los valores de intensidad, y los controles de corriente.

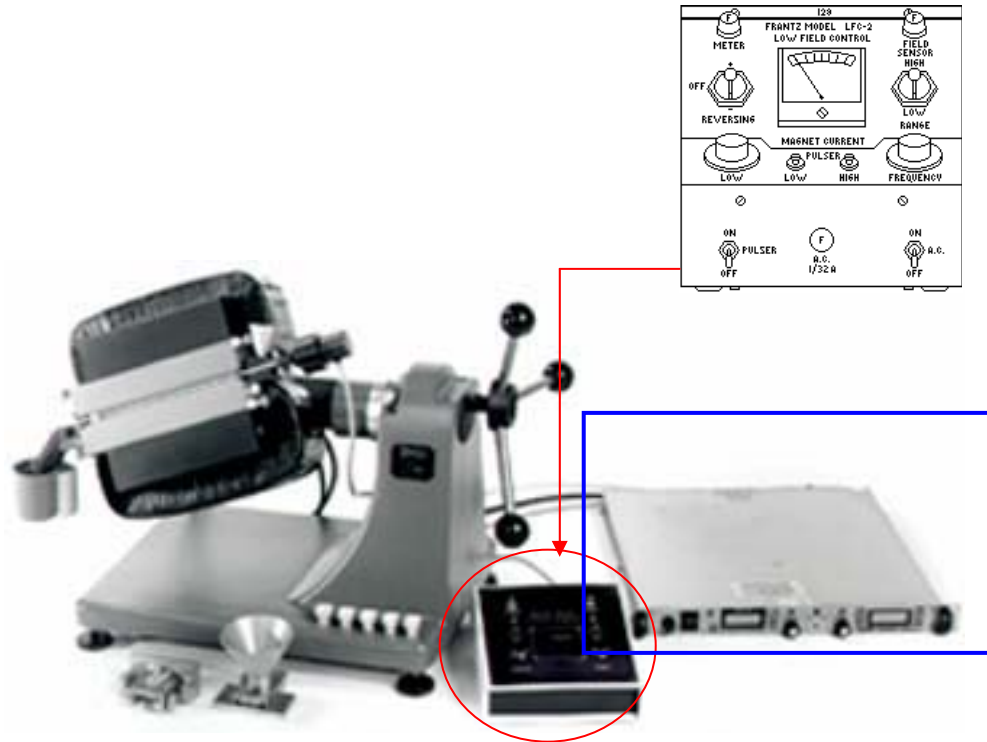


Figura 3.5: Separador magnético FRANTZ L-1, con controlador de intensidad de corriente.

(Tomado de <http://www.sgfrantz.com/lab1pg2.htm>)

Por último se pasa la muestra obtenida sólo por el Diodometano, la fracción ligera es seleccionada para realizar los análisis de Difracción y Fluorescencia de Rayos X y la fracción pesada se guarda.

### Procedimientos

- Se tomaron 0,20 grs. de la muestra, la cual se molió en un mortero de ágata y se colocó sobre un porta muestra de aluminio. Los difractogramas se corrieron en un difractómetro Phillips Mod. 1130-96 del generador y PW 1050/25 del

goniómetro, utilizando radiación  $\text{Cu K}\alpha$ . La muestra se analizó en fracción no orientada en un porta muestras de Al en un intervalo angular  $2\theta$  de  $4^\circ$  a  $80^\circ$ .

*Tercer análisis: cristales entre 3.095 y 3.225 grs/cm<sup>3</sup>*

Se tomaron 0.80gr de Apatito y posteriormente fueron molidos y colocados sobre un porta muestra de vidrio, fueron adheridos a la superficie con acetona y luego introducidos en el difractor del Laboratorio de Difracción y Fluorescencia de Rayos X con las siguientes especificaciones:

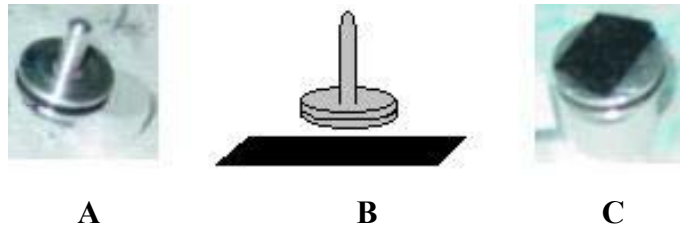
- a) Phillips Mod. PW3830-96 generador de rayos X.
- b) Goniómetro: PW 3020.
- c) Radiación:  $\text{Co K}\alpha$ .
- d) Intervalo angular ( $2\theta$ ): 4 a  $80^\circ$ .

### **Fluorescencia de rayos X**

El resto de la porción de minerales que contiene el apatito procesado en el Laboratorio de Trazas de Fisión de la UNAM, fue llevado al Laboratorio de Trazas de Fisión del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares de México (ININ) donde se dividió esta muestra en dos fracciones, una consistente en una separación manual de apatitos bajo lupa, y la otra formada por el remanente de cristales.

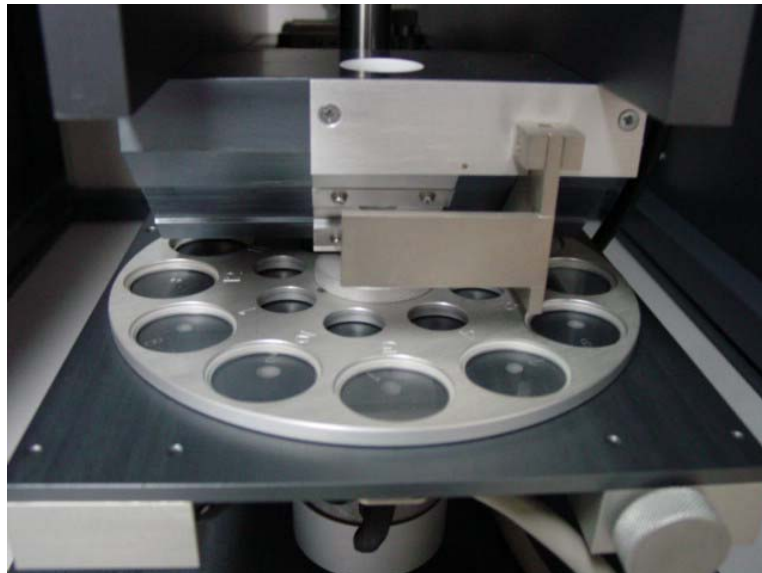
Se colocó una pequeña porción de estos separados, cada uno sobre una cinta de carbón, ubicada sobre un portaobjeto de aluminio cilíndrico de 1 cm de diámetro, esto puede ser apreciado en la Figura 3.6 (A) donde se muestra un contenedor en posición invertida, en la figura 3.6 (B) se muestra la cinta de carbón, la cual es de doble pegamento, el lado de la cinta que da a la mesa no se le quita la cubierta protectora, en el otro lado se le quita la cubierta, se toma el portamuestra por su soporte y se le hace presión sobre la cinta, posteriormente en la figura 3.6 (C) se invierte este portamuestra y se colocan algunos granos de minerales no amontonados

y en forma uniforme hasta que se cubra el área. Encerrado en una elipse de color azul se muestran la configuración final del portamuestra con la muestra, en posición normal.



*Figura 3.6: Procedimiento para colocar la muestra en el aparato de fluorescencia del ININ, México.*

Una vez que las muestras son fijadas al portamuestras se introducen una por una a 45° durante una hora en el aparato de fluorescencia. El aparato utilizado es un espectrómetro de fluorescencia de rayos X a 45° de reflexión total y dispersiva, modelo TX2000. En la figura 3.7 se aprecia la forma como el portamuestras es colocado a 45°. El espectrómetro de fluorescencia de rayos X, se muestra en la figura 3.8.



*Figura 3.7: Lugar donde se colocan los portamuestras en el aparato de fluorescencia del ININ, México.*



*Figura 3.8: Espectrómetro de fluorescencia de rayos X, TX2000, del ININ, México.*

### **Microscopía electrónica de barrido de bajo y alto vacío**

A la misma muestra separada en los laboratorios de México, se les realizó análisis de microscopía electrónica de alto y bajo vacío, utilizando microscopios EDX denominados espectrómetros de energía dispersiva de rayos X, se utilizó inicialmente el microscopio electrónico de barrido de bajo vacío, y con el fin de mejorar la resolución, se utilizó posteriormente el de alto vacío. Se hicieron 03 sesiones de análisis en cada uno de los microscopios según los siguientes criterios:

- a) Cristales entre 2.98 y 3.33 grs/cm<sup>3</sup> de densidad, sin separación manual de apatitos.

- b) Cristales entre 2.98 y 3.33 grs/cm<sup>3</sup> de densidad, supuestamente conformados por apatitos separados manualmente bajo la lupa, según sus propiedades ópticas.
- c) Igual que en el caso anterior, pero con los cristales ya montados y pulidos, para aplicarles los procedimientos del método de huellas de fisión los cuales serán explicados en las secciones siguientes.

Para montar las muestras a y b con el fin de examinarlas bajo los microscopios electrónicos, se utilizaron portamuestras de aluminio y cintas de carbón idénticas a las utilizadas en el procedimiento de fluorescencia, ver figuras 3.6 A-C.

En la figura 3.9 se muestra el microscopio electrónico de bajo vacío existente en el ININ, utilizado para el análisis de las muestras. El recipiente cilíndrico de color gris en esta figura, es la fuente de rayos X necesarias para hacer el reconocimiento de las configuraciones químicas de los minerales. La muestra es colocada en el compartimiento debajo de este cilindro por medio de una pinza portamuestra mostrada en la figura 3.10.



*Figura 3.9: Microscopio electrónico de barrido de bajo vacío existente en el ININ, donde se analizaron las muestras de este Trabajo Especial de Grado.*



Figura 3.10: pinzas utilizadas para introducir el portamuestras en el compartimiento del microscopio.

En la figura 3.11 se muestra el microscopio electrónico de barrido de alto vacío del ININ, utilizado para obtener una mejor resolución de los minerales estudiados.



Figura 3.11: Microscopio electrónico de barrido de alto vacío del ININ, se utilizaron presiones entre 20 y 50 Kpa.



## **Métodos de Huellas de Fisión**

La muestra de granos seleccionados con el pincel de mano, previamente corridos por el separador Frantz, a 1.2 AMP, con los parámetros utilizados por Hess (1959) y con densidades entre 3.095 y 3.225 gr/cm<sup>3</sup> será procesada a continuación, con el fin de la caracterizarla bajo los pasos que rigen el método de huella de fisión. Los equipos y materiales utilizados en los procedimientos seguidos en el Laboratorio de Termocronología serán explicados a continuación.

### *Equipos*

- Horno isotérmico.
- Cocina o estufa. Marca Hotplate.
- Termómetro.
- Cronómetro.
- Pulidora Buehler de frecuencia constante.
- Lupa de 8X, 10X, 30X y 50X con luz reflejada.

### *Materiales*

- Pincel de un pelo.
- Esmalte de uñas transparentes (brillo).
- Exacto.
- Agua desionizada.
- Hidróxido de sodio (NaOH).
- Ácido Fluorhídrico (HF).
- Resina epoxicure.
- Removedor de vidrio con punta redonda.
- Endurecedor Epoxide.
- Resina Epoxicure. Marca Buehler.

- Vaselina o aceite natural.
- Pasta de diamante de 9 y 1 micrones.
- Lijas de granos 2000.
- Paños Textmet para el pulido de la muestra.
- Contenedor cilíndrico de plástico.
- Vaso precipitado de 400 y 200 ml.
- Recipiente de aluminio.

### *Procedimientos*

#### Montaje y preparación de la pastilla

El siguiente proceso consiste en la preparación del tubo cilíndrico sólido que contiene los granos adentro de manera uniforme, Dichos cilindros sólidos serán pulidos, luego cortado finamente convirtiéndolo posteriormente en una pastilla.

- Primeramente se pone a funcionar la estufa o cocina “hotplate” a una temperatura constante de 40°C.
- Se colocan 100 ml de agua en un vaso precipitado de 400 ml sobre la estufa, hasta que esta alcance la temperatura de 40°C, chequeando esta con un termómetro.
- Posteriormente se preparó una mezcla sobre el recipiente de aluminio, agregando 0.5 gr de endurecedor Epoxide y 2,5 gr de resina Epoxicure, conservando una proporción de 1:5 (por peso). Esta resina tiene la propiedad de conservarse con un color claro y no reaccionar en el momento de la irradiación en el reactor.
- Para el mezclado se utilizó el removedor de vidrio con punta redonda, para evitar que se formaran burbujas en la mezcla.

- Dentro del vaso precipitado que se encuentra sobre la estufa y con temperatura de 40°C, se colocó el recipiente de aluminio que contiene la mezcla.
- Luego dentro del contenedor cilíndrico de plástico, se agregó un promedio de 800 cristales de apatito de manera uniforme, y posteriormente la mezcla que se encuentra en la estufa se vierte en el interior de este contenedor.
- Posteriormente se colocó en el horno isotérmico a una temperatura de 35 °C por 24 horas aproximadamente, hasta que solidificó la mezcla líquida que contiene los granos. Una vez endurecida la resina se retiró del horno y luego se le suministra unos golpes con un martillo de goma al contenedor, para extraer el núcleo cilíndrico o pastilla.

### Pulido

Los núcleos obtenidos en el paso anterior son pulidos de manera muy suave y uniforme, primeramente con la lija # 2000 y posteriormente con la pasta de diamante hasta llegar a hacer el pulido de los cristales contenidos en este, evitando dañar y perder los cristales de apatito.

- Inicialmente se utilizó la lija de grano # 2000, en donde se lijó el núcleo sólido, hasta aproximarse al contacto con los granos.
- En el lijado se revisó el pulido constantemente bajo la lupa con luz transmitida.
- Se colocó un paño Texmet limpio rociado con agua destilada sobre la pulidora, luego se aplicó una pequeña cantidad de pasta de diamante de 9 micrones y seguidamente se comenzó a pulir la muestra.
- No debe exponerse mucho la muestra al pulido, es decir, a cada instante debe chequearse el pulido en el microscopio bajo luz reflejada.

- Cuando se llegó a los granos, se continuó puliendo con mucho cuidado hasta que se pudo lograr la mayor cantidad de superficie pulida de la muestra.
- Seguidamente se retiró la muestra de la pulidora, se cambió el paño, y posteriormente se aplicó la pasta de 1 micra, volviendo a pulir con la finalidad de eliminar los surcos dejados en la pulida anterior.
- Al terminar de pulir a 1 micra, se retiró el paño y se colocó otro nuevo. Posteriormente se aplicó la alúmina micropolish de 0.3 micrones, y se continuo el pulido hasta que la superficie de los granos quede bien pulida.
- Los materiales en uso deben lavarse con suficiente agua destilada y deben estar protegidos contra el polvo.
- Cada pastilla (núcleo sólido) se fijó al vidrio portaobjetos, utilizando como pega la resina epoxicare y colocando el número de las muestras con una cuchilla de diamantes en la parte superior derecha del portaobjeto.

#### Revelado, montaje del detector externo (mica)

##### Revelado

Esta etapa tiene como finalidad mostrar las huellas de fisión espontáneas presentes en los granos de apatito.

- Se preparó una solución de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) antes del grabado, a una molaridad de 5.
- Se colocó la temperatura ambiental inicial.
- Posteriormente se llenó a  $\frac{3}{4}$  el vaso de precipitado de 100 ml, colocando este vaso sobre otro vaso de precipitado de 250 ml que contenga agua, esto con la finalidad de regular la temperatura del ácido. Para mantener la temperatura de  $20^\circ\text{C}$  se agrega agua fría al vaso de precipitado de mayor tamaño.
- En otro vaso de precipitado de 400 ml se colocó agua, para el lavado de la pastilla.

- Usando un cronómetro se sumergió el preparado o la pastilla de apatitos en el ácido por 20 segundos.
- La pastilla se removió con una pinza e inmediatamente se sumergió en el vaso de precipitado que contiene agua, para su lavado.
- Debe tenerse cuidado de no tocar la superficie de los granos de apatitos después de que haya culminado el revelado.
- Finalmente se inspeccionó bajo el microscopio de luz transmitida si las huellas son visibles o no.
- La muestra se colocó bajo la campana, para su posterior secado.
- Todos los materiales deben lavarse con jabón neutro.

#### Montaje del detector externo (escama de mica)

Una vez que los preparados de apatito ya han sido revelados suficientemente, puede contarse las huellas espontáneas en este momento, si no, se debe montar la mica o detector de bajo contenido de uranio. La mica a utilizar es una mica de moscovita del Brasil o puede ser obtenida en la empresa B&M Mica Co. Inc, USA.

- No debe tocarse la superficie limpia, pulida y revelada de los apatitos mientras se coloca la mica.
- En una mesa limpia se arreglaron los montajes limpios y los cuadrados de micas precortadas que cubrirán el apatito.
- Se fijó a la mesa la cinta plástica Scotch<sup>®</sup> de doble engomado, posteriormente se tomaron las micas con una pinza y se presionó sobre la cinta plástica, para que quedara completamente adherida a la cinta, luego se le paso un lápiz por la parte trasera de la cinta para así desfoliar la mica y obtener un solo folio de mica.
- Este proceso se repitió hasta que el folio obtuvo un espesor uniforme de 0.18 mm, chequeando este espesor con un vernier micrométrico.

- Cuidadosamente se llevó la mica adherida a la cinta, colocándola sobre el portaobjeto que contiene los apatitos, posteriormente se envolvió con cinta plástica mediante una sola pasada, finalmente se cortó la cinta utilizando un exacto.
- Con un punzón fino de 1micra ( $\mu$ ) se hicieron dos agujeros sobre la mica, uno en la esquina superior izquierda y otro en la esquina inferior derecha, de manera de tener un control de la posición de la mica al retirarla de la sección fina después de ser irradiada; estos agujeros serán de importante ayuda al momento de contar las huellas de fisión ya que permiten una ubicación precisa de los granos y de la platina motorizada del microscopio.
- Finalmente todas las muestras ya están listas para ser irradiadas, ahora es necesario empaquetarlas según las diversas especificaciones de los centros de irradiación.

El montaje de la mica puede ser apreciado en la figura 3.3 donde se muestra la forma como se esfolia la mica por medio de la cinta plástica Scotch<sup>®</sup>.



*Figura 3.12: Separación de la mica necesaria para el montaje según la técnica del detector externo.*

(Tomada con autorización de Garver, 2002)

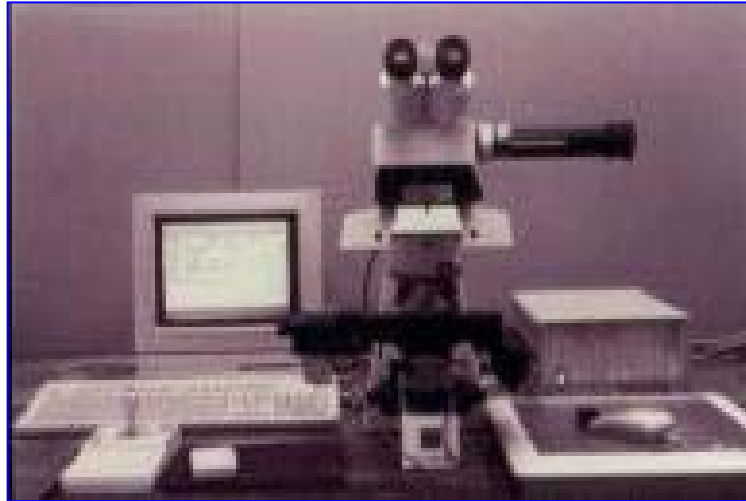
## Revelado de la mica después de la irradiación

En esta fase se revelarán las huellas inducidas (*Ni*) necesarias para la datación de las muestras por el método de huellas de fisión.

- Después de la irradiación se removió la mica del montaje y posteriormente la cinta plástica que unía el montaje se retiró con un exacto.
- Los bordes de la mica se insertaron en las ranuras de una manguera tipo tygon, de manera que éstas se conservaran juntas para el revelado.
- Se colocó la mica en un vaso precipitado de ácido fluorhídrico (HF) por 18 minutos, asegurándose que el ácido mantenía una temperatura entre 20 y 23°C.
- Se retiró la mica y luego se colocó en hidróxido de sodio (NaOH) concentrado, agregando agua desionizada posteriormente y debiendo mantenerlas en la solución de 2 a 5 minutos. El PH del agua se revisó constantemente usando un medidor de PH digital para asegurarse que el agua no se había acidificado. Es importante que todo el ácido fluorhídrico (HF) haya sido removido de las muestras, ya que este ácido podría revelar otros elementos microscópicos.
- La mica se limpió con alcohol (metanol) y posteriormente se puso a secar esta en posición vertical en el horno isotérmico una temperatura de 30°C.
- Finalmente se revisó la calidad de la huella, siendo muy cuidadoso con la calidad del grabado ya que el ácido fluorhídrico (HF) tiende a perder sus propiedades a medida que se efectúa el revelado.

### Arreglo del montaje para el conteo

En esta fase se obtiene la sección fina definitiva para el conteo de las huellas espontáneas ( $N_s$ ) e inducidas ( $N_i$ ) bajo el microscopio, el cual puede observarse en la figura 3.13.



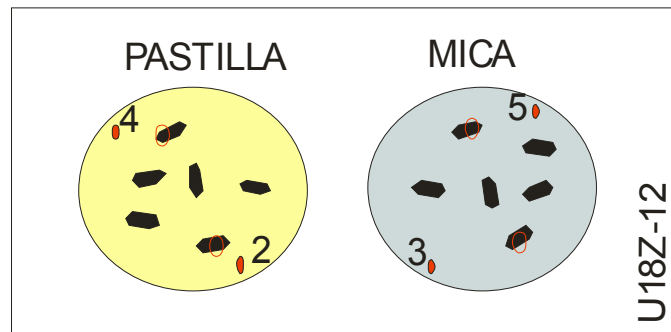
*Figura 3.13: Sistema automatizado de conteo de huellas de fisión existente en el Laboratorio de Termocronología de la UCV.*

- Sobre un portaobjetos se colocó la pastilla y la mica ya revelada de acuerdo al número de muestra.
- Sobre este portaobjeto y utilizando un marcador con punta de diamante (bisturí) se rotuló la muestra.
- Se retiró la pastilla y la mica con cuidado de no invertirlas.
- Usando el brillo de uñas se pegó tanto la pastilla como la mica en el portaobjeto de los pasos (1) y (2).



- Se alinean cuidadosamente la mica y la pastilla, usando los agujeros realizados en la etapa del montaje.

En la figura 3.14 se muestra la disposición de la pastilla y de la mica en el portaobjeto final a utilizar para el conteo después de realizar los pasos mencionados anteriormente, note que los puntos marcados en rojo y denotados por los números 2, 4 en la pastilla y 3, 5 en la mica corresponden a los agujeros realizados en la fase anterior para ubicar los granos, el número 1 se hace sobre la sección fina con el mismo punzón con la finalidad de que el microscopio determine las coordenadas del agujero para ubicación precisa.



*Figura 3.14: Montaje de la pastilla y de la mica para su posterior conteo.*

Los resultados obtenidos en cada una de las metodologías aquí descritas serán presentados y discutidos en el próximo capítulo.

## CAPÍTULO IV

### RESULTADOS Y ANÁLISIS

#### **Introducción**

En este capítulo se mostrarán los resultados de los diferentes procedimientos realizados a las muestras de Fish Canyon Tuff para su caracterización: Microscopía Electrónica de Barrido de Bajo Vacío, Microscopía electrónica de alto vacío, Fluorescencia y Difracción de Rayos X, y cálculo de edades por el Método de Huellas de Fisión para estas muestras. Finalmente se discutirán y analizarán cada uno de los resultados obtenidos.

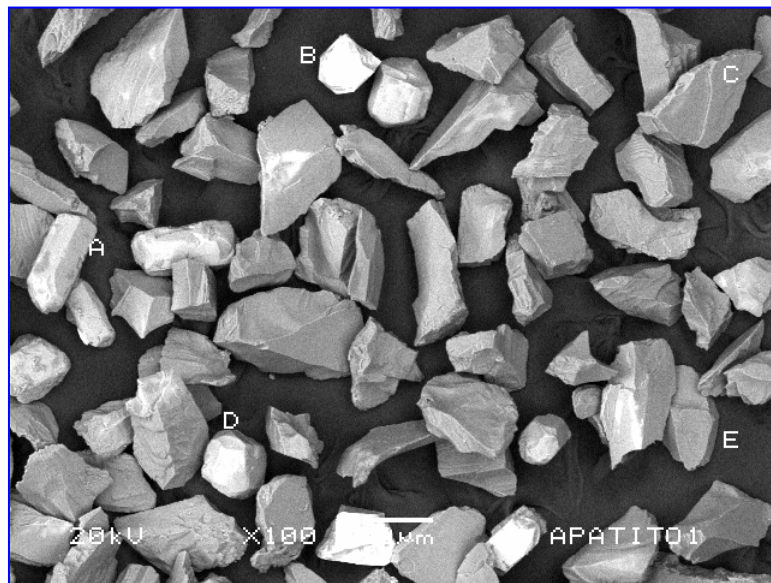
#### **Análisis de Microscopía Electrónica de Bajo Vacío**

Se realizaron tres sesiones de análisis bajo el microscopio electrónico de bajo vacío existente en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ) de México, se le aplicó este análisis a una porción de la muestra de Fish Canyon Tuff separada entre 2,98 y 3,33 grs/cm<sup>3</sup> de densidad, el objetivo era caracterizar por medio de difracción de rayos X cada grano de la muestra para reconocer las diferentes especies cristalinas. La metodología utilizada fue colocar varios granos separados visualmente bajo una lupa de 10X en una cinta de carbón sobre un portaobjetos del microscopio. Los detalles de esta metodología así como los equipos utilizados pueden estudiarse en detalle en el capítulo anterior.

#### *Primera sesión*

En la figura 4.1, se muestra la vista de los granos separados entre 2,98 y 3,33 grs/cm<sup>3</sup> en donde solo se tomaron en cuenta para su estudio detallado los granos denotados con las letras A a F.

**Vista: 100X**  
**Presión: 15PSI**  
**Energía:**  
**30KeV**



*Figura 4.1: Vista de granos de apatito y circón en alta resolución fotográfica, las letras corresponden a los granos estudiados en detalle.*

A continuación se presentan los resultados obtenidos sobre la microscopía electrónica de barrido de bajo vacío sobre el grano A. En la Figura 4.2 se observa el espectro generado para este grano y a la derecha una imagen de este a 500X tomada con una energía dispersiva de 20KeV, se observa una cuadrícula de 25x25 micras donde se le aplicó el haz de rayos X para obtener los resultados.

El eje X de esta figura corresponde a la energía liberada en kilo electrón-voltios, y el eje Y a los conteos por segundo (cps) de los elementos químicos pertenecientes a la capa K. Se observa que los elementos químicos activados son el calcio (Ca) con más de 80 cps, el fósforo (P) con 64 cps junto con otros elementos como silicio (Si), oxígeno (O), cloro (Cl) y flúor (F) en bajas proporciones. Por los elementos químicos que aquí se registran, se puede inferir que el grano estudiado es un cristal de apatito, los valores semicuantitativos de fluorescencia son registrados en la tabla 4.1. Denotado en color rojo, se muestran en esta tabla los elementos químicos que permiten aseverar tal conclusión. En esta tabla se observa que el valor del peso

atómico en porcentaje para el elemento carbono (C) es de 33,9%, este valor elevado se debe a que el equipo es muy sensible y cuantifica la cantidad de carbono existente en la cinta utilizada para adherir los granos al portamuestras.

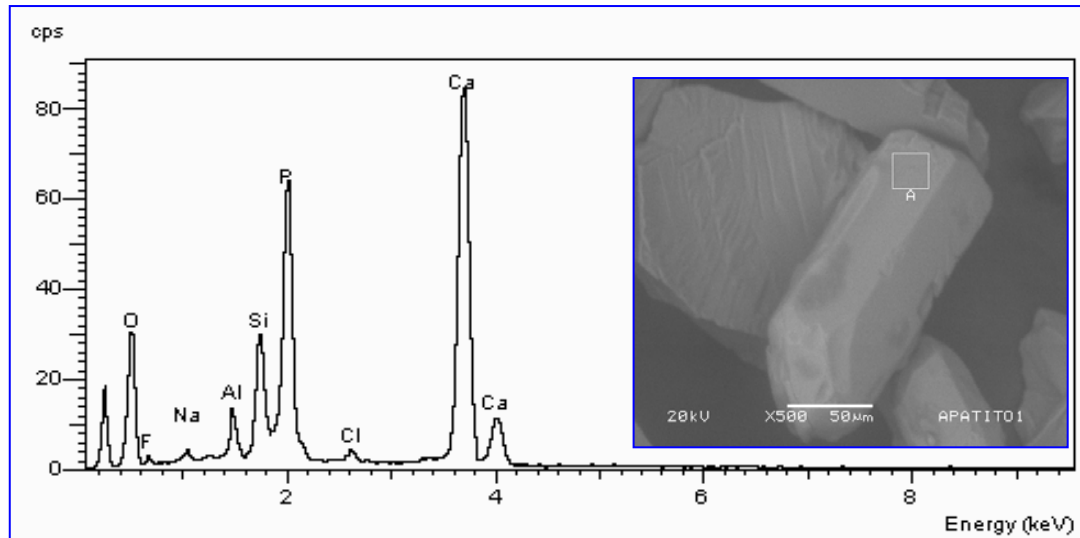


Figura 4.2: Espectro generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano A.

Tabla 4.1: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano A.

Elmt	Element %	Sigma %	Atomic %
C	22,37769	0,32218	33,90963
O	39,05448	0,414181	44,42883
F	3,277787	0,366796	3,140218
Na	0,565039	5,65E-02	0,447328
Al	1,516046	4,74E-02	1,022645
Si	3,391627	6,71E-02	2,197885
P	9,660426	0,115714	5,676568
Cl	0,396182	3,68E-02	0,203389
Ca	19,76073	0,189771	8,973507

A continuación se muestran los resultados obtenidos para el grano B, de acuerdo a sus propiedades ópticas aparentemente es un circón, los elementos químicos constituyentes son el Si, Al, Na y O los cuales pueden ser apreciados en la figura 4.3, los valores porcentuales semicuantitativos son mostrados en la tabla 4.2,

en donde el elemento Zr tiene un valor porcentual de 3.51, lo que induce a pensar que el un grano de circón.

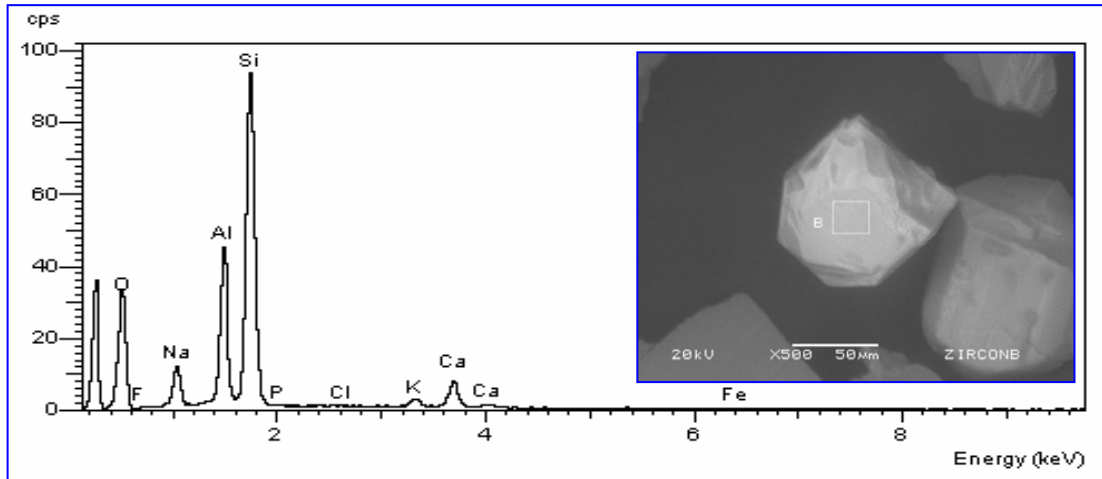


Figura 4.3: Espectro generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano B.

Tabla 4.2: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano B.

Elmt	Element %	Sigma %	Atomic %
C	40,15741	0,367023	57,81908
O	28,6988	0,358825	31,02098
Na	0,484796	4,53E-02	0,364674
Al	1,278768	4,48E-02	0,8196
Si	9,250344	0,100813	5,695772
P	0,589174	0,125757	0,328951
Ca	1,018588	4,60E-02	0,439497
Zr	18,52212	0,260714	3,51144

Los resultados obtenidos para el grano C se muestran a continuación, en donde de acuerdo a su composición se pudo inferir que era un mineral desconocido, que no correspondía a los minerales apatito y circón. Se puede observar que los elementos químicos constituyentes son el Ca, P, O y Si, los cuales pueden ser apreciados en la figura 4.4, los valores porcentuales semicuantitativos son mostrados también en la tabla 4.3. Este grano fue identificado a priori en este trabajo especial de grado como un aluminosilicato.

Seguidamente se observa en el espectro obtenido para este grano desconocido, que los elementos químicos activados son el calcio (Ca) con más de 65 cps, el fósforo (P) con 45 cps, junto con otros elementos como silicio (Si), oxígeno (O), cloro (Cl), sodio (Na), aluminio (Al) y flúor (F) en bajas proporciones.

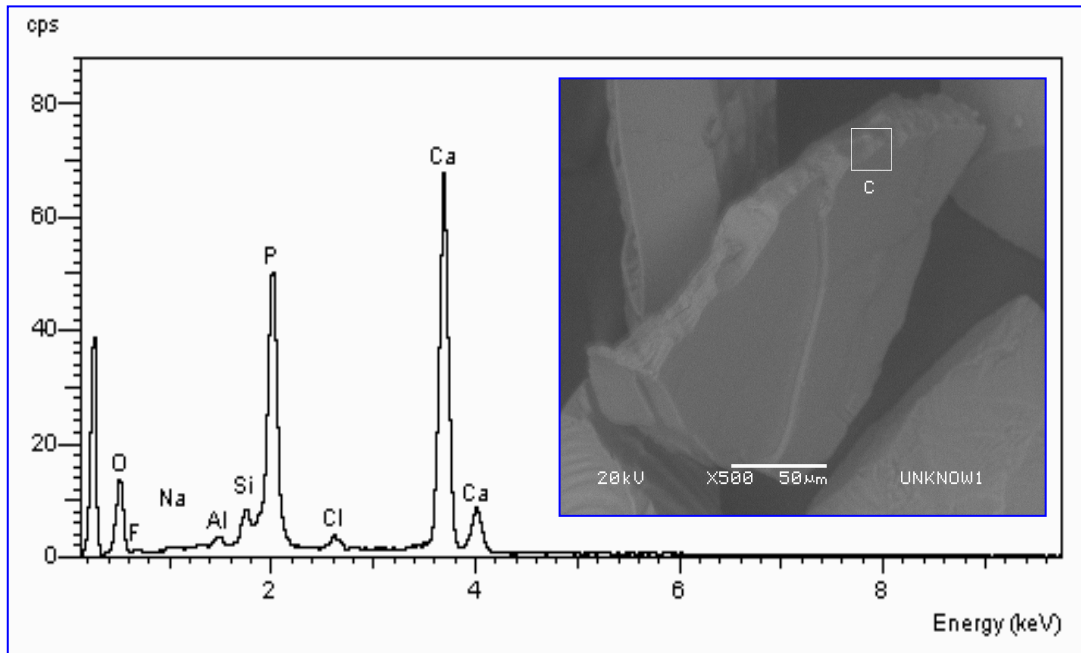


Figura 4.4: Espectro generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano C.

Tabla 4.3: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano C.

Elmt	Elemento %	Sigma %	Atomic %
C	42,15092	0,334185	53,19998
O	39,1949	0,337267	37,13815
Na	0,898102	4,11E-02	0,592203
Al	3,587631	5,38E-02	2,015659
Si	10,52708	9,53E-02	5,682004
K	2,860401	5,21E-02	1,108949
Ca	0,424211	3,20E-02	0,160449
Ti	0,128037	3,12E-02	4,05E-02
Fe	0,228718	5,09E-02	6,21E-02

En la figura 4.5, se observa el grano D, el cual muestra una geometría hexagonal, en donde además por su composición se pudo determinar que corresponde a un cristal de apatito, esto se puede observar en la tabla 4.4, los valores en rojo corresponden a elementos constituyentes en altas proporciones. Seguidamente se observa en el espectro obtenido para este cristal de apatito, que los elementos químicos activados son el calcio (Ca) con más de 85 cps, el fósforo (P) con 65 cps, junto con otros elementos como silicio (Si), oxígeno (O), cloro (Cl), sodio (Na), aluminio (Al) y flúor (F) en bajas proporciones.

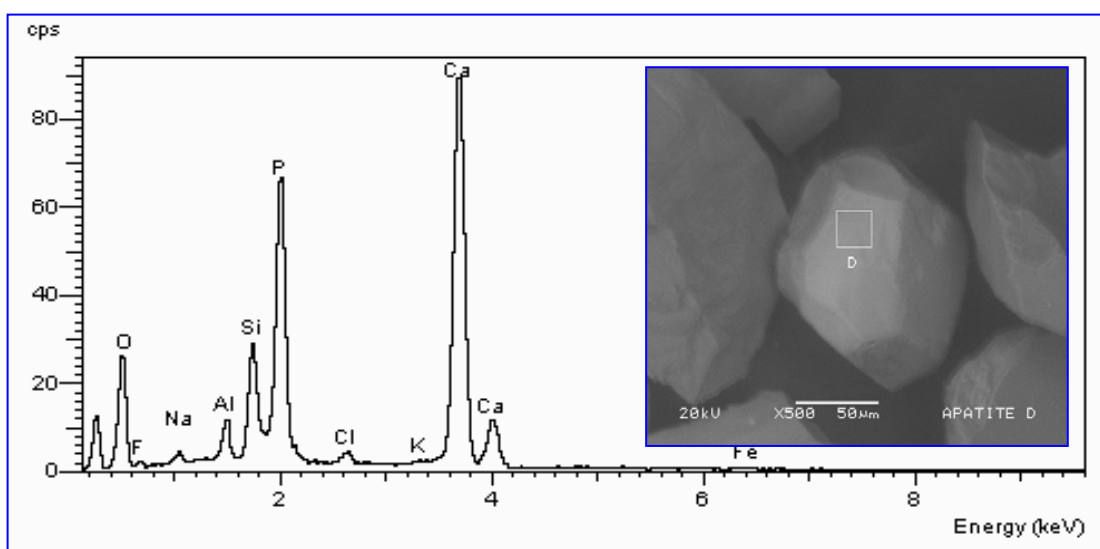


Figura 4.5: Espectro generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano D.

Tabla 4.4: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano D.

Elmt	Element %	Sigma %	Atomic %
C	17,76655	0,351782	28,36951
O	38,20977	0,521389	45,80465
F	3,567135	0,823218	3,601136
Na	0,665405	6,16E-02	0,555105
Al	1,483322	5,15E-02	1,054361
Si	3,534848	7,71E-02	2,413842
P	11,16912	0,157124	6,915917
Cl	0,529647	4,12E-02	0,286524
K	9,66E-02	4,11E-02	4,74E-02
Ca	22,65437	0,278348	10,84057
Fe	0,323215	7,40E-02	0,110999

Los resultados obtenidos para el grano E con geometría tetrahedral, se muestran a continuación, en donde de acuerdo a su composición se pudo inferir que era un mineral desconocido y de composición similar al cristal C antes estudiado, y que no correspondía a los minerales apatito y circón. Se puede observar que los elementos químicos constituyentes son el Si, Al, Ca y Na, los cuales pueden ser apreciados en la figura 4.6. Los valores porcentuales semicuantitativos son mostrados también en la tabla 4.5. Seguidamente se observa en el espectro generado para este grano desconocido que los elementos químicos activados son el silicio (Si) con más de 117 cps, el aluminio (Al) con 54 cps, junto con otros elementos como sodio (Na), potasio (K), calcio (Ca) y hierro (Fe) en bajas proporciones.

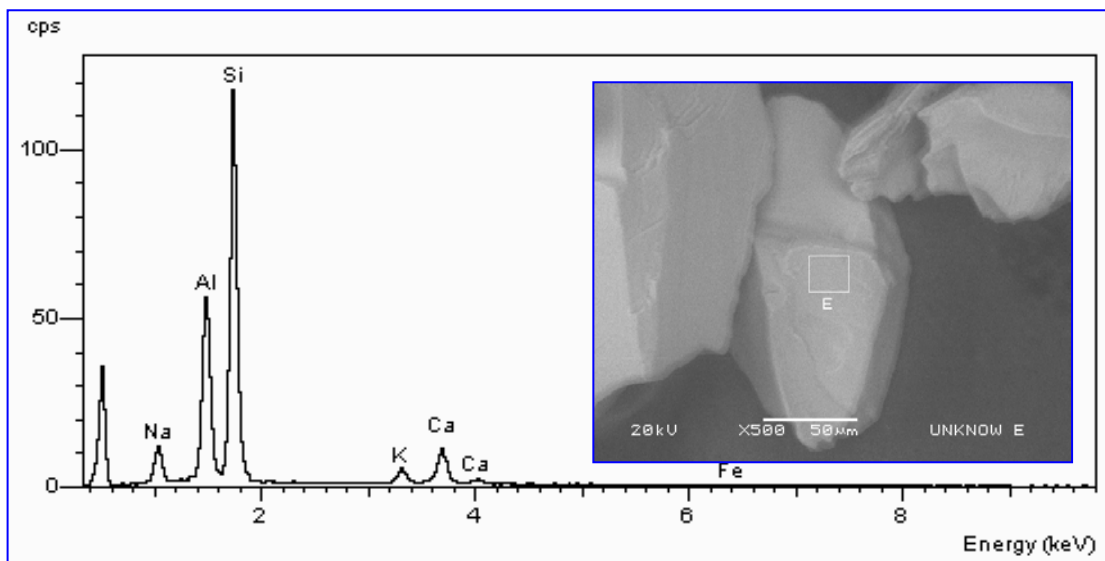


Figura 4.6: Espectro generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano E.



Tabla 4.5: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano E.

Elmt	Element %	Sigma %	Atomic %
C	31,98741	0,356894	43,85133
O	37,15559	0,333315	38,23968
Na	2,450991	6,06E-02	1,755439
Al	7,408461	8,55E-02	4,521023
Si	17,20119	0,143777	10,08443
K	1,003719	4,36E-02	0,422665
Ca	2,604315	6,00E-02	1,069913
Fe	0,18833	0,062744	5,55E-02

El siguiente grano F, fue tomado al azar, pero considerando que su estructura geométrica fuera parecida al cristal apatito D que anteriormente fue analizado y que además corresponde a la figura 4.5. Se determinó posteriormente que este grano F corresponde a un cristal de apatito por su composición, esto se puede observar en la tabla 4.6, los valores en rojo representan los elementos constituyentes en altas proporciones. Seguidamente en la figura 4.7, se observa en el espectro generado para este cristal, que los elementos químicos activados son el calcio (Ca) con más de 70 cps, el fósforo (P) con 47 cps, junto con otros elementos como silicio (Si), oxígeno (O), cloro (Cl), sodio (Na), aluminio (Al), potasio (K) y flúor (F) en bajas proporciones.

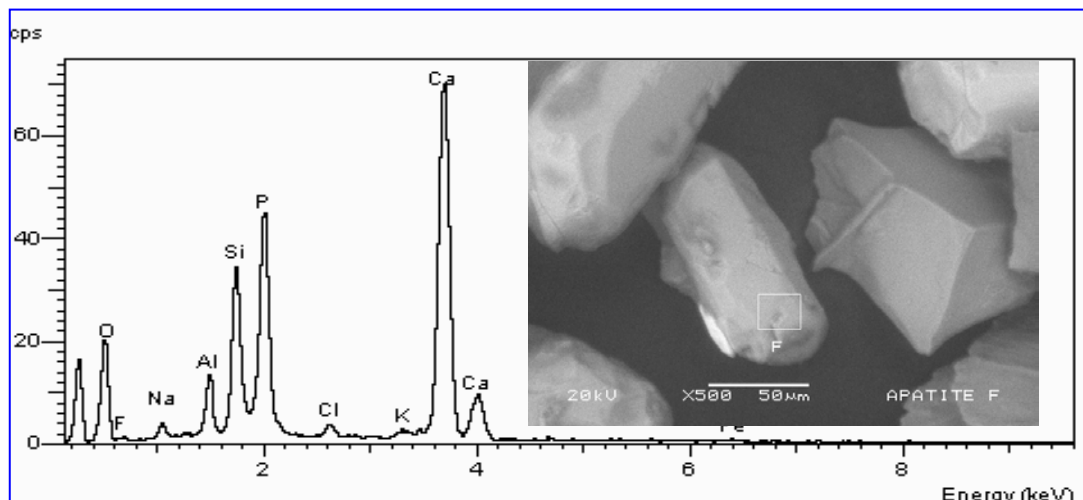


Figura 4.7: Espectro generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano F.

Tabla 4.6: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano F.

Elmt	Element %	Sigma %	Atomic %
C	24,93085	0,389347	37,94093
O	34,26999	0,493127	39,15356
F	2,754072	0,686758	2,649827
Na	0,814543	5,61E-02	0,647627
Al	2,080625	5,60E-02	1,409515
Si	5,17557	9,06E-02	3,368359
P	8,654979	0,128855	5,107623
Cl	0,543874	4,06E-02	0,280411
K	0,241711	4,33E-02	0,112992
Ca	20,25806	0,239982	9,238898
Fe	0,275727	7,74E-02	9,02E-02

### Segunda sesión

En la figura 4.8, se muestra la vista de los granos separados entre 2,98 y 3,33 grs/cm<sup>3</sup> de densidad, en donde solo se tomaron en cuenta para el estudio detallado los granos denotados con las letras A a C.

Vista: 100X  
 Presión: 15 PSI  
 Energía: 20 KeV  
 Granos estudiados: A-C

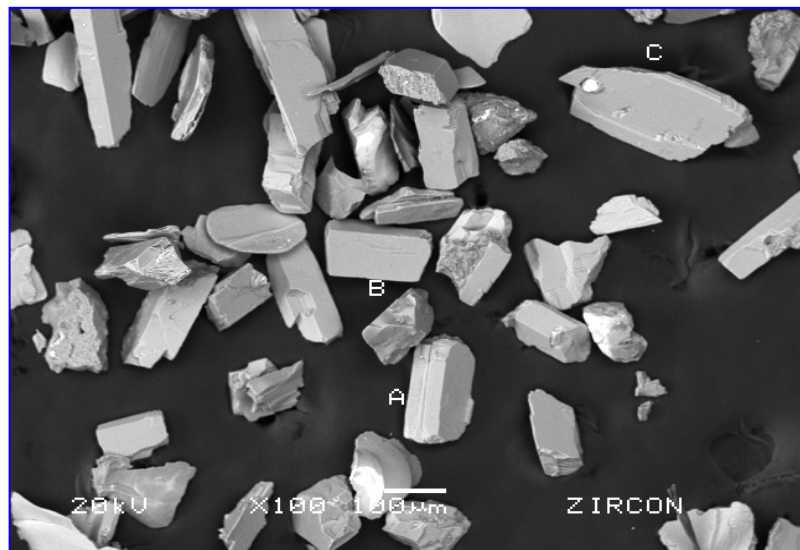


Figura 4.8: Vista de granos en alta resolución fotográfica, las letras corresponden a los granos estudiados en detalle.

A continuación se analizó el grano A seleccionado de la figura 4.8, el cual según su composición no corresponde a los minerales apatito y circón, sino al mineral desconocido ya analizado en la primera sesión. Se puede observar que los elementos químicos constituyentes son el Si, Mg, O, AL y Ca, los cuales pueden ser apreciados en la figura 4.9, los valores porcentuales semicuantitativos son mostrados también en la tabla 4.7. Seguidamente se observa en el espectro obtenido para este grano desconocido, que los elementos químicos activados son el silicio (Si) con más de 75 cps, el oxígeno (O) con 30 cps, el manganeso (Mn) y calcio (Ca) con más de 22 cps, junto con otros elementos como, aluminio (Al), hierro (Fe) y sodio (Na) en bajas proporciones.

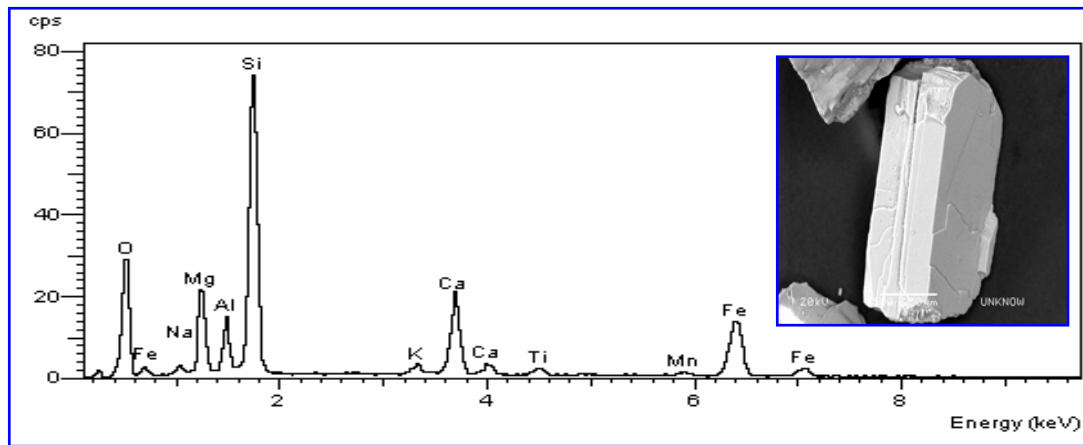


Figura 4.9: Espectro generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano A.

Tabla 4.7: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano A.

Elmt	Element %	Sigma %	Atomic %
C	19,93039	0,462329	30,91893
O	40,80951	0,403973	47,52875
Na	0,445563	6,67E-02	0,361126
Mg	4,65611	8,44E-02	3,568538
Al	2,481892	7,07E-02	1,713944
Si	13,557	0,143256	8,994181
K	0,552259	4,41E-02	0,263167
Ca	5,709826	9,39E-02	2,654502
Ti	0,68185	5,72E-02	0,265241
Mn	0,525971	8,23E-02	0,178393
Fe	10,64962	0,201788	3,553221

A continuación se presenta el análisis del grano seleccionado B, el cual es muy similar al grano A estudiado anteriormente, con la diferencia de que éste no presenta sodio (Na), y por el contrario se cuantifica el cloro. Se puede observar que los elementos químicos constituyentes son el Si, Mg, O, AL y Ca, los cuales pueden ser apreciados en la figura 4.10, los valores porcentuales semicuantitativos son mostrados también en la tabla 4.8. Seguidamente se observa en el espectro generado para este grano desconocido, que los elementos químicos activados son el silicio (Si) con más de 140 cps, el oxígeno (O) con 48 cps, el manganeso (Mn) y calcio (Ca) con más de 40 cps, junto con otros elementos como, aluminio (Al), hierro (Fe) y sodio (Na) en bajas proporciones.

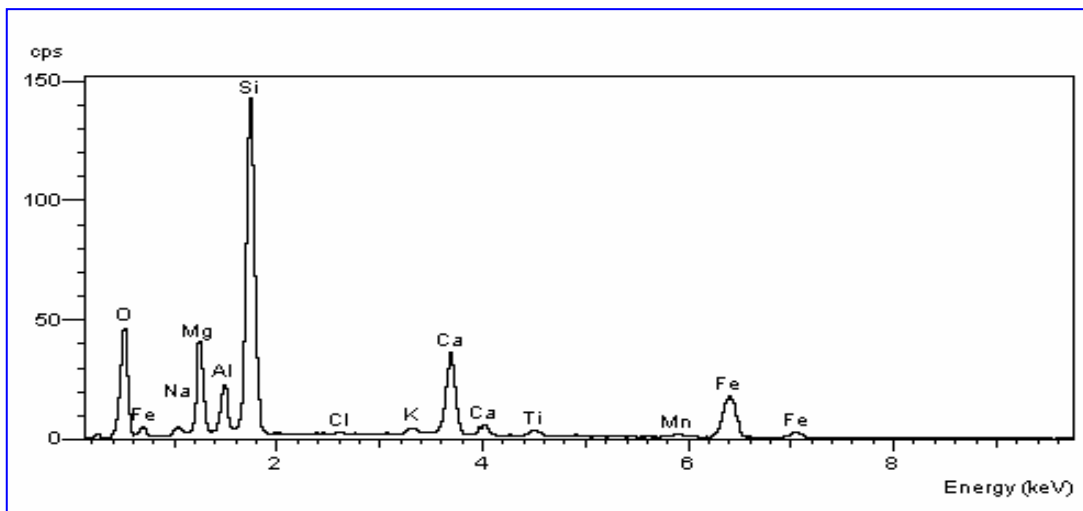


Figura 4.10: Espectro generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano B.

Tabla 4.8: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano B.

Elmt	Element %	Sigma %	Atomic %
C	17,95694	0,401318	28,18529
O	40,89997	0,340473	48,19473
Mg	5,478492	7,56E-02	4,248247
Al	2,414989	0,060307	1,687371
Si	16,38902	0,138146	11,00101
Cl	0,097291	3,12E-02	5,17E-02
K	0,455985	3,84E-02	0,219847
Ca	6,541117	8,55E-02	3,07676
Ti	0,63748	4,83E-02	0,2509
Mn	0,44498	6,46E-02	0,152699
Fe	8,68374	0,153629	2,931409

El cristal C arroja resultados similares al grano A de esta sesión, solo que no aparece el sodio (Na) pero se cuantifica el cloro (Cl). Se puede observar que los elementos químicos constituyentes son el Si, Mg, O, AL y Ca, los cuales pueden ser apreciados en la figura 4.11, los valores porcentuales semicuantitativos son mostrados también en la tabla 4.9. Seguidamente se observa en el espectro generado para este grano desconocido, que los elementos químicos activados son el silicio (Si) con más de 100 cps, el oxígeno (O) con 30 cps, el manganeso (Mn) y calcio (Ca) con más de 30 cps, junto con otros elementos como, aluminio (Al), hierro (Fe) y sodio (Na) en bajas proporciones.

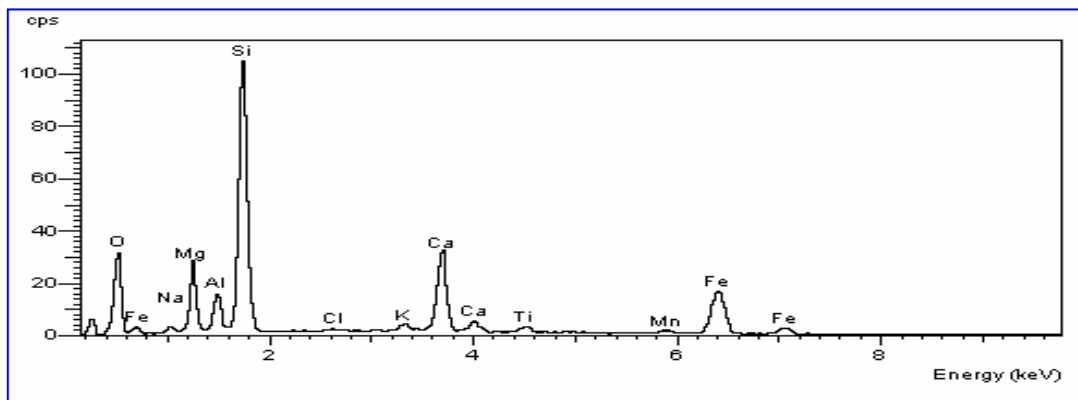


Figura 4.11: Espectro generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano C.

Tabla 4.9: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano C.

Elmt	Element %	Sigma %	Atomic %
C	23,01363	0,416756	35,49619
O	36,77601	0,372912	42,58409
Mg	4,606545	7,38E-02	3,510187
Al	2,076299	0,059559	1,425579
Si	14,67836	0,13734	9,681961
Cl	9,23E-02	3,26E-02	4,82E-02
K	0,487038	4,19E-02	0,230749
Ca	7,078489	9,63E-02	3,271813
Ti	0,64988	5,42E-02	0,251347
Mn	0,551144	7,28E-02	0,185852
Fe	9,990351	0,176936	3,314031

### Tercera sesión

En la figura 4.12, se muestra la vista de los granos separados entre 2,98 y 3,33 grs/cm<sup>3</sup> de densidad, colocados sobre la resina epóxica que se utiliza para fechar los cristales por el método de huellas de fisión, sobre esta resina se encuentran los granos ya pulidos a 0.3 micrones, en donde solo se tomaron al azar cuatro cristales y se realizó un análisis por área en la parte central de cada uno de ellos. El área analizada y la imagen obtenida, es igual al de las muestras anteriores. Los granos analizados están denotados con las letras A a D. La imagen se observa más oscura a las anteriores debido a que el color de la resina es ámbar.

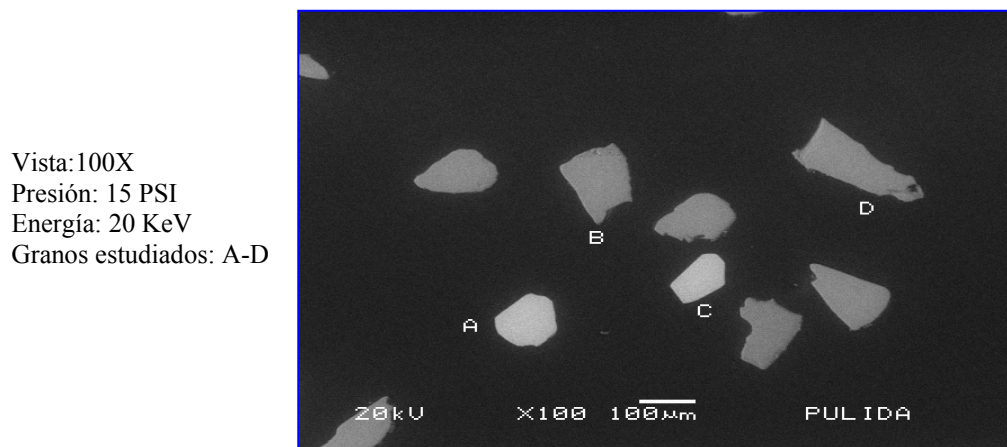


Figura 4.12: Vista de granos pulidos en alta resolución fotográfica, las letras corresponden a los granos estudiados en detalle.

A continuación se muestra el análisis del cristal A en la resina pulida, el cual por su composición se infiere que es un cristal de apatito con presencia de los elementos cloro (Cl) y flúor como se aprecia en la tabla 4.10, en color rojo. Se puede observar que los elementos químicos constituyentes son el Ca, P, los cuales pueden observarse en la figura 4.13, y los elementos químicos activados son el calcio (Ca) con más de 70 cps y el fósforo (P) con más de 52 cps, junto con otros elementos como, oxígeno (O), silicio (Si), flúor (F), cloro (Cl) y aluminio (Al) en bajas proporciones.

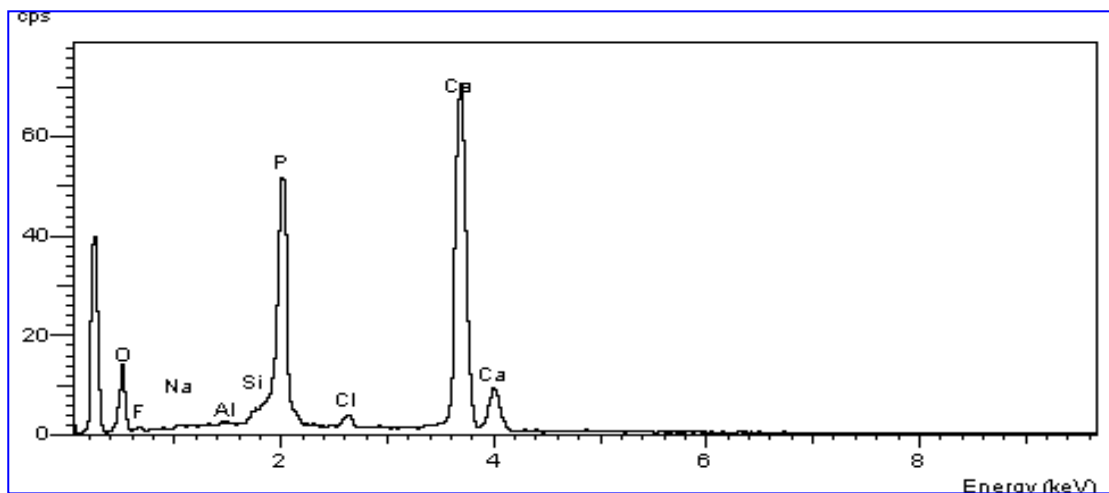


Figura 4.13: Espectro generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano A.

Tabla 4.10: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano A.

Elmt	Element %	Sigma %	Atomic %
C	41,94697	0,401908	57,45713
O	27,2384	0,51033	28,00988
F	1,578567	0,328917	1,367029
Al	0,164639	3,31E-02	0,100388
Si	0,114808	4,17E-02	6,73E-02
P	8,983251	0,115624	4,771541
Cl	0,524228	3,91E-02	0,243271
Ca	19,44913	0,202606	7,983529

El siguiente grano B estudiado es de la misma naturaleza de los cristales reconocidos como desconocidos, es decir que no corresponden a cristales de apatitos

o circones. En la figura 4.14, se observar que los elementos químicos constituyentes son el Si, O, AL y Ca, y en la tabla 4.11, los elementos químicos activados son el silicio (Si) con más de 90 cps, el oxígeno (O) con más de 35 cps y el aluminio (Al) con más de 47 cps, junto con otros elementos como, sodio (Na), calcio (Ca), potasio (K), flúor (F), cloro (Cl) y hierro (Fe) en bajas proporciones.

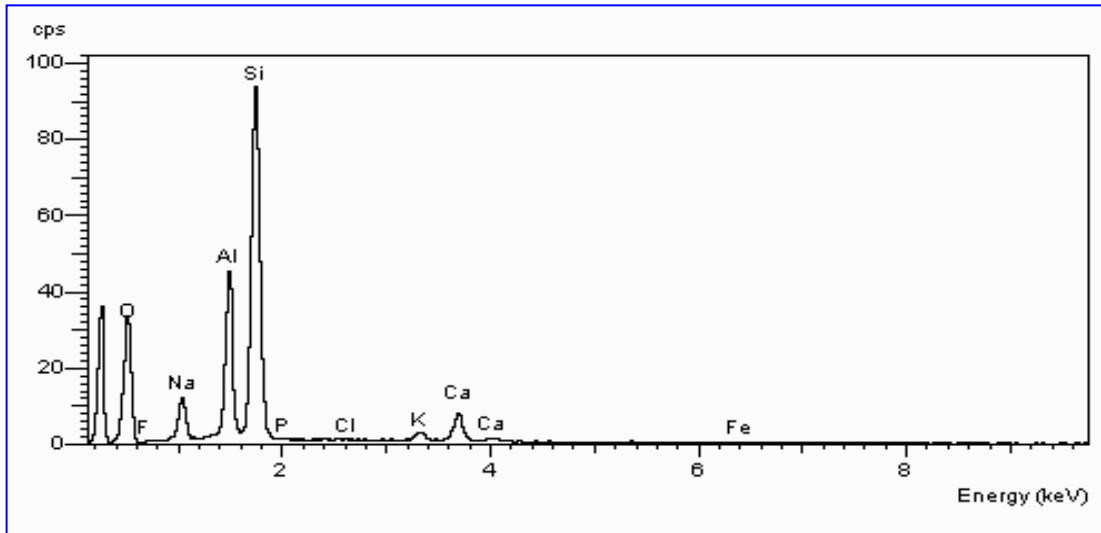


Figura 4.14: Espectro generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano B.

Tabla 4.11: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano B.

Elmt	Element %	Sigma %	Atomic %
C	41,94249	0,322328	53,78424
O	34,65867	0,329408	33,3656
Na	2,436247	5,69E-02	1,632158
Al	5,71999	7,09E-02	3,265135
Si	12,84109	0,112059	7,041936
K	0,46984	3,28E-02	0,185068
Ca	1,780078	4,75E-02	0,684055
Fe	0,15159	0,050706	4,18E-02

El grano C corresponde a un cristal de apatito con una cantidad de cloro (Cl) y flúor (F) cercana al cristal A de esta sesión de muestra pulida. Se puede observar que los elementos químicos constituyentes son el Ca y P, los cuales pueden ser



apreciados en la figura 4.15, y los elementos químicos activados son el calcio (Ca) con más de 70 cps y el fósforo (P) con más de 52 cps, junto con otros elementos como, oxígeno (O), silicio (Si), cloro (Cl), flúor (F), cloro (Cl) y aluminio (Al) en bajas proporciones.

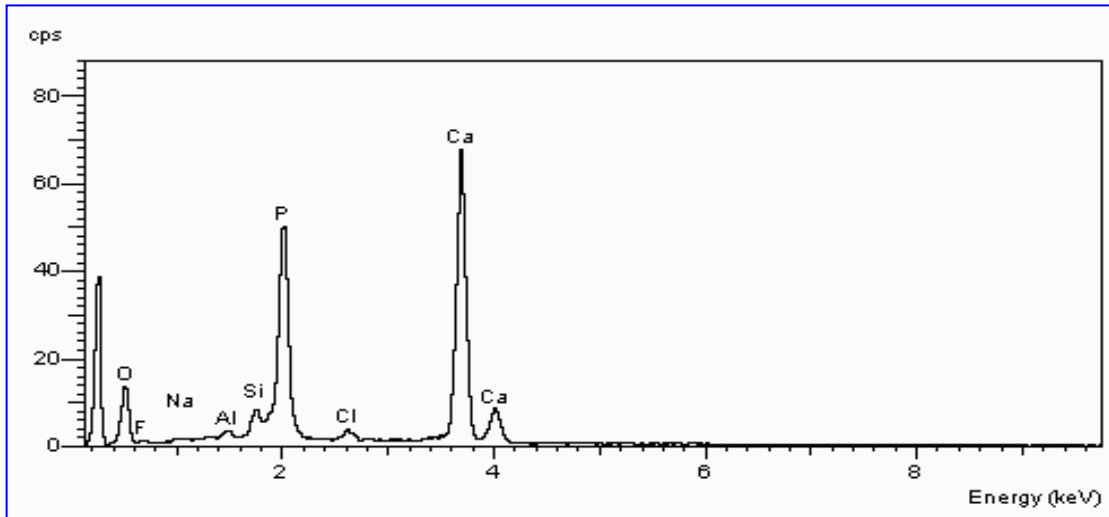


Figura 4.15: Espectro generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano C.

Tabla 4.12: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV para el grano C.

Elmt	Element %	Sigma %	Atomic %
C	41,67568	0,396967	57,13899
O	27,27447	0,500078	28,07324
F	1,57724	0,31506	1,367158
Na	0,148298	4,74E-02	0,106225
Al	0,290359	3,50E-02	0,177211
Si	0,669085	4,63E-02	0,392302
P	8,818892	0,113689	4,688628
Cl	0,474524	3,83E-02	0,220412
Ca	19,07144	0,19762	7,835827

A continuación se muestra el análisis del cristal D en muestra pulida, el cual según su composición se infiere que es un cristal desconocido pero difiere de los anteriormente así denotados ya que presenta flúor en su estructura química. Se puede

observar que los elementos químicos constituyentes son el Si, Al, y oxígeno (O), los cuales pueden observarse en la figura 4.13.

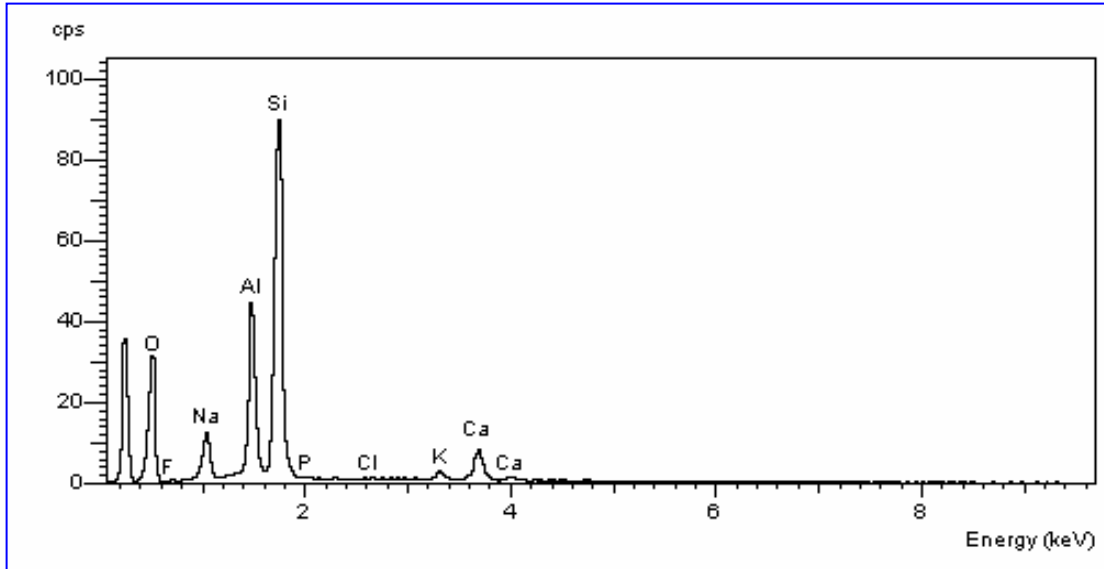


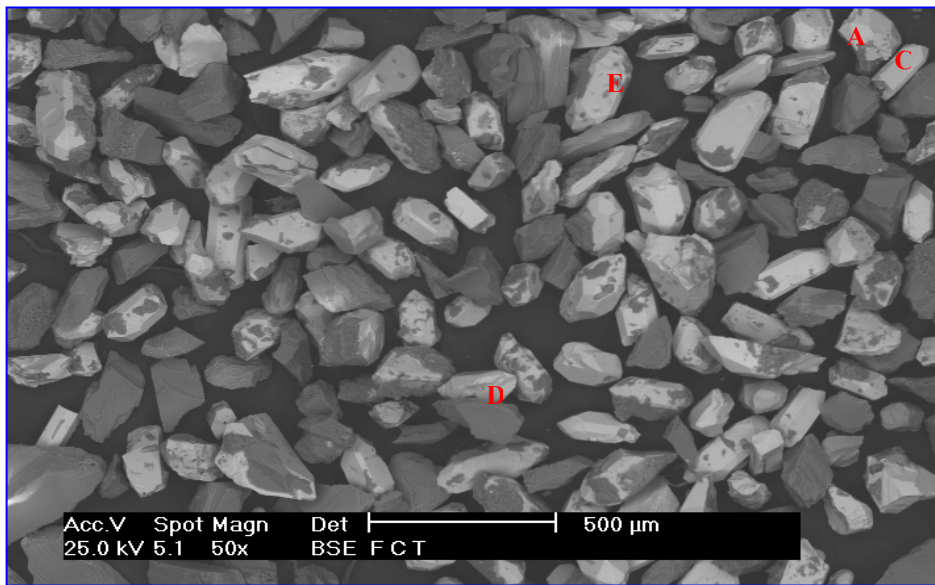
Figura 4.16: Espectro generado por el microscopio electrónico de bajo vacío para el grano D.

Tabla 4.13: Resultados semicuantitativos del análisis de MEBV, para el grano D.

Elmt	Element %	Sigma %	Atomic %
O	45,2042	0,363224	58,03646
F	4,732998	0,413693	5,117329
Na	5,097394	0,115386	4,554326
Al	12,11027	0,147513	9,219228
Si	28,4317	0,243697	20,79351
K	0,948345	6,87E-02	0,498175
Ca	3,475102	9,75E-02	1,780962

## Análisis de Microscopía Electrónica de Alto Vacío

En la figura 4.17, se muestra la vista de los granos separados entre 2,98 y 3,33 grs/cm<sup>3</sup> de densidad, a 500X bajo el microscopio de barrido de electrónico de alto vacío del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ), con una energía dispersiva de 25 kilo electrón-voltios y una presión de 200 Pa. 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. El área analizada y la imagen obtenida, es similar a los análisis anteriores. Los granos analizados están denotados con las letras A a E. A pesar de que los resultados que puede arrojar son similares este microscopio tiene una mayor resolución y los valores que arroja son muy precisos.



*Figura 4.17: Imagen general de cristales en alta resolución fotográfica, tomada en MEB de alto vacío a 50X, las letras corresponden a los granos estudiados en detalle.*

A continuación se muestra el análisis del grano A, que según su composición se determinó que este correspondía a un cristal de circonio, haciendo un análisis con mayor acercamiento sobre el cristal la investigadora del ININ Graciela Zarazúa se dio cuenta de que sobre este cristal yacían otros cristales, el Profesor Bermúdez de la UCV junto al Investigador Arturo López del ININ realizaron análisis más detallados

sobre estas “inclusiones”. El cristal A junto con las “inclusiones” denotadas como B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub> y B<sub>3</sub> pueden ser observados en la figura 4.19, y en la tabla 4.14, que se muestra a continuación se tienen sólo los valores arrojados del haz de rayos sobre la muestra para la matriz, o mineral caja circón.

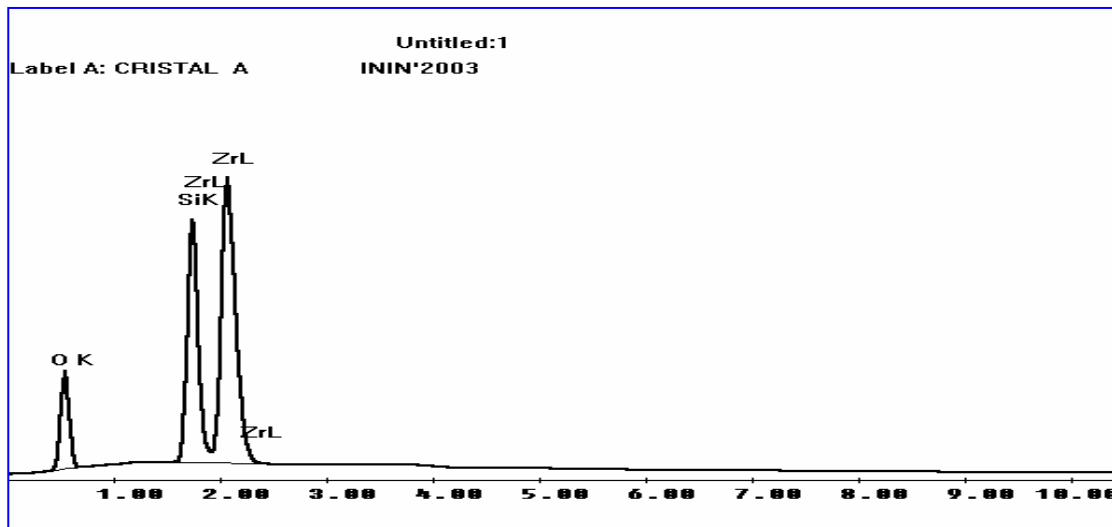


Figura 4.18: Espectro generado por el microscopio electrónico de alto vacío para el grano A.

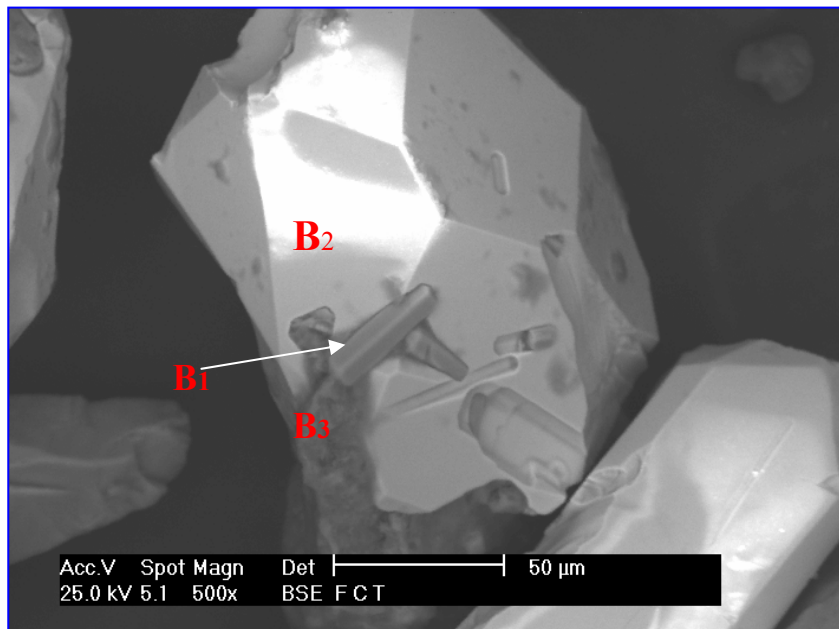


Figura 4.19: Cristal de circón (grano A) con inclusiones de mineral apatito y algunos fragmentos de matriz sobre su superficie. Las zonas B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub> y B<sub>3</sub> fueron seleccionadas para análisis detallados.

Tabla 4.14: Resultados semicuantitativos del análisis de MEAV, para el grano A.

Element	Wt %	At %	K-Ratio
OK	35.61	67.31	0.0619
SiK	15.22	16.39	0.1114
ZrL	49.17	16.30	0.3695
Total	100.000	100.000	

La siguiente figura 4.21, muestra en la zona B<sub>1</sub>, cristales de apatito incluidos en el cristal circón, y en donde según estos análisis, los cuales se observan en la figura 4.20, y en la tabla 4.15, se constató que estas inclusiones correspondían a flúorapatito con significantes concentraciones cuantificables por esta técnica de flúor (F) y cloro (Cl).

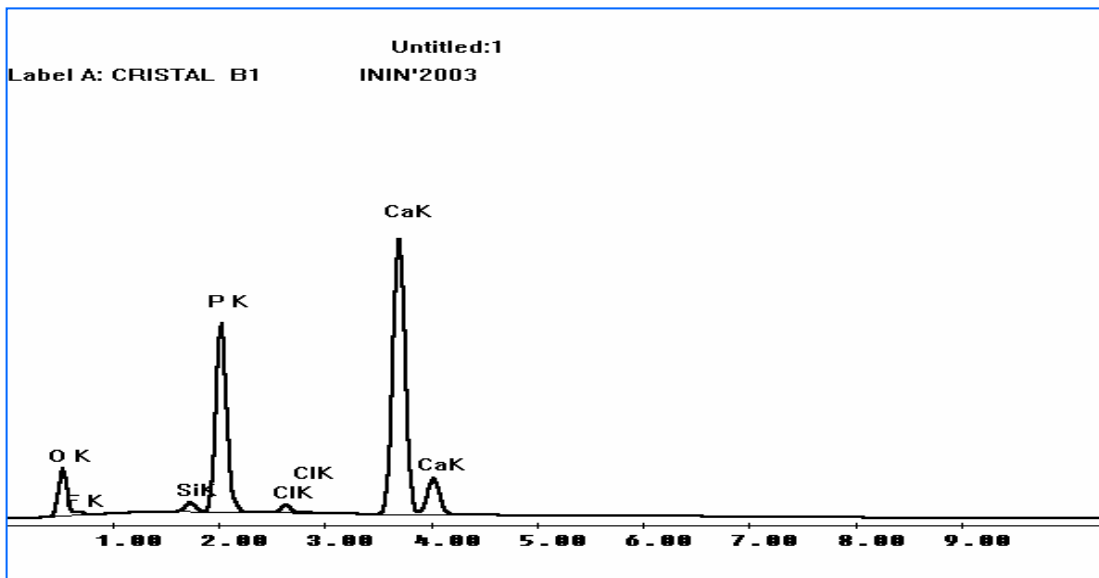


Figura 4.20: Espectro generado por el microscopio electrónico de alto vacío para el grano B<sub>1</sub>.



Figura 4.21: Cristales de apatitos  $B_1$  incluidos en el cristal de circón A.

Tabla 4.15: Resultados semicuantitativos del análisis de MEAV, para el grano  $B_1$ , del cristal A.

Element	Wt %	At %	K-Ratio
O K	36.27	55.53	0.0460
F K	2.23	2.87	0.0025
SiK	0.93	0.81	0.0063
P K	20.56	16.26	0.1557
ClK	0.95	0.66	0.0070
CaK	39.06	23.87	0.3515
Total	100.000	100.000	

A continuación se muestra el análisis del grano  $B_2$ , que según su composición se determinó que este correspondía al mismo cristal circón, es decir, esta es una cara de la superficie del cristal A, ver figura 4.23. La composición de esta zona queda en evidencia en la figura 4.22, y en la tabla 4.16.

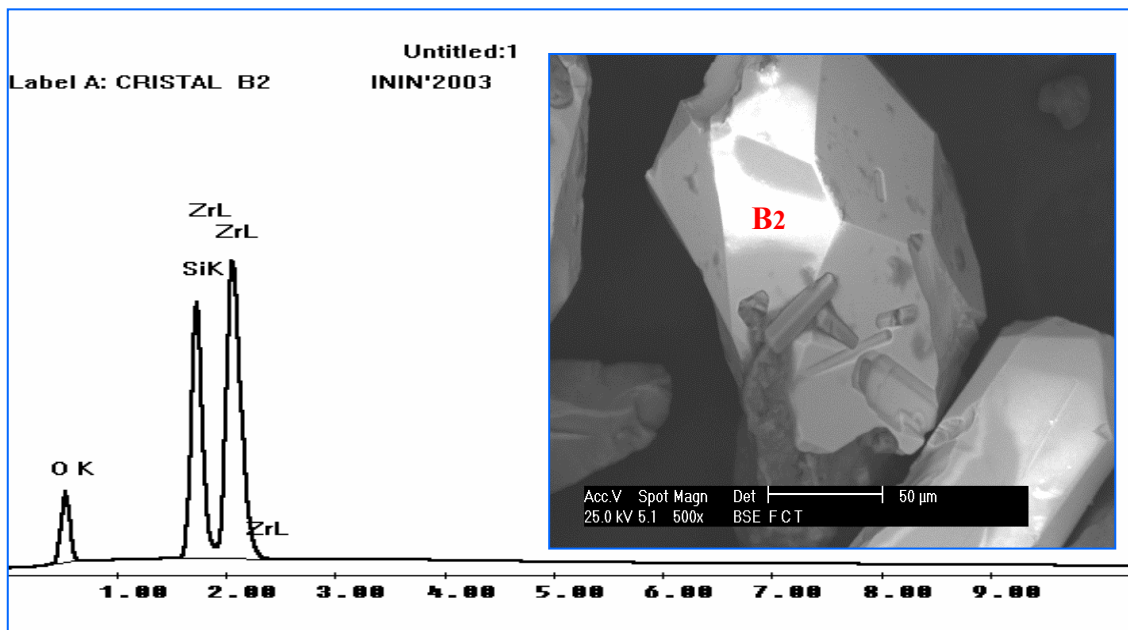


Figura 4.22: Espectro generado por el microscopio electrónico de alto vacío para el grano B<sub>2</sub> del cristal A.

Tabla 4.16: Resultados semicuantitativos del análisis de MEAV, para el grano B<sub>2</sub>, del cristal A.

Element	Wt %	At %	K-Ratio
O K	29.10	60.55	0.0473
Si K	16.56	19.63	0.1236
Zr L	54.34	19.83	0.4070
Total	100.000	100.000	

En la siguiente figura 4.25, se observa la zona B<sub>3</sub>, la cual corresponde a fragmento de matriz adherida a la superficie del cristal circón A.

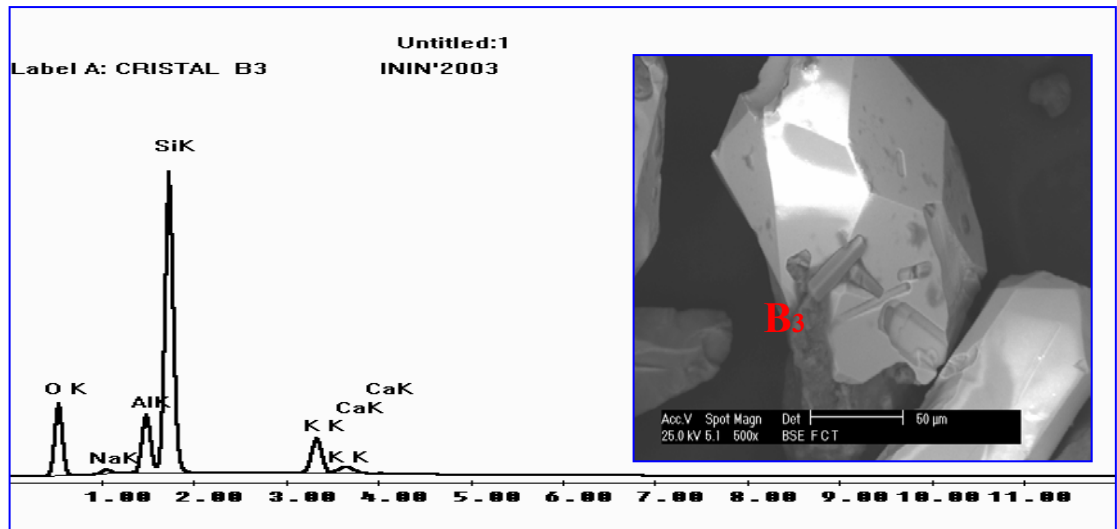


Figura 4.23: Espectro generado por el microscopio electrónico de alto vacío para el grano B<sub>3</sub> del cristal A.

Tabla 4.17: Resultados semicuantitativos del análisis de MEAV, para el grano B<sub>3</sub>, del cristal A.

Element	Wt %	At %	K-Ratio
OK	39.82	54.44	0.0931
NaK	1.12	1.07	0.0039
AlK	8.19	6.64	0.0523
SiK	42.91	33.41	0.2851
K K	6.97	3.90	0.0529
CaK	0.99	0.54	0.0079
Total	100.000	100.000	

El siguiente cristal C, mostrado en la figura 4.24, fue seleccionado por su geometría hexagonal, esta forma permitió inferir que era un cristal de apatito. El análisis indica y confirma la suposición hecha. En este caso no es posible la cuantificación del flúor (F) ya que por su baja emisión no es confiable.



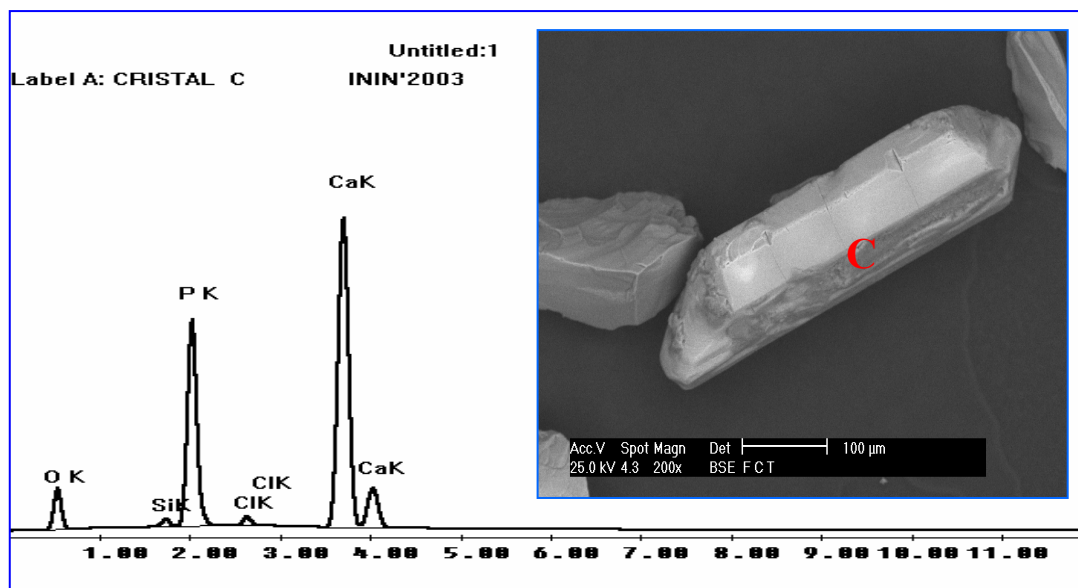


Figura 4.24: Espectro generado por el microscopio electrónico de alto vacío para el grano C.

Tabla 4.18: Resultados semicuantitativos del análisis de MEAV, para el grano C.

Element	Wt %	At %	K-Ratio
O K	33.19	52.99	0.0391
SiK	0.82	0.75	0.0057
P K	21.91	18.07	0.1677
ClK	1.08	0.78	0.0079
CaK	43.00	27.41	0.3859
Total	100.000	100.000	

El cristal D, mostrado en la figura 4.25, fue seleccionado por su geometría hexagonal, por lo tanto se presumía que era un apatito. Este grano muestra residuos de matriz adheridos a su superficie y su información de constituyentes químicos fueron cuantificados en el análisis por área de la superficie del cristal, sobre la capa K.

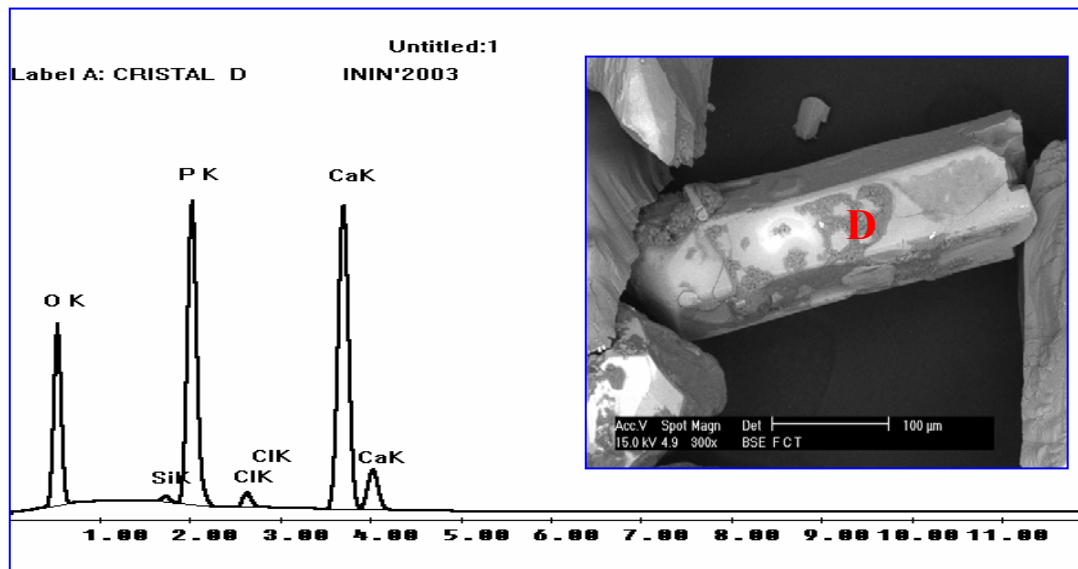


Figura 4.25: Espectro generado por el microscopio electrónico de alto vacío para el grano D.

Tabla 4.19: Resultados semicuantitativos del análisis de MEAV, para el grano D

Element	Wt %	At %	K-Ratio
O K	39.00	59.13	0.0779
Si K	0.43	0.38	0.0037
P K	20.97	16.42	0.1838
Cl K	1.29	0.88	0.0111
Ca K	38.30	23.18	0.3589
Total	100.000	100.000	

En la siguiente figura 4.26, se observa un cristal de circón denotado como E, el cual muestra dentro de la circunferencia de color blanco, a dos cristales de apatito incluidos. Al lado derecho de la figura, se puede apreciar en un mayor acercamiento esta inclusión de apatitos denotados por E<sub>1</sub> y E<sub>2</sub>. En el cristal E, a la izquierda, se evidencian “huecos” dejados en la superficie del cristal de circón, productos del desprendimiento de los cristales durante el proceso de separación. Los cristales E<sub>1</sub> y E<sub>2</sub>, muestran perfectamente la estructura cristalina del mineral apatito.

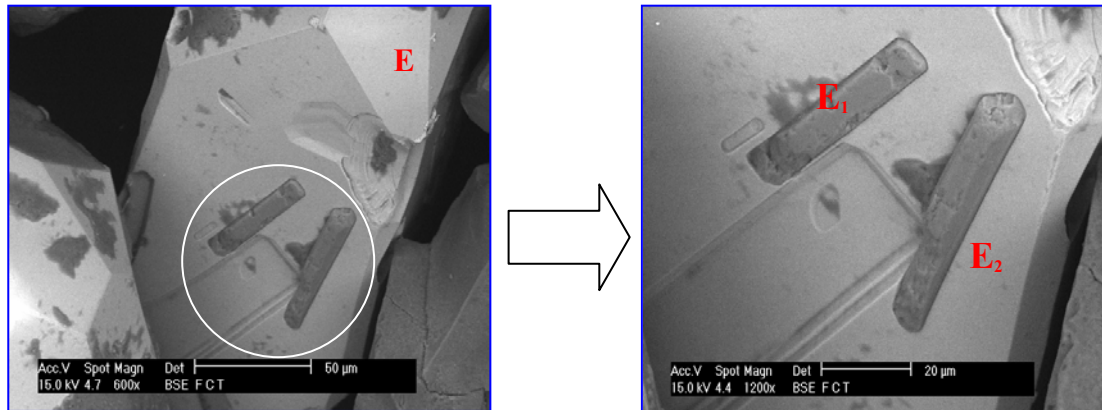


Figura 4.26: Cristal de circón E con inclusiones de dos cristales de apatito ( $E_1$  y  $E_2$ ).

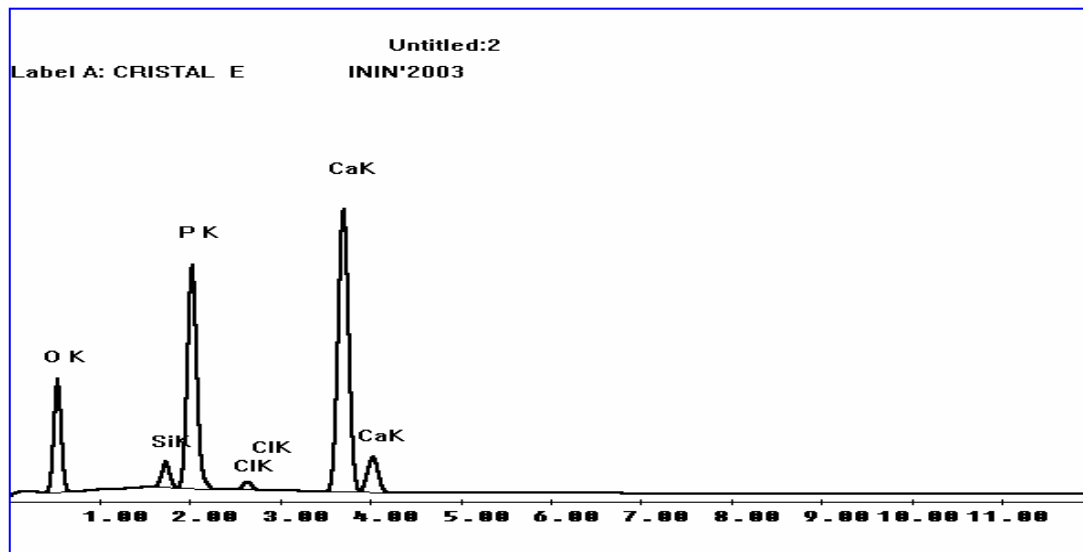


Figura 4.27: Espectro generado por el microscopio electrónico de alto vacío para el grano E.

El siguiente cristal analizado, es un cristal de circón, el cual contiene como inclusión cristales de apatito y restos de matriz. En la tabla 4.20, se puede observar la composición de estos cristales de apatito embebidos dentro del cristal, así como sus elementos activados en el espectro generado por el microscopio electrónico de alto vacío para el grano  $F_1$ , de la figura 4.29.

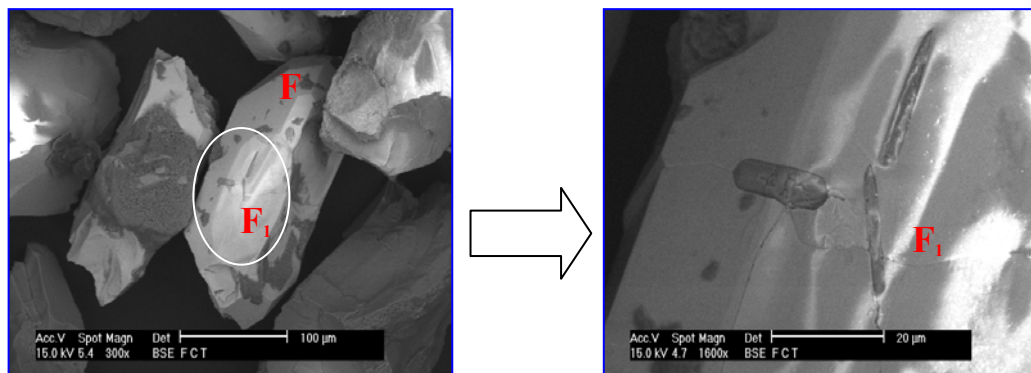


Figura 4.28: Cristal de circon  $F$  con inclusiones de apatito ( $F_1$ ) y fragmento de matriz.

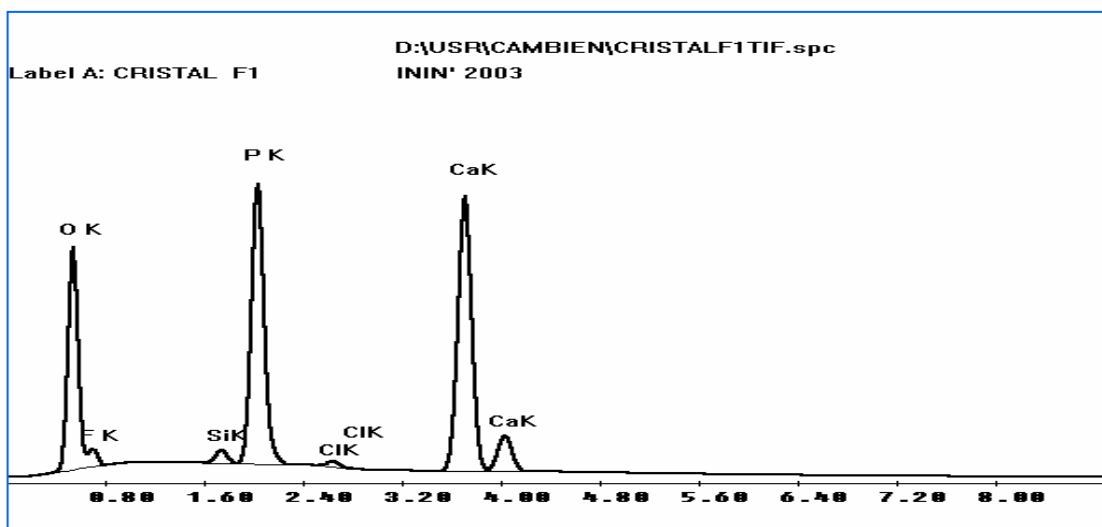


Figura 4.29: Espectro generado por el microscopio electrónico de alto vacío para el grano  $F_1$ .

Tabla 4.20: Resultados semicuantitativos del análisis de MEAV, para el grano  $F_1$ , del cristal  $F$ .

Element	Wt %	At %	K-Ratio
O K	55.91	71.24	0.1128
F K	6.56	7.04	0.0073
Si K	0.73	0.53	0.0048
P K	16.41	10.80	0.1210
Cl K	0.41	0.24	0.0030
Ca K	19.98	10.16	0.1808
Total	100.000	100.000	

## **Fluorescencia de Rayos X**

Debido a que en las sesiones de microscopía electrónica de barrido se distinguieron tres especies cristalinas diferentes: apatito, circón y una serie de granos desconocidos con composiciones similares a los aluminosilicatos, se realizaron dos sesiones de fluorescencia de rayos X, la primera perteneciente a la matriz o granos sobrantes de la separación visual bajo una lupa a 10X y la segunda, perteneciente a los granos escogidos bajo la lupa, que por sus propiedades ópticas y geométricas se infería que eran cristales de apatito. Los resultados de la fluorescencia de rayos X del primer grupo son mostrados en la figura 4.30. Esta representa el espectro obtenido con un instrumento dispersor de energía, en donde el eje X representa la energía expresada en KeV, y el eje Y muestra la intensidad o cps. Pueden observarse los elementos detectados por el equipo con sus correspondientes tipos de energía, igualmente se aprecian las intensidades de las líneas espectrales que son emitidas por excitación secundaria (Bertín, 1975).

En esta se observa como cada elemento presente en la muestra, emite su propia, única y característica radiación fluorescente con una intensidad directamente proporcional a la concentración del elemento en el material.

En el análisis del espectro de la muestra, se determinaron 24 elementos químicos mayoritarios (Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Ti, Ce, Mn, Fe, Hf, Zn, Ga, As, Bi, Br, Th, Rb, U, Sr, Y y Zr). Los elementos en color rojo corresponden al nivel de energía de la capa K, y los de color azul a la capa L. El hecho de que la cantidad de conteos por segundos (cps) del elemento Zr sea alta, no es representativa de que la mayor cantidad de muestra sean circones. Llama la atención la presencia de Hf en la muestra.

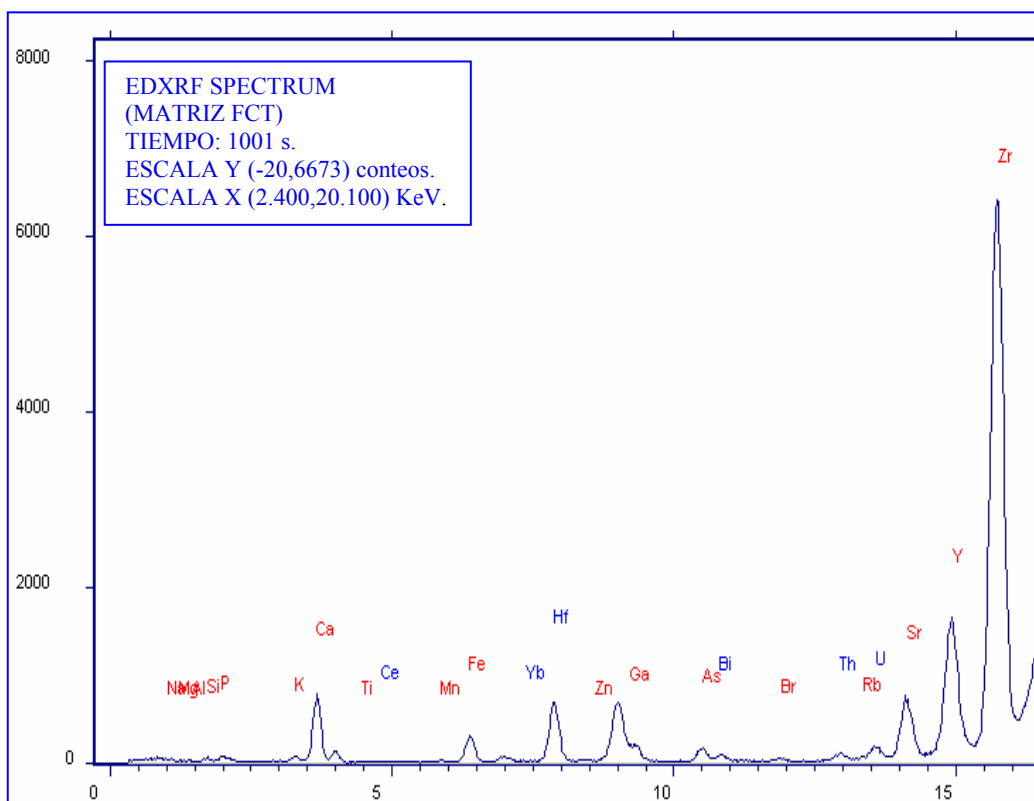


Figura 4.30: Espectro producido por fluorescencia de rayos X sobre los granos sobrantes de la separación visual de cristales por propiedades ópticas.

Al realizar este mismo análisis sobre los cristales separados visualmente se obtiene el espectro mostrado en la figura 4.31, se aprecia que para este análisis se realizó un mayor acercamiento a la muestra, en donde se observan 14 elementos químicos mayoritarios (K, Ca, Mn, Fe, Hf, As, Bi, Br, Rb, Th, U, Sr, Y y Zr). Es de esperarse la presencia de tierras raras como U y Th debido 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 elemento químico HF (hafnium) en el espectro, se debe a que este elemento es un catión que determina el mineral circón, ya que este silicato circonio (Zr), frecuentemente se le encuentra con el hafnio (Hf) y ocasionalmente con los elementos, uranio (U), thorio (Th) y yttrium (Y). El mineral circón es parte del

grupo de los silicatos y está compuesto de minerales con fórmula general  $XSiO_4$ , donde X es el catión tetravalente  $X^{+4}$ . 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 hafnio debido a que el Zr y el Hf se encuentran en la misma familia de la tabla periódica de los elementos, por lo que sus propiedades químicas para formar compuestos es muy cercanas o similar. El mineral circón, puede contener un 20% de hafnón en su estructura, si este excede este porcentaje, es científicamente un mineral diferente (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 circonio con los de hafnio, torio o uranio, debido a esta propiedad química los circones contienen una concentración más alta de uranio.

La variación de la concentración de Hf depende de las condiciones fisicoquímicas del entorno donde se encuentran, sin embargo, hasta los momentos no se ha realizado un estudio de cómo influye ésta la edad proporcionada por el método de huellas de fisión.

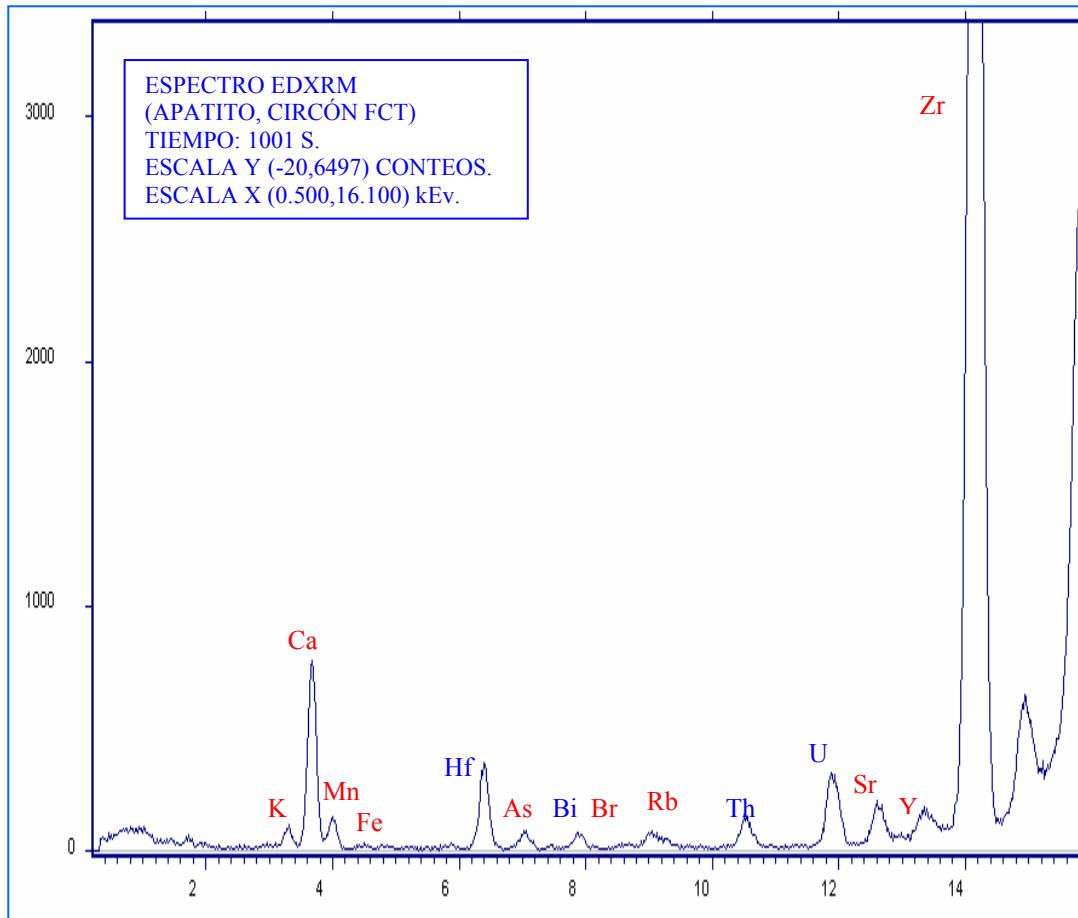


Figura 4.31: Espectro producido por fluorescencia de rayos X sobre los cristales separados visualmente por propiedades ópticas bajo la lupa.

### Análisis de Difracción de Rayos X

El primer análisis de Difracción de Rayos X hecho a la muestra de mano y realizado en el laboratorio de Difracción y Fluorescencia de Rayos X de la escuela de Geología (UCV), indicó cuatro especies cristalinas: Apatito (Fluorapatito, Hidroxilapatito), plagioclasas, circón y gestantita.

Con la finalidad de aseverar cada una de las clasificaciones realizadas sobre los granos, se realizaron dos sesiones de difracción de rayos X.



### *Primera sesión*

Fue realizada en la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), sobre la muestra de minerales pesados separados entre 2,98 y 3,3 gr/cm<sup>3</sup> de densidad y bajo lupa a 10X, las especificaciones del difractómetro son las siguientes:

Modelo Phillips. Generador 1130-96

Goniómetro PW 1050/25.

Radiación: Cu K $\alpha$

Intervalo Angular (2 $\theta$ ): 4 a 80°

Las fases identificadas en esta muestra son:

- Feldespato: plagioclasa de composición intermedia entre clara: NaAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub> y anortita: CaAl<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>8</sub>.
- Piroxeno: Enstatita ferrosa, (Mg, Fe) SiO<sub>3</sub>.
- Apatito mezclado con flúorapatito Ca<sub>5</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> (OH)

Estos dos últimos, piroxeno y apatito fueron los mayoritarios.

### *Segunda Sesión*

Fue realizada en la Universidad Central de Venezuela (UCV) sobre una muestra refinada de minerales pesados separados entre 3,095 y 3,225 gr/cm<sup>3</sup> de densidad, las especificaciones del difractómetro son las siguientes:

Modelo Phillips PW3830-96

Generador de Rayos X

Intervalo Angular (2 $\theta$ ) 4 a 80°.

Goniómetro Step Scanning PW 3020.

Radiación:  $\text{CoK}\alpha$

El difractograma arrojado puede ser observado en la figura 4.32, en donde el eje X se refiere a la penetración del rayo con un ángulo de incidencia  $2\theta$ , y el eje Y se refiere al número de emisiones contadas por segundo (cps). Los “picos” del gráfico fueron diferenciados utilizando la biblioteca de reconocimiento de especies existentes en la web, estas especies fueron denotadas en el gráfico por símbolos, y los valores semicuantitativos arrojados según estos picos son discriminados en la tabla 4.21.

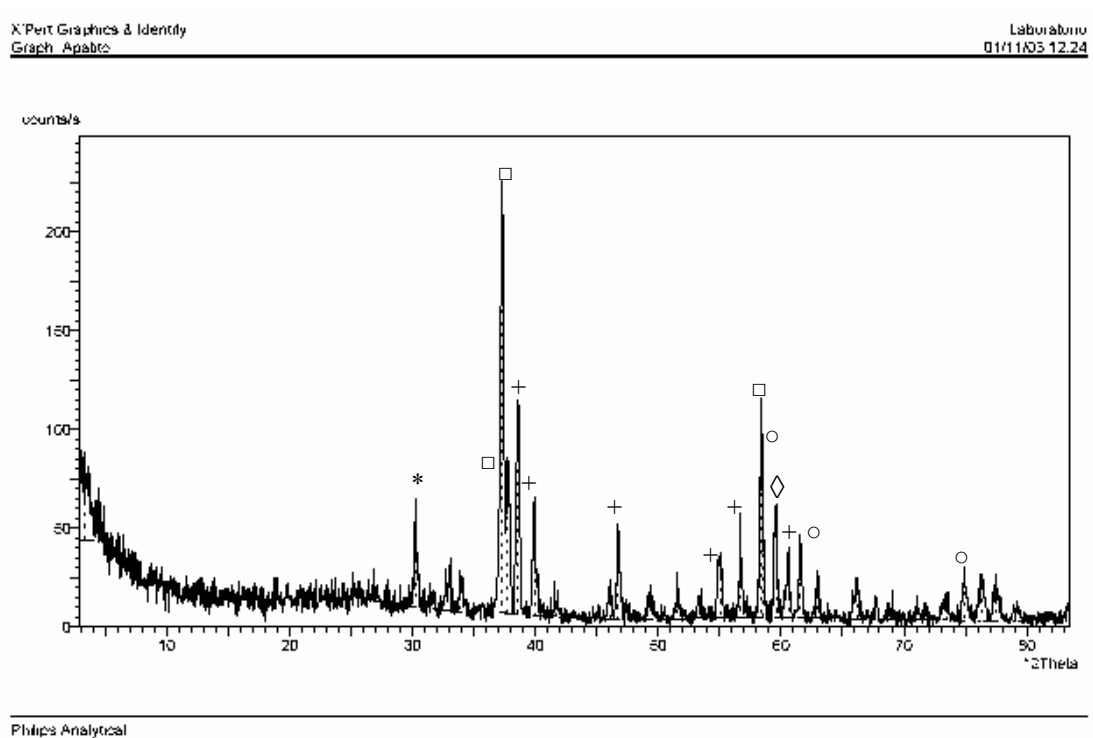


Figura 4.32: Difractograma generado para la muestra de FCT refinada entre 3,09 y 3,225  $\text{gr}/\text{cm}^3$ .

Tabla 4.21: Resultados semicuantitativos para la muestra de FCT refinada entre 3,09 y 3,225 grs/cm<sup>3</sup>.

d-spacing (Å)	Rel. nt. (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts/s)	Background (counts/s)	Tip Width (°2Theta)	Significance
31,13913	14,35	3,29214	31,29	44,14	0,64	0,79
3,70282	1,66	27,95828	3,62	12,09	0,4	0,75
3,43036*	24,56*	30,2298*	53,54*	10,31*	0,12*	1,41*
3,14318	11,19	33,06741	24,39	8,51	0,24	1,07
3,07009	9,29	33,87813	20,24	7,95	0,24	1,31
2,79626□	100□	37,312□	217,99□	7,17□	0,28□	6,34□
2,76782□	36,1□	37,7098□	78,7□	6,95□	0,24□	1,32□
2,70972 <sup>+</sup>	49,54 <sup>+</sup>	38,55 <sup>+</sup>	108 <sup>+</sup>	6,59 <sup>+</sup>	0,28 <sup>+</sup>	4,52 <sup>+</sup>
2,62092 <sup>+</sup>	27,25 <sup>+</sup>	39,9106 <sup>+</sup>	59,39 <sup>+</sup>	6,05 <sup>+</sup>	0,24 <sup>+</sup>	2,92 <sup>+</sup>
2,51159	3,29	41,72701	7,17	5,26	0,48	1,74
2,28428	8,94	46,10601	19,5	4,24	0,32	1,38
2,2563 <sup>+</sup>	22,01 <sup>+</sup>	46,7114 <sup>+</sup>	47,97 <sup>+</sup>	4,24 <sup>+</sup>	0,16 <sup>+</sup>	1,06 <sup>+</sup>
2,13951	7,74	49,42674	16,86	4,28	0,4	1,19
2,05709	10,09	51,54899	22,01	4,32	0,16	0,8
1,98706	6,32	53,50716	13,77	4,36	0,4	0,95
1,93488 <sup>+</sup>	15,01 <sup>+</sup>	55,0706 <sup>+</sup>	32,72 <sup>+</sup>	4,39 <sup>+</sup>	0,28 <sup>+</sup>	1,43 <sup>+</sup>
1,88464 <sup>+</sup>	24,17 <sup>+</sup>	56,6689 <sup>+</sup>	52,7 <sup>+</sup>	4,43 <sup>+</sup>	0,2 <sup>+</sup>	1,47 <sup>+</sup>
1,83507□	50,72□	58,3449□	110,57□	4,46□	0,16□	1,2□
1,83126○	41,81○	58,4779○	91,15○	4,47○	0,1○	100○
1,79941◇	26,44◇	59,6165◇	57,63◇	4,49◇	0,28◇	3,14◇
1,77315 <sup>+</sup>	15,94 <sup>+</sup>	60,5911 <sup>+</sup>	34,76 <sup>+</sup>	4,51 <sup>+</sup>	0,48 <sup>+</sup>	3,03 <sup>+</sup>
1,74922○	18,9○	61,5091○	41,21○	4,53○	0,16○	1,04○
1,71416	10,7	62,90903	23,33	4,72	0,24	0,81
1,63872	8,96	66,16462	19,54	3,72	0,24	1,43
1,60683	5,64	67,65249	12,3	3,66	0,32	1,18
1,5778	5,86	69,07122	12,78	3,62	0,64	0,9
1,53834	5,5	71,10698	11,99	3,54	0,32	0,75
1,49618	5,94	73,43163	12,94	3,46	0,48	3,1
1,47077○	12,1○	74,9152○	26,37○	3,4○	0,32○	1,25○
1,44837	10,34	76,27903	22,55	3,35	0,4	1,59
1,43015	10,56	77,42996	23,02	3,3	0,48	1,01

Tomando como guía la columna referente a la distancia de espaciamento en amgtrons (d-spacing (Å)), la referente al valor del ángulo de incidencia del rayo (Ángel °2Theta), de la tabla 4.21 y utilizando la biblioteca existente en la web para el

reconocimiento de especies bajo el microscopio se identificaron cinco especies de apatitos pertenecientes a la muestra, estas especies son mostradas en la tabla 4.22.

Tabla 4.22: Especies de apatitos reconocidos por difracción de RX a la muestra de FCT refinada entre 3,09 y 3,225 grs/cm<sup>3</sup>.

Nombre de la especie de apatito	Fórmula
□Calcium Chloride Phosphate Hydroxide (Hydroxylapatite, chlorian)	Ca <sub>5</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> (OH,Cl,F)
+Calcium Fluoride Phosphate (Fluorapatite)	Ca <sub>5</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> F
○Calcium Phosphate Hydroxide (Hydroxylapatite)	Ca <sub>5</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> (OH)
◇Calcium Fluoride Carbonate Phosphate Hydroxyde (Carbonatefluorapatite)	Ca <sub>10</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>5</sub> CO <sub>3</sub> F <sub>1.5</sub> (OH) <sub>0.5</sub>
*Calcium Carbonate Phosphate Hydroxyde (Carbonatehydroxylapatite)	Ca <sub>10</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> (CO) <sub>3</sub> (OH) <sub>2</sub>

Este análisis de difracción de rayos X indica que el procedimiento para la separación de minerales de apatitos en el laboratorio de Termocronología de la UCV es el óptimo, la influencia de estas distintas especies de apatitos del FCT sobre la edad, no ha sido reportado en la literatura.

### **Datación por el Método de Huellas de Fisión**

Los granos de apatitos y circones del Fish Canyon Tuff separados en este trabajo se encontraban en el reactor nuclear a la hora de escribir esta sección, por tal razón se utilizaron datos de la misma muestra proporcionados por el Dr. John Garver del Union College, USA y por el Dr. Charles Naeser del USGS, USA al Prof. Mauricio Bermúdez. Para fechar estos apatitos, lo primero que se realiza es calcular el Factor Z, el cual es individual para cada investigador. Este factor se obtiene de la irradiación de muestras de edad conocida por otros métodos de datación radiométrica

como Potasio-Argón, estos estándares pueden ser el mismo Fish Canyon Tuff y el apatito de Durango del Cerro Mercado, México.

El factor  $Z$  es un método de aproximación descubierto por el Dr. Tony Hurford en 1983, este método de aproximación se basa en la irradiación de muestras estándares (Durango y Fish Canyon Tuff, entre otras) con muestras de edad desconocida. El objetivo principal de éste es eliminar la influencia que tiene la afluencia de neutrones del reactor sobre la edad, es decir, calibrar el reactor nuclear. Después de obtenido matemáticamente este Factor  $Z$ , se sustituye en la fórmula de la edad de la muestra desconocida y se determina esta última.

Matemáticamente hablando, al procesar bajo la técnica del detector externo la muestra de edad conocida o estándar, se obtiene el número de huellas espontáneas  $N_s$ , al irradiar estas y efectuar el respectivo conteo bajo el microscopio se obtiene el número de huellas inducidas  $N_i$ , la densidad de la mica ( $\rho_m$ ) utilizada o del detector externo es proporcionada por el centro encargado de la irradiación de la muestra, así se tiene una ecuación de tiempo  $t$  según el método de huellas de fisión para este estándar dada por:

$$t_{estandar} = \frac{1}{\lambda_\alpha} \ln \left[ \lambda_\alpha \left( \frac{N_s}{N_i} \right)_{estandar} GZ\rho_m + 1 \right] \quad (4.1)$$

donde  $G = 0.5$ , debido a que el tiempo se conoce es posible despejar de ésta  $Z$ , el cual es utilizado para fechar la muestra de edad desconocida, es decir,  $Z$  viene dado para cada grano por:

$$Z = \frac{\exp(\lambda_\alpha t_{estandar}) - 1}{\lambda_\alpha \left( \frac{N_s}{N_i} \right)_{estandar} G\rho_m} \quad (4.2)$$

Para el cálculo este factor Z, se tienen los siguientes datos pertenecientes al estándar apatito de Durango con una edad conocida por el método K-Ar de  $31.4 \pm 0.5$  Ma, disponibles en el laboratorio y presentados en la tabla 4.23.

Tabla 4.23: Parámetros necesarios para obtener el Factor Z.

Ns	Ni	Cuadrícula	Densidad del monitor ( $\rho_m$ )	Edad estándar (Apatito de Durango)
12	76	100	3,49E+04	31,4
8	67	100		
11	66	100		
7	64	100		
8	60	100		
11	73	100		
16	105	100		
14	109	100		
18	65	100		
14	65	100		
12	91	100		
9	74	100		

Al calcular cada Z de los granos individuales, hay dos formas de estimar el factor Z: el primero de ellos, tomando la fórmula tradicional del promedio, esta estimación recibe el nombre de Z promedio o  $\bar{Z} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n Z_j$  y la segunda forma es haciendo un pool de datos, es decir sumando todos los valores de Ns y todos los valores de Ni y sustituirlos en la expresión (4.2), esta última estimación recibe el nombre de Z pooled (Green 1986).

En este caso particular se obtuvieron los valores de Z individuales y globales resumidos en la tabla 4.24.

Tabla 4.24: Valores de Z individuales y globales para el estándar apatito de Durango.

Ns	Ni	Cuadrícula	Densidad del monitor ( $\rho_m$ )	Edad estándar (Apatito de Durango)	Factor Z
12	76	100	3,49E+04	31,4	11396,37
8	67	100			15070,20
11	66	100			10796,56
7	64	100			16451,90
8	60	100			13495,70
11	73	100			11941,65
16	105	100			11808,74
14	109	100			14009,82
18	65	100			6497,93
14	65	100			8354,48
12	91	100			13645,65
9	74	100			14795,29
$\Sigma N_s$	$\Sigma N_i$	Zpromedio			12355,36
140	915	Zpooled			11760,54

El Z utilizado por todos los laboratorios de huellas de fisión en el mundo es el Z Pooled debido a que en este las variaciones producidas por precisiones numéricas son mínimas.

Con el Factor Z así obtenido y los datos:  $N_s$ ,  $N_i$ ,  $A$  y  $\rho_m$  correspondiente a la muestra de edad desconocida irradiada junto con el estándar, se obtiene la edad de ésta última. En el caso particular de este trabajo especial de grado, la muestra de edad desconocida es el mismo estándar Fish Canyon Tuff. El procedimiento para este fin es el siguiente:

- 1) Se obtienen las edades individuales de la muestra de edad desconocida usando el factor Z determinado previamente.
- 2) Los estimadores del tiempo para esta muestra producida por un solo evento geológico son los siguientes:
  - a) Edad promedio, consiste en tomar el promedio habitual de los tiempos individuales, es decir:

$$\bar{t} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n t_j$$

b) Edad Pooled: se calcula mediante la siguiente expresión:

$$t = \frac{1}{\lambda_\alpha} \ln[\lambda_\alpha R_p GZ\rho_m + 1]$$

donde:

$$R_p = \frac{\sum_{j=1}^n N_{sj}}{\sum_{j=1}^n N_{ij}}$$

c) Edad por ajuste de isócronas: el cual consiste en hacer una regresión lineal con el intercepto igual a cero de los pares  $(N_i, N_s)$ . La pendiente de esta recta es considerada como el estimador del cociente  $\frac{N_s}{N_i}$ .

De esta manera se obtienen los resultados mostrados en la tabla 4.24:

Tabla 4.25: Edades individuales y globales según las diferentes estimaciones para la muestra FCT-1.

Ns	Ni	Cuadrícula	Densidad del monitor ( $\rho_m$ )	Edad estándar (Apatito de Durango)	Zfactor	Edad individual
16	175	100	3,49E+04	31,4	11760,54	18,74
25	165	100				31,02
38	185	100				42,02
31	157	100				40,39
20	210	100				19,52
18	126	100				29,25
23	152	100				30,98
19	175	100				22,24
27	155	100				35,65
26	209	100				25,48
13	132	100				20,18
21	232	100				18,55
$\Sigma N_s$	$\Sigma N_i$	<b>Edad Promedio</b>				<b>27,83</b>
277	2073	<b>Edad Pooled</b>				<b>27,36</b>
<i>Pendiente</i>	<i>0,1308</i>	<b>Edad por ajuste de isócronas</b>				<b>18,49</b>



En esta tabla se muestra que todas la edad promedio y pooled son muy parecidas entre sí, la edad por ajuste de isócronas difiere mucho de las dos primeras debida a que se ve influenciada por la alta dispersión de la muestra. Esta alta dispersión puede ser apreciada en la figura 4.33.

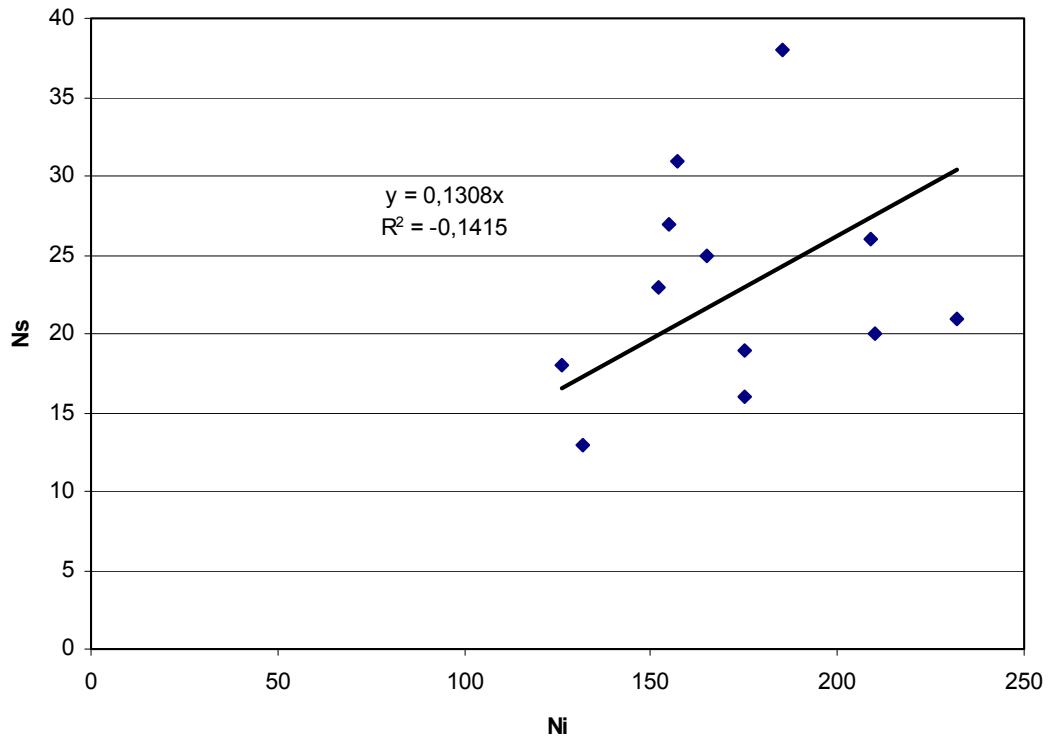


Figura 4.33: Ajustes por isócrona para el conjunto de datos pertenecientes a la muestra FCT-1.

Al realizar los mismos análisis a un conjunto de datos pertenecientes a una muestra denotada como FCT-2 se obtienen los resultados que se muestran en la tabla 4.26:

Tabla 4.26: Edades individuales y globales según las diferentes estimaciones para la muestra FCT-2.

Ns	Ni	Cuadrícula	Densidad del monitor ( $\rho_m$ )	Edad estándar (FCT)	Zfactor	Edad individual
14	67	100	2,52E+06	27,9	112,35	29,51
10	51	100				27,70
10	51	100				27,70
9	45	100				28,25
11	57	100				27,26
8	45	100				25,12
9	43	100				29,56
14	70	100				28,25
11	57	100				27,26
9	48	100				26,49
$\Sigma N_s$	$\Sigma N_i$	<b>Edad Promedio</b>				<b>27,71</b>
105	534	<b>Edad Pooled</b>				<b>27,78</b>
<i>Pendiente</i>	<i>0,1972</i>	<b>Edad por ajuste de isócronas</b>				<b>27,86</b>

En la figura 4.34 se observa el ajuste de isócronas para los granos pertenecientes a la muestra FCT-2, nótese que el error cuadrático es muy cercano a 1 (0.9468) lo que indica un buen ajuste.

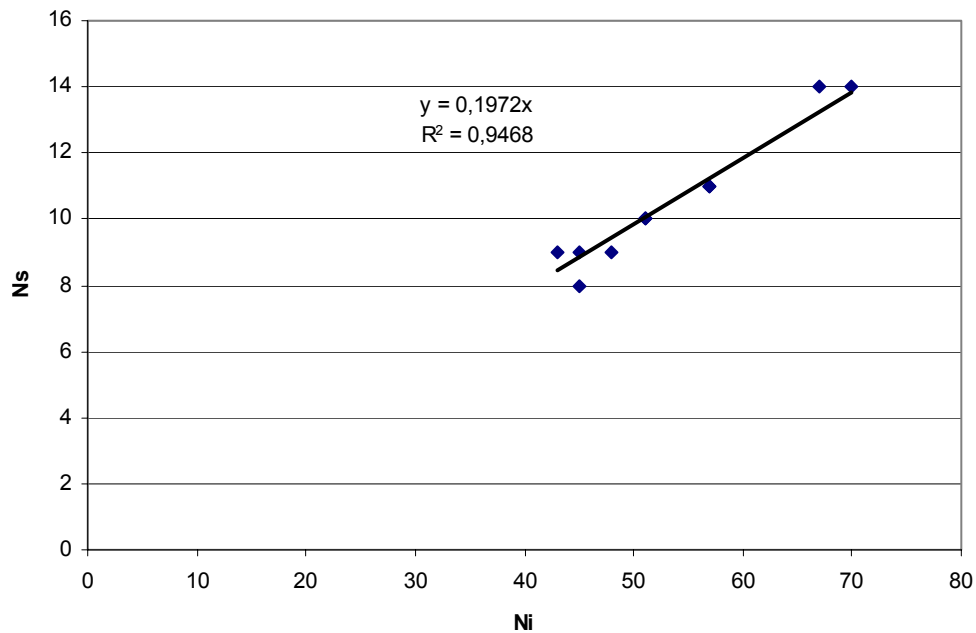


Figura 4.34: Ajustes por isócrona para el conjunto de datos pertenecientes a la muestra FCT-2.

## CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Los resultados obtenidos en este Trabajo Especial de Grado permiten concluir que luego de realizar el análisis de microscopía electrónica de barrido de bajo vacío se comprobaron dos especies de apatitos divididos en dos grupos, aquellos que tenían cloro (Cl) y aquellos que contenían en su estructura química flúor (F), además del circón y algunos fragmentos de matriz.

El contenido de tierras raras como U, Th y la presencia de Hafnón (Hf), permite inferir que existen varias especies de circones. En los separados supuestos de apatitos, quedaron circones remanentes que flotaron en la separación de líquidos pesados por poseer inclusiones de apatitos dentro de ellos. Los apatitos que estaban incluidos dentro de los circones poseían un tamaño menor en el orden de los 2 micrones y tenían una composición diferente a apatitos de gran tamaño que provenían de las micas y que estaban en el resto de la muestra, esta diferencia difiere en que los apatitos incluidos poseían mayor concentración de cloro mientras que los remanentes en la muestra tenían una elevada concentración de flúor.

Este trabajo representa el primer esfuerzo en conjunto entre el Laboratorio de Trazas de Fisión de México y el Laboratorio de Termocronología de la UCV por tratar de entender cuales son los fenómenos físicos y químicos que afectan la edad proporcionada por el método de huellas de fisión y que hacen que en ocasiones algunos granos difieran de la edad proporcionada por el método K-Ar.

Una separación más refinada realizada en el Laboratorio de Termocronología de la UCV mostró que la separación es óptima y en la difracción realizada a este conjunto de minerales se identificaron cinco tipos de especies de apatitos: Hidroxilapatito clórico, hidroxilapatito, carbonatofluorapatito, carbonatohidroxilapatito, y fluorapatito.

Los parámetros difusivos de las huellas de fisión en un grupo de diferentes apatitos podría afectar la edad proporcionada por este método de datación, esta puede ser una de las razones por las cuales existan discrepancias de la edad proporcionada por el método de huellas de fisión y la estandarizada por el método K-Ar en algunos granos de apatitos. Con respecto a los circones se pudo inferir de los análisis realizados que es posible que existan diversas especies como hafnón, cofinita y thorita, sin embargo, en la literatura no se ha reportado como influyen estas especies en la edad estimada sobre el circon., lo cual quedaría como investigaciones a futuro.

El estudio detallado de las cinco secciones finas y su clasificación mediante el triángulo APQ indican que el magma donde yacen los apatitos y circones a ser fechados al solidificarse forman una riolita dacítica.

## REFERENCIAS

- Bermúdez, M. Alson, P y Mora, J. (2003) Ecuación Fundamental de la edad para la datación de material rocoso y su adaptación a la ecuación práctica para el método de huellas de fisión. Artículo enviado a la revista de la Facultad de Ingeniería. Universidad Central de Venezuela. 7 p.
- Bermúdez, M. (2002): “Métodos estadísticos para la Datación de Rocas en Cuencas Sedimentarias usando el Método de Huellas de Fisión”. Tesis de Maestría, Facultad de Ciencias, Escuela de Matemáticas. 120 pags.
- Bove et al. (2001), Geochronology and Geology of late Oligocene Through Miocene volcanism and mineralization in the Western San Juan Mountains, Colorado, USGS Professional paper 1642.
- Calzadilla, M. (1978) Radiometría. Ministerio de Educación. Editorial Pueblo y Educación. Playa, Ciudad de La Habana, Cuba. 130 p.
- Coronado Y., y Rey, J. (2003) Aplicación del Método de Huellas de Fisión Basados en la Técnica del Detector Externo en Apatitos Detríticos de las Areniscas Pertenecientes a las Formaciones Trujillo y Misoa, aflorantes en la Quebrada Albarico al NO del Edo. Lara. Escuela de Geología Minas y Geofísica, UCV, Trabajo Especial de Grado. Inédito.
- Coven, B, Panter K and Stork A (1999) Ar/Ar age of the West Elk Volcano, Gunnison and Delta Counties, Colorado (abs.) Geol. Soc. America Abs. With Prog. Vol. 31, No. 7, p. 478.
- Faure, G. (1977) Principles of Isotope Geology. John Wiley & Sons. New York. 95 p.

- Green, P. (1981). A new look at statistics in fission track dating Nucl. Tracks. Vol. 5. No. ½. Great Britain pp. 77-86.
- Greene, L., Panter, k., stork, A., Fillmore, R. (2001) Characterization of Gravels interbedded with Oligocene ash-flow tuffs Gunnison, Colorado: implications for ascient surface water hydrology and volcano-fluvial interactions: Geological Society of America Abstracts with Programs, vol. 33, No. 6. P. A-356.
- Henrich, E. (1960) Petrografía Microscópica, Ediciones Omega. 320 p.
- Hibbard, M. (1995) Petrography to Petrogenesis. Prentice-Hall, New York, 587 p.
- Kerr, P. (1965) Mineralogía óptica. McGRAW-HILL, New York, tercera edición, 433 p.
- Mackezie, W. (1981) Atlas of Igneous Rocks and their textures, saugman scientific, New York. 148 p.
- Mora, J. (1995) Método de Huellas de Fisión como una herramienta útil para la datación de rocas en cuencas sedimentarias. Universidad Central de Venezuela 71 p. Informe LAGOVEN.
- Murphy, R. T., Stork, A., Panter, K., McIntosh, W., and Esser, R., (2000),  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  geochronology and petrogenesis of a Middle Tertiary volcano-laccolith complex, Gunnison County, Colorado: Geological society of america Abstracts with Programs, v. 32, No. 7, p. 495.

- Lipman P. W. (2000), Central San Juan Caldera Cluster, in Bethke P.M. and Hay R.L. (eds), Ancient Lake Creede: Its volcano-tectonic setting, history of sedimentation, and relation to mineralization in the Creede Mining District: GSA Special Paper 346 p. 9-69.
- Scholle, P. (1979) Constituents, Textures, Cements, and Porosities of Sandstones and Associated Rock. US. Geological Survey, Tulsa, Oklahoma, U.S.A.
- Turner, F. (1963) Petrología ígnea y metamórfica. Ediciones Omega. Barcelona. 726 p.
- Tyrrel. W (1963) Principios de Petrología. Compañía editorial Continental. 3° Eviction. 369 p.
- Wagner, G; Van Den Haute, P. (1992) Fission-Track Dating. Solid Earth Sciences Library. Kluwer Academic Publishers. E.E.U.U. 285 p.
- Williams, H (1968) Petrografía. Compañía editorial Continental. México. 429 p.
- Yegres C. (2003) El Método de Huellas de Fisión basado en la técnica del detector externo para el cálculo de la edad de la Formación Betijoque. Trabajo de Grado no publicado, UCV. 115 p.