

**LABORATORIO DE GEOQUÍMICA ISOTÓPICA Y
GEOCRONOLOGÍA (SEGECRON):
ASPECTOS GENERALES DE LA METODOLOGÍA U/Pb EN
CIRCONES CON LA-ICP-MS**



Servicio Geológico Minero Argentino (SEGEMAR)

Liliana GONZÁLEZ
Noelia IANNIZZOTTO
Silvia LAGORIO
Faustino A. LÓPEZ
Feliciano PAGNANINI
Ana M. TEDESCO

Buenos Aires, Abril 2022

SERVICIO GEOLÓGICO MINERO ARGENTINO

Presidente: Dr. Eduardo O. Zappettini

Secretaria Ejecutiva: Lic. Silvia Chavez

INSTITUTO DE GEOLOGÍA Y RECURSOS MINERALES

Director: Dr. Martín Gozalvez

INSTITUTO DE TECNOLOGÍA MINERA

Director: Lic. Guillermo Cozzi

SERVICIO GEOLÓGICO MINERO ARGENTINO
Av. General Paz 5445 (Colectora Provincia) 1650 – San Martín – Buenos Aires – República
Argentina
Edificios 124 y 25 (+54-11) 5670 0100
WWW.SEGEMAR.GOV.AR

**LABORATORIO DE GEOQUÍMICA ISOTÓPICA Y
GEOCRONOLOGÍA (SEGECRON):
ASPECTOS GENERALES DE LA METODOLOGÍA U/Pb EN
CIRCONES CON LA-ICP-MS**

Servicio Geológico Minero Argentino (SEGEMAR)

Liliana GONZÁLEZ
Noelia IANNIZZOTTO
Silvia LAGORIO
Faustino A. LÓPEZ
Feliciano PAGNANINI
Ana M. TEDESCO

Buenos Aires, Abril 2022

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	2
1. SEGECRON	3
1.1 Ubicación	3
1.2 Equipamiento	3
1.2.1 Sala de preparación de muestras	3
1.2.2 Laboratorio	4
2. GEOQUÍMICA ISOTÓPICA MEDIANTE LA-ICP-MS	5
2.1 Espectrómetro de masas ICP multicolector	5
2.2 Sistema de ablación láser	6
2.3 Capacidades y características del equipamiento	6
2.3.1 Espectrómetro	7
2.3.2 Sistema de ablación láser	7
3. ESTUDIOS ISOTÓPICOS U-Pb EN CIRCONES	9
4. LOS CIRCONES EN LAS ROCAS Y SU APLICACIÓN EN ANÁLISIS DE GEOQUÍMICA ISOTÓPICA U-Pb	13
4.1 Rocas que contienen circones	13
4.1.1 Circones ígneos	13
4.1.2 Circones en rocas metamórficas	14
4.1.3 Circones kimberlíticos y relacionados con el manto	16
4.1.4 Circones en rocas sedimentarias	17
4.2 Estudios de roca total	21
4.2.1 Rocas ígneas: uso del circón como indicador termométrico	21
4.2.2 Usos de los análisis geoquímicos de roca total para sedimentitas	22
5. PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA ANÁLISIS DE GEOQUÍMICA ISOTÓPICA U-Pb EN CIRCONES	26
5.1 Estudios preliminares de la roca a datar	26
5.2 Separación de granos pesados	27
5.2.1 Instalaciones	27
5.2.2 Conminución	28
5.3 Separación de minerales pesados	30
5.3.1 Bateo y separación de la fracción pesada no-magnética	30
5.3.2 Secado	32
5.3.3 Evaluación preliminar	32
5.4 <i>Picking</i> y montaje de circones	33
5.5 Armado de las pastillas de resina (<i>pellets</i>)	35
5.6 Pulido de las pastillas	37
5.7 Trabajos citados en el texto	39

ANEXO I: ATLAS DE TEXTURAS DE CIRCONES

ANEXO II: REFERENCIAS GENERALES

INTRODUCCIÓN

La presente contribución tiene por objetivo difundir las nuevas capacidades analíticas del SEGEMAR, vinculadas a la adquisición de equipamiento y construcción del laboratorio de geoquímica isotópica y geocronología (SEGECRON). También, constituirá una guía para comprender los conceptos básicos en el funcionamiento del equipamiento y los fundamentos de la técnica, los alcances del método U/Pb en circones y formar criterios en las acciones de toma de muestras, separación de circones, selección de especímenes y montaje final para su posterior análisis.

El SEGECRON representa una capacidad hasta ahora inexistente en la República Argentina, consistente en un laboratorio de geoquímica isotópica y geocronológica de alta resolución que permitirá satisfacer necesidades en las investigaciones geológico-mineras y petroleras, mejorando la calidad de la información y reduciendo los gastos en exploración. Además, asegura la autonomía de Argentina en esta materia, con el fin de generar conocimiento aplicado en los campos de la exploración geológica, minera y petrolera y evaluación de la calidad del recurso hídrico. Contribuirá a la mejora e incremento de la capacidad operativa del SEGEMAR para cumplir, de manera autónoma y competitiva, con la misión asignada como Organismo Científico Tecnológico del Estado Nacional, responsable de la producción de conocimientos e información geológica, tecnológica, minera y ambiental necesaria para promover el desarrollo sostenible de los recursos naturales no renovables y su aprovechamiento racional (Ley 24224). Contribuirá, a partir de la disponibilidad de una nueva capacidad tecnológica en el país, para que otras instituciones y la actividad privada, involucradas directa o indirectamente en los estudios geológico-mineros, dispongan de esta capacidad tecnológica en el país y no dependan de laboratorios del exterior.

1. SEGECRON

Liliana González y Andrés López

El laboratorio de geoquímica isotópica y geocronología (SEGECRON) del Servicio Geológico Minero Argentino generará datos analíticos geocronológicos, isotópicos y microquímicos de excelencia, siendo una capacidad tecnológica nueva dirigida a satisfacer las necesidades de las investigaciones geológico-mineras y ambientales del organismo, otras instituciones y empresas del ámbito privado. Está orientado como un servicio basado en la calidad, productividad y accesibilidad, necesario tanto para el uso eficaz y sostenible de los recursos naturales no renovables como para su aprovechamiento racional.

1.1 Ubicación

El SEGECRON se encuentra en el predio del Parque Tecnológico Miguelete, a metros del Edificio 25 del SEGEMAR, en el partido de San Martín, provincia de Buenos Aires (Av. Gral. Paz 5445). Se terminó de construir en el año 2019 (Fig. 1.1).

El edificio consta de dos plantas y está dividido en 3 áreas, en el primer piso se encuentra el área de oficinas y en la planta baja la sala de preparación de muestras y el laboratorio.



Figura 1.1. Vista del edificio del SEGECRON.

1.2 Equipamiento

1.2.1 Sala de preparación de muestras (Fig. 1.2).

- Microscopio petrográfico.
- Lupa binocular.
- Estufa de secado para laboratorio.
- 2 juegos completos de los elementos necesarios para la separación de minerales pesados por el *método de batea*.
- Cortadora, pulidora y accesorios necesarios para realizar cortes delgados.
- Otros instrumentos e insumos de laboratorio menores.



Figura 1.2. Laboratorio de preparación de muestras del SEGECRON. En la fotografía de la izquierda se muestra el escritorio preparado para el picking y análisis de cortes delgados. En la derecha la mesada con la estufa de secado y equipos para realizar cortes delgados.

1.2.2 Laboratorio

- Espectrómetro de masas con plasma acoplado inductivamente, multicolector Neptune Plus de Thermo Fisher (Fig. 1.3).
- Sistema de ablación láser Analyte G2 de Teledyne (Fig. 1.3).



Figura 1.3. ICP-MS multicolector Neptune Plus. Figura y equipo de ablación láser Analyte G2 de Teledyne.

2. GEOQUÍMICA ISOTÓPICA CON ICP-MS ADOSADO A ABLACIÓN LÁSER

Liliana González y Andrés López

2.1 Espectrómetro de masas ICP multicolector

Los espectrómetros de masas son instrumentos capaces de diferenciar la relación carga/masa de las partículas a analizar.

En el caso de los espectrómetros con plasma acoplado inductivamente (ICP), el analito es extraído de la muestra mediante alguna técnica (en nuestro caso ablación láser), con la cual se genera un aerosol que ingresa al espectrómetro arrastrado por una corriente de argón a la antorcha de plasma (Fig. 2.1), con sus más de 9000 °C, esta es la encargada de atomizar el analito, rompiendo cualquier tipo de estructura y de ionizar a cada isótopo, en nuestro caso extrayendo un electrón ($M \rightarrow M^+$).



Figura 2.1. Fotografía de una antorcha de plasma ICP.

Los isótopos ionizados son enfocados espacial y energéticamente mediante lentes y campos electrostáticos respectivamente, e ingresan al imán del espectrómetro que gracias a la carga otorgada por el plasma, curva la trayectoria de las partículas dependiendo de su masa, generando curvas más cerradas para las partículas de menor masa respecto a las curvas más abiertas de las partículas de mayor masa.

Finalmente se colocan detectores interceptando las trayectorias de salida de las partículas para determinar la cantidad de señal o cuentas por unidad de tiempo para cada masa. La característica de “multicolector” del espectrómetro refiere a la existencia de nueve colectores simultáneos en la etapa de detección, esto ayuda a la disminución de errores, velocidad de análisis y hacen al equipo ideal para diversas aplicaciones geoquímicas (Fig. 2.2).

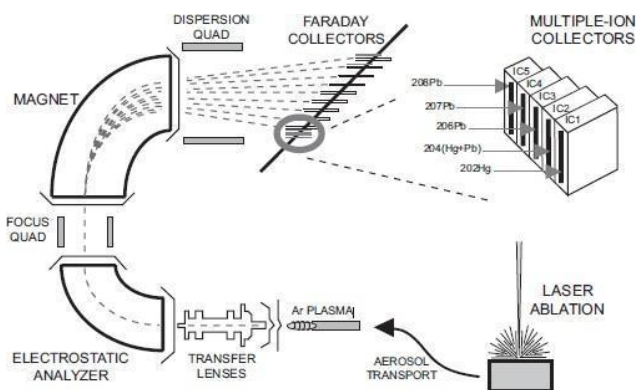


Figura 2.2. Esquema de partes de un espectrómetro de masas ICP multicolector con ingreso de muestra por ablación láser.

2.2 Sistema de ablación láser

El sistema de ablación láser es un dispositivo que permite pulverizar muestras sólidas para su posterior análisis. Las muestras no requieren una gran preparación, solo es necesario aislarlas, dejar una cara expuesta y ubicarlas en porta muestras compatibles con el sistema.

Estos sistemas de muestreo pulverizan la muestra mediante un láser focalizado (Fig. 2.3), la muestra pulverizada es enviada mediante un gas transportador o "carrier" hacia el sistema detector, en nuestro caso un espectrómetro de masas ICP, y todo el proceso puede ser monitoreado mediante una cámara de alta resolución.

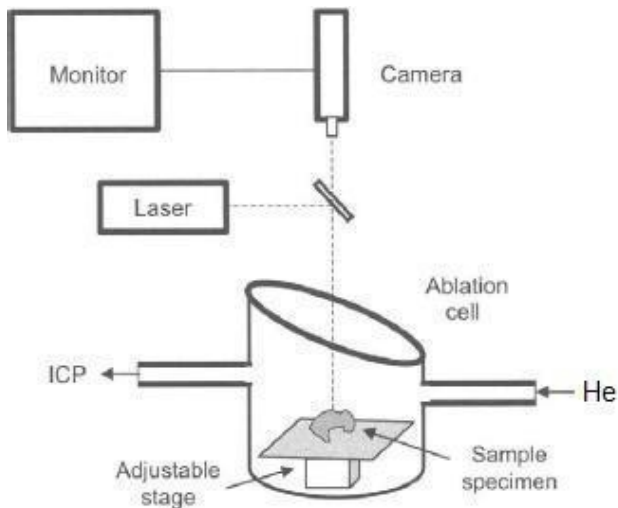


Figura 2.3. Esquema de partes en un sistema de ablación láser.

Esta técnica al no requerir digestiones, diluciones u otros procesos químicos, sumado a la resolución espacial otorgada por el láser, que permite extraer materia en ubicaciones específicas de la muestra (del orden de los micrones), hace a este sistema ideal para la gran mayoría de los análisis geoquímicos en sólidos.

2.3 Capacidades y características del equipamiento

2.3.1 Espectrómetro

Aunque la técnica ICP-MS de alta resolución resulta muy robusta y logra determinar con precisión una amplia mayoría de los elementos químicos y sus isótopos, algunos factores inherentes del método y de las características técnicas propias de cada equipo imposibilitan la detección de algunos isótopos. En la siguiente figura se exponen dentro de un cuadro rojo los elementos para los cuales el fabricante del equipo existente en el SEGECRON, garantiza una excelente detección (Fig. 2.4).

1 H 1.00797																	2 He 4.0026
3 Li 6.939	4 Be 9.0122											5 B 10.811	6 C 12.0112	7 N 14.0067	8 O 15.9994	9 F 18.9984	10 Ne 20.183
11 Na 22.9898	12 Mg 24.312											13 Al 26.9815	14 Si 28.086	15 P 30.9738	16 S 32.064	17 Cl 35.453	18 Ar 39.948
19 K 39.102	20 Ca 40.08	21 Sc 44.956	22 Ti 47.90	23 V 50.942	24 Cr 51.996	25 Mn 54.9380	26 Fe 55.847	27 Co 58.9332	28 Ni 58.71	29 Cu 63.54	30 Zn 65.37	31 Ga 69.72	32 Ge 72.59	33 As 74.9216	34 Se 78.96	35 Br 79.909	36 Kr 83.80
37 Rb 85.47	38 Sr 87.62	39 Y 88.905	40 Zr 91.22	41 Nb 92.906	42 Mo 95.94	43 Tc (99)	44 Ru 101.07	45 Rh 102.905	46 Pd 106.4	47 Ag 107.870	48 Cd 112.40	49 In 114.82	50 Sn 118.69	51 Sb 121.75	52 Te 127.60	53 I 126.904	54 Xe 131.30
55 Cs 132.905	56 Ba 137.34	*57 La 138.91	72 Hf 178.49	73 Ta 180.948	74 W 183.85	75 Re 186.2	76 Os 190.2	77 Ir 192.2	78 Pt 195.09	79 Au 196.967	80 Hg 200.59	81 Tl 204.37	82 Pb 207.19	83 Bi 208.980	84 Po (210)	85 At (210)	86 Rn (222)
87 Fr (223)	88 Ra (226)	†89 Ac (227)	104 Rf (261)	105 Db (262)	106 Sg (266)	107 Bh (262)	108 Hs (265)	109 Mt (266)									
* Lanthanide Series																	
58 Ce 140.12	59 Pr 140.907	60 Nd 144.24	61 Pm (147)	62 Sm 150.35	63 Eu 151.96	64 Gd 157.25	65 Tb 158.924	66 Dy 162.50	67 Ho 164.930	68 Er 167.26	69 Tm 168.934	70 Yb 173.04	71 Lu 174.97				
† Actinide Series																	
90 Th 232.038	91 Pa (231)	92 U 238.03	93 Np (237)	94 Pu (242)	95 Am (243)	96 Cm (247)	97 Bk (247)	98 Cf (249)	99 Es (254)	100 Fm (253)	101 Md (256)	102 No (256)	103 Lr (257)				

Figura 2.4. Tabla periódica de los elementos donde se recuadran en rojo los detectables por el equipo.

Como dato a resaltar se evidencia que el equipo no puede determinar los “isótopos estables”, que comprenden grandes áreas de interés en geoquímica. Esto se debe a la ionización mediante un plasma insuficientemente energético para otorgar carga a esos elementos. Dichos elementos y otros de interés no detectables por esta técnica, deberán ser analizados mediante otro equipamiento.

En tanto a la sensibilidad del equipo, se informan detecciones de elementos traza del orden de parte por trillón o incluso partes por cuatrillón. Estos valores pueden sufrir grandes variaciones dependiendo del método de ingreso de la muestra y las características inherentes de la misma, para cada caso particular se deberán realizar los ensayos, validaciones y calibraciones pertinentes. Para el caso de la datación en circones por U-Pb, el SEGECRON cuenta con materiales de referencia certificados de circones de edades variadas.

2.3.2 Sistema de ablación láser

El sistema de ablación láser Analyte G2 permite variar la resolución espacial (diámetro del haz) entre 1 μm a 180 μm . También, dispone de una cámara-microscopio que permite visualizar las áreas de interés en la muestra, así como posicionar el punto de impacto láser y su focalización en tiempo real. Además, tolera funciones de muestreo de punto único, múltiple, barrido continuo, entre otras, todas completamente programables y automatizables.

El sistema también permite un amplio rango de tamaño y forma de las muestras, que deben ser tales que se adapten al porta muestras del equipo (Fig. 2.5).

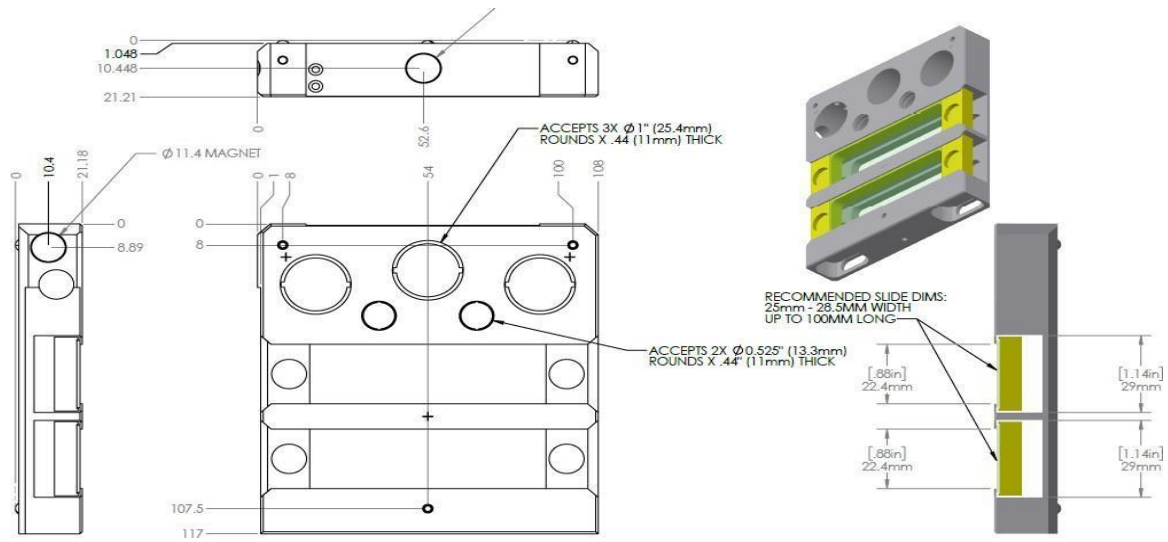


Figura 2.5. Plano del porta muestras disponible en el sistema de ablación láser.

3. ESTUDIOS ISOTÓPICOS U-Pb EN CIRCONES

Silvia Lagorio

Constituye uno de los métodos más importantes de dataciones isotópicas, capaz de medir temporalmente eventos desde la formación del sistema solar, a aproximadamente 4,57 Ga, hasta el Pleistoceno.

El Pb tiene cuatro isótopos estables: ^{204}Pb , ^{206}Pb , ^{207}Pb y ^{208}Pb , de los cuales los tres últimos tienen una componente radiogénica producida a través de la desintegración independiente de ^{238}U , ^{235}U y ^{232}Th , respectivamente.

La abundancia de minerales con alto contenido de U en la mayoría de los tipos de roca, así como la resistencia de muchos de estos minerales a la meteorización química y física, favorece la utilización del sistema U-Pb. Aunque el circón es por lejos el mineral más comúnmente utilizado para la datación U-Pb, también son comúnmente datados monacita, apatita, xenotima, titanita, rutilo, baddeleyita, allanita y perovskita, y proporcionan un amplio espectro de aplicaciones geocronológicas y termocronológicas en sistemas ígneos, metamórficos e hidrotermales.

Hay tres métodos analíticos principales utilizados en geocronología para el sistema U-Th-Pb:

- ✓ ID-TIMS,
- ✓ espectrometría de masas de iones secundarios (SIMS/SHRIMP) y
- ✓ espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente y sistema de ablación láser (LA-ICPMS).

La cantidad de material necesario para un análisis ha ido disminuyendo a la vez que la precisión ha ido aumentando desde que los espectrómetros de masa se comenzaron a utilizar en las mediciones U-Pb en la década de 1960. Desde el 2000 se viene generando una gran profusión de datos U-Pb debido en gran medida a la aplicación del método de ablación láser (LA-ICPMS). El método LA-ICPMS, que consiste en aplicar láser a la superficie de un mineral y llevar los aerosoles extraídos resultantes a un espectrómetro de masas, se aplicó por primera vez en la década de 1990.

Desde entonces se ha convertido en el método de U-Pb adoptado más rápidamente debido a su alta resolución espacial, rapidez para la realización de los análisis y asequibilidad en relación con el método SIMS. Al igual que en éste se pueden obtener edades con una precisión de hasta 1-2% en algunos casos, siendo lo más frecuente 4-6%, no obstante lo cual puede llegar hasta un 15%. De todos modos son más frecuentes si bien suele ser necesaria una cantidad mayor de material, cuenta con la ventaja de que el instrumental permite el análisis de otros elementos como Hf-Lu-Yb, muy útil para determinaciones de isótopos de Hf y de elementos tierras raras.

El sistema LA-ICPMS consta de dos partes:

- ✓ el sistema de ablación láser, que incluye la celda de muestra, y
- ✓ el ICPMS.

La muestra se ablucciona dentro de una celda de muestra que posee una ventana transparente para el láser, y las partículas abluccionadas son barridas de la celda al soplete de plasma mediante la incorporación de un gas que las porta.

Los sistemas de decaimiento utilizados en la datación de circones son dos: $^{238}\text{U} \rightarrow ^{206}\text{Pb}$ y $^{235}\text{U} \rightarrow ^{207}\text{Pb}$. Ambos sistemas están vinculados porque $^{238}\text{U} / ^{235}\text{U}$ es constante en casi todas las rocas de la corteza. El ^{204}Pb , isótopo no radiogénico, es utilizado para estimar la cantidad de Pb en el cristal en el momento de su formación. Esto permite la representación gráfica de las edades U-Pb en un diagrama Concordia Pb*/U (Wetherill 1956), que representa $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ vs. $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$ en función de la edad. Pb* indica que se ha restado el Pb inicial (Fig. 3.1). El diagrama de Concordia también muestra $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$, que es la pendiente de una línea trazada desde el origen a través de los análisis ($^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^* = ^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U} / [^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U} \times 137,88]$).

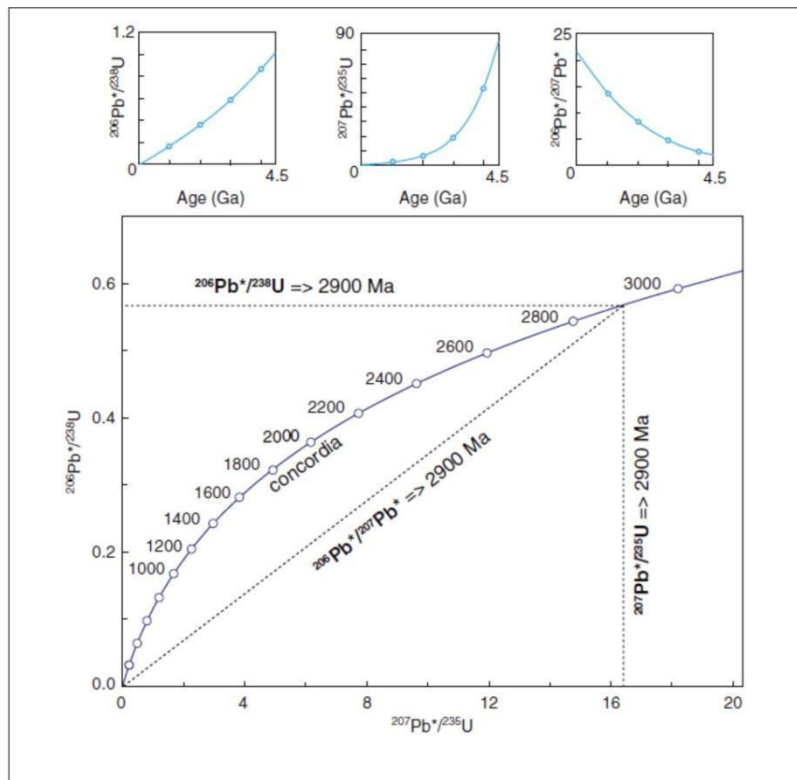


Figura 3.1. Diagrama de Concordia (Wetherill 1956)

Los valores de incertidumbre respecto a los valores de $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$, $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$ y $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$ generalmente forman un polígono (Fig. 3.2). Los valores relativos de las tres incertidumbres varían en función de la edad: para muestras "jóvenes" la edad más precisa es la $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ y la edad $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$ es la menos precisa, mientras que para muestras "antiguas" los valores se invierten, siendo la edad $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$ más precisa que la $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ (Fig. 3.2). La incertidumbre de $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$ (en edad) es siempre de valor intermedio. En teoría y en la práctica, las tres incertidumbres tienen el mismo valor en aproximadamente 1,4 Ga (e.g., Gehrels et al. 2008). Teniendo en cuenta las variaciones mencionadas, la resolución de edad en el sistema U-Pb es más pobre a los 1.4 Ga, mientras que la precisión mejora en la edad $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ para ejemplares más jóvenes así como mejora en la edad $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$ para edades mayores.

Si las tres edades ($^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$, $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$ y $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$) son similares dentro del error, el análisis queda en la línea Concordia y se describe como "concordante" (Wetherill 1956). Desafortunadamente es común que un análisis se encuentre por debajo de Concordia, en cuyo caso se denomina "discordante". Esto da como resultado edades que aumentan de $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ a $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$ hasta $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$. La discordancia ocurre más comúnmente debido a la pérdida de Pb durante la actividad térmica/hidrotermal más joven, en cuyo caso el análisis desciende por la línea $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$ que existía en el momento de la perturbación, o debido a la herencia de material más antiguo, en el que el análisis se va hacia arriba a lo largo de una línea de mezcla. Análisis de "discordancia inversa", que se ubican por arriba de la Concordia, son raros, y la mayoría es probablemente el resultado de una medición inexacta de $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$. El grado de discordancia es mejor expresado como un porcentaje de la edad $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ dividido por la edad $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$, siendo un análisis perfectamente concordante cuando presenta 0% de discordancia (discordancia = $100 - 100 \times [\text{edad } ^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U} / \text{edad } ^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*]$).

Por el contrario, esta relación se puede expresar como grado de concordancia, siendo un análisis perfectamente concordante con valor igual al 100% (concordancia = $100 \times [\text{edad } ^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U} / \text{edad } ^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*]$). Los circones son más susceptibles a la pérdida de Pb con el aumento de la

edad (debido al aumento de la distorsión que se genera en la celda durante la desintegración radiactiva). Por lo tanto, es común que los circones precámbricos sean discordantes en porcentajes de hasta unas pocas decenas. Si hubo una pérdida de Pb las tres edades serán menores ($^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$, $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$ y $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$), pero la edad de $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$ es la más cercana a la real. Debido a esto, para grados de discordancia razonables (10-30%) es generalmente más preciso usar la edad $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$ para circones de edades menores a 1,4 Ga, incluso siendo la edad $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ la más exacta. El límite común es 0,8-1,0 Ga, que representa el equilibrio entre la edad más precisa $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$ (suponiendo que la discordancia se debe a la pérdida de Pb) y la edad $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ que es la más exacta. Las edades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$, $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$ y $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$ también son inexactas si la discordancia resulta de herencia, con un potencial aumento de la inexactitud con una discordancia creciente.

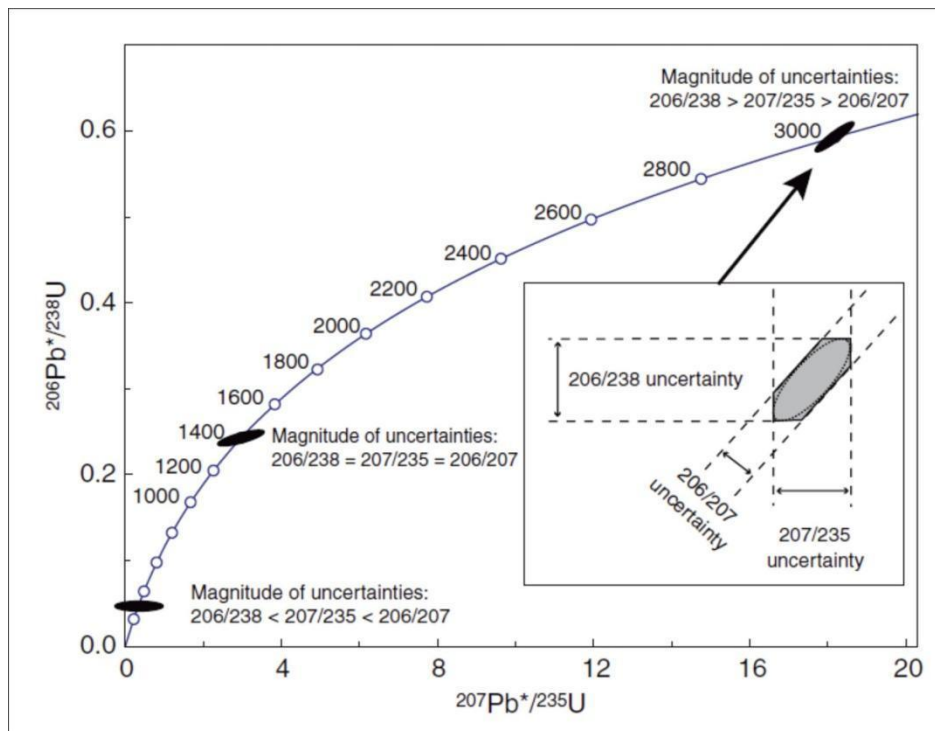


Figura 3.2. Orientación y magnitud de las elipses de incertidumbre de las edades para el Fanerozoico, Proterozoico y Arcaico. Las magnitudes relativas (en millones de años) de las tres principales incertidumbres están indicadas. El recuadro a la derecha es una caracterización gráfica de las tres incertidumbres primarias.

Por lo tanto, luego de obtenidos los datos analíticos de las relaciones isotópicas, deben aplicarse algunas correcciones antes de realizar el cálculo de la edad, siendo las más comunes:

1. corrección de Pb común (la más importante),
2. corrección de fraccionamiento (debido a que se produce el fraccionamiento de U, Th y Pb durante la ablación con láser)

Otro ítem importante en el procesamiento de datos es obtener las concentraciones de U y Th. Estas se determinan como medios para comprender los patrones de discordancia (por ejemplo, circones de alto U son más susceptibles a la pérdida de Pb) y porque además la relación U/Th es un indicador útil para identificar si hubo fluidos metamórficos presentes durante la cristalización del circón.

Los datos de edad finalmente obtenidos presentan incertidumbres que son propagadas tanto como errores de medición como a errores sistemáticos.

Finalmente, se concluye que las edades se reportan sobre la base de la relación isotópica $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ para edades inferiores a 1,4 Ga y del cociente $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$ para edades mayores a

1,4 Ga. Esto se debe principalmente al hecho de que las edades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ son más precisas para los sistemas más jóvenes, mientras que las edades $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$ son más precisas para sistemas más antiguos, como se mencionó precedentemente. Un segundo factor importante es que las edades $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$ son menos sensibles a la pérdida de Pb, que es más común en sistemas más antiguos, como también se mencionó precedentemente.

Para análisis de granos que se interpretan como cogenéticos, por ejemplo, de una roca ígnea, se calcula la media ponderada de un conjunto de edades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ ó $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$. Para la mayoría de las muestras, la desviación media por cuadrados mínimos (MSWD) es 1,0 y la incertidumbre varía de 0,5% a 2% (2-sigma), dependiendo principalmente de la edad y la concentración de U. Los errores sistemáticos no se incluyen en la incertidumbre asignada a cada análisis porque las incertidumbres que surgen de las constantes de desintegración, la edad del estándar, composición común de Pb y fraccionamiento elemental/isotópico no disminuyen a medida que aumenta el número de análisis. Más bien, los errores sistemáticos son propagados por separado y añadidos cuadráticamente a la incertidumbre de la media ponderada. La adición de los errores sistemáticos produce una incertidumbre en la edad final de 1 a 2% (2-sigma) para la mayoría de los análisis.

Concluyendo respecto a la precisión de la edad U-Pb, la mayoría de las edades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ y las edades $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^* > 1$ Ga tienen una incertidumbre de 0,5 a 2% (a nivel 1-sigma), mientras que las edades $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^* < 1$ Ga presentan mayor incertidumbre. La mayor incertidumbre para la edad joven de $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$ se debe a la relativa insensibilidad de la relación $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$ para sistemas jóvenes, así como a la dificultad de medir pequeñas señales de ^{207}Pb .

4. LOS CIRCONES EN LAS ROCAS Y SU APLICACIÓN EN ANÁLISIS DE GEOQUÍMICA ISOTÓPICA U-Pb

Ana M. Tedesco

4.1 Rocas que contienen circones

Los circones son minerales que poseen una presencia muy ubicua, que va desde rocas corticales a xenolitos del manto, rocas lunares, meteoritos y tectitas. Son resistentes y refractarios por lo que sobreviven tanto a la meteorización y transporte, como al metamorfismo de alta temperatura y a la anatexis. Pueden ser encontrados, por lo tanto, en rocas ígneas, metamórficas y sedimentarias.

Por lo general, el circón se presenta en pequeños cristales tempranamente formados y rodeados por minerales posteriores, pero puede desarrollar grandes cristales en pegmatitas, particularmente en sienitas nefelínicas y carbonatitas. Los circones como megacristales son comunes en kimberlitas y basaltos alcalinos.

Sin embargo, la ocurrencia más común de circones se da en rocas ígneas intermedias a saturadas en sílice y menos en rocas poco saturadas. En fundidos subsaturados, los xenolitos de circon se disolverán, solo los cristales más grandes (>50-100 μm) pueden sobrevivir a la fusión cortical e incorporarse a fundidos subsaturados cuando la temperatura es superior a los 750-850°C.

Los circones tienen tamaños promedio de entre 20-250 μm . Los de mayor tamaño son encontrados en kimberlitas y carbonatitas, con cristales que van desde varios mm a varios centímetros.

El rango de temperaturas de cristalización de los circones puede variar entre 1450-590°C, aunque por lo general se asumen 1200-750°C (para las concentraciones de Zr normales). A altas temperaturas las concentraciones necesarias de Zr para que cristalicen circones en fundidos máficos y ultramáficos son muy altas y poco probables.

4.1.1 Circones ígneos

Comúnmente, las muestras ígneas se analizan primero con imágenes de catodoluminiscencia (CL) para determinar si hay evidencia de núcleos heredados y/o sobrecrecimientos más jóvenes. Un haz de luz de diámetro seleccionado permite el análisis de dominios homogéneos. Los análisis se llevan a cabo hasta lograr al menos 20 mediciones para cada dominio y se preparan gráficos de medias ponderadas para cada uno. La petrogénesis y significado de la edad de cada dominio luego se determina a partir de las imágenes CL y del examen de las distintas parcelas de edad en función de la concentración de U (que evidencia pérdida de Pb) y edad versus U/Th (que evidencia presencia de fluidos metamórficos durante el crecimiento del circón).

Los circones en rocas volcánicas pueden ser heredados (xenocristales) o neoformados y se reconocen por las siguientes características:

- ✓ Xenocristales (ver Capítulo 7 del ANEXO I):
 - Son muy comunes en rocas volcánicas.
 - Pueden estar libres de sobrecrecimientos o estar completamente encapsulados en nuevos crecimientos de circones.
 - Son raramente euhedrales.
 - Si el xenocristal está más enriquecido en U que el crecimiento posterior (*rim*) entonces la expansión del núcleo causará, eventualmente, la fracturación del *rim* (más rígido). Esto se puede observar en microscopio óptico.
 - En algunos casos lo único que marca la presencia de un núcleo de xenocristal son pequeñas burbujas en su límite con el *rim*. Sin embargo, los métodos de CL y electrones retrodispersados (BSE) suelen ser exitosos para diferenciarlos en la mayoría de los casos.
 - Los xenocristales también se diferencian de los *rims* por poseer superficies irregulares, zonaciones internas truncadas o su falta de zonación o núcleos

caóticamente zonados. Estas discontinuidades pueden indicar una reabsorción profunda en las fases tempranas de formación de circones.

- Muchas veces, sin embargo, resulta difícil reconocer un xenocristal que actúa como núcleo de otro tipo de discontinuidades que se pueden producir durante el crecimiento de los circones. Por lo tanto, se deben combinar las observaciones texturales con análisis isotópicos de zonas específicas.

✓ Circones neoformados (ver Capítulo 6 del ANEXO I):

- Se caracterizan por la presencia de zonaciones bien desarrolladas que se pueden observar por imágenes de CL o BSE (Cátodoluminiscencia y Electrones Retrodispersados).
- Las zonaciones se caracterizan por variaciones en el contenido de Zr y Si, y de Hf, P, Y, REE, U y Th (hasta un orden de magnitud para algunos de estos elementos). Estas variaciones presentan dos extremos: uno en el cual el porcentaje de elementos traza es muy pequeño, aproximándose a la composición de un circón puro, y otro extremo en el cual el circón se halla altamente enriquecido en elementos traza.
- Pueden o no contener un xenolito en el núcleo.
- Pueden contener múltiples estadios de crecimiento y corrosión

4.1.2 Circones en rocas metamórficas

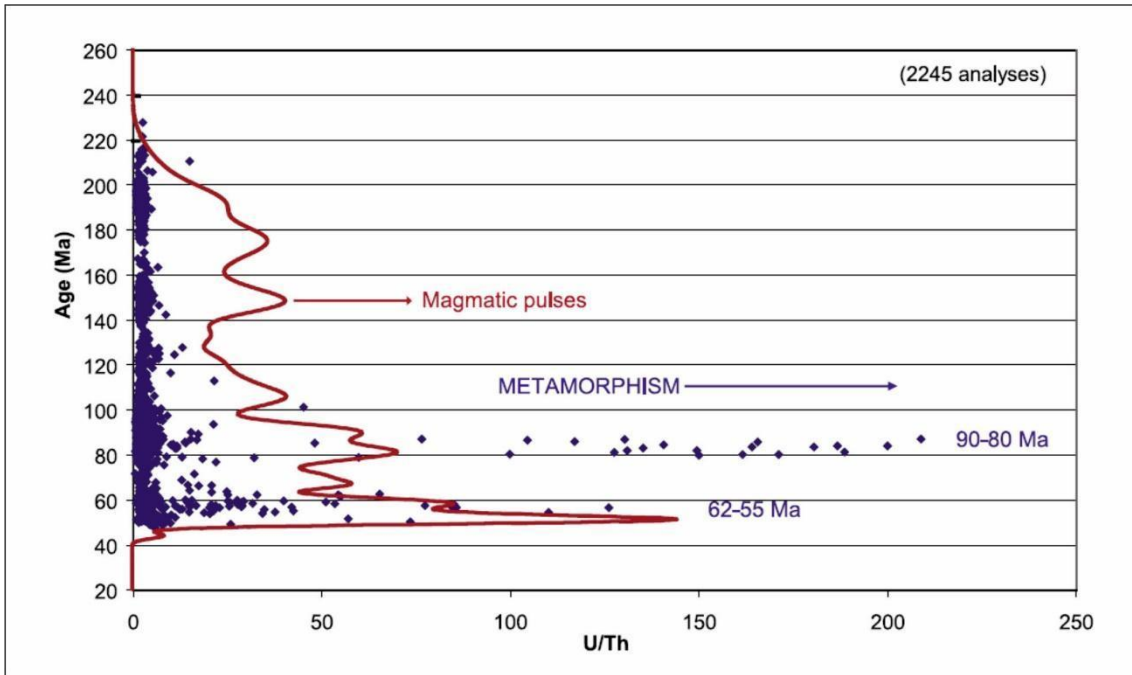
Los circones en este tipo de rocas por lo general representan las condiciones de formación del protolito. Sin embargo, en condiciones de metamorfismo de media a alta temperatura o de alta presión (granulitas o eclogitas respectivamente) los circones pueden ser metamórficamente modificados. Cuando esto sucede, por lo general se caracterizan por presentarse subredondeados y con formas de reabsorción muy marcadas, pero también se pueden encontrar cristales euhedrales, especialmente en sistemas muy ricos en fluidos, tales como facies de anfibolitas, mica esquistos o migmatitas.

Los circones pueden ser cristales o clastos originales del protolito o pueden ser circones metamórficos completamente neoformados. Por supuesto, también puede haber circones policristalinos con circones originales con crecimientos metamórficos.

Cuando los protolitos son rocas sedimentarias, se deberá tener en cuenta que las edades de los circones representarán las edades de las rocas de proveniencia de las áreas de aporte de las rocas sedimentarias originales.

La figura 4.1 presenta un ejemplo de conjunto de datos de rocas ígneas, en el que se muestra el resultado de análisis U-Pb en circones de 63 diferentes cuerpos graníticos en el batolito de la costa de la Columbia Británica (Gehrels et al. 2008). Así, en este caso, mientras las edades ayudan a definir las principales fases del magmatismo en este segmento del batolito, los valores U/Th indican que dos de estas fases se asociaron con generación de fluidos metamórficos a gran escala.

Figura 4.1. Relación U/Th en función de la edad de circones extraídos de granitos del batolito de la costa de British Columbia (datos de Gehrels, no publicados, 2007, presentados en Gehrels et al. 2008). Reconstrucción de la historia magmática de la región, y utilidad del cociente U/Th para identificar eventos



metamórficos.

Mediante el método LA-ICPMS se hace posible investigar cristales complejos de circón, generando tanto mapas de edad como de la relación U/Th. La figura 4.2 muestra un cristal de circón en el cual se pueden diferenciar dos fases distintas de crecimiento del circón claramente visible en una imagen CL. En este caso, se realizaron ochenta y cuatro análisis que se llevaron a cabo con un rayo láser diámetro de 10 μm y una profundidad de pozo de 4 μm . Las edades demuestran claramente que hay dos fases de crecimiento de circón, uno a $92,6 \pm 1,3$ Ma y una fase más joven a $58,3 \pm 1,1$ Ma. El alto U/Th (promedio 20,1) en porciones externas demuestra que el crecimiento del circón a 58,3 Ma fue acompañado de metamorfismo.

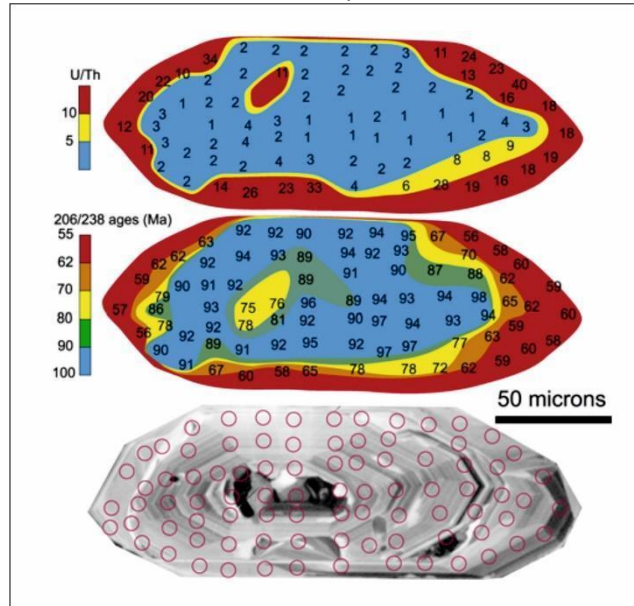


Figura 4.2. Mapeo de la relación U/Th y la edad en circones ígneos del batolito de la costa de British Columbia (datos de Gehrels, no publicados, 2007, presentados en Gehrels et al. 2008).

4.1.2.1 *Metamorfismo de media a alta temperatura (Granulitas)*: este metamorfismo por lo general lleva a la pérdida de Pb y los circones presentan las siguientes características (ver Capítulos 9 y 10 del ANEXO I):

- Texturas con venas o brechamientos.
- Texturas complejas y diversas. Modificación de texturas previas o crecimiento de nuevos circones.
- Preservación parcial o de vestigios de la zonación original (“texturas fantasma”). Texturas convolutas.
- Texturas internas que no se corresponden con el hábito de los cristales.
- Todas estas texturas son responsables de la mezcla de edades isotópicas y de abundancias de elementos traza entre el crecimiento zonado y las áreas completamente recristalizadas.
- Pueden ser homogéneos internamente.

4.1.2.2 *Metamorfismo de alta presión (Eclogitas)*: por lo general contienen tipos de circones complejos que presentan las siguientes características (Capítulo 11 del ANEXO I).

- Pueden contener un núcleo que data la pre-eclogitización que puede ser subredondeado o encontrarse penetrado por el nuevo circón metamórfico. El circón neoformado suele no tener estructura interna o presentar una zonación oscilatoria que suele ser irregular, similar a la de las rocas magmáticas.
- Textura ondulosa con “aura luminosa”. Textura típica de la población de circones que data el evento de alta presión.
- Pueden presentar, más raramente, parches irregulares, dentro de cristales euhedrales.

4.1.2.3 *Circones hidrotermales (metasomatismo)*:

- Se describen en ambientes peralcalinos, en los que aparece metasomatismo en estadios tardíos de cristalización magmática. En algunos casos son solo sobrecrecimientos en baddeleyita e illmenita. Comúnmente son engolfamientos de circón de alto U en cristales de circones de bajo U.
- Las regiones de alto U pueden formarse por metasomatismo, recristalización, disolución y reprecipitación durante un evento, probablemente acompañadas por actividad hidrotermal regional.
- Lo único inequívoco para diferenciarlos es la textura “esponjosa”, alto contenido en HFSE (tierras raras pesadas), Pb y F no radiogénicos. Indican fluidos de bajas temperaturas y presión (<2Kbar, <500°C) y alta relación agua/roca.

4.1.3 *Circones kimberlíticos y relacionados con el manto* (Capítulo 12 del ANEXO I)

- Forman megacristales de kimberlitas, carbonatitas, lamproitas, basaltos alcalinos y otros magmas de origen profundo y, más raramente, se encuentran como componentes de xenolitos sieníticos llevados por tales magmas.
- Los circones de kimberlitas se caracterizan por su tamaño grande (escala hasta cm) y su morfología anhedral (generalmente redondeados a subredondeados por reabsorción en el magma).
- Internamente tienen texturas variadas (homogéneos, con zonaciones, en mosaico).
- Circones homogéneos: por tiempo prolongado de residencia de los megacristales a altas temperaturas del manto (homogeneización de la zonación original).
- Comúnmente presentan buena zonación, pero bordes anhedrales (indica reabsorción sustancial de los cristales).
- Textura en mosaico por esfuerzos frágiles o por una rápida reducción de la presión anterior a la erupción.
- Circones con bordes de reacción con otros silicatos como baddeleyita y zirconolita por episodios de magmas ascendentes subsaturados en sílice. Forman un coating blanquecino sobre los circones.
- Los circones de carbonatitas se caracterizan por contener inclusiones de carbonatos

visibles por CL.

4.1.4 Circones en rocas sedimentarias

En rocas sedimentarias los circones son siempre heredados. La toma de muestras, no sigue reglas estrictas, pero el tipo de roca sedimentaria y el ambiente pueden tener mucha importancia sobre el resultado. Por ejemplo, en sistemas fluviales puede haber grandes diferencias en distribuciones de edades de circones detríticos con poca distancia espacial. Se necesita por lo tanto indicar por lo general el ambiente depositacional, la facies dentro del mismo, indicadores de paleocorrientes y estudios de escala regional para detectar la localización de la proveniencia.

Cuando se seleccionan los granos a datar, muchos de los métodos incluyen un tamizado de 250µm que deja afuera del estudio a los circones más grandes. El tamaño mínimo está limitado por la metodología de extracción de los circones, que resulta dificultosa para tamaños menores a 30 µm, por lo que se los excluye a menos que se haga una búsqueda especial para tamaños de grano fino. Se debe tratar de incluir a todos los tamaños dentro de los límites establecidos por el muestreo ya que algunas granulometrías pueden estar asociadas a determinada proveniencia. Es útil, por lo tanto, en algunos estudios asociar las características del clasto al resultado isotópico.

Los estudios de circones en rocas sedimentarias tienen diferentes fines:

- Estudios de proveniencia: las edades de los minerales detríticos son comparadas con potenciales edades de áreas de aporte.
- Cuando la proveniencia es conocida se determinan las edades y características de las rocas del área de aporte.
- Correlación de unidades sedimentarias. Las edades de los minerales detríticos son comparadas para evaluar posibles relaciones entre diferentes unidades.
- Determinación de edad de depositación máxima: donde las edades de los componentes más jóvenes de la unidad darán la edad más temprana de depositación.

4.1.4.1 Edad máxima en rocas sedimentarias: la premisa de los estudios de circones en rocas sedimentarias es que la edad de depositación no puede ser más antigua que los clastos de circones más jóvenes. El resultado solo revela la edad máxima de depositación (no toda la distribución de edades). Como la edad más joven puede venir de un único grano, se debe tener cuidado con la contaminación, tanto en el campo, como en el laboratorio.

Por lo general se usan los cristales de color más claro y con redondeamiento mínimo (a mayor edad de los circones los colores son más rosados y a más redondeamiento mayor oportunidad de reciclado).

El número de granos a analizar depende de la cantidad de circones jóvenes de la muestra.

4.1.4.2 Proveniencia: el análisis de proveniencia es una de las aplicaciones más comunes de la geocronología de U-Pb en circones. El objetivo es tener una distribución de edades que refleje las edades reales, por lo cual hay que tener cuidado durante la realización del método de extracción de granos, eligiendo poblaciones aleatorias para que resulten representativas. Un problema es que los granos más pequeños por lo general no son analizados, al igual que los granos con fracturas (que pueden tener minerales secundarios, pérdida de Pb a lo largo de las superficies de fractura), por lo cual algunas poblaciones con una proveniencia determinada pueden ser eliminadas del muestreo. Se deben evitar inclusiones y granos con zonaciones complejas (a menos que cada grano sea analizado por separado). Por todo ello, lo mejor es el uso de imágenes de CL.

El número de granos a analizar depende de la proporción de los diferentes grupos presentes, si hay granos afectados por pérdida de Pb, etc. A través de estudios de probabilidad se llega a la conclusión de que con 60 granos se puede tener un 95% de probabilidad de identificar un

componente que representa más del 5% de la población original. Sin embargo, otros estudios indican que este porcentaje se alcanza con 117 granos. Por lo general se muestrean entre 100 y 120 granos.

Una vez que se obtienen los datos, el siguiente paso es comparar la distribución de edades con las posibles áreas de aporte. Un parámetro a tener en cuenta es la fertilidad en circones de las potenciales rocas de procedencia. Este método se focaliza en la identificación del último origen de los granos de circón. Sin embargo, hay que tener en cuenta que los circones son tan resistentes a la erosión y a la meteorización, que pueden tener varios ciclos de reciclaje y tener una historia compleja.

Los estudios de proveniencia han sido utilizados de diferentes maneras en los últimos años como: reconstrucción de proveniencia de sistemas sedimentarios antiguos, modelos de desplazamiento de terrenos, paleogeografía y paleosistemas fluviales, origen de depósitos de gemas y placeres de oro, análisis de paleoclimas, proveniencia y paleoclima a través de circones pequeños (10-20 μm), proveniencia de artefactos arqueológicos, etc.

Para el análisis de los datos obtenidos de proveniencia existen a grandes rasgos dos metodologías principales: los análisis cualitativos y los análisis cuantitativos.

Mediante los análisis cualitativos se miden todos los granos de circones sin tener en cuenta su abundancia relativa. Este método indica todas las proveniencias posibles y se describen sus características morfológicas en microscopio óptico y mediante BSE o CL. También se registra la localización de los puntos sobre los granos en los que se realiza el estudio isotópico. Por otro lado, cuando se realiza el análisis cuantitativo, se toma una muestra que sea representativa de todas las poblaciones de circones detríticos posibles (un componente de edad que representa x% del análisis debería representar el x% del total del circón en la muestra). El objetivo de este estudio es obtener resultados que reflejen la importancia de diferentes áreas de proveniencia teniendo en cuenta la abundancia relativa. Es importante en este caso minimizar la elección durante el *picking* manual. El operador deberá, como en todos los análisis, evitar las inclusiones, zonas metamórficas y límites de dominio dentro del circón (pe. entre un núcleo y un *rim*). Ambos tipos de análisis, cualitativo y cuantitativo, son métodos complementarios, pero no representan lo mismo. Con el método cualitativo se obtienen absolutamente todas las proveniencias, pero no se pueden comparar proporciones de los diferentes componentes entre diferentes muestras, ya que el muestreo no se hace para ser representativo. Por lo contrario, el método cuantitativo permite la comparación, pero se pueden perder proveniencias importantes. En ambos casos se debe evitar sobreinterpretar los datos.

Diagramas de proveniencia: los datos isotópicos de U-Pb suelen ser usualmente mostrados en los Diagramas de Concordia (Fig. 3.1). Sin embargo, para el número de muestras utilizadas en las rocas sedimentarias estos diagramas no resultan útiles. Por lo tanto, para este tipo de muestras se utilizan diagramas univariados como histogramas o distribución de densidades de probabilidades (Fig. 4.3). Diagramas de frecuencia, se utilizan comúnmente para mostrar las edades en el cual las modas, los rangos y proporciones pueden estar relacionados con el tiempo, la duración y la importancia relativa de los eventos geológicos. Tienen dos limitaciones críticas: i) los histogramas están basados solo en la medición de edad y se descartan los errores y ii) el tamaño de los compartimentos (ancho de las barras del histograma) es arbitrario, y puede ser de 5, 20 o 100Ma o según lo decida el autor del trabajo.

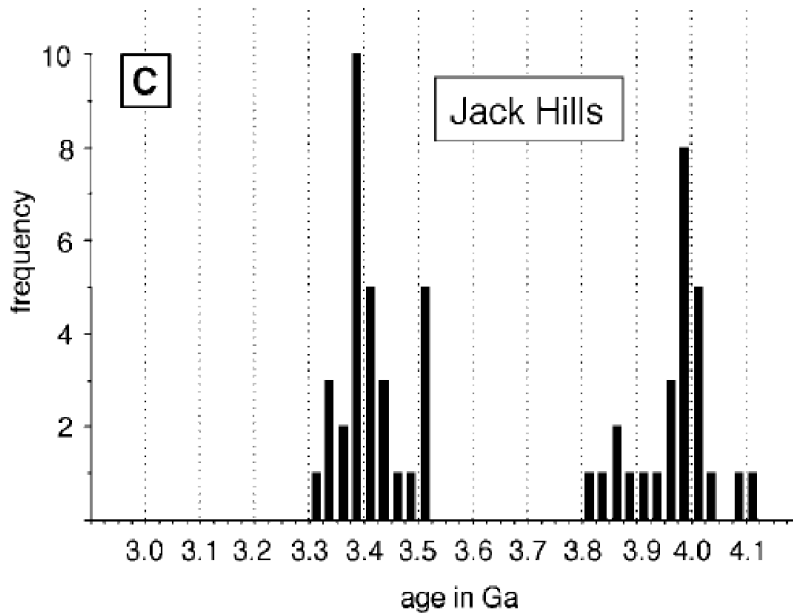


Figura 4.3. Diagrama de frecuencia: Edad vs Frecuencia

Diagramas de distribución de densidad de probabilidad: se usan para compensar las limitaciones de los histogramas. Incorporan los errores de los datos y producen una distribución de probabilidades de la muestra entera basada en una curva Kernel- gaussiana que varía con cada edad individual. Una desventaja de este método es que, para analizar la información, se utiliza el área por debajo de la curva, con la que se comparan frecuencias y proporciones de la muestra, y no se puede usar la altura del histograma. Por esta razón, se suelen superponer los dos diagramas (Fig. 4.4).

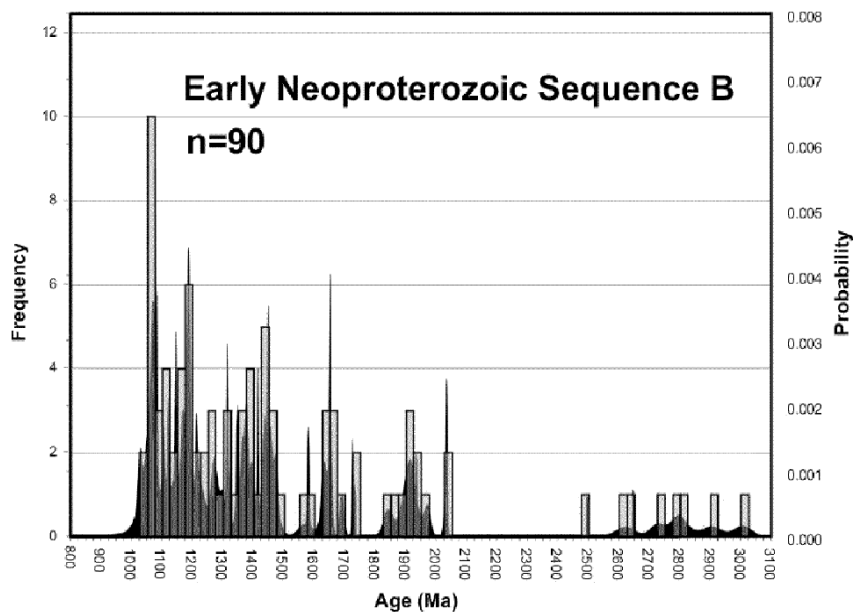


Figura 4.4. Diagrama de frecuencia y diagrama de distribución de densidad de probabilidad superpuestos

4.1.4.3 Correlación de unidades: para correlacionar unidades se buscan coincidencias en tamaño y posición de los picos de frecuencia de los diagramas de proveniencia (Fig. 4.5). Para esto se puede utilizar diferentes metodologías estadísticas de las cuales describiremos dos ejemplos.

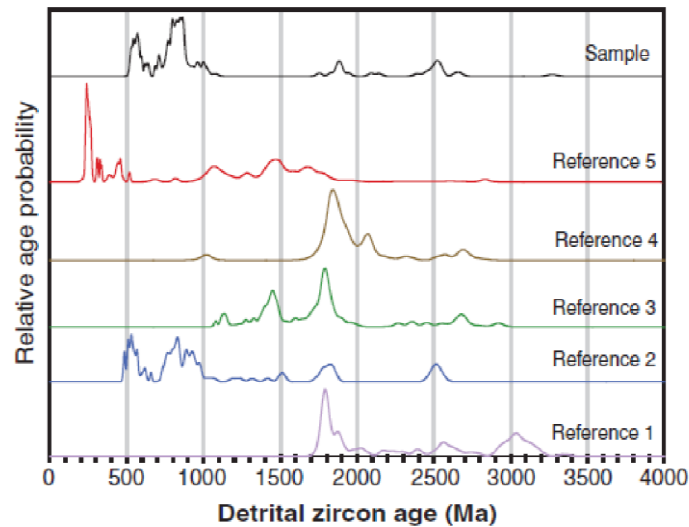


Figura 4.5. En la figura se observa como la muestra (sample) aparentemente posee picos similares en posición y tamaño a los de la referencia 2, con la que se podría correlacionar.

Cuantificación de la correlación según Gehrels (2000): utiliza dos parámetros i) presencia/ausencia y ii) grado de superposición (en www.geoarizona.edu/alc). Presencia/ausencia de edades similares, valores entre 0 (si no hay coincidencia de edades en ninguna de las curvas) y 1 (si todas las edades están representadas en las dos curvas). Grado de superposición de edades en similares proporciones, valores entre 0 (si hay diferentes proporciones o no se superponen las edades) y 1 (si todas las edades están superpuestas en igual proporción). Ambos métodos tienen en cuenta las incertezas de cada conjunto de mediciones.

Estadística Kolmogorov- Smirnov (K-S): usa un valor P que es la probabilidad de que dos muestras sean o no estadísticamente diferentes. Por ejemplo, un valor $P > 0.05$ tiene un grado de confianza $> 95\%$ de que dos muestras no son estadísticamente diferentes. Este método no tiene en cuenta la dispersión de los datos ni las incertezas de las edades.

4.1.4.4 Parámetro Zr/Sc para estudiar el reciclado de rocas sedimentarias: un gran número de minerales pesados están dominados por elementos que son traza en la mayoría de las rocas sedimentarias, y es posible evaluar el rol de la concentración de los minerales pesados durante la selección. El uso de diagramas de Th/Sc vs Zr/Sc (Fig. 4.6) es un índice de enriquecimiento en circones, ya que el circón se encuentra enriquecido en Zr, mientras que no pasa lo mismo con el Sc aunque generalmente preserva características de la proveniencia similares a otras REE. En contraste, el índice Th/Sc es un buen indicador de procesos de diferenciación química ígnea ya que el Th es un elemento incompatible en sistemas ígneos y el Sc es compatible. Así, los sistemas que corresponden a un primer ciclo de sedimentación de los circones, se agruparán sobre la línea de variaciones composicionales correspondientes al ciclo ígneo, y los que corresponden a circones resedimentados se agrupan en una curva más horizontal de circones ubicada en la zona superior derecha del diagrama. En el diagrama se ejemplifican dos sistemas, i) correspondiente a turbiditas de margen activo con un único aporte y ii) sistemas turbidíticos distales con mezcla y reciclado de otros circones.

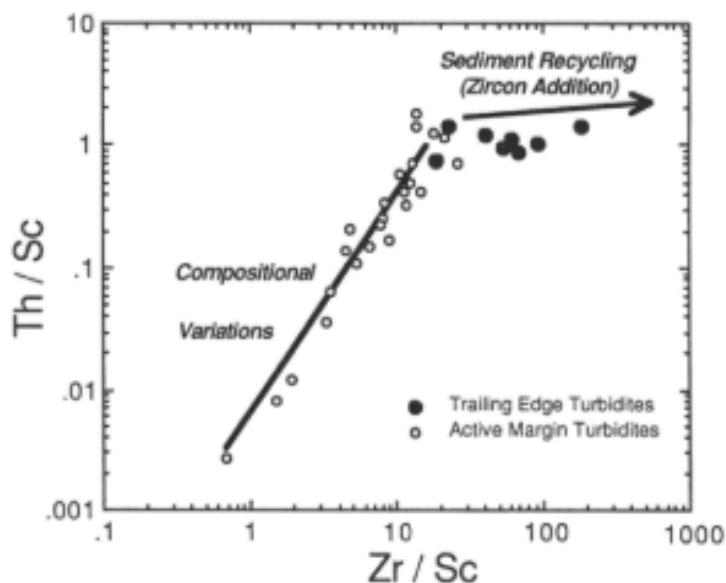


Figura 4.6. Diagrama Zr/Sc vs. Th/Sc para determinar rocas sedimentarias recicladas

4.1.4.5 Problemas y consideraciones generales del estudio de circones en rocas sedimentarias: Cuando se realizan este tipo de estudios debe ser tenido en cuenta que los circones detríticos no son necesariamente representativos del conjunto de unidades que actúan como áreas de aporte, ya que las rocas con pocos circones estarán subestimadas. Por ejemplo, los circones no se encuentran normalmente en rocas volcánicas ultramáficas y máficas y se subestimarán su aporte.

Por otro lado, los estudios tienen una dependencia del tamaño de los circones. En general, los diferentes minerales presentes en rocas sedimentarias son dependientes de la meteorización, erosión, transporte, depositación y diagénesis. El transporte puede eliminar, mediante la abrasión, a circones más viejos, con alto U, o regiones metamórficas en los mismos. Asimismo, para hacer estudios de proveniencia hay que tener en cuenta una posible caracterización del área de aporte y en especial la fertilidad de circones de cada una de las unidades.

Finalmente, debe considerarse que las edades U-Pb de los circones proveen información acerca de su origen inicial y no acerca de un origen sedimentario reciclado más joven. Lo mismo pasa con las rocas metamórficas que no son de alta presión ni temperatura. En rocas sedimentarias se puede utilizar el parámetro Zr/Sc en roca total para determinar el reciclado.

4.2 Estudios de roca total

4.2.1 Rocas ígneas: uso del circón como indicador termométrico

La solubilidad de los circones en un magma es función del parámetro M, del contenido de agua y de la temperatura (Fig. 4.7). Así Harrison y Watson (1983) y Watson y Harrison (1983) definen a M como:

$$M = (\text{Na} + \text{K} + 2\text{Ca})/(\text{Al} \cdot \text{Si})$$

M tiene valores que oscilan entre 1.9 y 1.3, correspondiendo los valores más altos a andesitas y los más bajos a felsitas.

La actividad del circón depende de su constante de equilibrio ($K_{\text{eq}(t)}$), dependiente de la temperatura, que es definida como:

$$K_{eq(1)} = \frac{[ZrSiO_4]_{zircon}}{[ZrO_2]_{melt} [SiO_2]_{melt}}$$

K_{eq} del circón es inversamente proporcional a la temperatura y $[ZrO_2]$ es proporcional a la concentración de circón disuelto en el magma. La alta solubilidad del circón en fundidos peralcalinos se debe a la complejidad del Zr^{4+} con álcalis libres no asociados con el Al en la mezcla. Esta complejidad no existe en magmas no alcalinos. Los Harrison y Watson (1983) y Watson y Harrison (1983) definieron el coeficiente de difusión del Zr (D_{Zr}) como dependiente de la temperatura y de M. Este coeficiente depende de la $[Zr]$ en circón y en el magma.

$$\ln D_{Zr} = \frac{12900}{T(K)} - 0.85 \cdot (M - 1) - 3.80$$

Por lo tanto, obteniendo la concentración de Zr en una roca, y con los valores de M, se puede obtener la temperatura de formación del magma.

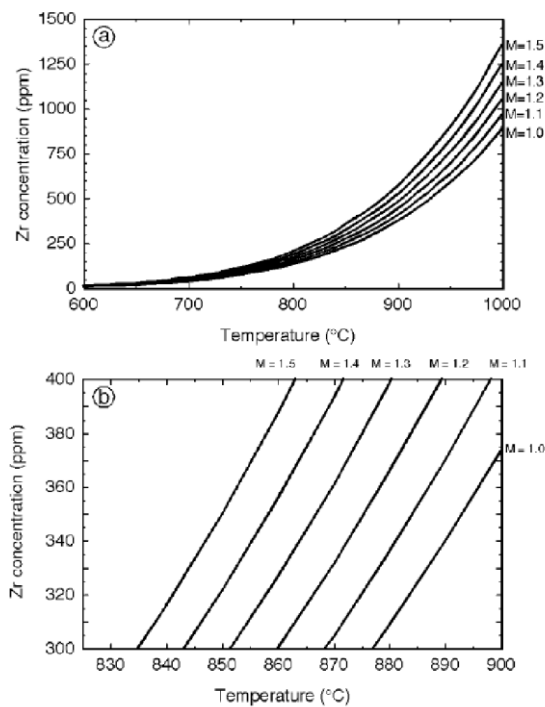


Figura 4.7 Relación entre la concentración de circonio, el parámetro M y la temperatura de saturación de circones.

4.2.2 Usos de los análisis geoquímicos de roca total para sedimentitas

Mc Lennan et al. (1993) efectuaron una síntesis de los estudios geoquímicos de roca total que pueden realizarse en sedimentitas (Cuadro 4.1).

Procesos/Proveniencia	Perspectiva petrográfica	Perspectiva geoquímica
Procesos sedimentarios		
1. Meteorización	Ambiguo. Algunos efectos mineralógicos (pe. relación feldespato/arcilla)	Posible de cuantificar en condiciones favorables. Elementos mayoritarios (CIA), Rb/Sr (también isótopos de Sr)
2. Diagénesis	Cronología relativa y reacciones minerales. Crecimiento secundario, albitización, transformación esmectita/illita	Pocos estudios. Elementos mayoritarios (CIA), elementos redox (pe. Fe^{3+}/Fe^{2+}), varios isótopos (Rb/Sr, U/Pb)
3. Selección	Madurez textural, contenido y variedad de minerales pesados.	Elementos mayoritarios (Si/Al), cuantificación de fraccionamiento de minerales pesados tales como circón (Zr, Hf) y monacita (REE)
4. Reciclado sedimentario	Contenido de cuarzo, fragmentos de rocas sedimentarias	Varias aproximaciones geoquímicas (CIA, Zr, Hf, Th/U), Isótopos de Nd
Proveniencia sedimentaria		
1. Tipos de roca	Fragmentos de roca, morfología del cuarzo	Poca información o no directa
2. Marco tectónico del área de aporte	Diagrama Q-F-L Dickinson	Elementos traza/isótopos de Nd combinados (corteza superior antigua, arco joven diferenciado, arco no diferenciado joven)
3. Edad de proveniencia	Edades relativas de los componentes en circunstancias favorables	Edad media (Edades de modelo Nd), edades de los componentes (edades U/Pb de circón, monacita, apatita)
4. Carácter corteza/manto	Poca o ninguna información	Naturaleza del fundido corteza/manto (anomalías de Eu, empobrecimiento en HREE). Aporte corteza/manto (Th/U, $\sum Hf$).

Cuadro 4.1. Utilidad de estudios geoquímicos de roca total en sedimentitas.

Los mismos autores, presentaron un resumen de las características geoquímicas y valores isotópicos de Nd para áreas de proveniencia de rocas sedimentarias (Cuadro 4.2). Los valores de ϵNd^{\dagger} corresponden a sedimentos modernos. Las distinciones entre los tipos de terreno pueden persistir en rocas sedimentarias antiguas, pero podrían ser cada vez menos pronunciadas con la edad (Fig. 4.8). Los valores exactos dependen de la edad de sedimentación.

Área de proveniencia	ΣNd^+	Eu/Eu*	Th/Sc	Th/U	Otros
Corteza continental superior antigua	≤ -10	$\cong 0,60-0,70$	$\cong 1$	>3.8 (pelitas)	Composición de elementos mayoritarios evolucionados (Pe. alto Si/Al, CIA); alto contenido de LILE, composiciones uniformes.
Rocas sedimentarias recicladas	≤ -10	$\cong 0,60-0,70$	≥ 1		Evidencias de concentración de minerales pesados a partir de los elementos traza (pe. Zr, Hf para circones, REE para monacita).
Arco joven no diferenciado	$\geq +5$	$\cong 1$	<1	>3	Composición de elementos mayoritarios poco evolucionados (pe. baja Si/Al, CIA), baja abundancia de LILE, composiciones variables.
Arco joven diferenciado	$\geq +5$	$\cong 0,50-0,90$	variable	variable	Composición de elementos mayoritarios evolucionados (Pe. alto Si/Al, CIA); alto contenido de LILE, composiciones variables.
Componentes exóticos	Las características químicas e isotópicas dependen de la naturaleza de los componentes. Pe: muy altos valores de Mg, Cr, Ni, V y Cr/V pueden ser característicos de un origen ofiolítico				

Cuadro 4.2. Características geoquímicas y valores isotópicos de Nd para áreas de proveniencia de rocas sedimentarias.

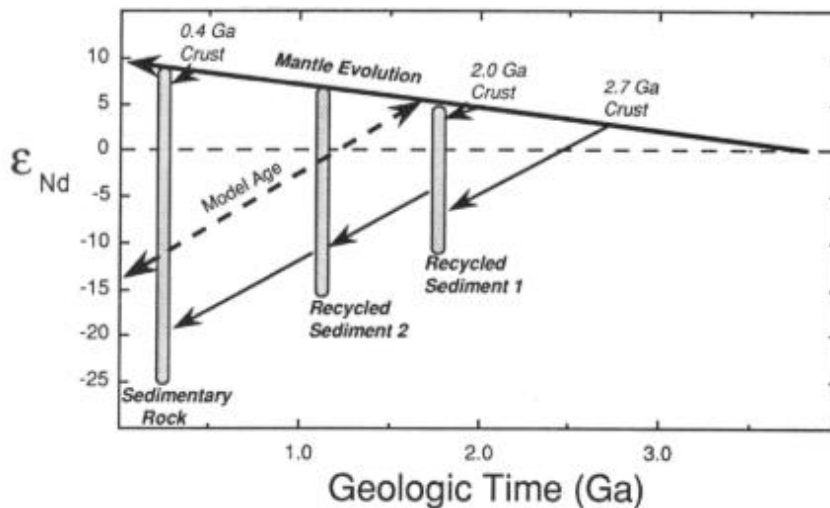


Figura 4.8. Variaciones de ϵ_{Nd} vs Tiempo y evolución de los valores con el reciclado sedimentario.

Finalmente, los gráficos de variación U/Th vs Th puede ser usada como indicador de evolución cortical y tendencia con la meteorización (Fig. 4.9)

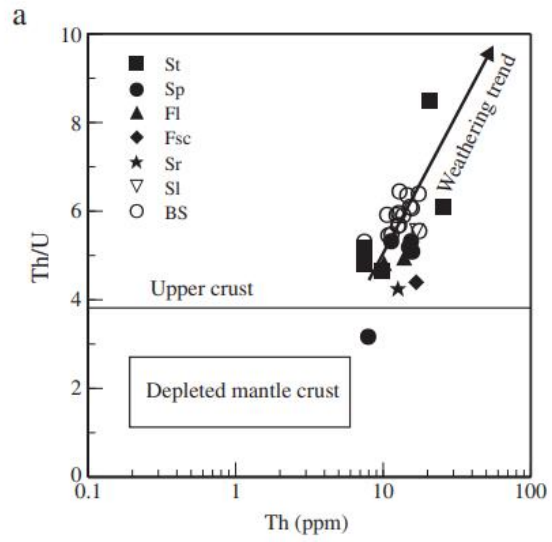


Figura 4.9 Uso de Th/U como indicador de evolución cortical y tendencia con la meteorización.

5. PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA ANÁLISIS DE GEOQUÍMICA ISOTÓPICA U-Pb EN CIRCONES

Noelia Iannizzotto y Feliciano Pagnanini

5.1 Estudios preliminares de la roca a datar

El objetivo de esta etapa es identificar, mediante el uso de microscopio petrográfico, las muestras más adecuadas para datar tomando como criterio principal de selección la morfología (anhedral, subhedral, euhedral), el tamaño (entre 20 μm y 500 μm) y el número de circones (Fig. 5.1).

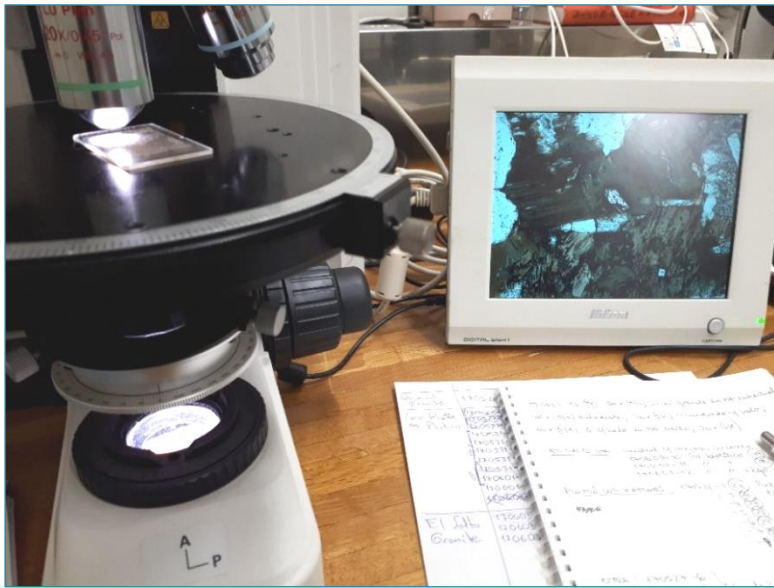


Figura 5.1. Selección de muestras para datar a través del análisis petrográfico.

Los circones se describen mediante el análisis de un corte delgado de la muestra, se miden y se fotografían (Fig. 5.2). En el caso de disponer de varias muestras de una misma unidad litológica seleccionar aquella que contenga la mayor cantidad de circones y en la cual se observen distintas poblaciones, teniendo en cuenta siempre que sean mayores a 20 μm . Formas y tamaños muy variados pueden ser evidencia de una historia compleja de la muestra y ya podemos anticipar más de un resultado en las edades (Información más detallada en el Atlas de Texturas de Circones).

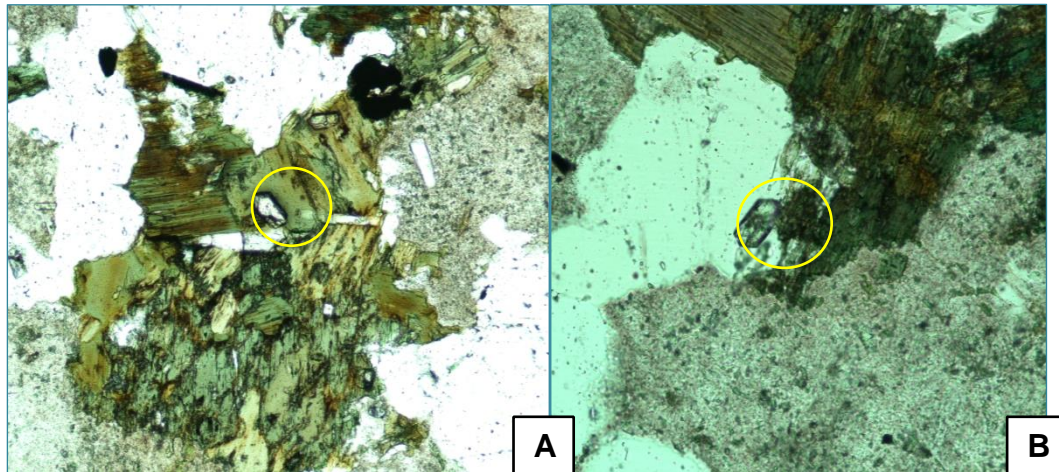


Figura 5.2. a) Circón subhedral asociado a biotita (10x, Sin Analizador). b) Circón euhedral asociado a cuarzo (20x, Sin Analizador).

5.2 Separación de granos pesados

5.2.1 Instalaciones

En la sala de procesamiento de muestras se encuentran los equipos para realizar la conminución y separación de minerales pesados. Este espacio cuenta con equipos como prensas de corte, trituradoras (Fig. 5.3), molinos y estufas. A su vez, durante el proceso se requiere de una balanza de precisión, tamices de diferente graduación, mazas o martillos y yunque, cuarzo de alta pureza, pisetas con alcohol, pisetas con agua, papeles absorbentes y papeles A4/oficio, un imán de neodimio, cápsulas de Petri, platos de bateo de diferentes tamaños y bolsas aprox. A4 polipropileno de 100 micrones. El espacio cuenta con la ventilación adecuada ante la emisión de polvo generado durante el proceso y piletones grandes de acero inoxidable donde se llevará a cabo el bateo.

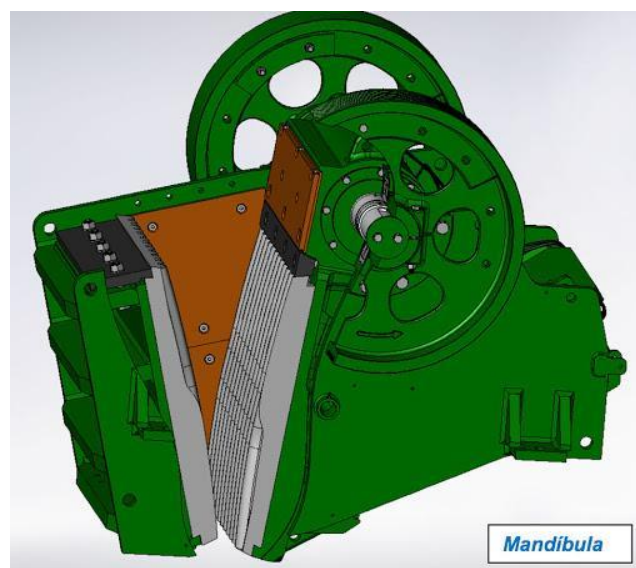


Figura 5.3. Estructura interna de una trituradora de mandíbulas

Si el caso lo requiere, debido a la utilización de sustancias tóxicas durante el proceso, como arsénico, minerales radioactivos o productos químicos, se utilizan equipos de filtro y tratamiento de efluentes. Para la limpieza de la sala y el instrumental son necesarios aspiradoras, mangueras y sopletes con aire comprimido, tachos de basura comunes y especiales para desechos que requieran algún tipo de tratamiento posterior. Es de suma importancia el uso de elementos de seguridad e higiene, el orden del instrumental y los procedimientos de acción en caso de incidentes o accidentes, así como también elementos de protección personal como lentes, barbijos y guantes durante el tratamiento.

5.2.2 Conminución

Es el proceso de reducción de tamaño de grano sin modificar las características químicas del material. Para la separación de minerales pesados, este proceso conlleva dos etapas: 1) Trituración y 2) Molienda.

5.2.2.1 Trituración: es el primer paso en la conminución de una roca. El objetivo es reducir el tamaño de la muestra en la medida suficiente para ser molida con posterioridad. La mayoría de los molinos utilizados en laboratorio parten de un material inicial en fragmentos <5 milímetros. En términos generales, la muestra debe arrojarse a la trituradora con un tamaño <10 cm³ (aunque este valor está sujeto a las características del equipo utilizado), en caso de ser mayor, debe reducirse en una prensa de corte o por golpes utilizando maza y yunque. En ambos casos es recomendable envolver la muestra en bolsas de polipropileno durante la fractura para evitar la pérdida de material.

En la actualidad existe una gran variedad de trituradoras en el mercado, tanto automáticas como semiautomáticas, las cuales difieren principalmente en los mecanismos de fractura (impacto, compresión, cizalla o abrasión). Para el caso aquí tratado, se recomienda usar una trituradora con poca generación de finos y de fácil limpieza. En ese sentido, las trituradoras de mandíbula son probablemente las más utilizadas a escala de laboratorio. Estas chancadoras actúan por compresión, ejerciendo grandes presiones a bajas velocidades. Consisten en una parte móvil que se acerca y se aleja de una parte fija (Fig. 5.4). De esta forma, el material es retenido y presionado con gran fuerza a bajas velocidades para ser fracturado y caer hacia una bandeja de recupero inferior. Estos equipos operan en seco y a circuito abierto sin descarte de finos con una razón de reducción en torno a 8:1.

5.2.2.2 Molienda: constituye el último paso en el proceso de conminución de la muestra. El objetivo es reducir el tamaño de grano hasta alcanzar el punto óptimo o grado de liberación de circones. Esta condición es función del tamaño de grano medio de los circones (generalmente las rocas félsicas presentan circones con longitudes de eje óptico no mayor a 300-500 μm), el cual debe ser determinado previamente mediante la observación de la roca en corte delgado. La correcta estimación del grado de liberación aumentará la eficiencia en el aprovechamiento del material. Una subestimación de este valor conlleva a un sobre-molido y destrucción de los granos, mientras que una sobreestimación representará poco aprovechamiento del material por circones no liberados. Es común durante esta etapa efectuar el tamizado del material que se va moliendo para evaluar el progreso ya que cuando todo el material es menor al diámetro de las aberturas de la malla del tamiz la molienda ha culminado. En este sentido, si se conoce cuál es el tamaño promedio de los circones y el desempeño del molino, no es necesario más que un solo tamiz durante este proceso. Llegado el caso que no se conozca el tamaño promedio de circones en la muestra, se recomienda utilizar un tamiz #325 (440 μm). El/los tamices deben ser limpiados con cepillos de cerda y aire comprimido/alcohol antes de ser usados. Es importante no utilizar objetos punzantes para no dañar la malla (agrandar las aberturas o romper el encordado). El operador deberá volver a moler la fracción no pasante mezclándola con material grueso (no molido) para completar la partida.

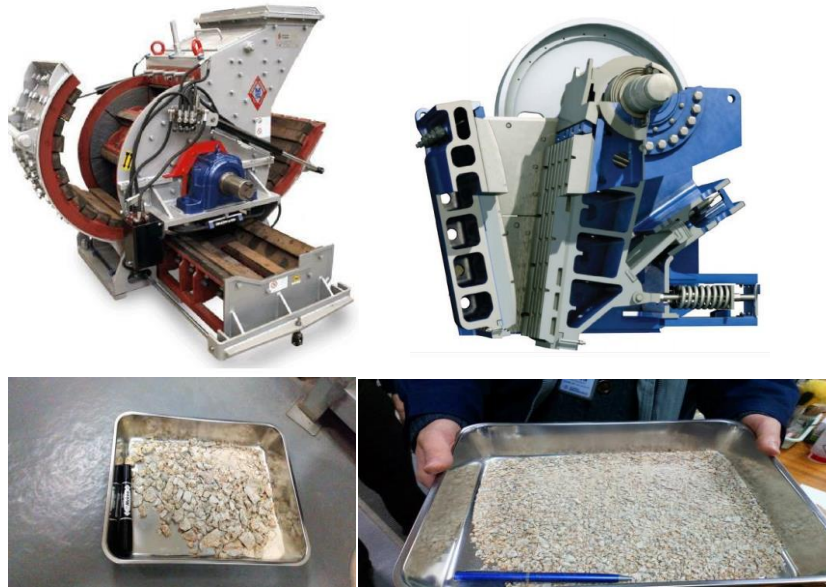


Figura 5.4. Sup-Izq: trituradora de impacto. Sup-Der: vista interna de una trituradora de mandíbulas. Inf-Izq: primera pasada en trituradora de mandíbula, tamaño de grano promedio = 10 mm. Inf-Der: segunda y última pasada en trituradora de mandíbula, tamaño de grano promedio = 2 mm

En la actualidad existe una gran variedad de molinos en el mercado; estos se clasifican por su funcionamiento (automáticos, semiautomáticos o manuales), por la composición de la cavidad alojante y/o cuerpos moledores (carburo de tungsteno, hierro, ágata, alúmina), por el mecanismo de fractura (Ultra-alto-voltaje, impacto, compresión, abrasión y/o atricción) o por la estructura interna o método de molienda (con cuerpos moledores, autigénicos o una combinación de ambos) (Fig. 5.5). En aquellos molinos que cuentan con cuerpos moledores, estos pueden ser tanto bolas, barras, anillos como discos y en diferentes dimensiones. Por otra parte, en los molinos autigénicos, el material es molido por golpes y atricción entre partículas de la misma muestra.

Los equipos más utilizados para la separación de minerales pesados son molinos vibradores de anillos o discos de tungsteno (W)/alúmina (Al_2O_3) o hierro. Cualquiera sea el caso, dichos molinos imprimen en la muestra una contaminación entre 0,1-0,4 % en peso, que se debe tener en cuenta si se procesa la muestra para análisis geoquímicos.



Figura 5.5. Recintos de muestra en diferentes equipos de conminución. Izq: Sample holder para 1 kg de muestra en el equipo SELFRAG Lab, conminución a ultra alto voltaje (90 – 200 kV). Der: Cazoleta de un molino Herzog, Vibrating simple mil

5.3 Separación de minerales pesados

5.3.1 Bateo y separación de la fracción pesada no-magnética

Los métodos más utilizados para separar la fracción pesada de una muestra son: i) bateo con agua y ii) mediante la utilización de líquidos pesados. La eficiencia en la separación con bateo depende de la experiencia del operador. Si se ejecuta con criterio, este método presenta ciertos beneficios respecto a la separación con líquidos pesados: i) Tiene mucho menor costo; ii) No se utilizan sustancias tóxicas; iii) Es más rápido; iv) Se pueden procesar grandes cantidades de muestra; v) Se puede ejecutar en campo para reducir el tamaño de muestra, y vi) Se minimiza el riesgo de contaminación.

Antes de comenzar el bateo se debe limpiar correctamente el plato de bateo y la fuente o plato de cola con aire comprimido y papel humectado con alcohol. Luego se debe colocar la fuente en el piletón de acero inoxidable y llenarla con agua hasta $\frac{3}{4}$ de su capacidad. Posteriormente se debe colocar una fracción pequeña de muestra (10 – 30 gr) en el plato y ejecutar una secuencia de llenado y drenado (descarte) para quitar la fracción polvo (el operador identificará este punto porque el agua drenada alcanza una turbidez de base en sucesivos ciclos). Todo el procedimiento de bateo que sigue debe ejecutarse dentro de la fuente con agua, la cual captará la cola (fracción liviana) del bateo.

Existen innumerables formas de batear (e.g. giro plano, giro oscilante, giro y golpes, golpes, con/sin uso de pipeta, con/sin drenaje continuo, con/sin uso de rifles, con/sin uso de aditivos como detergente). El operador debe encontrar el método de bateo que le resulte más adecuado y eficiente (Fig. 5.6). Indistintamente de cómo se ejecute la práctica, es útil saber que la fuerza de arrastre de las partículas aumentará cuando:

- la velocidad del movimiento sea mayor
- el nivel de agua en el plato sea menor
- la cantidad de material en el plato sea menor
- la densidad de la muestra sea menor
- el plato sea más grande.

Si se determinó previamente que los circones en la muestra son pequeños ($< 20 - 40 \mu\text{m}$) se recomienda ejecutar movimientos lentos con poca carga. Lo más probable es que el operador deba ir cambiando de técnica de bateo conforme la carga disminuya dentro del plato.



Figura 5.6. Distintos momentos durante el bateo. Izquierda: zarandeo inicial. Derecha: última etapa de lavaje lento.

Cuando se concluya el bateo de la carga en cuestión, solo la fracción pesada estará en el plato. Lo que sigue es verter el contenido, con la ayuda de la pipeta, en una cápsula de Petri. Luego se pasa un imán por debajo, utilizando nuevamente el agua a presión de la pipeta, se lava la fracción no-magnética vertiéndola en una segunda cápsula de Petri (Fig. 5.7). El proceso debe repetirse para sucesivas cargas hasta completar la totalidad de la muestra.

En esta instancia el operador tendrá tres resultados: i) la cola de bateo o fracción liviana, ii) la fracción pesada no-magnética y iii) la fracción ferromagnética. Esta última no tiene importancia para el propósito geocronológico U-Pb en circón, pero sí para análisis geoquímicos. Si el molino utilizado es de hierro, es muy común que la fracción ferromagnética presente virutas provenientes de la abrasión de la cazuela. De esta forma, conociendo la composición de una muestra patrón se puede estimar la contaminación del equipo de molienda. Es muy importante no descartar la cola de bateo. Este material sirve de respaldo en caso de que el operador identifique que durante la molienda no se ha alcanzado el grado de liberación esperado.

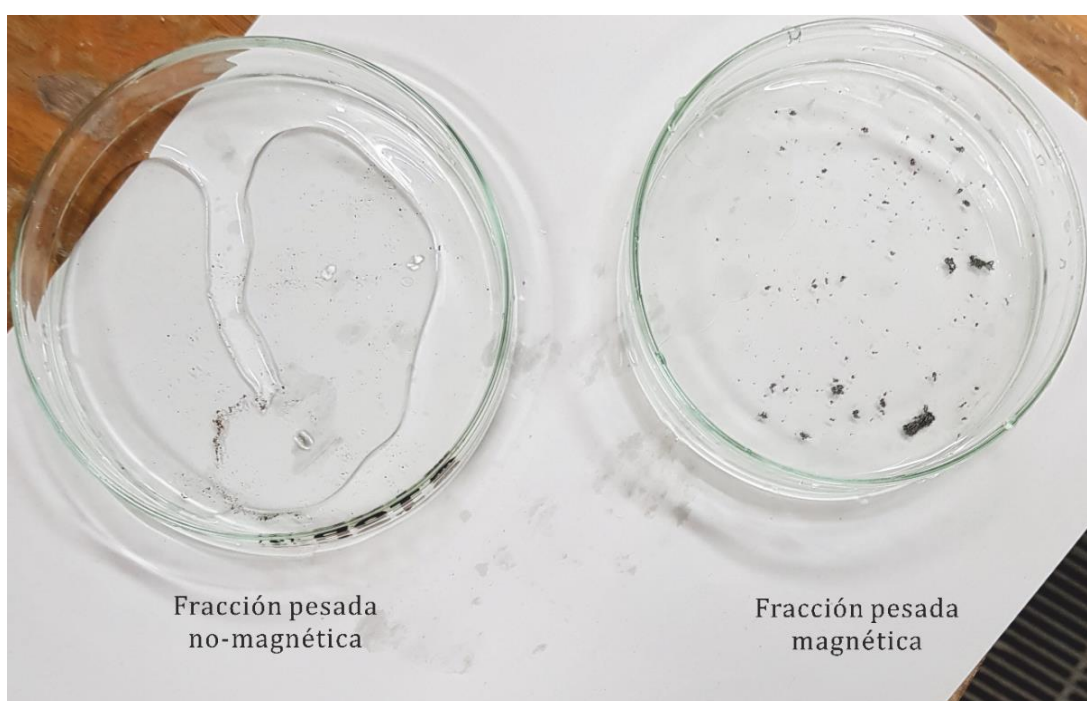


Figura 5.7. Fracciones magnética y no-magnética de minerales pesados

5.3.2. Secado

Tanto la fracción pesada, no-magnética, como el material de cola deben secarse en estufa. En esta instancia se debe tomar la precaución de tapar con una tapa la cápsula de Petri en el caso de los pesados y con otra fuente o superficie limpia en el caso del material liviano para evitar contaminación proveniente de otras muestras dentro de la estufa o durante la manipulación. La temperatura de secado no es un punto crítico, dado que aquí el mineral de interés (circón) es un residuo. A modo de orientación, si el operador pretende realizar el secado durante la noche, puede fijar la temperatura en 70-90 °C.

5.3.3 Evaluación preliminar

Esta instancia consiste en la verificación de la existencia y la observación del estado de los circones en la fracción pesada no-magnética. Se debe utilizar una lupa y/o un microscopio de luz

transmitida. Al realizarlo pueden ocurrir tres situaciones:

- se observan circones libres en una proporción acorde al contenido de Zr de la muestra, con lo cual el proceso de molido-bateo fue adecuado;
- no se observan circones ni libres ni agregados a otros minerales, esto refleja que la muestra no contenía circones (lo cual es estimable a partir del análisis geoquímico de Zr) o que se perdieron durante el bateo. A modo de referencia del lector, en 1 kg de muestra dacítica con 100 ppm de Zr el operador debería encontrar al menos 100 circones. Esta situación implicará interrumpir el protocolo y volver a comenzar si es que se tiene más muestra de la unidad que se pretendía datar.
- los granos de circón están agregados o incluidos junto con/en otros minerales, lo cual implica que la molienda no fue suficiente al no haber alcanzado el grado de liberación. En esta situación es donde cobra importancia la cola de bateo (livianos) ya que gran parte de los circones probablemente estén allí. El operador deberá reprocesar todo el material (fracción pesada + cola de bateo) desde la etapa de molienda en adelante. Tener en cuenta que el sedimento probablemente no exceda $\sim 500 \mu\text{m}$.
- se observan circones libres, pero suelen estar fracturados. Esto refleja un sobre-molido. Continúe, el material sirve, aunque el aprovechamiento del mismo desde el punto de vista geocronológico será limitado.

Si se interrumpe el proceso luego de la evaluación preliminar, se debe guardar el material apropiadamente, de lo contrario continúe con el proceso de *picking*. Si decide interrumpir el proceso debe pesar y guardar la cola de bateo en bolsas de polipropileno debidamente rotuladas. La fracción pesada, que contendrá los circones, debe guardarse en sobres pequeños de papel (se puede hacer un sobre de papel artesanal plegando una hoja de un bloc de notas) y estos dentro de bolsas de cierre hermético pequeñas debidamente rotuladas (Fig. 5.8).



Figura 5.8. Almacenamiento y rotulado de la fracción pesada no-magnética

5.4 *Picking* y montaje de circones

Esta etapa consiste en la recolección de los granos de circón y su montaje sobre la cinta bifaz-térmica.

En primer lugar, limpie un portaobjetos usando un papel humectado con alcohol y pegue un trozo (2 cm x 2 cm) de la cinta bifaz térmica sobre el mismo sin descubrir la cara opuesta de la cinta. A continuación, realice un corte cuadrangular de 4 mm x 4 mm sobre la cobertura del adhesivo (esta sección será el espacio donde se irán montando los granos). Quite la cobertura del adhesivo de la sección cuadrada que cortó previamente y no la descarte ya que le servirá más adelante.

Coloque el portaobjetos-cinta en la platina de la lupa binocular. Tenga a mano la lenza de punta fina que le resulte más a gusto.

Luego limpie con papel humectado en alcohol un portaobjetos grande o trozo de vidrio (10 cm x 10 cm) y colóquelo en la platina del microscopio de luz transmitida. Utilizando un pincel previamente sopleteado con aire comprimido, vierta 1-2 gr de la fracción pesada sobre el trozo de vidrio procurando que el material ocupe la totalidad de la superficie. A continuación, proceda con el *picking*.

La forma de discernir entre circones y otros minerales pesados es a partir de su morfología (la cual es comúnmente tetragonal bipiramidal de caras bien desarrolladas; Pupin 1980), la birrefringencia de cuarto orden (tonos rosados pastel - verde o azul iridiscente), alto relieve y otros rasgos menos distintivos como superficies metamórficas, tipo de inclusiones, entre otros. Cuando identifique un grano roce la punta de la lenza en una superficie oleosa de la piel, como puede ser su frente o mejillas para aumentar la tensión superficial del instrumento, enfoque la punta de la lenza y muévala hasta tocar apenas el grano. El circón quedará adherido automáticamente a la punta. A continuación, lleve con cuidado el grano hacia el portaobjetos-cinta que se encuentra en la platina de la lupa y monte el grano próximo a la esquina superior izquierda de la sección. Repita el proceso ubicando los granos en dirección y sentido de escritura. La distribución de los granos podría establecerse, por ejemplo, en 6 filas de 10 circones cada una (Fig. 5.9). Es importante que la separación entre circones no sea excesiva ya que resultará engorroso al momento de llevar a cabo los estudios de catodoluminiscencia.

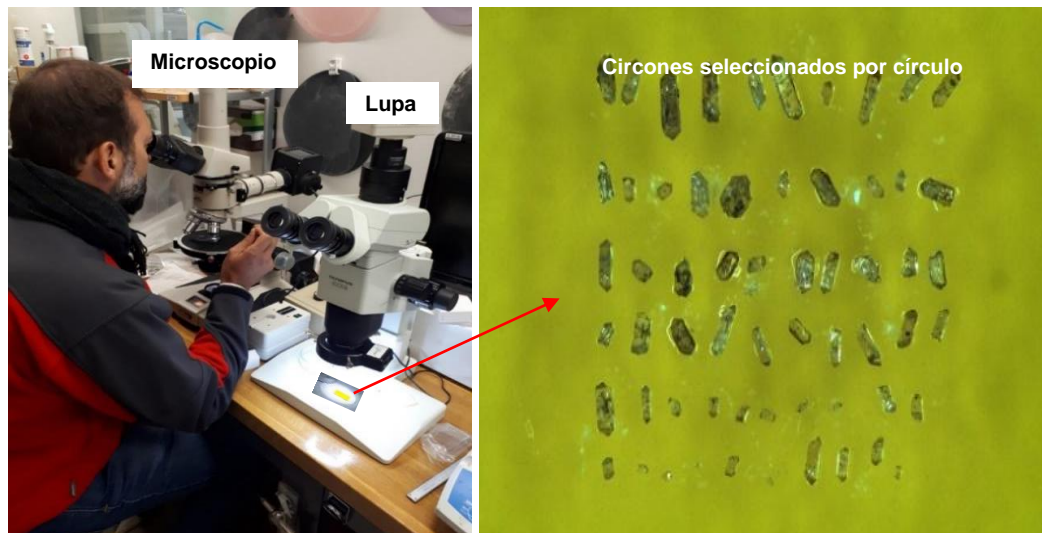


Figura 5.9. Etapa de separación de los cristales de circón del resto de los minerales de la fracción pesada. Observación bajo microscopio de luz polarizada. En la lupa se encuentra preparado el portamuestra y se van pegando los circones seleccionados dentro de cada círculo (futura pastilla de resina). A la derecha se observan los circones separados y adheridos a uno de los círculos.

De ser posible se pueden orientar los granos de circón que tengan inclusiones para facilitar la eliminación de la misma durante el pulido. El criterio para acomodar los granos con inclusiones es el siguiente: si la impureza es pequeña y se ubica sobre una de las caras del cristal o próximo a esta, se trata de colocar dicha faceta sobre el pegamento. De esta forma, durante el pulido se eliminarán dichas inclusiones.

La cantidad de circones a recolectar debe ser ~50 en rocas ígneas y 100-150 en rocas sedimentarias. Estos valores constituyen una idea inicial y son genéricos, pero la cantidad final necesaria dependerá en última instancia de distintos factores como:

- el propósito de la datación
- el significado del fechado (análisis de proveniencia, cronología del crecimiento de circones, edad de cristalización, edades heredadas, fechados de eventos metamórficos, etc)
- tamaño de los cristales (granos más gruesos permiten varias mediciones)
- alteración hidrotermal de la roca y estado de los granos (en rocas con un importante grado de alteración hidrotermal y/o procesos de daño por radiación o granos metamórficos, los circones suelen presentar superficies grisáceas/dañadas lo cual es desfavorable para el método y exige una mayor población para la obtención de resultados satisfactorios)
- incidencia de cristales con inclusiones, incidencia de granos heredados o xenocristales.

Se recomienda anotar en una hoja borrador las características de cada grano, si se encuentra alterado completamente, solo el núcleo o el borde, de ser posible mencionar si está zonado o no, si contiene impurezas o fracturas. Toda esta información se describirá en detalle con las imágenes SEM y de cátodoluminiscencia.

Una vez finalizado el *picking* es conveniente tomar una fotomicrografía del separado que preparó y etiquetarla. Esto le ayudará a localizar/orientar la muestra en los pasos siguientes y evitar confusiones de identificación de muestras si están llevando a cabo varios separados en simultáneo.

5.5 Armado de las pastillas de resina (*pellets*)

Una vez que los granos de circones están montados sobre la cinta bifaz en un portaobjetos, el siguiente paso es armar las pastillas de resina o *pellets*.

El primer paso es colocar el molde o tubo de polipropileno en la cinta bifaz. Asegúrese de que al menos una superficie del cilindro sea ortogonal al eje longitudinal del mismo. A continuación, quite la cobertura de la cinta (incluso la cobertura de la sección donde montó los circones). Apoye la cara ortogonal del cilindro en la cinta de tal forma que la circunferencia del molde rodee los granos montados. Intente que estos queden lo más centrado posible y no próximos a los bordes del cilindro. Reserve el portaobjetos con los circones y molde en un lugar limpio.

A continuación, deberá preparar la mezcla para fabricar la pastilla o *pellet*. Para ello se utiliza un preparado de resina epoxi y un agente endurecedor que generalmente se logra mezclando una proporción de 10:1 de cada componente respectivamente (lea las instrucciones del producto que está utilizando para asegurarse de ello).

IMPORTANTE: Los productos para fabricar la resina suelen contener solventes que son tóxicos si se los inhala directamente o entran en contacto con la piel. Utilice los elementos de seguridad correspondientes, como barbijos y guantes, para no sufrir lesiones.

Prepare la resina en un recipiente de 10 ml con pico para verter. Utilizando una balanza, vierta aproximadamente 0,5 gr de agente endurecedor y 5,86 gr de resina epoxi (esta proporción debería alcanzarle para fabricar aproximadamente 10 *pellets* pequeños). A continuación, mezcle con un palillo de madera el preparado en forma lenta para evitar que se generen burbujas. Luego coloque el recipiente en la estufa a 80°C durante no más de 1 minuto para que la muestra se torne fluida y pierda las burbujas remanentes. Si aún habiendo calentado la mezcla epoxi quedan burbujas, se recomienda utilizar una bomba y cápsula de vacío para quitarlas. Inserte la muestra en la cápsula y aplique vacío hasta que observe que las burbujas ascienden y se liberan.

El próximo paso es verter la resina en el interior del molde (Fig. 5.10). Coloque el portaobjetos con los circones y el tubo en posición inclinada y vierta el preparado de tal forma que escurra hasta el fondo por las paredes del cilindro. De esta forma evitará que queden burbujas en los bordes de los granos. Llegado al caso que queden burbujas cercanas a los circones se trata de removerlas con una aguja fina evitando dañar la muestra. El sobrante de mezcla de resina con agente endurecedor puede guardarse en heladera máximo dos semanas sin que cambie sus características intrínsecas.



Figura 5.10. Vertido de la mezcla resina epoxi dentro de los moldes de polipropileno.

Finalmente, coloque el portaobjetos con el tubo lleno de resina sobre un papel de aluminio dentro de la estufa durante al menos 6 horas a 70°C para su secado.

Puede ocurrir que parte de la resina no quede contenida y escurra hacia afuera del tubo durante el proceso de secado. De ocurrir esto, se deberá rellenar el molde y volver a secarlo en la estufa. Una vez que la resina esté seca, retire su preparado de la estufa y despegue el molde de la cinta haciendo un pequeño esfuerzo de palanca sobre el lateral del tubo. A continuación, usted deberá extraer la pastilla de resina. Para ello utilice un pistón/barra y una moldura para la extracción de la pastilla de resina del molde (Fig. 5.11).

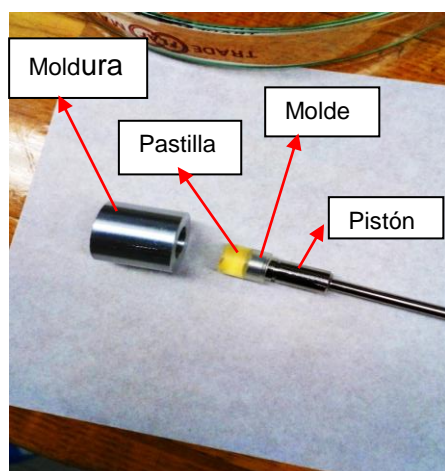


Figura 5.11. Imagen con la disposición de la moldura, pistón y molde durante la extracción de la pastilla.

El último paso consiste en cortar el *pellet* según las dimensiones del portamuestras del equipo de ablación láser (LA), que en la mayoría de los casos es de un espesor de 3,5 milímetros (Fig. 5.12).



Figura 5.12. Pastilla extraída del tubo una vez pasado el tiempo de solidificación de la misma y posterior corte llevándola al espesor requerido por el equipo de datación.

5.6 Pulido de las pastillas

La etapa de pulido es un paso crítico en la preparación de muestras de circones para análisis U-Pb, ya que de no hacerse de forma lenta y con el material adecuado, se puede cometer el error irreversible de perder los granos. De suceder esto, y siempre y cuando tenga muestra de respaldo, se deberá reiniciar el proceso desde el principio.

El pulido tiene tres objetivos principales:

- Obtener una superficie lisa
- eliminar impurezas
- alcanzar la sección óptima para la ablación.

Antes de comenzar, limpie el material y el espacio que va a utilizar.

En el mercado existen papeles de lija diamantados o paños con pasta diamantada hidratada o aerosoles de soluciones diamantadas. No se recomienda usar discos de pulido ya que el proceso es más controlado cuando se hace de forma manual. No obstante, se puede usar el plato de la máquina de pulido con los paños montados y el equipo apagado por una cuestión meramente práctica. Tenga en cuenta que los aerosoles de solución diamantada no requieren adición de agua ya que están hidratados. En cambio, si utiliza la pasta, recuerde añadir agua. Por otro lado, si opta por utilizar los papeles diamantados, solo necesitará agregar agua sobre la superficie de la misma. En términos de eficiencia se recomienda pulir realizando movimientos circulares o trayectorias en ocho. Con esto logrará que la superficie del *pellet* se pule en todos los sectores por igual. Asimismo, se recomienda que no utilice únicamente papeles diamantados, sino que comience con estos y que termine el proceso con paño y pasta diamantada. Con esta última etapa se obtendrá una superficie pulida que es imposible de lograr usando únicamente papeles diamantados. Asimismo, se pueden utilizar únicamente paños con pasta o aerosoles para todo el pulido sin usar otro tipo de lijas. Es importante recordar que los paños y pastas deben estar apareados en granulometría, es decir utilice la pasta correspondiente para cada paño.

A continuación, se describe el proceso mencionado:

1. Verifique qué aspecto tiene la superficie del *pellet* que contiene los circones utilizando un microscopio de luz reflejada.
2. Lave un paño de 6 μm con agua a presión (utilice la palma de su mano para limpiar la superficie). Una vez limpio, fíjelo sobre la mesada o móntelo sobre el plato del equipo de pulido.
3. Agregue 5 gotas de pasta diamantada 6 μm y humecte la superficie con agua utilizando un difusor.
4. Sujete la pastilla con dos dedos y apoye la superficie que contiene los circones sobre el paño. Comience a hacer movimientos circulares o trayectorias en ocho durante 1 minuto. Pare, limpie la superficie pulida con agua, séquela con papel y observe cuál es el aspecto utilizando el microscopio. Ahora usted tiene una idea de cuál es la incidencia que tiene el pulido 6 μm sobre la resina que está utilizando para armar los *pellets*. Continúe con el proceso haciendo chequeos periódicos en microscopio hasta obtener una superficie óptima, que es aquella que expone a todos los circones con la mayor área posible sin perder los granos más pequeños.
5. Repita todo el proceso pero con un paño y pasta de 3 μm . El objetivo en esta segunda etapa es eliminar las marcas gruesas logrando una superficie que contenga solo ralladuras finas.
6. Repita todo el proceso pero utilizando un paño y pasta de 1 o 1,5 μm . Cuando observe una superficie pulida espejo habrá finalizado.

Fotografíe con el microscopio de luz reflejada las pastillas, etiquete las fotos y limpie el material que ha utilizado. Puede guardar los *pellets* donde prefiera. No hay riesgo de contaminación.

IMPORTANTE: No presione la pastilla sobre el paño durante el pulido. Si usted nota que no hay progreso, o este es muy lento, probablemente esté utilizando una pasta diamantada demasiado fina. Cambie el paño y comience el proceso de pulido con una pasta más gruesa.



Figura 5.12. Fotomicrografías con luz reflejada, sin analizador, de distintas etapas durante el pulido de las pastillas de resina epoxi. De izquierda a derecha las imágenes corresponden a pulidos con pastas de 6, 3, 1,5 y 1 μm , respectivamente.

6. Trabajos citados en el texto

Harrison, T.M., Watson, E.B. 1983. Kinetics of zircon dissolution and zirconium diffusion in granitic melts of variable water content. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 84(1): 66-72.

Gehrels, G.E. 2000. Introduction to detrital zircon studies of Paleozoic and Triassic strata in western Nevada and northern California, in Soreghan, M.J. and Gehrels, G.E., eds., *Paleozoic and Triassic paleogeography and tectonics of western Nevada and northern California*. Geological Society of America Special Paper 347. Boulder, CO, Geological Society of America, 1–18.

Gehrels, G.E., Valencia, V.A., Ruiz, J. 2008. Enhanced precision, accuracy, efficiency, and spatial resolution of U-Pb ages by laser ablation–multicollector–inductively coupled plasma–mass spectrometry. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems* 9(3) doi:10.1029/2007GC001805.

McLennan, S.M., Hemming, S., McDaniel, D. K., Hanson, G. N. 1993. Geochemical approaches to sedimentation, provenance, and tectonics. *Special Papers-Geological Society of America*, 21-21.

Watson, E.B., Harrison, T.M. 1983. Zircon saturation revisited: temperature and composition effects in a variety of crustal magma types. *Earth and Planetary Science Letters*, 64: 295-304.

Wetherill, G.W. 1956. Discordant uranium-lead ages. *International Transactions of the American Geophysical Union*, 37: 320–326.

ANEXO I

ATLAS DE TEXTURAS DE CIRCONES

Tomado de Corfu *et al.* 2003 y citas allí mencionadas

CONTENIDO

1. Cristalografía.....	1
2. Utilidad del circón.....	1
3. Técnicas para obtener imágenes de circones	2
4. Tamaños de los circones.....	4
5. Formas y tipologías de los circones.....	5
6. Circones en rocas ígneas.....	6
7. Xenocristales.....	9
8. Modificación subsólidos y crecimiento del circón. Condiciones magmático-tardías.....	10
9. Metamorfismo de grado medio a alto.....	11
10. Metamorfismo de grado alto.....	11
11. Metamorfismo de alta presión: Eclogitas.....	13
12. Circones en kimberlitas y relacionados al manto.....	15
13. Circones asociados a impactos meteoríticos.....	16
14. Fracturamiento dentro del circón.....	17
15. Alteración del circón.....	18
16. Inclusiones, intercrecimientos, sobrecrecimientos.....	19
17. Trabajo citado en el texto.....	22

ATLAS DE TEXTURAS DE CIRCONES

1. Cristalografía

El circón es un mineral que cristaliza en el sistema tetraédrico. Su morfología es tetragonal, bipiramidal en las relaciones 1:1 a 1:5 (Fig. 1). En su estructura cada átomo de sílice se halla rodeado de un grupo de 4 oxígenos a una distancia de 1,61 Å, mientras que cada átomo de circonio se halla entre 4 átomos de oxígeno a 2,15 Å y 4 a una distancia de 2,29 Å.

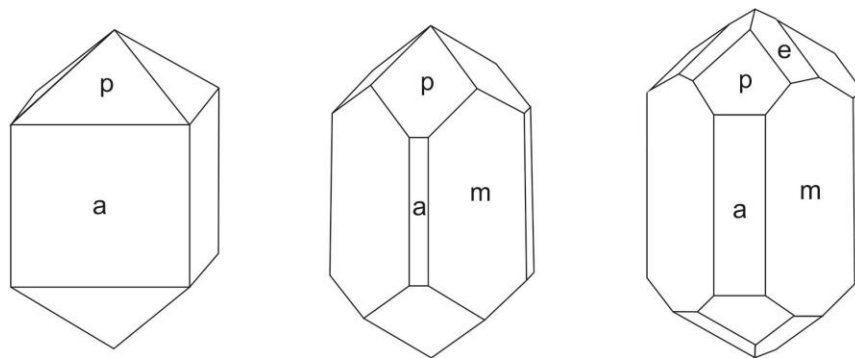


Figura 1. Cristal de circón: a {100}; m {110}; p {101}; e {111}

Al analizar un cristal de circón, su textura interna y su morfología externa evidencian la historia geológica del mineral: cristalización magmática, cristalización metamórfica (recristalización), deformaciones (por factores externos o internos, como expansión por metamictización), alteraciones químicas.

2. Utilidad del circón

Información sobre la roca que lo contiene:

- Geotermómetro basado en el decaimiento de U (y Th) a Pb
- Es el mayor hospedante del isótopo radiogénico Hf
- Oxígeno isotópico
- Abundancias de Tierras Raras y otros elementos traza
- Presenta distintos segmentos que preservan períodos de crecimiento o consumisión del mineral

Contiene información sobre las rocas de caja:

- Circones heredados

3. Técnicas para obtener imágenes de circones

- Microscopios de luz transmitida y de reflexión
- Mapeo de U
- Cátodoluminiscencia
- Electrones Retrodispersados
- Microscopio Electrónico de Barrido (Fig. 2)

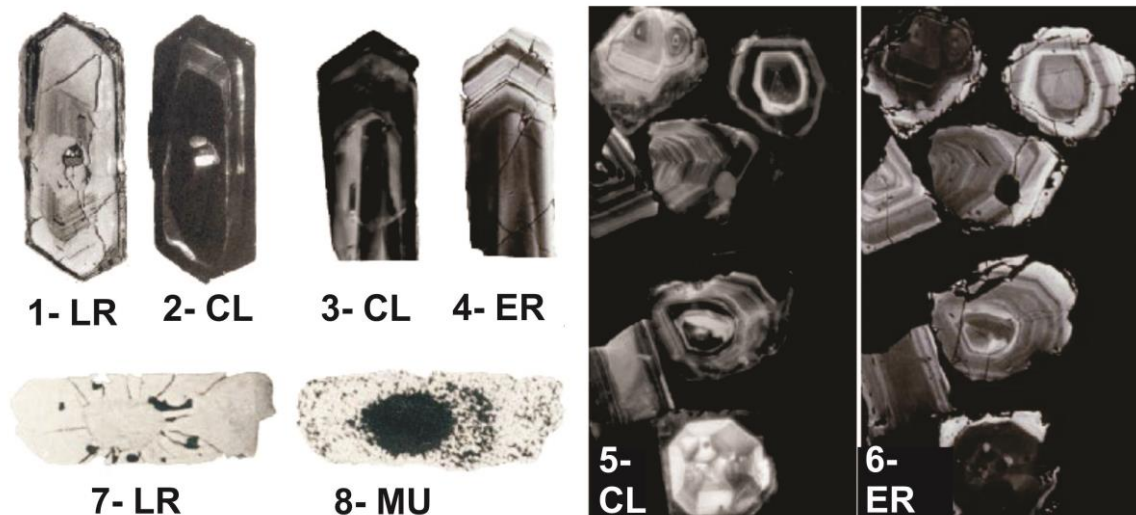


Figura 2. Imagen de un cristal de circón observada con microscopio de luz reflejada (1: LR) y cátodoluminiscencia (2: CL); Comparación entre imágenes tomadas por cátodoluminiscencia (3, 5) y electrones retrodispersados (4, 6: ER); 7: microscopio de reflexión (LR) donde se observa un núcleo y fracturas radiales hacia el borde del cristal y 8: Mapeo del cristal de la figura 2-7 diferenciando un núcleo rico en U, concentraciones intermedias entre el núcleo y el borde y baja concentración hacia el borde.

3.1 Microscopios de luz reflejada o de luz transmitida

Tipo de muestra: sección delgada, granos sueltos

- Permite observar las características físicas del cristal: color, transparencia, opacidad, morfología externa, inclusiones, fracturas, alteración.
- Revela: zonaciones por crecimiento, alteraciones y zonas metamórficas mediante el uso de analizador, que permite resaltar las zonas con los distintos colores de interferencia.
- Permite ver la relación del circón con los demás minerales de la roca hospedante.

Inconveniente del método: en los circones pequeños es difícil diferenciar el circón de la monacita y de otros minerales de alto relieve y birrefringencia alta; no revela la estructura interna compleja en el caso de cristales no-metamórficos.

3.2 MAPEO de U (Th)

Tipo de muestra: sección delgada preparada para microsonda

Se obtiene induciendo trazas de fisión en un detector especial sobre circones pulidos y exponiéndolos a un flujo neutrónico en un reactor. Varios isótopos naturales se someten a fisión espontánea pero solo el ^{238}U produce un número significativo de huellas a lo largo del tiempo geológico.

3.3 Cátodoluminiscencia (CL) y Electrones Retrodispersados (ER)

Tipo de muestra: sección delgada preparada para microsonda, pastillas con granos sueltos, pulidas.

Las mejores técnicas para analizar las estructuras internas de los circones son cátodoluminiscencia (Fig. 2-5) y electrones retrodispersados (Fig. 2-6), debido a su alta resolución. La cátodoluminiscencia afecta las transiciones 5d y 4f de los elementos de transición y de las tierras raras. Los principales elementos emisores son Dy^{3+} , Sm^{3+} , Eu^{2+} , Tb^{3+} . La presencia de U^{4+} y la radiación resultante de su decaimiento suprime la emisión por cátodoluminiscencia. Las imágenes obtenidas mediante retrodispersión de electrones revelan contrastes en el promedio del número atómico por regiones, a mayor cantidad más electrones van a reflejar y brillar más en la imagen final. Este método es usado para varios estudios geológicos y es reconocido como una herramienta importante para analizar zonaciones en minerales, especialmente en minerales accesorios. Los elementos responsables de las variaciones en la intensidad dentro del circón son el Hf y el U.

Ambas técnicas revelan similares características, donde las áreas brillantes mediante CL son oscuras mediante ER y viceversa. Sin embargo, la cátodoluminiscencia es más útil que el análisis mediante barrido electrónico para identificar zonas de crecimiento del cristal debido al mayor rango de intensidades en la emisión por CL y por las variaciones adicionales de color.

4. Tamaños de los circones

Las medidas habituales de los circones se hallan entre 20 μm y 250 μm (Fig. 3). Los más pequeños se hallan frecuentemente en rocas volcánicas afaníticas y rocas plutónicas en su etapa tardía. Los de mayor tamaño, hallados en menor proporción, tienen pocos centímetros hasta 30 cm, tal es el caso de aquellos asociados a pegmatitas, sienitas, kimberlitas y carbonatitas.

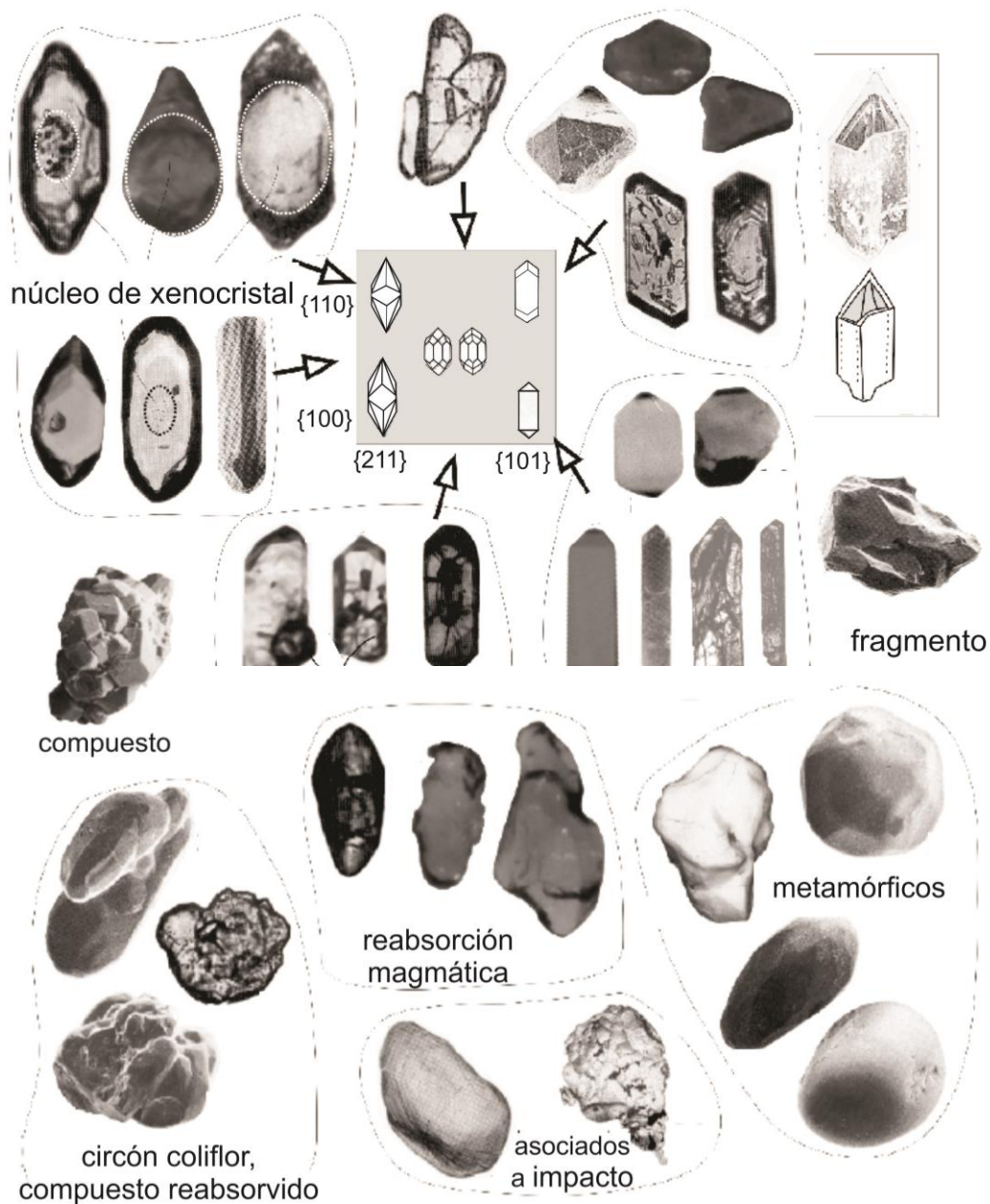


Figura 3. Variaciones en la morfología externa. Los circones de las fotografías presentan medidas entre 70 μm y 250 μm .

5. Formas y tipologías de los circones

Morfología tetragonal, bipiramidal en las relaciones 1:1 a 1:5 (Fig. 1)

Tipologías de acuerdo a Pupin (1980):

- Xenocristales (núcleos) a veces solo representados por una o varias burbujas dentro del circón más joven
- Con inclusiones de otros minerales
- Grado de fracturamiento

Los xenocristales pueden estar circundados por una sola pirámide desarrollada sobre un núcleo subredondeado (Fig. 3), pueden presentarse como burbujas que son reminiscencia del xenocristal original, ser maclados complejos, haber perdido totalmente sus caras prismáticas observándose solamente las dos pirámides, haber sufrido reabsorción magmática, reabsorción tipo "coliflor" en rocas máficas metamorfozadas, presentar impactos asociados a meteoritos o estar circundados por cristales perfectos.

6. Circones en Rocas Igneas

6.1 Examinación sistemática:

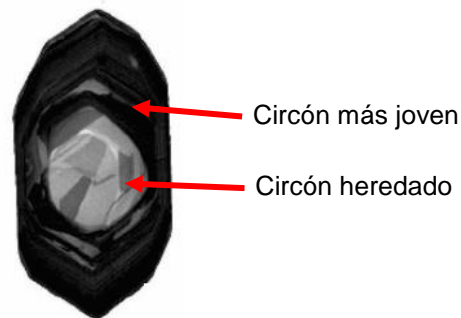
De acuerdo al diagrama de Pupin (1980) (Fig. 3, recuadro), los circones se clasifican de acuerdo al desarrollo de las caras prismáticas (100) vs (110); (211) vs (101). Este autor sugiere que el estudio de las poblaciones de circones puede usarse para describir la evolución de un magma. Generalidades:

- Los factores químicos influyen en las caras prismáticas
- Los magmas alcalinos deshidratados toleíticos están dominados por las formas (100) y (101)
- En los magmas calcoalcalinos peraluminosos y metaluminosos la forma (211) es dominante
- En los magmas hidratados y en las pegmatitas dominan las formas (110) y (101)
- La temperatura de cristalización influye en el desarrollo del cristal
- La velocidad de cristalización determina la relación de alargamiento del cristal

Saturación en Zr: muchos magmas tienden a alcanzar la saturación en circonio en una etapa temprana de su evolución por lo cual, el circón acompaña a la mayoría de los minerales de la roca. En otros magmas, la saturación en Zr recién es alcanzada en la

etapa tardía ya sea por bajos contenidos de Zr, alta solubilidad de este elemento o ambas.

En el caso de que haya circones heredados, un magma sobresaturado en Zr no puede disolver del todo a un circón previo. Este se convierte en la semilla de crecimiento de un nuevo circón.



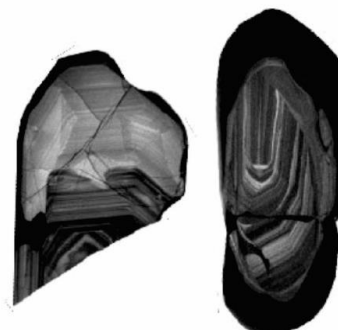
En una misma roca puede haber:

- 1) Circones heredados sin sobrecrecimiento
- 2) Circones heredados con leves sobrecrecimientos
- 3) Circones con cristal bien desarrollado sobrecrecido
- 4) Nuevos circones

Una roca con dos o más tipos de circones evidencia múltiples etapas de crecimiento y corrosión. Cuantas más poblaciones de circones haya en una roca más compleja será la evolución de la misma.

Granito anatóctico: circones con complejo crecimiento zonal con absorción local

(Técnica: CL)



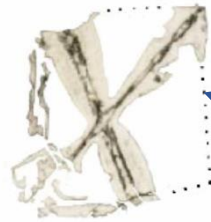


Granito: se observa el límite entre distintos sectores del circón cuyo mayor desarrollo es paralelo al eje c (Microscopio LR)

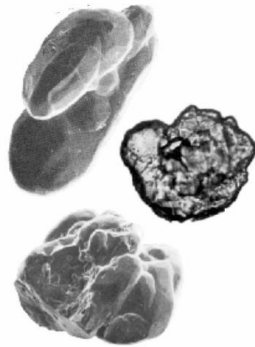
Roca máfica subsaturada:

Circón con evidencia de crecimiento muy rápido (circón incompleto).
Sección perpendicular al eje c
(Microscopio LT).

Cristales aciculares de circón también evidencian cristalización rápida.



Paredes rodeando espacios vacíos



Rocas máficas metamorizadas:
Circones tipo COLIFLOR
(MEB)

Un circón puede sufrir:

- 1) Reabsorción en un magma y modificación
- 2) Recristalización
- 3) Engrosamiento Ostwald (Watson *et al.*, 1989)

Los dos últimos son típicos del metamorfismo y generan circones subredondeados con formas muy reabsorbidas.

Cualquier modificación subsólidos del circón puede reflejar corrosión y precipitación relacionada a una fase fluida. Formas euhedrales metamórficas solo se dan en sistemas ricos en agua: anfibolitas y esquistos micaceos (fases acuosas OH⁻) y migmatitas en las cuales el circón crece en contacto con líquido, evidenciando el comienzo del magmatismo.

6.2 Métodos para analizar la zonación del circón en las rocas ígneas

La zonación demuestra variaciones composicionales de Zr, Si y, muy importantes para el análisis, de los elementos: Hf, P, Y, REE, U, Th. Suele haber una solución sólida con variación bimodal, gradual o sin variación observable en la composición.

Si el circón sufrió metamictización se puede ver la zonación usando el microscopio. Si no sufrió este proceso o se quiere analizar la zonación con más precisión se usan las técnicas de cátodoluminiscencia (CL) o retrodispersión electrónica (ER).

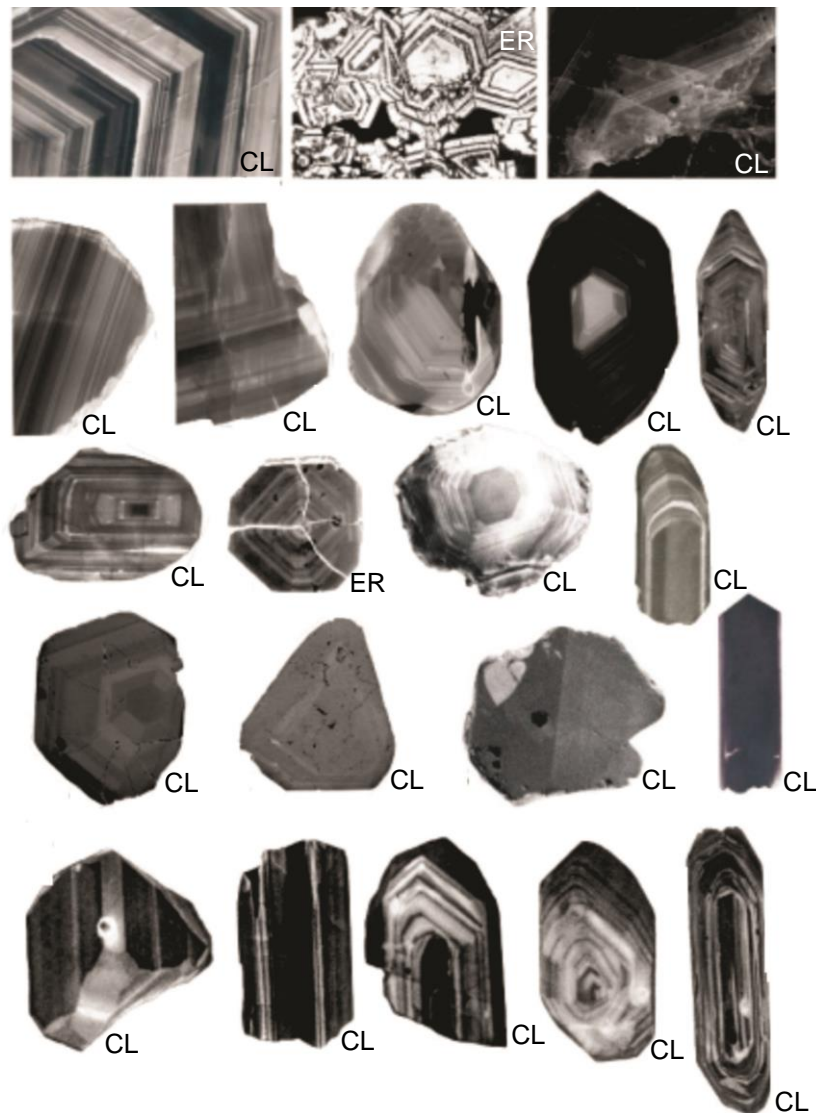


Figura 4. Variadas zonaciones en circones magmáticos cuyo tamaño es aproximadamente de 100 μ m. Imagen tomada por cátodoluminiscencia (CL) o electrones retrodispersados (ER).

Cristales magmáticos sin zonación. Opciones:

- Crecimiento y velocidad particulares
- Patrón original de zonación destruido
- No se observa zonación porque las técnicas actuales no la detectan

7. Xenocristales (Ejemplos en la Fig. 5)

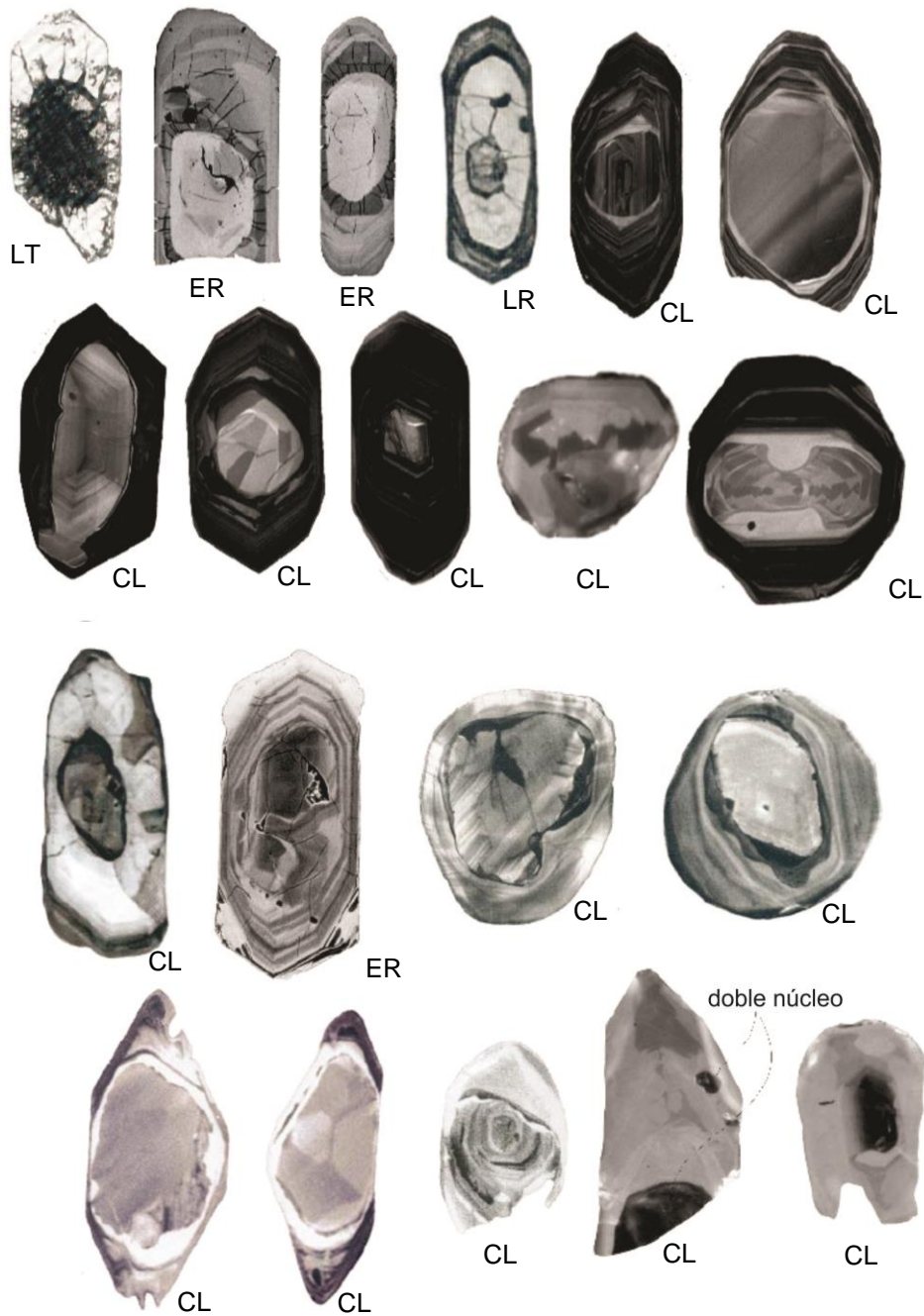
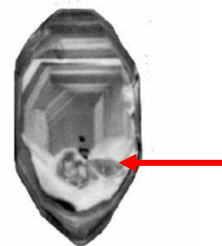


Figura 5. Apariencia variable de núcleos de xenocristales en rocas magmáticas y de alto grado metamórfico. LT: Microscopio de luz transmitida; ER: electrones retrodispersados; LR: Microscopio de luz reflejada; CL: cátodoluminiscencia.

- Si el núcleo es rico en U, metamórfico, se expande y provoca fracturas alrededor. La evidencia, además de las fracturas, es el color más oscuro que el borde. Estas características se pueden observar simplemente usando el microscopio.
- Zonaciones truncadas o caóticas permiten diferenciar al xenocristal, el cual presenta bordes redondeados.
- Si hubiera reabsorción sobre el circón original y variación en la orientación cristalográfica del mismo (se halla inclinado respecto del eje c del cristal joven).
- Un núcleo con burbujas es evidencia de un antiguo xenocristal. Si no hay variaciones en el contenido de U es difícil ver diferencias, por lo que se recomienda en estos casos usar catodoluminiscencia.
- Si el xenocristal es sedimentario (detritico) presenta evidencias de erosión, como bordes redondeados y fracturas.
- Análisis isotópicos se usan para diferenciar núcleos que no se pueden diferenciar con la observación.
- Para determinar el origen del xenocristal es necesaria la observación de las relaciones litológicas en el campo.

8. Modificación Subsólidos y crecimiento del circón. Condiciones magmático-tardías. Ejemplos:

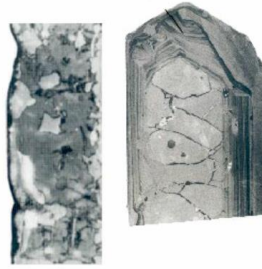
Xenocristal con bajo U, homogéneo, que corta la zonación abruptamente. En estos casos los fluidos magmáticos provocarían recristalización (CL).



Zonas convolutas. La recristalización provocaría la removilización (expulsión) de las tierras raras (Microscopio LR).



Textura en mosaico. Puede formarse a partir de un circón con textura emparchada (Microscopio LR).



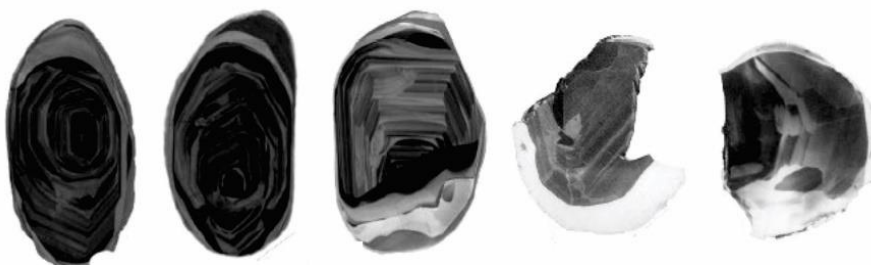
9. Metamorfismo de grado medio a alto

Los circones desarrollan texturas brechosas y con microvenillas provenientes de un circón homogéneo, reemplazos bulbosos con recristalización local (durante el evento metamórfico) y recristalización metamórfica provocada por pérdida de Pb.

10. Metamorfismo de grado alto

Texturas complejas y diversas que reflejan variaciones físico-químicas y distintos eventos. Recristalización en los bordes de tipo convoluta, borrosa, engrosada y a veces se observa una recristalización interna, aparentemente desconectada de la del borde. A veces solo quedan relictos del circón original desarrollando una textura fantasma “*ghost texture*”.

- 1) Vestigios del circón original con zonación, levemente modificados (similares a circones afectados por recristalización tardío-magmática). Técnica: cátodoluminiscencia:



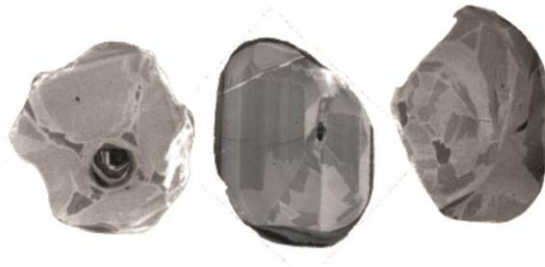
- 2) Circones en granulitas, dos tipos: un grupo de circones totalmente retrabajados y un grupo de circones nuevos. Se pueden observar texturas muy caóticas; zonaciones originales poco conservadas, bordes irregulares que pierden paralelismo. Los circones con alto contenido de tierras raras presentan centros

oscuros y bordes brillantes mediante catodoluminiscencia y centros brillantes con bordes oscuros analizándolos con retrodispersión de electrones.

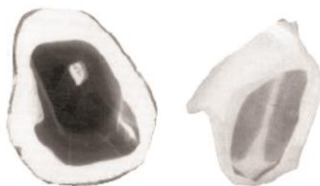
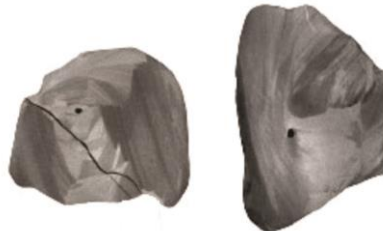


Bordes recristalizados, zonación concéntrica con bordes irregulares y texturas caóticas. Ejemplos de circones de la corteza inferior (CL).

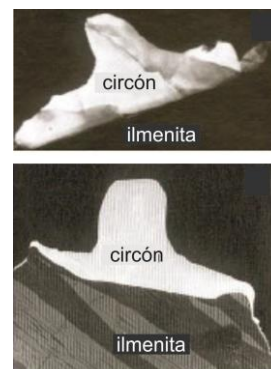
Zonas tipo abeto, CL.



Zonaciones que intercalan con estructuras de flujo, CL.



Sobrecimientos con forma de sombrero, *hat shaped*, sobre circones e ilmenitas antiguos, CL.



11. Metamorfismo de alta presión: Eclogitas

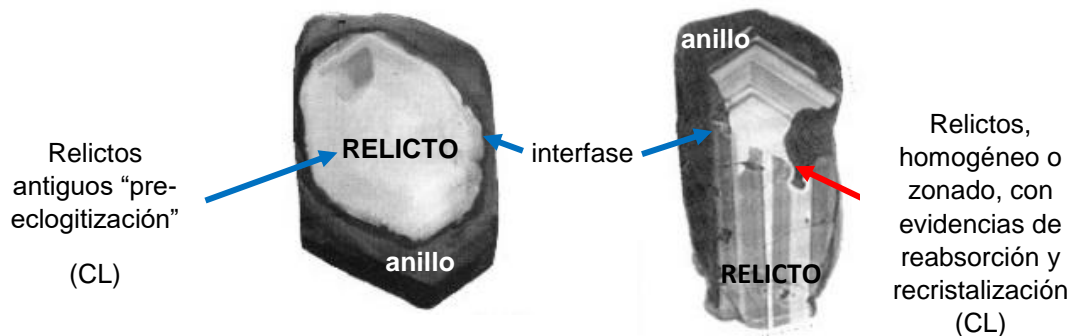
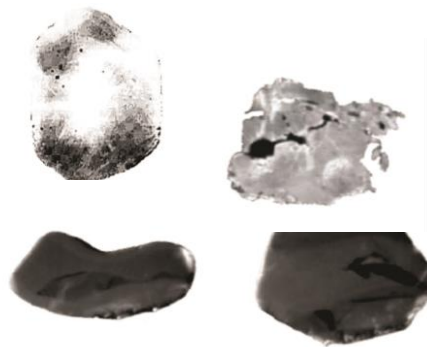
Los circones brindan información sobre la edad de antiguas colisiones. Casos simples: circones subredondeados e irregulares, con texturas internas homogéneas, se podrán observar texturas tipo aureola boreal, *aurora light texture*, y uniformes con zonas más oscuras.

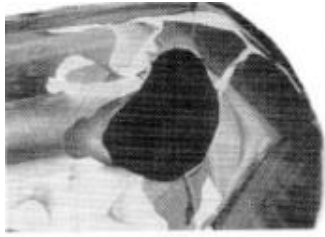
Textura aureola boreal
(CL)



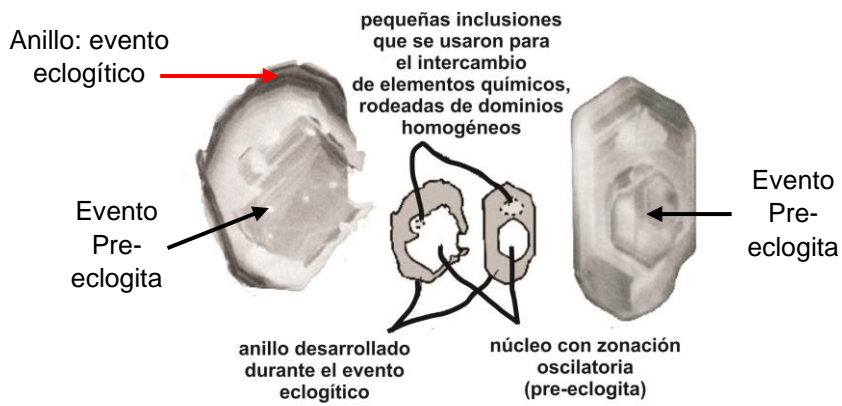
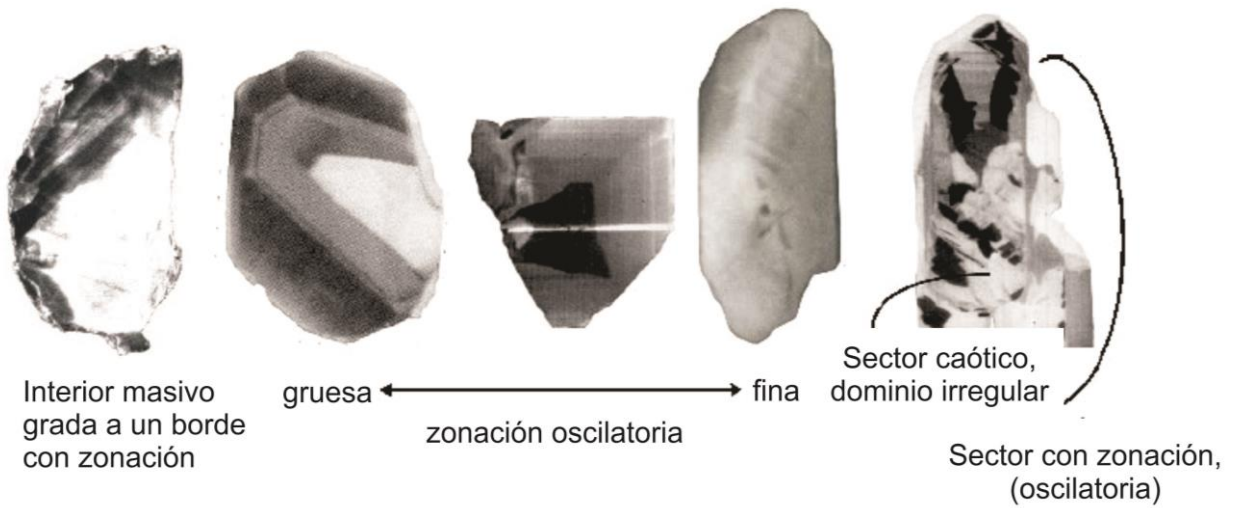
En los casos más complejos se observan relictos del circón pre-eclogitización, subredondeado (relicto) rodeado por un circón nuevo (anillo) euhedral, asociado al evento metamórfico o un relicto de circón euhedral, homogéneo y zonado con evidencias de reabsorción (interfase) y recristalización rodeado de un circón nuevo, subredondeado que penetra al antiguo circón aprovechando las áreas corroídas.

Texturas uniformes
pero localmente
zonas más oscuras
(CL).





Interfase de corrosión: el nuevo circón se forma gracias a la migración de material a través de microfisuras y rellena pequeñas cavernas, CL.



Parches muy irregulares dentro del circón (CL).



externamente euhedral pero internamente se observan parches

12. Circones en kimberlitas y relacionados al manto

Estos circones pueden ser homogéneos, sin zonación o con zonación buena y marcada. Se pueden observar mosaicos estructurales que indican deformación por presión asociada a la profundidad. También es posible observar bordes de reacción a baddeleyita y silicatos que indican episodios de metasomatismo en el manto o un magma subsaturado ascendente (Fig. 6).

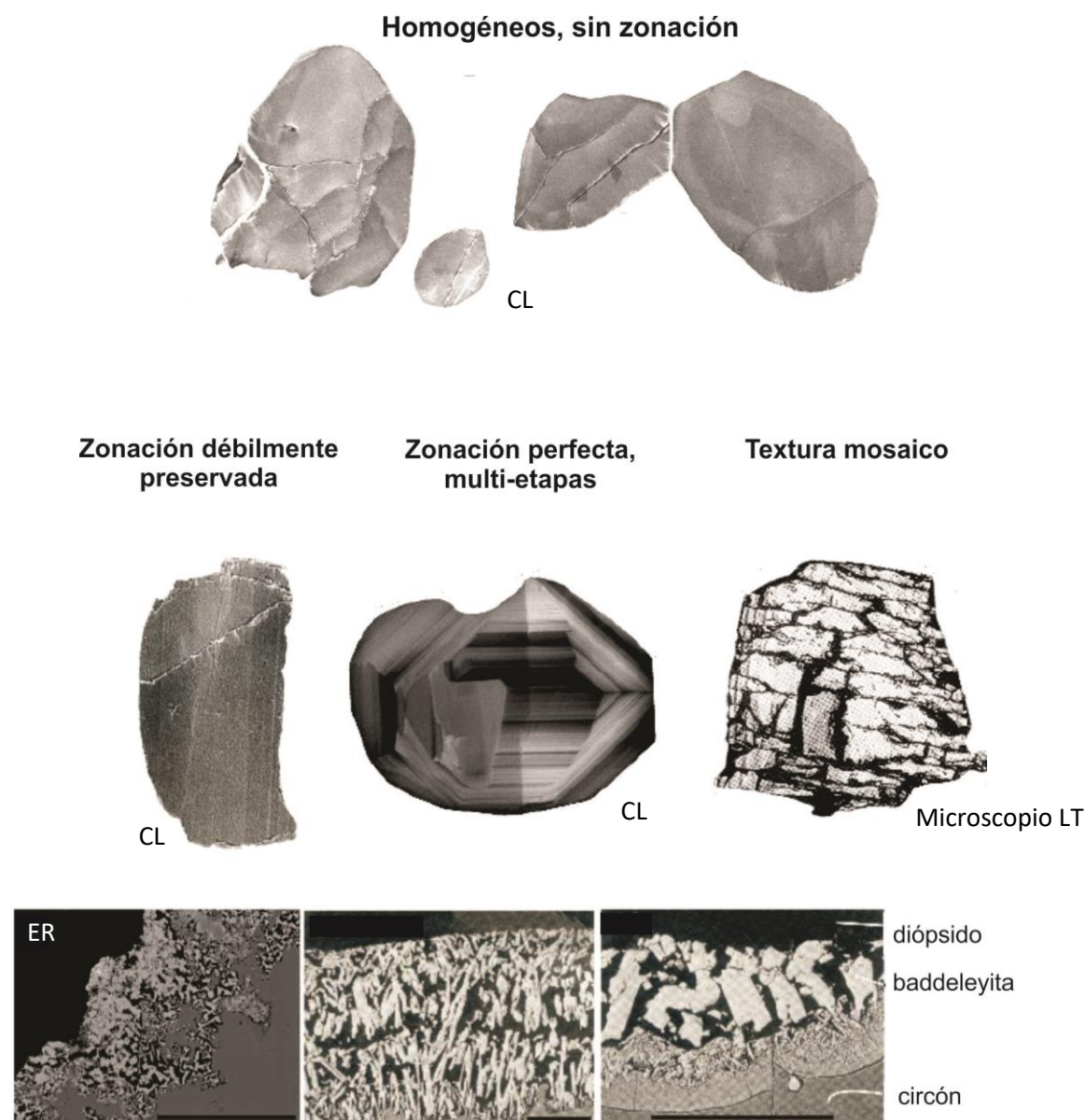
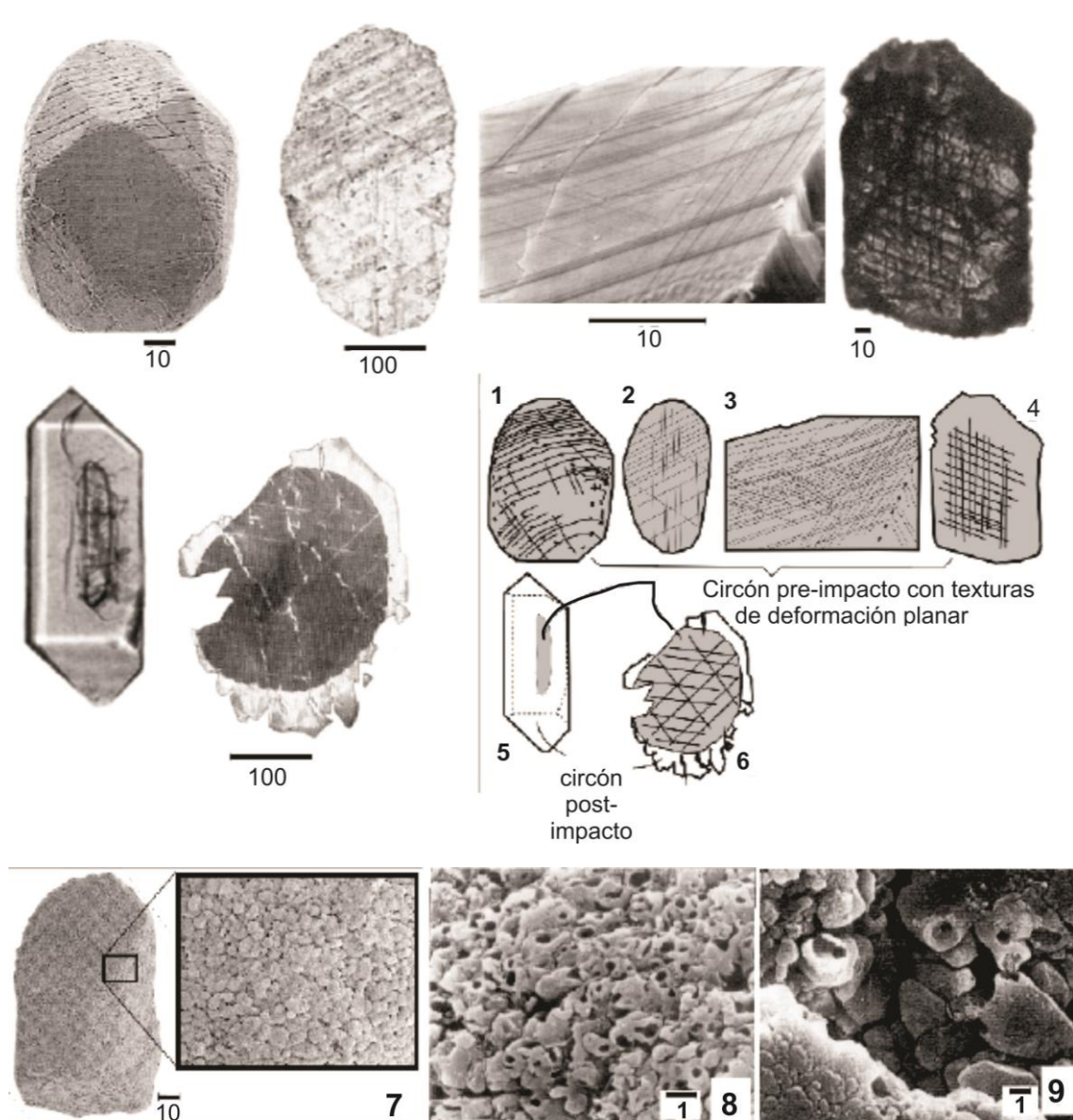


Figure 6. Circones en kimberlitas. Escala 100 μ m. CL: cátodoluminiscencia; LT: microscopio de luz transmitida; ER: electrones retrodispersados.

13. Circones asociados a impactos meteoríticos

En este tipo de circones es característica la presencia de muchas caras planas o granos policristalinos que indican muchos impactos y generan una textura granular (Fig. 7). Analizándolos mediante microscopio electrónico de barrido (MEB) será posible observar las zonas en las que el circón sufrió fusión inmediatamente después del impacto y ese sector mantiene la información de la edad de dicho evento.



MEB: Grano de circón granular de la parte granofítica de un dique brechoso

MEB: aspecto de la textura que indica fusión provocada por el impacto

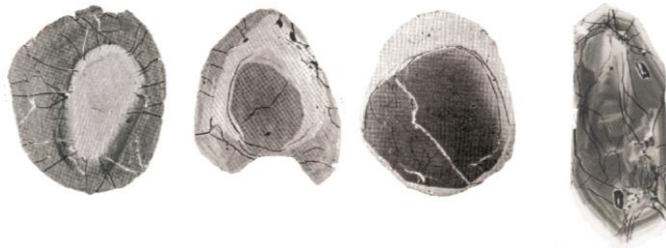
Figura 7. Apariencia y texturas de circones asociados a impactos meteoríticos.

14. Fracturamiento dentro del circón

En tres casos podemos hallar circones fracturados:

- 1) **Metamictización:** genera en el circón una expansión volumétrica de los dominios con uranio provocando fracturas en los dominios con poco uranio, más resistentes y frágiles.

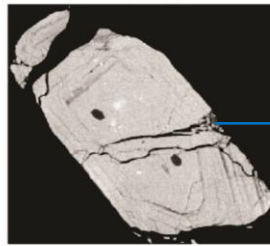
Zonas claras sin fracturas, con más contenido de uranio. Fracturas radiales que nacen en la interfase y afectan la zona oscura con menor contenido de uranio (ER).



El grado de fracturamiento está controlado por el grado de metamictización, el anillo que rodea al núcleo y la presión confinante (externa). Esta última sirve de herramienta para calcular la profundidad aunque se debe tener cuidado con la temperatura.

- 2) **Profundidad:** los circones pueden sufrir fracturamiento a muy altas profundidades, como es el caso de los circones de las kimberlitas.

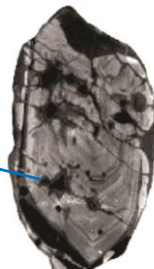
Fracturas paralelas asociadas a deformación por rápida descompresión (Circón de un xenolito del manto), microscopio LT



Fracturas asociadas a compactación sufrida por un circón en un conglomerado, microscopio LR

- 3) **Deformación:** por milonitización o diagénesis, provoca fracturas en el circón.

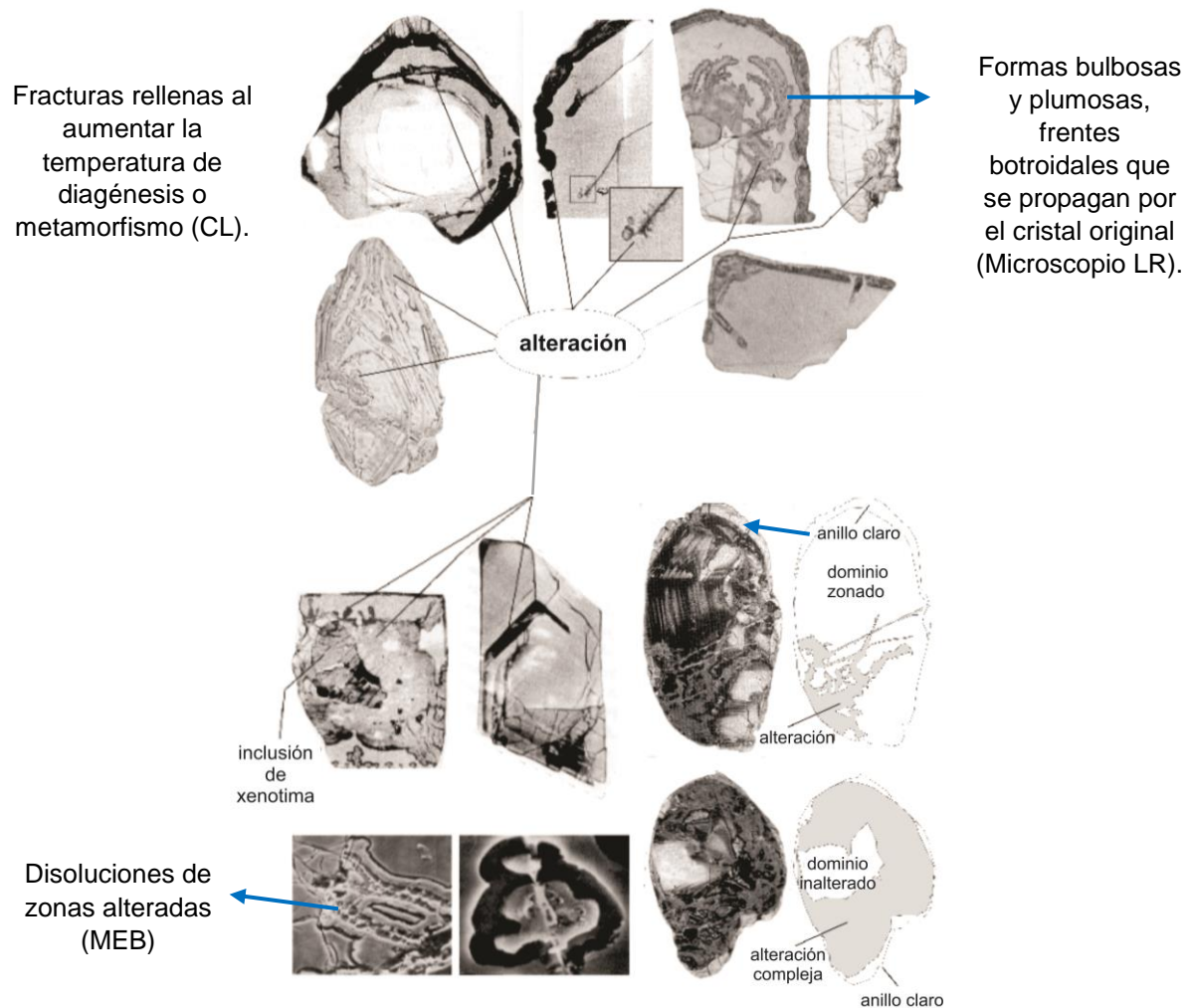
Fracturas antiguas propagadas desde inclusiones, selladas por material de baja luminiscencia crecido durante metamorfismo (CL).



Fracturas selladas por material luminiscente (CL).

15. Alteración del circón

La alteración se da en los circones que han sufrido intensa metamictización. Se lava el Pb y precipitan Fe y Ca, por ese motivo no se pueden usar para análisis isotópicos.



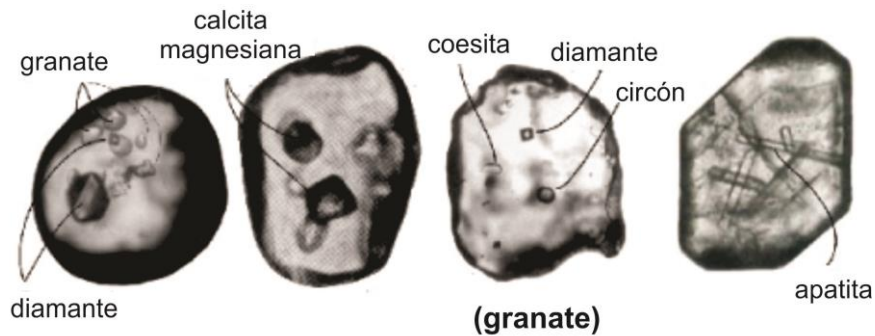
16. Inclusiones, intercrecimientos, sobrecrecimientos

La relación entre el circón y los minerales que incluye o en los cuales está incluido, nos da información en cuanto a las condiciones de cristalización y paragénesis necesarias para dar un contexto geológico a la edad U/Pb obtenida.

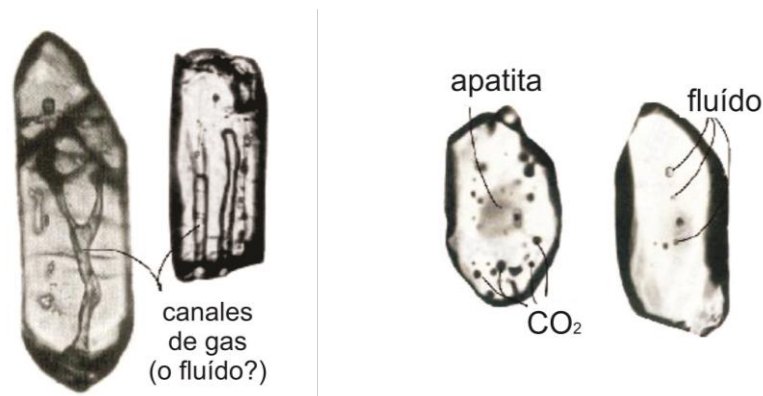
- Inclusiones fluidas: dan información sobre las condiciones del magma y sus volátiles.

- Inclusiones sólidas: dan información sobre las condiciones de presión de cristalización, ejemplo, minerales como granate asociado a diamante o coesita con diamante indican cristalización en condiciones de alta presión.
- Los cristales de circón comúnmente tienen inclusiones de otros minerales, especialmente de los principales minerales formadores de roca como biotita, cuarzo y feldespato. El estudio de las inclusiones minerales en los circones metamórficos ayuda a determinar las paragénesis del circón en relación a los minerales formadores de la roca.

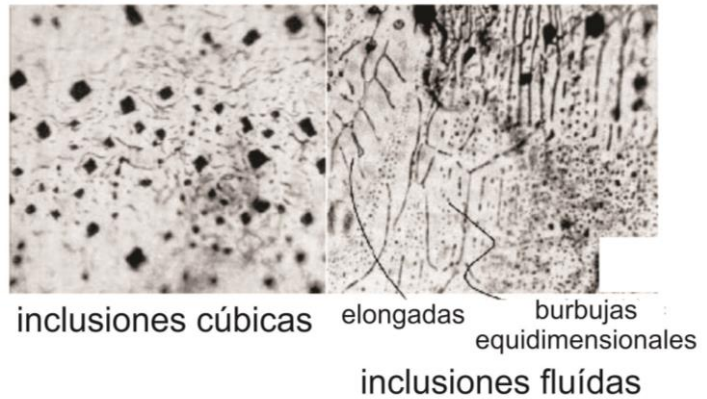
Como ejemplo, los cristales de circón analizados mediante microscopio de luz transmitida mostrados en las siguientes figuras incluyen, o están incluidos en, minerales de alta presión como diamante, granate y coesita o de menor presión, ejemplo apatita.



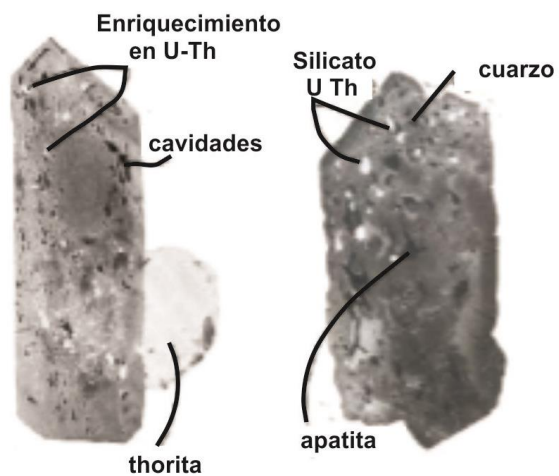
Los circones también pueden contener inclusiones fluídas, las cuales estaban presentes al momento de cristalización. Inclusiones fluídas y gaseosas proveen información sobre la composición del magma y de los volátiles en esa etapa de evolución del magma o de los sistemas metamórficos.



Circón en una kimberlita con numerosas inclusiones sólidas y líquidas, controladas y ordenadas de acuerdo a un orden de cristalización (Microscopio LT)

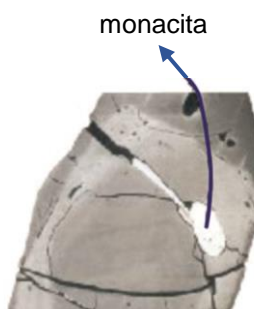


Circones con numerosas inclusiones de apatita, cuarzo, componentes ricos en U y Th y abundantes cavidades (ER).



En general, la interpretación de las inclusiones halladas en granos muy metamictizados y alterados es difícil porque estas inclusiones pueden ser xenocristales, fases exseltas o fases introducidas después de la formación del circón.

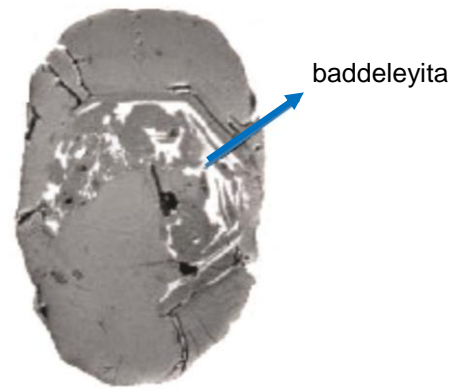
Circón con monacitas secundarias cristalizadas a lo largo de las fisuras en el cristal (ER)



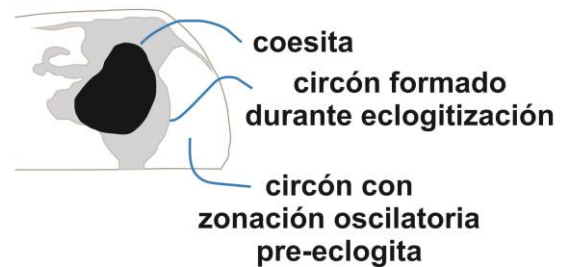
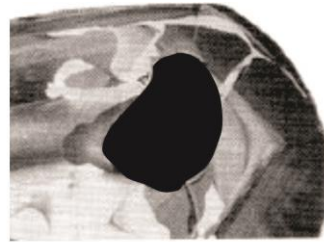
Circón con abundante galena (puntos blancos) introducida durante eventos hidrotermales tardíos (ER)



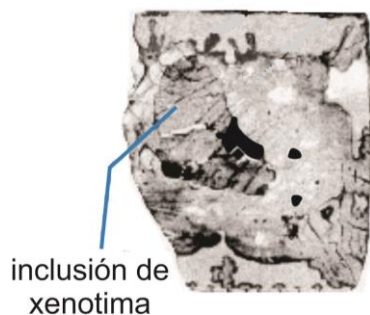
Inclusiones de baddeleyita.
Reflejarían el reemplazo
del circón por baddeleyita y
sílice (CL)



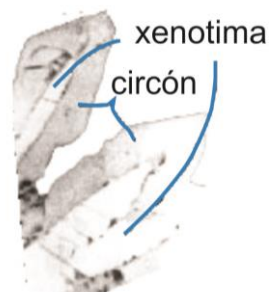
Onfasita incluida en un grano
de circón. Presenta fracturas
rodeándola lo cual indica que
se formó durante la etapa
secundaria del evento
eclogítico que afectó al circón
(CL).



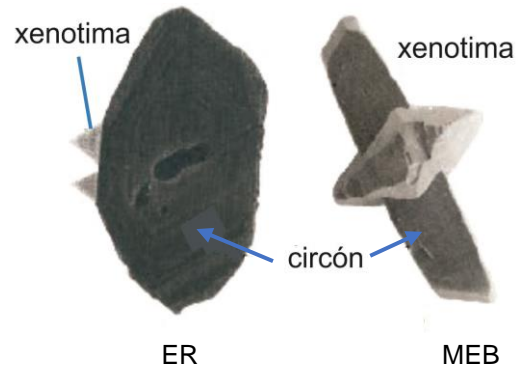
La afinidad estructural entre el circón y la xenotima (isoestructurales) se manifiesta mediante los dos minerales asociados en la forma de xenotima con sobrecrecimiento de circón, en forma inversa, circón como sobrecrecimiento de xenotima o como complejos intercrecimientos.



ER



En el siguiente ejemplo, los dos cristales de xenotima de forma triangular asociadas al circón de la izquierda, fueron formados durante diagénesis y pueden ser usados para interpretar la edad de sedimentación.



17. Trabajo citado en el texto

Corfu, F., Hanchar, J.M., Hoskin, P.W.O., Kinny, P. 2003. Atlas of Zircon Textures. In: Hanchar J.M., Hoskin P.W.O. (Eds). ZIRCON. Reviews of Mineralogy & Geochemistry: 53 (16): 469-500.