

16  
2010



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**

**FACULTAD DE INGENIERÍA**

**FECHAMIENTO DE ZIRCONES POR EL METODO  
DE TRAZAS DE FISION**

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:  
**INGENIERO GEOLOGO**  
P R E S E N T A :  
Luz María Tenorio Hernández



MEXICO, D. F.

1992

**TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



## **UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso**

### **DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

## **I N D I C E**

### **R E S U M E N**

- I I N T R O D U C C I O N**  
HISTORIA DEL METODO
- II G E N E R A L I D A D E S**  
DECAIMIENTO RADIOACTIVO  
GEOQUIMICA DEL URANIO  
CARACTERISTICAS DE LOS ZIRCONES
- III FUNDAMENTOS DEL METODO**  
FISION NUCLEAR  
FORMACION, TAMAÑO Y ESTABILIDAD DE LA TRAZA  
EFICIENCIA DE GRABADO  
ECUACION DE LA EDAD
- IV METODOLOGIA DE TRABAJO**  
METODO DEL DETECTOR EXTERNO  
SEPARACION MINERALOGICA  
PREPARACION DE LOS ZIRCONES  
GRABADO  
IRRADIACION  
CUANTIFICACION DE LAS TRAZAS
- V ZIRCONES DEL CERRO DE MERCADO**  
MARCO GEOLOGICO REGIONAL  
MARCO GEOLOGICO LOCAL
- VI TRATAMIENTO Y RESULTADOS**
- VII C O N C L U S I O N E S**  
**B I B L I O G R A F I A**

## RESUMEN

Este trabajo describe la metodología para fechar zircones por trazas de fisión.

Se hará una breve discusión de los principios físicos del método, así como de las propiedades geoquímicas del uranio y características de los zircones.

Es necesario tener un concentrado de zircones, cuando solo se tiene un macizo rocoso se requiere hacer una separación mineralógica; para ésto se siguen los siguientes pasos: trituración y tamizado de la muestra, lavado y secado, separación magnética, separación por líquidos pesados [Bromoformo ( $2.69 \text{ gr/cm}^3$ ) y Diyodometano ( $3.31 \text{ gm/cm}^3$ )] y separación manual (microscópio estereoscópico).

Una vez que se cuenta con el concentrado de zircones, éstos se montan en teflón FEP, se pulen, y se graban en una mezcla eutéctica de 10 gr de KOH + 7.2 gr de NaOH a  $210^\circ\text{C}$ . Después se preparan para irradiar esterilizándola y sobreponiéndole un detector externo (hoja delgada de muscovita pobre en Uranio), se envuelven en un plástico adherible y se manda al reactor junto con zircones estandar de edad conocida (Fish Canyon Tuff: Naeser et al., 1981), preparados de la misma manera, y vidrios estandares de contenido de uranio conocido. Se irradian en un sitio conocido como Sistema de Irradiación Rotatorio de Cápsulas (SIRCA). Posteriormente el paquete se deja enfriar (decaer) por varios días, y entonces los detectores externos se graban en ácido fluorhídrico al 48% durante 5 minutos.

Una vez que las muestras pasan por los procesos mencionados anteriormente aparecen en los zircones trazas espontáneas y en el detector externo trazas inducidas. Con la cuantificación de las trazas se obtiene  $\rho_3$  (densidad de trazas espontáneas) y  $\rho_1$  (densidad de trazas inducidas). Estos dos parámetros junto con otro denominado " $\xi$ " que se obtiene de los zircones del estandar y de los vidrios, sirven para obtener la edad de la muestra en cuestión.

Se fecharon zircones del Cerro de Mercado, Durango, Dgo. y la edad obtenida fué de  $30 \pm 5 \text{ Ma}$ . Esta edad concuerda con resultados de Naeser y Fleischer (1975) para zircones de la misma localidad, y fechados por el mismo método en  $30.3 \pm 2.9 \text{ Ma}$ , y edades de K/Ar de  $30.44 \pm 0.64 \text{ Ma}$ , obtenidas por McDowell y Keiser (1977). Por lo tanto se puede decir que el método ha sido aplicado favorablemente.

## I N T R O D U C C I O N

En México se utilizan diversos métodos isotópicos para fechar rocas, los cuales, en su mayoría, resultan ser de difícil manejo. Actualmente en la mayoría de los países desarrollados se utiliza un método relativamente nuevo y de fácil manejo, este método es el de Trazas de Fisión.

El principal objetivo del presente trabajo es mostrar el método propuesto para fechar zircones por trazas de fisión. En esta tesis se establecerá la sistemática de separación de zircones y apatitas, y las técnicas de preparación para su análisis: metodología de irradiación y metodología de análisis. Ambos procesos son críticos en la obtención de la edad del mineral, y cualquier error involuntario en la aplicación de las técnicas dará como resultado una fecha equivocada y la interpretación de los resultados no corresponderá a la realidad.

Se pretende llegar a un resultado óptimo, así se podrá obtener un estándar que pueda ser utilizado en trabajos posteriores con el fin de establecer en México dicho método de fechamiento.

Este proyecto se lleva a cabo en la Facultad de Ingeniería en conjunto con el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares y servirá, junto con otros trabajos, para continuar las investigaciones sobre las historias térmicas de cuencas petroleras.

El financiamiento de las acciones emprendidas en este

proyecto así como la adquisición de equipo y materiales fué realizado gracias al apoyo de Petroleos Mexicanos, a través del Convenio Especifico UNAM - PEMEX "Establecimiento del Método de Fechado por Huellas de Fisión".

#### HISTORIA DEL METODO

1959. - Silk y Barnes observaron por primera vez trazas de fragmentos de fisión en micas con un microscópio electrónico de transmisión de 50 000 aumentos.

Las trazas son el daño causado por el paso de fragmentos de fisión, productos de la fisión espontánea, a través de la red cristalina de los materiales que contienen uranio.

1962. - Los físicos Price y Walker descubren que mediante un ataque químico, denominado "grabado", la zona dañada por los fragmentos de fisión aumenta su tamaño y puede ser observada a través de un microscópio óptico.

1964. - Fleischer y Price, con base en sus conocimientos sobre trazas de fisión, proponen un método para determinar edades. Sus primeros estudios fueron en la datación de tectitas, micas y vidros volcánicos.

Esta técnica de datación por trazas de fisión fué desarrollada durante la época de los sesenta, y aún se sigue investigando sobre sus aplicaciones.

Actualmente el método es ampliamente empleado para fechar

rocas ígneas y metamórficas, así como zircones detríticos de rocas sedimentarias para estudios de procedencia. También es utilizado para estudios de historia térmica de cuencas petroleras.

## GENERALIDADES

### DECAIMIENTO RADIOACTIVO

A todos los átomos de un mismo elemento que, por lo tanto, tienen igual número atómico (Z) pero diferente número de masa atómica (A), se les denomina isótopos, los cuales se diferencian entre sí por sus propiedades físicas. Un elemento puede tener varios isótopos, éstos se comportan químicamente igual y sus estructuras externas son idénticas.

Los isótopos pueden ser estables o inestables según sea su comportamiento en el tiempo. Los estables son los que no cambian sus propiedades físicas (no sufren transmutaciones).

Los isótopos inestables son aquéllos que cambian produciendo otro isótopo estable o inestable por una emisión de masa o energía a través de un proceso espontáneo conocido como decaimiento radiactivo. Se dice que un isótopo inestable es radiactivo y son los más abundantes en la naturaleza.

Los mecanismos fundamentales del decaimiento radiactivo son:

- 1) Decaimiento por emisión de partículas alfa o en ramificación,
- 2) Decaimiento por emisión de partículas beta negativas o negatrones,
- 3) Decaimiento por emisión de partículas beta positivas o positrones (esta partícula se crea y se destruye casi instantáneamente),
- 4) Decaimiento por conversión interna o emisión de rayos gama,
- 5) Decaimiento por captura electrónica y
- 6) Decaimiento por fisión espontánea (FIGURA 1).



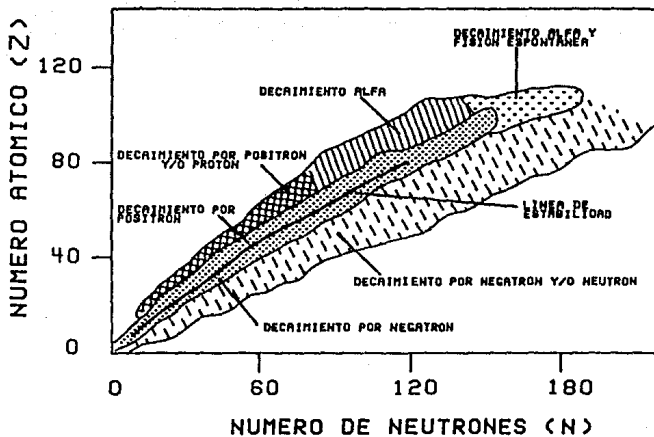


FIGURA 1. En la figura se muestra la línea de estabilidad y los modelos de decaimiento radiactivo. Para números pequeños de neutrones (N) y protones (número atómico " Z ") la línea de estabilidad es aproximadamente 1:1, cuando se incrementa la masa se requiere de un mayor número de neutrones para estabilizarse (Cowley, et al., 1989).

El decaimiento radiactivo ocurre en forma constante " $\lambda$ " a través del tiempo " $t$ ". Se puede utilizar como reloj geológico si se conoce la concentración inicial de isótopos radiactivos ( $N_0$ = número de isótopos "padres" originales) en el momento en que se inició el proceso cuya edad se desea conocer y la concentración del isótopo radiactivo en el momento actual ( $N$ =número de isótopos "padres" presentes).

Para cada isótopo radiactivo se asigna un tiempo en el que decaen la mitad de los átomos originales, a este tiempo se le denomina vida media " $t_{1/2}$ ".

$$t_{1/2} = -(\ln 2 / \lambda) \quad (I)$$

La vida media de cada isótopo radiactivo es constante y se mantiene invariable con el tiempo. En la naturaleza existen isótopos de vidas medias muy cortas (de menos de un segundo) y de vidas medias muy largas (de millones de años).

Utilizando los conceptos anteriores se han desarrollado diferentes métodos de fechamiento isotópico para conocer la edad de la Tierra, por ejemplo el método de uranio-plomo (U/Pb), potasio-argón (K/Ar), rubidio-estroncio (Rb/Sr), trazas de fisión, etc.

En todos los métodos se requiere conocer la concentración de isótopos padres presentes (N) y de isótopos "hijos" (D), producidos por el decaimiento de los isótopos padres radiactivos.

Procesos naturales, en la historia de la evolución de las muestra a fechar, pueden hacer variar gradualmente la concentración de estos isótopos y complican la aplicación de alguno de los métodos. Así por ejemplo, muestras muy jóvenes de vidrios volcánicos pueden adquirir una porción significativa de argón atmosférico, lo que se reflejará en edades anómalas reportadas por el método K/Ar. Con el método de trazas de fisión este problema se minimiza pues las trazas producidas por la fisión espontánea del isótopo padre se preservarán a pesar de la incorporación de otros elementos a la muestra.

#### GEOQUIMICA DEL URANIO

El Uranio (U) es un elemento pesado, tiene un número atómico (Z) igual a 92, masa atómica (A) de 238.04 y su radio iónico es de 1.05 angstroms. En forma natural pertenece al grupo de los actínidos.

El promedio de abundancia del uranio en la corteza terrestre es de 2 p.p.m. aproximadamente.

Bajo condiciones oxidantes ( $UO_2$ ) es fácilmente combinable y móvil especialmente en aguas ácidas o ricas en carbonatos. En condiciones reductoras es inmóvil y es fuertemente absorbido por la materia orgánica y los óxidos de hierro. El U es estable hasta que agentes como el incremento de la temperatura lo alteran (Rose, et al., 1979).

Durante la diferenciación magmática, el U se concentra en la

fase líquida y se incorpora en los productos más ricos de sílice, por lo cual, las rocas ígneas de composición granítica están muy enriquecidas en U, en contraste a las rocas de composición basáltica o ultramáfica.

En los minerales más comunes que forman rocas, la concentración de uranio es muy baja, sin embargo, el U se concentra primordialmente en ciertos minerales accesorios en donde es el principal constituyente (uraninita) o sustituye a otros elementos. Ejemplos de minerales en los que se encuentra uranio en forma dispersa son: zircón, allanita, monazita, xenotima, esfena, anatasa, rutilo, hematita, pirocloro, y sustituyendo principalmente al calcio en los feldespatos, clorita, biotita, anfíboles, piroxenos, epidota, fluorita y apatita.

#### Isótopos del Uranio

En la naturaleza existen tres isótopos del uranio el  $^{234}\text{U}$ ,  $^{235}\text{U}$  y  $^{238}\text{U}$ . El  $^{238}\text{U}$  es el más abundante en la naturaleza, su abundancia relativa es del 99.275%, mientras que la del  $^{235}\text{U}$  y  $^{234}\text{U}$  es del 0.720% y 0.0054% respectivamente.

Todos los isótopos del uranio son radiactivos.

El  $^{238}\text{U}$  decae frecuentemente por la emisión de partículas alfa (cadena de decaimiento  $^{238}\text{U}-^{206}\text{Pb}$ ). Otra forma de decaimiento que presenta es la fisión espontánea.

En la Tabla I se muestran las constantes de decaimiento por emisión de partículas alfa  $\lambda_a$  y por fisión espontánea  $\lambda_f$  de los isótopos  $^{238}\text{U}$  y  $^{235}\text{U}$ .

TABLA I. - Constantes de decaimiento

Isotopo	$\lambda_{\alpha}$ (Faure, 1986)	$\lambda_{\beta}$ (Crowley, et al., 1989)
$^{238}\text{U}$	$1.551 \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$	$7.00 \times 10^{-17} \text{ a}^{-1}$
$^{235}\text{U}$	$9.848 \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$	$3.65 \times 10^{-18} \text{ a}^{-1}$

Notese que la tasa de decaimiento por fisión del  $^{235}\text{U}$  es mucho menor que la del  $^{238}\text{U}$ , por lo cual, de acuerdo a la ecuación (I), su vida media es muy grande en comparación a la del  $^{238}\text{U}$ . Por lo tanto la mayoría de las fisiones espontáneas son del  $^{238}\text{U}$ .

#### CARACTERISTICAS DE LOS ZIRCONES

El zircón es un silicato de zirconio ( $\text{Zr SiO}_4$ ) que cristaliza en el sistema tetragonal, tiene una dureza de 7.5, su peso específico es de 3.9 a 4.8. Es un mineral de color pardo, grisáceo, rojo, amarillo, azul o incoloro y de brillo adamantino. Una propiedad que lo caracteriza es su alta birrefringencia.

Los zircones son minerales refractarios que se forma en las etapas iniciales de la cristalización del magma. Durante su formación atrapa, en su red cristalina, átomos de uranio, torio, fierro, hafnio y tierras raras en concentraciones de unas cuantas

partes por millón (p.p.m.). Debido a su contenido de elementos radiactivos presenta un incremento de halos pleocróicos.

Los zircones están ampliamente distribuidos en rocas ígneas ácidas, especialmente granitos, sienitas, dioritas, pórfidos cuarzóferos, traquitas, etc.. Generalmente se encuentran presentes como pequeños cristales, sin embargo pueden alcanzar buenos desarrollos cristalinos en facies pegmatíticas.

Generalmente, el zircón, sobrevive a más de un ciclo de intemperismo y sedimentación, por lo cual se le puede encontrar en sedimentos, especialmente en areniscas. También se encuentra en calizas cristalinas y arenas auríferas.

En rocas metamórficas es menos común, pero frecuentemente resiste los altos grados de metamorfismo durante el cual puede desarrollar sobrecrecimientos. Se encuentran en gneis, pizarras cristalinas, esquistos.

Algunas veces se pueden encontrar zircones en capas de menas de fierro y en ocasiones en rocas volcánicas como inclusiones. En rocas como los basaltos o evaporitas está ausente.

## FUNDAMENTOS DEL METODO

### FISION NUCLEAR

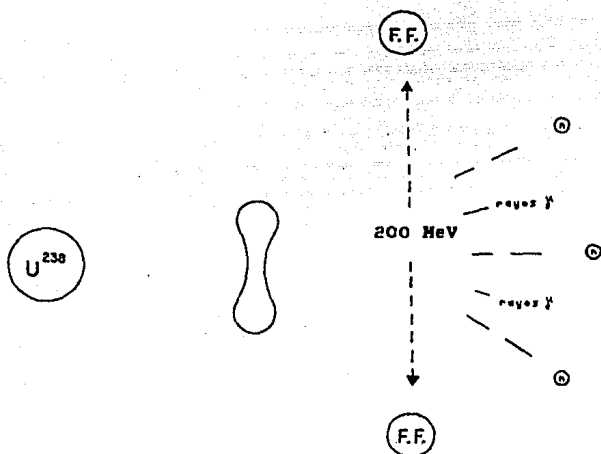
La fisión nuclear es un proceso de decaimiento radiactivo y ocurre en elementos pesados. Los núcleos de estos elementos son inestables debido a su gran masa, y es difícil que puedan mantenerse unidos (Faure, 1986) por lo cual se parten o rompen en dos o tres núcleos de masas más pequeñas liberando una gran cantidad de energía acompañada de neutrones y rayos gama. Este proceso se parece a la división de las células biológicas, por lo cual se le dió el nombre de fisión.

A los núcleos resultantes de la fisión se les llama fragmentos de fisión, son inestables y están constituidos de protones y neutrones, tienen masas desiguales y salen disparados a muy altas velocidades, durante su trayectoria reducen su velocidad hasta frenarse a energías de orden térmico para alcanzar su estabilidad. FIGURA 2.

#### Fisión Espontánea

La fisión nuclear es espontánea, Bohr y Wheeler (Faure, 1986) explicaron cómo se lleva a cabo este proceso, proponen el Modelo de la Gota. Consideran al núcleo de un elemento pesado como una gota en la que existen movimientos de nucleones, los cuales distorsionan la esfericidad de dicha gota nuclear. Cuando la distorsión en la gota nuclear crece en magnitud, causa la fisión espontánea del núcleo en dos o más fragmentos de fisión.

## FISION ESPONTANEA



F.F. = Fragmento de Fisión

FIGURA 2. Ejemplo esquemático de la fisión espontánea del isótopo  $^{238}\text{U}$ , se producen dos fragmentos de fisión que salen disparados en sentido contrario, también se libera una gran cantidad de energía, neutrones y rayos  $\gamma$ .



Ocurre que la fuerza de repulsión electrostática entre los nucleones es mayor que la fuerza superficial que mantenía unido al núcleo.

Los isótopos  $^{232}\text{Th}$ ,  $^{235}\text{U}$  y  $^{238}\text{U}$  sufren fisión espontánea. De éstos sólo el  $^{238}\text{U}$  produce un significativo número de fisiones espontáneas en un mineral, debido principalmente a: 1) es el más abundante en la naturaleza y 2) su tasa de decaimiento por fisión produce, para un mismo intervalo de tiempo, un número de trazas significativamente mayor que el producido por los otros isótopos que también decaen por fisión espontánea (Crowley, et al., 1989).

#### Constante de decaimiento por fisión

La constante de decaimiento por fisión del uranio ( $\lambda_f$ ), es un parámetro muy importante, su valor es determinante en el fechado por trazas de fisión de un mineral.

Desde que se descubrió la fisión del uranio se han calculado muchos y diferentes valores para  $\lambda_f$  sin llegar a determinar un valor absoluto. Los valores que más se utilizaron hasta los años 70's en el fechado de minerales por el método de trazas de fisión fueron:  $8.46 \times 10^{-17}$  y  $7.05 \times 10^{-17} \text{ a}^{-1}$ , que eran los más significativos de una serie de cuarenta valores. Sin embargo hay una diferencia del veinte por ciento en las edades calculadas con estos valores (Bigazzi, 1981).

#### Fisión Inducida

La fisión inducida del  $^{235}\text{U}$  es un proceso por el cual se produce energía en un reactor nuclear mediante una reacción en

cadena automantenida y controlada. El isótopo  $^{235}\text{U}$ , el más susceptible de ser fisionado artificialmente, se fisiona al absorber un neutrón térmico (neutrón que está en equilibrio con la sustancia moderadora del reactor), produce dos fragmentos de fisión liberando uno o mas neutrones adicionales y rayos gama. Los neutrones liberados son frenados a velocidades térmicas y rápidamente absorbidos por otros núcleos de  $^{235}\text{U}$ , los cuales, a su vez, se fisionan liberando otros neutrones que producirán sucesivamente más fisiones. FIGURA 3.

#### Sección eficaz

El motivo por el cual el  $^{235}\text{U}$  es el más susceptible de fisionarse artificialmente, se explica por su sección eficaz.

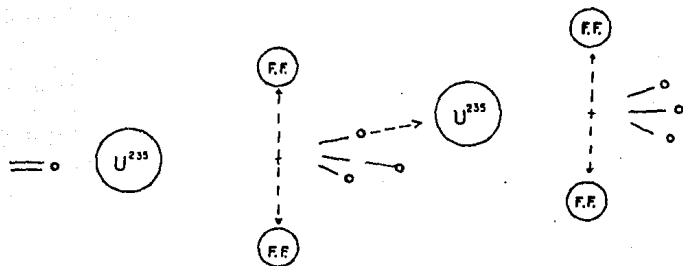
El concepto de sección eficaz es de considerable importancia en los estudios nucleares. Si se pone a un núcleo como blanco para que lo golpeen partículas nucleares del tipo de los neutrones, su sección eficaz sirve como una medida del tamaño del blanco y está dado por  $\sigma_g = \pi R^2$ .

La sección eficaz no es una área de blanco literalmente hablando, es un concepto figurado que expresa la probabilidad de interacción entre un neutrón y un núcleo.

La unidad de área para los núcleos ha sido establecida en  $1 \times 10^{-28} \text{ m}^2$  y se llama barn, por ejemplo la sección eficaz del  $^{238}\text{U}$  es de 1.73 barn, mientras que para el  $^{235}\text{U}$  es de 580 barn.

Cuando los neutrones inciden sobre algún material, cada núcleo dentro del área de blanco no siempre se comporta como una

## FISION INDUCIDA EN UN REACTOR NUCLEAR



o = Neutrón

F.F. = Fragmento de Fisión

FIGURA 3. Ejemplo esquemático de la fisión inducida del isótopo  $^{235}\text{U}$ , esto ocurre en un reactor nuclear mediante una reacción en cadena automantenida y controlada. El  $^{235}\text{U}$  absorbe un neutrón térmico, se fisiona y libera neutrones que son rápidamente frenados y absorbidos por otros isótopos  $^{235}\text{U}$  sucesivamente.

sección eficaz constante. Para los neutrones rápidos una sección eficaz podría ser relativamente pequeña, mientras que para los neutrones lentos (térmicos) puede ser muy grande. TABLA II.

TABLA II. - Sección eficaz ( $\sigma_g$ ) para el $^{235}\text{U}$ puro. (White, 1985).		
$\sigma_g$ barn	Neutrones rápidos 2 MeV ( $2 \times 10^7$ m/s)	Neutrones lentos 0.0253 eV (2200 m/s)
Dispersión $\sigma_s$	5.00	10
Captura $\sigma_c$	0.25	107
Fisión $\sigma_f$	1.27	580

#### FORMACION, TAMAÑO Y ESTABILIDAD DE LA TRAZA

Al ocurrir la fisión espontánea del  $^{238}\text{U}$  en un cristal, los fragmentos de fisión viajan en direcciones opuestas a grandes velocidades ( $\approx 1/10$  de velocidad de la luz), atraviesan la red cristalina del material que los contiene y si este material es un sólido dieléctrico dejarán una región lineal dañada. A esta zona de daño se le conoce como traza de fisión.

Fleischer y colaboradores (1975) describieron como se forman

las trazas de fisión, propusieron el modelo "Ion Explosion Spike" (Crowley, et al., 1989). FIGURA 4.

A.- Durante la trayectoria que siguen los fragmentos de fisión, los cuales tienen aproximadamente tamaños y pesos similares, ceden energía al medio quitando electrones de los átomos que están a su paso, es decir, ionizan o cargan positivamente la red cristalina que los contiene.

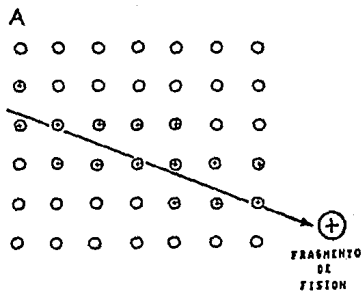
B.- Los átomos ionizados se repelen coulombianamente ocasionando un desorden en la red cristalina.

C.- Finalmente un reajuste electrostático reacomoda a estos átomos preservando la región por donde pasaron los fragmentos de fisión. A esta región o espacio vacío se le conoce como traza de fisión latente.

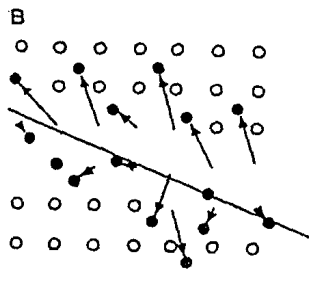
La traza latente tiene un diámetro aproximado 40 angstroms, y 15 micrones ( $\mu\text{m}$ ) de largo en promedio. Las dimensiones de la traza dependerán del tipo de medio en el que se formó la traza.

Las trazas se preservan sólo en sólidos dieléctricos, en sólidos conductores y semi-conductores no se preservan porque los electrones libres ocupan rápidamente los espacios vacíos que dejan a su paso los fragmentos de fisión.

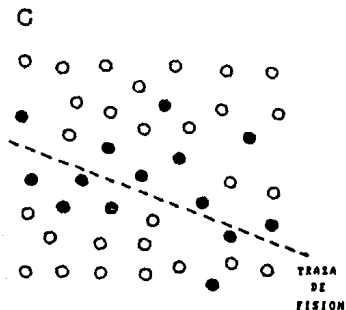
Un factor que afecta la estabilidad de las trazas de fisión es la temperatura. Cuando hay un incremento de temperatura el tamaño de las trazas disminuye, y pueden eventualmente desaparecer. Cuando esto ocurre se dice que las trazas han pasado por su "temperatura de cierre". En función de su



IONIZACION



REPULSION  
COULOMBIANA



ESFUERZO  
ELASTICO

FIGURA 4. Mecanismo de formación de las trazas, la teoría más aceptada es "Ion Explosion Spike" propuesta por Fleischer, 1975.

composición cada mineral tiene una temperatura de cierre.

Los zircones, por ejemplo, tienen una temperatura de cierre de entre 200 y 250 grados centígrados, lo que quiere decir que sus trazas son estables a temperaturas menores de estos valores.

#### EFICIENCIA DE GRABADO

El tamaño de la traza es muy pequeño, sólo se puede ver con un microscópio electrónico; para que se pueda observar en un microscópio óptico es necesario agrandarla, para ésto se somete a un ataque químico llamado "grabado". Este ataque químico disuelve preferencialmente la región dañada por los fragmentos de fisión, aumentando así el diámetro de la traza en millones de veces hasta tamaños de 1 a 5  $\mu\text{m}$ . A estas trazas se les llama trazas grabadas.

El grabado ataca rápidamente a las trazas latentes ( $V_T$  = velocidad de grabado de la traza) y lentamente la superficie del material que las contiene ( $V_G$  = velocidad de grabado de la superficie pulida). Estos parámetros se pueden considerar constantes para cada material y están en función del tipo, composición y orientación cristalográfica de esos materiales, de la composición y concentración del disolvente, y de su temperatura. Después de un tiempo de grabado, se observan trazas por que  $V_T$  es mayor a  $V_G$ , de lo contrario jamás se observarían (FIGURA 5).

Las trazas forman un ángulo de inclinación " $\phi$ " respecto a la superficie pulida que atraviesan, cuando  $\phi$  es menor a un ángulo crítico " $\theta_c$ ", la traza será destruida durante el grabado

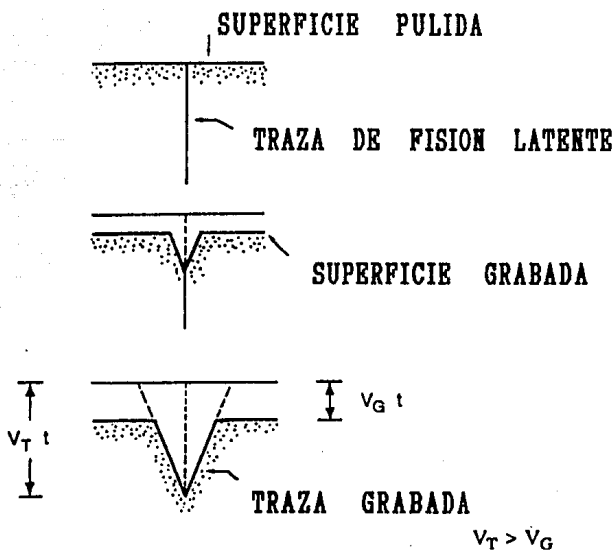


FIGURA 5. Esquema de la evolución que presenta una traza latente al someterla al grabado. Este es un caso ideal en el que la traza incide perpendicularmente a la superficie pulida de un mineral.



(FIGURA 6). Sólo un pequeña cantidad de las trazas serán destruidas durante el grabado, esto conduce al concepto de eficiencia de grabado ( $\eta = 1 - \text{sen}\theta_c$ ).

Tanto  $\varphi$  y  $\eta$  dependen del material que contiene las trazas y de la composición del atacante. Para materiales cristalinos como el zircón y las micas, su eficiencia de grabado es alta de aproximadamente 0.92. Las superficies paralelas al eje cristalográfico "C", de los zircons, tienen mejor eficiencia de grabado que las caras perpendiculáres a dicho eje.

#### ECUACION DE LA EDAD

La ecuación de la edad que se utiliza para determinar edades por el método de Trazas de Fisión se obtiene utilizando el mismo razonamiento para deducir la ecuación de la edad de cualquier método isotópico.

El número de decaimientos radiactivos por unidad de tiempo está dada por " $\lambda \cdot N$ " en donde N equivale al número de núcleos de los isótopos padres presentes. Se tiene que N es función del tiempo, por lo cual:

$$-dN/dt = \lambda N \quad (1)$$

El primer miembro de la ecuación es negativo por que N decrece con el tiempo. Integrando de tal forma que para un tiempo  $t_0$  el número de núcleos radiactivos presentes era  $N_0$  (número

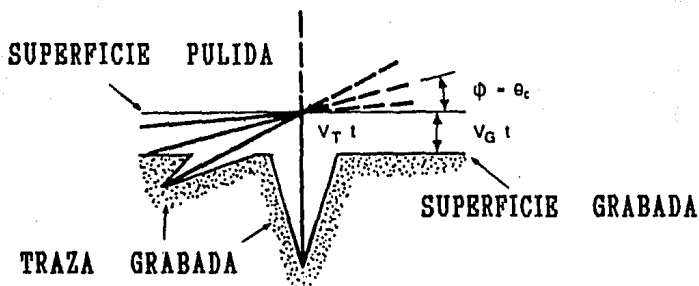


FIGURA 6. Ejemplos esquemáticos de trazas que presentan un ángulo de inclinación  $\phi$  respecto a la superficie pulida. Cuando  $\phi$  es menor o igual a un ángulo crítico  $\theta_c$ , las trazas son removidas durante el grabado.

original), y para un tiempo  $t$  cualquiera el número de núcleos radiactivos presentes es  $N$ , se obtiene:

$$N = N_0 e^{-\lambda t} \quad (2)$$

ó bien

$$N_0 = N e^{\lambda t} \quad (3)$$

El número de isótopos hijos ( $D$ ) que han decaído en un tiempo  $t$  es:

$$D = N_0 - N \quad (4)$$

se sustituye (3) en (4) y queda:

$$D = N e^{\lambda t} - N \quad (5)$$

se despeja  $t$  de (5) y se obtiene la fórmula base para obtener la ecuación de la edad por el método de trazas de fisión.

$$t = 1/\lambda \ln(D/N + 1) \quad (6)$$

Las variables que se requieren determinar son  $D$  y  $N$ . En este caso se considera que el número de trazas producidas por la fisión espontánea del  $^{238}\text{U}$  en un mineral es semejante al número de isótopos hijos  $D$  generados por el decaimiento radiactivo. Por

otro lado el número de núcleos radiactivos presentes N en la muestra, equivale a los isótopos  $^{238}\text{U}$  que aún no han decaído, este valor se determina indirectamente a través de la relación de isótopos  $^{235}\text{U}/^{238}\text{U} = 1/137$ . Esta relación es constante y solo es necesario determinar el número de núcleos  $^{235}\text{U}$  contenidos en el mineral. Esto se obtiene al producir fisiones inducidas en un reactor nuclear, por medio de neutrones térmicos los cuales fisionarán al  $^{235}\text{U}$  del mineral.

La variable D se determina a partir del número de trazas espontáneas registradas por unidad de volumen en el mineral:

$$\rho_V = (\lambda_F/\lambda_D) D \quad (7)$$

donde:  $\lambda_D$  = constante de decaimiento total de U

$$(1.551 \times 10^{-10} \text{ años}^{-1}).$$

$\lambda_F$  = constante de decaimiento por fisión del  $^{238}\text{U}$

$$(7.03 \times 10^{-17} \text{ años}^{-1}).$$

por lo cual:  $(\lambda_F/\lambda_D)$  es la proporción de decaimientos por fisión del  $^{238}\text{U}$ .

En una superficie pulida la densidad de trazas de fisión espontáneas  $\rho_S$  que cruzan dicha superficie es:

$$\rho_S = (\lambda_F/\lambda_D) D \eta^{238} R^{238}/2 \quad (8)$$

donde:  $\rho_S$  = densidad de trazas espontáneas

$$(\text{no. de trazas espontáneas}/\text{cm}^2).$$

$R^{238}$  = longitud de las trazas de fisión grabadas del  $^{238}\text{U}$ .

$\eta^{238}$  = eficiencia de grabado del mineral en el que se registraron las trazas espontáneas.

se despeja D de (8) y queda:

$$D = (2 \rho_S \lambda_D) / (\lambda_F \eta^{238} R^{238}) \quad (9)$$

Por otro lado el número de fisiones inducidas en el mineral por el reactor nuclear por unidad de volumen en la muestra es:

$$\rho_V = N^{235} \sigma \phi \quad (10)$$

donde:  $N^{235}$  = número de fisiones del  $^{235}\text{U}$  /  $\text{cm}^3$ .

$\sigma$  = sección eficaz microscópica del  $^{235}\text{U}$   
( $580 \times 10^{-24} \text{ cm}^2$ ).

$\phi$  = flujo de neutrones.

En una superficie pulida la densidad de trazas inducidas  $\rho_1$  está dada por:

$$\rho_1 = \rho_V \eta^{235} R^{235}/2 \quad (11)$$

donde:  $\rho_1$  = densidad de trazas inducidas  
(no. de trazas inducidas /  $\text{cm}^2$ ).

$R^{235}$  = longitud de las trazas grabadas del  $^{235}\text{U}$ .

$\eta^{235}$  = eficiencia de grabado del mineral en el que se registraron las trazas inducidas.

sustituyendo (10) en (11) se obtiene:

$$\rho_1 = (\sigma \phi) N^{235} \eta^{235} R^{235/2} \quad (12)$$

La densidad de trazas inducidas se relaciona con el número de isótopos padres presentes N como sigue:

$$\rho_1 = (\sigma \phi) I N \eta^{235} R^{235/2} \quad (13)$$

donde: I = relación actual de isótopos  $^{235}\text{U}/^{238}\text{U} = 1/137$   
( $7.26 \times 10^{-3}$ )

se despeja N de (13):

$$N = (2 \rho_1) / (\sigma \phi I \eta^{235} R^{235}) \quad (14)$$

sustituyendo (14) y (9) en (6), se tiene que:

$$t = \frac{1}{\lambda_D} \ln \left[ \frac{2 \rho_s \lambda_D I \sigma \phi \eta^{235} R^{235}}{2 \rho_1 \lambda_F \eta^{238} R^{238}} + 1 \right] \quad (15)$$

como  $\eta^{235} = \eta^{238}$  y  $R^{235} = R^{238}$ , se eliminan términos y finalmente se obtiene la ecuación para determinar la edad de una muestra problema:

$$t = \frac{1}{\lambda_D} \ln \left[ 1 + \frac{\rho_B \lambda_D \sigma \phi I}{\beta \rho_i \lambda_F} \right] \quad (16)$$

En la ecuación interviene el parámetro de corrección geométrica "g", que será igual a 2 en el caso que se utilice un detector externo para registrar el paso de los fragmentos de fisión del  $^{235}\text{U}$  (ver cap. IV, pag. 27), y de 1 cuando se utiliza el método de la población.

La determinación de  $\lambda_F$  no es fácil, y es fuertemente dependiente del flujo de neutrones  $\phi$  y del tiempo de irradiación a que se somete la muestra; por otro lado  $\phi$  es muy difícil de determinar de manera absoluta en un reactor. Por tal motivo y dado que la ecuación de la edad muestra la dependencia de  $\lambda_F$  y  $\phi$ , se buscó una manera de evitar este problema de tal forma que en la ecuación no intervengan directamente estos parámetros.

El camino más efectivo que se ha encontrado es realizar las irradiaciones incluyendo estándares de edad conocida y estándares de concentración de uranio conocida, de manera similar a como se realiza un análisis químico, y calibrar los datos de acuerdo a esos estándares.

Actualmente se utiliza el parámetro " $\zeta$ " (zeta) y su valor está en función de las fisiones inducidas en los estándares, la edad de éstos se determina por otros métodos

radiométricos y se confirman con la edad de otros minerales de la misma roca.

La ecuación de la edad del mineral problema es:

$$t_m = \frac{1}{\lambda_D} \ln \left[ 1 + \frac{\rho_S \lambda_D \sigma \phi I}{\xi \rho_1 \lambda_F} \right] \quad (17)$$

Tomando en cuenta que el flujo de neutrones térmicos ( $\phi$ ) en el reactor es directamente proporcional a la densidad de trazas inducidas en el vidrio estándar ( $\rho_{iv}$ ), se tiene que:

$$t_m = \frac{1}{\lambda_D} \ln \left[ 1 + \frac{\rho_S \lambda_D \sigma \rho_{iv} I}{\xi \rho_1 \lambda_F} \right] \quad (18)$$

si  $\xi = \frac{\sigma I}{\lambda_F}$  (19)

la ecuación (18) queda:

$$t_m = \frac{1}{\lambda_D} \ln \left[ 1 + \frac{\rho_S}{\xi \rho_1} \lambda_D \rho_{iv} \xi \right] \quad (20)$$



Por otra parte, si se conoce la edad del mineral estándar:

$$t_E = \frac{1}{\lambda_D} \ln \left[ 1 + \frac{\rho_S \lambda_D \sigma \phi I}{\xi \rho_i \lambda_F} \right] \quad (21)$$

o bien:

$$t_E = \frac{1}{\lambda_D} \ln \left[ 1 + \frac{\rho_S \lambda_D \sigma \rho_{iv} I}{\xi \rho_i \lambda_F} \right] \quad (22)$$

se sustituye (19) en (22) y reorganizando queda:

$$(\rho_S/\xi\rho_i)_E = \frac{\lambda_D t_E}{\xi \rho_{iv} \lambda_D} \left( e^{\lambda_D t_E} - 1 \right) \quad (23)$$

finalmente se despeja "ξ" de (23)

$$\xi = \frac{\lambda_D t_E}{(\rho_S/\rho_i)_E \rho_{iv} \lambda_D} \left( e^{\lambda_D t_E} - 1 \right) \quad (24)$$

Una vez calculado el parámetro "ξ", se sustituye el

valor obtenido en la ecuación (20) para determinar la edad del mineral problema.

La fecha que se obtiene por este método, depende de la relación que existe entre los parámetros  $\rho_3$  y  $\rho_1$ .

A la vez  $\rho_3$  depende del contenido de uranio de la muestra y del tiempo que ha transcurrido. La densidad de trazas inducidas ( $\rho_1$ ) depende del contenido de uranio en la muestra, y del tiempo en que la muestra es sometida al flujo de neutrones térmicos, es decir, al tiempo de irradiación. El principal factor que afecta la precisión con la que se determina este parámetro es el sitio en que se irradia la muestra, pues se requiere que la relación del flujo de neutrones térmicos entre neutrones rápidos ( $N_t/N_r$ ) sea alta (i.e.  $\approx 100$ ).

La determinación precisa de los parámetros  $\rho_3$  y  $\rho_1$  dependerá de las condiciones de laboratorio a que se someta una muestra: concentración de la solución de grabado, tiempo de grabado, cuantificación, etc.

En general se puede decir que la fecha obtenida para un mineral por el método de trazas de fisión, depende del contenido de uranio y del tiempo transcurrido, siempre y cuando las condiciones de laboratorio y del reactor estén bien controladas.

Si a partir de la fecha en que se forma un yacimiento mineral no ha habido pérdida del número de trazas de fisión, la fecha obtenida corresponde a la edad de formación, de otra forma, la fecha indica el tiempo que ha transcurrido desde su último

cierre térmico.

Las fechas de zircones obtenidas por trazas de fisión tienen un gran valor en los estudios de procedencia y en fechados de horizontes índice de tefra dentro de una secuencia sedimentaria.

En un material ígneo, la fecha resultante, será interpretada como la edad de enfriamiento de la roca.

#### Rango de Error

Los zircones presentan una distribución no-uniforme de uranio. Para fecharlos se utiliza el método del detector externo, y la estadística de Poisson puede ser aplicada para estimar el error de la edad.

El comportamiento del decaimiento por fisión, al igual que cualquier forma de decaimiento radiactivo, puede ser relacionado con la distribución de Poisson.

La fórmula básica usada es la ecuación de la Propagación Estandar del Error es:

$$\sigma_a = (\alpha^2 + \beta^2 + \gamma^2 + \delta^2)^{0.5}$$

donde:  $\sigma_a$  = error estándar de la edad.

$\alpha$  = error estándar del conteo de trazas espontáneas.

$\beta$  = error estándar del conteo de trazas inducidas.

$\gamma$  = error estándar del conteo usado para determinar  
la dosis de neutrones.

$\delta$  = error estándar de " $\xi$ ".

El error obtenido de la edad dependerá de los valores usados en la ecuación anterior.

La desviación estándar será igual a la raíz cuadrada de el número de trazas contadas para cada parte del análisis. La desviación estándar debe ser convertida a desviación estándar fraccional ántes de colocarlos en la ecuación.

En este caso los términos de la ecuación del error quedan como sigue:

$$\alpha = (N_g)^{0.5} / N_g$$

$$\beta = (N_i)^{0.5} / N_i$$

$$\gamma = (N_d)^{0.5} / N_d$$

$$\delta = \sigma_f / f$$

donde  $N_g$ ,  $N_i$  y  $N_d$  son el número de trazas contadas en cada determinación de densidad de trazas espontáneas, inducidas y dosis de neutrones respectivamente. Al sustituir estos términos en la ecuación del error, se pueden simplificar y quedan:

$$\alpha^2 = 1/N_g$$

$$\beta^2 = 1/N_i$$

$$\gamma^2 = 1/N_d$$

Para obtener el error en años su valor debe multiplicarse por la edad obtenida.

El valor obtenido para el error se multiplica por dos y es reportado como  $2\sigma$ .

## METODOLOGIA DE TRABAJO

La experiencia ha mostrado que entre los materiales que mejor responden a la aplicación del método de fechamiento por trazas de fisión se tienen a los zircones, apatitas y vidrios volcánicos.

Existen tres caminos para fechar estos minerales por el método de trazas de fisión. Los pasos a seguir están en función del mineral o vidrio elegido, para minerales cuyo contenido de uranio está homogéneamente distribuido, como en las apatitas, se utiliza generalmente el método de la población. En el caso de minerales cuyo contenido de uranio no está bien distribuido (p.e. zircones) el método que se sugiere es el del detector externo, para los vidrios volcánicos el método que se utiliza es el de la población-sustracción.

Uno de los objetivos de esta tesis es mostrar la metodología para fechar zircones por trazas de fisión, utilizando el método del detector externo.

### METODO DEL DETECTOR EXTERNO

Este método se utiliza sobre todo en zircones, ya que éstos presentan una gran variación en la concentración de uranio entre cristales de una misma roca, y aún dentro de un mismo cristal. También se utiliza para apatitas y vidrios si las condiciones del problema geológico lo requieren.

Siguiendo este método se asegura cumplir con una de las condiciones para obtener la edad: "contar trazas espontáneas e inducidas en las mismas áreas de cada cristal" (Fleischer, et al., 1975). De esta forma se obtendrán edades individuales para cada cristal, y la edad de la roca es el "promedio" de las edades de estos zircones.

Los zircones se someten a una serie de procesos como pulido, grabado, irradiación, conteo, etc., para obtener  $\rho_s$  y  $\rho_i$  y así poder determinar su edad (FIGURA 7).

Para obtener una fecha se requieren, en algunos casos, de tan sólo 6 zircones (p.e. una roca ígnea ácida). En otros casos, particularmente en estudios de procedencia, es necesario contar 50 o más zircones. También se requieren estándares (zircones de edad conocida y vidrios con concentración de uranio conocida).

El detector externo es una muscovita con bajo o nulo contenido de uranio, que registrará el paso de los fragmentos de fisión del  $^{235}\text{U}$  que se encuentra cerca de la superficie pulida de los zircones, es decir, de un solo lado (geometría  $2\pi$ ). Por lo cual el factor de corrección "g" es igual a 2 para simular aproximadamente una superficie con geometría  $4\pi$  semejante a la del zircón.

Desde el punto de vista de los requerimientos del fechado, este es un método "preciso", y el tratamiento estadístico de los datos permitirá hacer determinaciones confiables.

La ventaja principal del método radica en que una gran

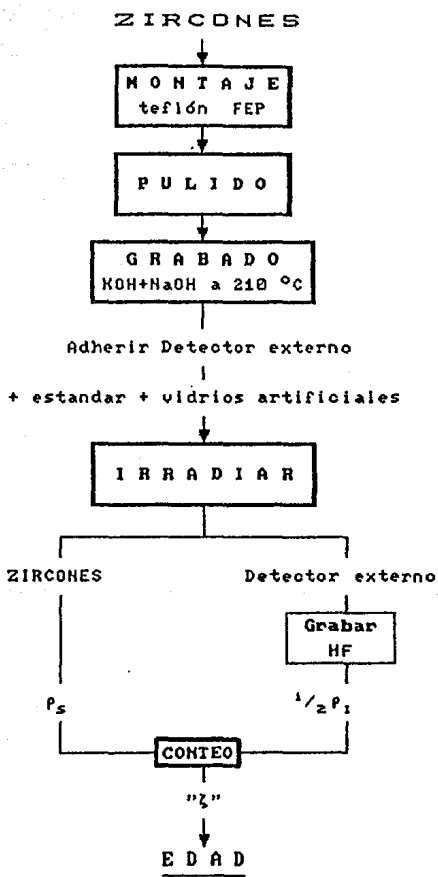


FIGURA 7. METODO DEL DETECTOR EXTERNO

variedad de rocas pueden fecharse, debido a que contienen en mayor o menor grado cristales de zircones.

En la mayoría de los casos los zircones utilizados para el fechamiento se separan de una matriz de roca, que por razones de su petrogénesis contiene solamente cristales de tamaños muy pequeños ( $<150 \mu\text{m}$ ), y solo ocasionalmente se puede contar con cristales o fragmentos grandes ( $>1 \text{ mm}$ ).

El procesamiento de las muestras para la obtención de zircones de una matriz rocosa, requiere de varias etapas. En la FIGURA 8 se muestra esquemáticamente un camino general y simplificado de estas etapas.

A continuación se hará una descripción de la metodología para separar zircones de una matriz rocosa, y la descripción de los procesos para prepararlos y obtener su edad por el método del Detector Externo.

#### **SEPARACION MINERALOGICA**

**Trituración y Tamizado.**- Se requieren quebradoras con quijadas de acero de tungsteno de 4 x 6 y de 2 x 4 pulgadas ("), quebradora de cóno, un pulverizador Denver (molino de discos) y los tamices que se indican en la Tabla III.

-Se hace pasar un kilogramo de muestra por la quebradoras de mayor apertura (4" x 6"), el producto se continua pasando por la de 2" x 4". El producto que se obtiene de la segunda quebradora tiene un tamaño promedio de 1/4 ".



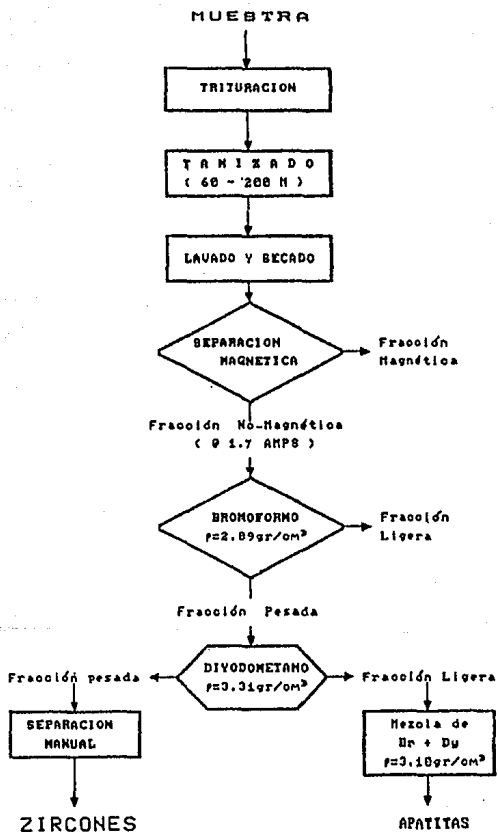


FIGURA 8. SEPARACION MINERALOGICA

-Se pasa ahora por la quebradora de cono que por medio de un símbolo excéntrico aplasta los fragmentos hasta obtener un producto de 1 a 2 mm de tamaño.

TABLA III. - Tamices y tamaños de granos requeridos.

MALLA TAMAÑO		INTERVALO ATRAPADO		TAMAÑOS REQUERIDOS
No.	µm	(mallas)	(µm)	
60	250	+60	>250	
100	149	-60 a +100	<250 y >149	*
150	105	-100 a +150	<149 y >105	*
200	74	-150 a +200	<105 y >74	*

\* Las fracciones atrapadas en las mallas 100, 150 y 200 permiten asegurar un tamaño relativamente uniforme de los granos, que facilitarán posteriormente su manejo en el montaje, pulido y conteo de trazas.

-Se hace un tamizado previo con objeto de no desperdiciar muestra. Aquí se obtiene una pequeña cantidad del material con los tamaños requeridos.

Comentario: La razón del tamizado previo es que en las quebradoras no se puede evitar que algo de la muestra se rompa al

tamaño deseado y aún más chico. Si se sigue procesando puede que una porción muy grande de la muestra se muele a un tamaño mas fino del requerido.

-El material atrapado en el tamiz de 60 mallas se procesa en la pulverizadora Denver. La fracción que pasó por la malla 200 se desecha (no se pueden utilizar para el conteo de trazas y su manejo es difícil).

-Nuevamente se tamiza para obtener la mayor cantidad del material requerido.

-La porción gruesa ( +60 M) se procesa nuevamente en la pulverizadora, cerrando después de cada pasada el espacio entre los discos, hasta obtener una fracción mayoritaria de los granos con los tamaños deseados.

Entre cada molienda la fracción resultante se va tamizando para reducir, al mínimo, la pérdida de muestra.

-Separar la muestra por tamaños.

Durante el procedimiento hay que protegerse del polvo cubriéndose nariz y boca con una mascarilla.

Lavado y Secado.- Inevitablemente a los granos separados se les adhieren partículas arcillosas que hay que eliminar para facilitar posteriormente la separación. Esto se logra lavando la muestra.

-Se vierte la muestra en un vaso de precipitados, se llena con agua y se agita con fuerza.

-Se deja reposar unos segundos hasta que precipiten los

granos mas grandes. La fracción arcillosa flotará o permanecerá en suspensión

-Se decanta la muestra con cuidado, escurriendo lentamente el liquido sobrante.

Este procedimiento se repite varias veces hasta lograr que la mayoría de la muestra sea la más pesada.

-Secar la muestra en un horno a una temperatura no mayor a los 100 °C. La muestra se coloca sobre papel absorbente en una charola de peltre.

**Separación magnética.**- La muestra, ahora, se procesa en un separador magnético Frantz. Se requieren hacer pruebas de inclinación lateral y hacia adelante del imán (FIGURA 9), para determinar la mejor pendiente de escurrimiento de la muestra (Hutchison, 1974).

Antes de correr la muestra es necesario remover la magnetita presente y las posibles esquirlas de fierro del molino y las quebradoras. Para realizar esta operación se recomienda seguir los siguientes pasos:

-Colocar una hoja de papel en la parte externa del imán del separador magnético, encenderlo a una intensidad de 2 Ampere (Ø).

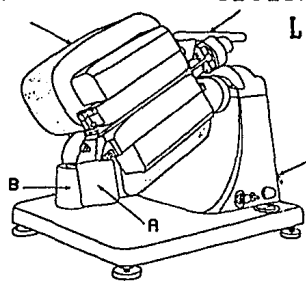
-Escurrir la muestra por encima del papel.

La fracción no-magnética, en estas condiciones, cae por gravedad a un recipiente preparado expofeso y se recuperarla.

La fracción magnética se adhiere al papel en contacto con el imán. Esta fracción se retira apagando el separador.

INCLINACION  
ADELANTE

INCLINACION  
LATERAL



CORRIENTE  
ELECTRICA

A Fracción magnética

B Fracción no-magnética

FIGURA 9. SEPARADOR MAGNETICO FRANTZ. La muestra se recupera en los recipientes A y B.

-Limpiar perfectamente el separador con la ayuda de un pincel o brocha pequeña de pelo de camello y con aire comprimido.

-La fracción no-magnética se corre a una intensidad de 0.1 a 0.2 @ con una inclinación adelante de 25° y 15° de inclinación lateral, para eliminar cualquier residuo magnético que hubiese quedado en la muestra. Revisar que la muestra fluya constantemente.

-Limpiar nuevamente el separador.

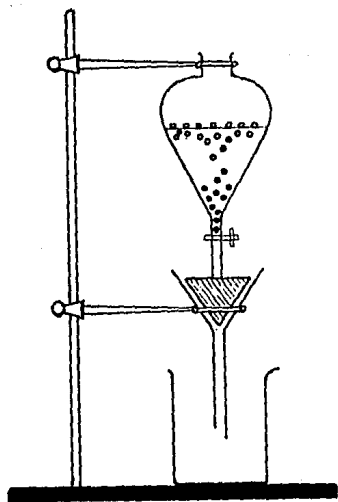
-Se vuelve a correr la fracción no-magnética resultante a intensidades sucesivamente más altas (0.3, 0.4 ... 1.6 @), la muestra debe fluir constantemente.

En cada corrida se irán eliminando los minerales más magnéticos (micas, piroxenos, anfíboles, etc.) que se reciben en el recipiente A (FIGURA 9), hasta terminar con una intensidad de 1.7 @, y poder recuperar la fracción no-magnética que se recibe en el recipiente B (FIGURA 9) que posteriormente se procesará en líquidos pesados.

**Separación por líquidos pesados.**- Esta etapa se realiza para separar, finalmente, zircones y apatitas, esto se logra aprovechando el alto peso específico de dichos minerales.

Los líquidos utilizados son: Bromoformo ( $\rho = 2.89 \text{ gr/cm}^3$ ) y Diyodometano ( $\rho = 3.31 \text{ gr/cm}^3$ ). Se necesita acetona, embudos de separación de vidrio con llave de paso en su parte inferior, embudos de plástico y vidrio, vasos de precipitados y papel filtro.

-Se arma un sistema como se muestra en la FIGURA 10.



- MINERALES LIGEROS
- MINERALES PESADOS

FIGURA 10. SEPARACION POR LIQUIDOS PESADOS. La figura muestra esquemáticamente el sistema para la separación mineralógica por líquidos pesados.

-En el embudo de separación se vierten aproximadamente 150 ml de bromoformo filtrandolo para evitar una posible contaminación de muestras anteriormente procesadas.

-Agregar una pequeña cantidad de la muestra, se agita con fuerza para que se "mojen" las partículas.

-Dejar reposar la muestra para que los minerales que tengan una densidad mayor a la del bromoformo se asienten. El tiempo requerido (15 a 60 minutos) dependerá del tamaño de las partículas, mientras más finas el tiempo requerido es mayor.

-Se recupera la fracción pesada abriendo la llave de paso del embudo de separación, inmediatamente después de que escurre la fracción pesada se cierra la llave de paso y se recibe en un papel filtro colocado en un embudo, el líquido que escurre se recupera. FIGURA 10.

-Lavar con abundante acetona la porción atrapada en el papel filtro. El líquido que escurre es una mezcla de acetona y bromoformo, ésta se guarda para procesarla y recuperar el bromoformo.

-De manera similar se recibe el resto de la preparación para recuperar el bromoformo, la fracción ligera se desecha.

En un embudo de separación de menor capacidad se procesa la fracción pesada en diyodometano de manera análoga a la descrita anteriormente, pero utilizando sólo 100 ml del líquido y recuperando también la fracción ligera.

Las fracciones de muestra recuperadas deben lavarse perfec-



tamente como se indicó, de lo contrario, el líquido que les queda se evapora y puede ser inhalado ocasionando daños a la salud.

En la fracción pesada quedan básicamente zircones.

La fracción ligera se procesa en una mezcla de Bromoformo y Diyodomethano, la densidad de la mezcla es de  $3.10 \text{ gr/cm}^3$ , la fracción pesada que se recupera consistirá casi exclusivamente de apatita, la fracción ligera se desecha.

Al termino de este proceso se tendrán concentrados de menos de un miligramo de apatitas y zircones.

Esta etapa de separación termina con una separación manual de los zircones con ayuda de un microscopio estereoscópico y una aguja. Se guardan los zircones en portaobjetos excavados.

Comentario: Por seguridad estos procedimientos se realizan bajo campanas de extracción y con la protección de guantes y mascarilla.

#### **PREPARACION DE LOS ZIRCONES**

Montaje.- Con el fin de hacer más fácil el manejo de los zircones en posteriores etapas, es necesario montarlos en teflón FEP (Fluorinated Ethylene Propylene) de 20 mil (1 mil= 1/1000 de pulgada de espesor).

-Calentar en una parrilla térmica, a  $310 \text{ }^\circ\text{C}$ , un portaobjetos limpio y vacío.

-Cortar dos pedazos de 1 cm de la cinta de teflón y procurar que sus partes concavas queden de frente (Naeser, 1976).

-Colocar en el centro de otro portaobjetos limpio, aproximadamente 50 zircones distribuidos homogéneamente, se llevan a la parrilla.

-Se sobrepone a los zircones los trozos de teflón y el portaobjetos que previamente se calentó como se indica en la FIGURA 11.

El teflón comenzará a ponerse transparente, se presiona sobre toda la superficie del portaobjeto hasta obtener 1 mm de espesor del teflón. Retirar la preparación de la parrilla y colocarla sobre una tabla de madera hasta que enfrie. Todo lo anterior debe hacerse rápidamente para evitar que el teflón haga burbujas, de lo contrario la preparación no servirá.

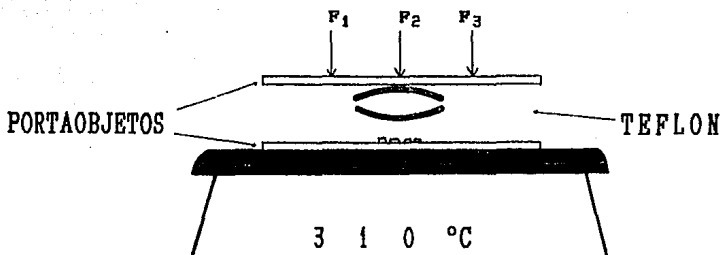
-Se despega la pastilla de teflón de los portaobjetos. A la pastilla de teflón que contiene los zircones se les marca su clave, en la parte posterior, con la ayuda de una aguja.

**P u l i d o.**- Una vez que los zircones quedaron montados en el teflón se pulen hasta obtener un terminado de espejo (superficie completamente plana).

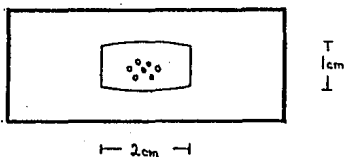
-Desbastar con abrasivo de carburo de silicio del número 1000 y agua sobre un cristal plano.

-Lavar perfectamente la muestra para eliminar totalmente el abrasivo empleado.

-Pulir con pasta de diamante de 9, 3 y 1 micrón ( $\mu\text{m}$ ) en fieltros por separado. Comenzar con la pasta de 9  $\mu\text{m}$  y terminar con la de 1  $\mu\text{m}$ .



$$F_1 = F_2 = F_3$$



∴ Zircones

FIGURA 11. El esquema muestra la forma de montar los zircones, vista de perfil (arriba) y vista en planta (abajo).

-Limpiar la muestra con xileno cada vez que se cambie de pasta.

-Se continua puliendo con alumina de un  $\mu\text{m}$  sobre fieltro y luego en paño.

-Nuevamente limpiar o lavar la muestra.

-Por último pulir con alumina de 0.3  $\mu\text{m}$  en fieltro y luego en paño.

Es indispensable lavar o limpiar perfectamente la muestra para quitar el abrasivo que se usó y así no contaminar el siguiente. También se revisa la muestra con el fin de ir determinando el tiempo de pulido y dar un buen acabado a la muestra. Esta técnica fué desarrollada por el Sr. Juan José Ramírez Estrada del laboratorio de Yacimientos Minerales de la Facultad de Ingeniería, U.N.A.M..

#### G R A B A D O

El grabado de zircones es un proceso complejo y de condiciones severas, que sirve para observar fácilmente las trazas de fisión mediante un microscópio óptico de 500 a 1250 aumentos, cuantificandose de esta forma con un mínimo esfuerzo.

Los zircones se graban en una solución eutéctica de hidróxido de potasio (KOH) e hidróxido de sodio (NaOH) a una temperatura constante de 210 °C. El tiempo de grabado requerido es variable, de 1 a 70 horas (FIGURA 12), y depende fuertemente del daño total de radiación en el zircón (Gleadow, et al., 1976).

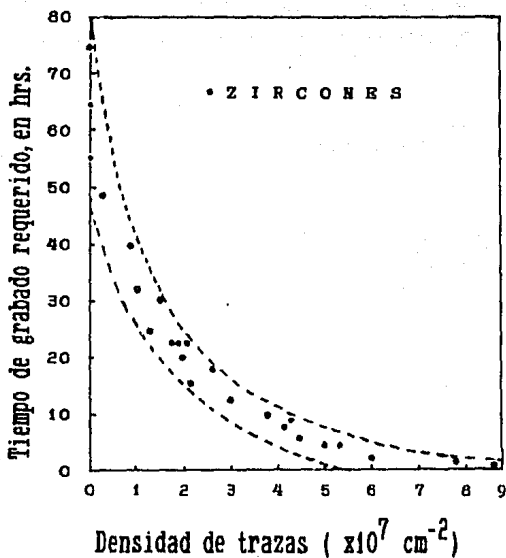


FIGURA 12. Los zircones jóvenes o con bajo contenido de uranio, presentan una cantidad pequeña de trazas espontáneas y el daño total por radiación es bajo, por lo cual requieren tiempos de grabado largos, o viceversa cuando el daño total por radiación es alto. (Tomado de Gleadow, et al., 1976).

Este daño por radiación depende a la vez de la edad y del contenido de uranio del zircón; si los zircones son jóvenes o su contenido de uranio es bajo se requieren tiempos de grabado largos y si son viejos o de alto contenido de uranio se grabarán rápidamente. Para determinar el tiempo de grabado se deben hacer pruebas en una muestra piloto.

-En un crisol de platino se vierten 10.0 gr de KOH y 7.2 gr de NaOH, se calienta en la parrilla a 210 °C. Después de 30 minutos la solución estará en estado líquido.

-Se introduce la pastilla de teflón con los zircones cara abajo y se tapa el crisol con un vidrio de reloj y todo esto se cubre con un vaso de precipitados boca abajo. FIGURA 13.

Comentario: La temperatura se controla con un termopar adaptado a un termómetro digital. Se requiere de una vigilancia continua de la temperatura, si esta se incrementa, los zircones pueden desprenderse del teflón o pueden sobregrabarse.

-Grabar durante un período de 30 minutos.

-Sacar la pastilla de teflón de la solución y se deja enfriar unos segundos a temperatura ambiente. Lavarla a chorro de agua y revisarla en un microscopio óptico, anotar los cambios que sufrió la muestra.

-Si aparecen trazas se cuentan y se continua grabando durante períodos de 10 a 15 minutos hasta que sean completamente visibles.

-Si no aparecieron trazas se continua grabando durante

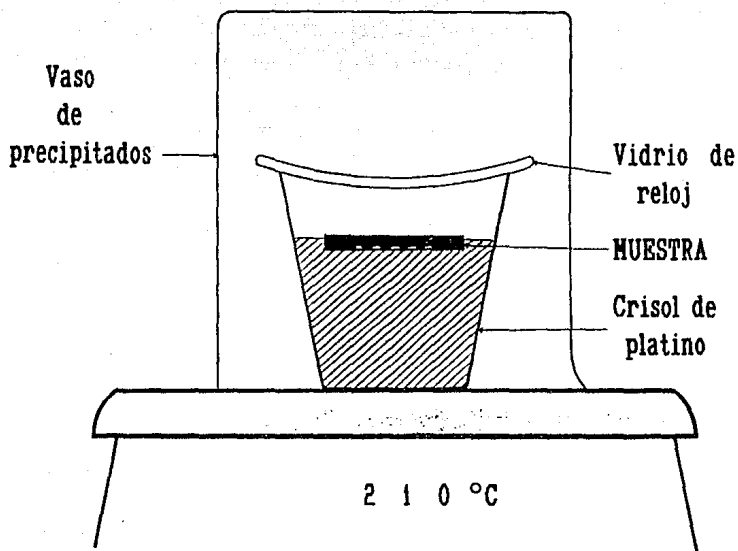


FIGURA 13. La figura muestra esquemáticamente el sistema para grabar zircones en una solución eutéctica de KOH y NaOH a 210 °C.

períodos de 20 a 30 minutos hasta que las primeras trazas sean visibles. Continuar con períodos de 10 a 15 minutos hasta que las trazas sean completamente visibles.

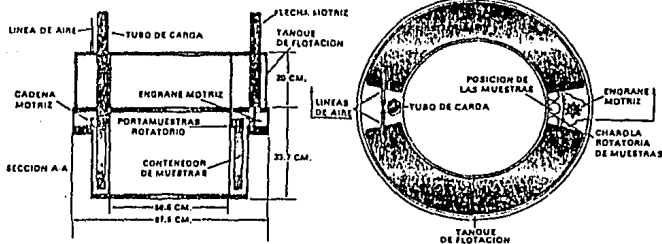
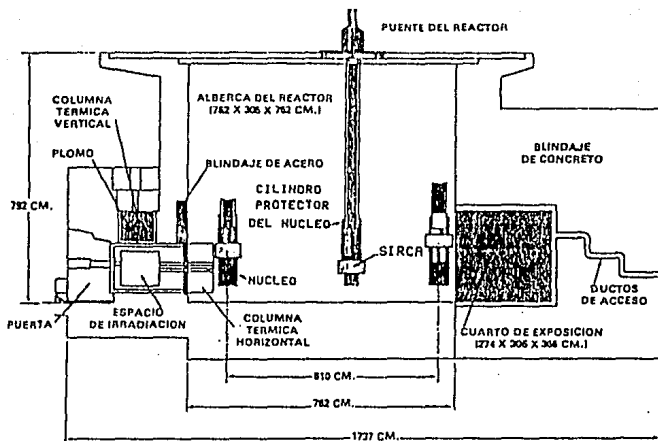
### IRRADIACION

Esta parte se lleva acabo en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, Salazar, Edo. de México.

El Instituto cuenta con un reactor nuclear de investigación Triga Mark III tipo alberca con núcleo móvil enfriado por agua, (FIGURA 14). Hasta el momento se ha visto que el mejor sitio para exponer las muestras a un flujo de neutrones es el Sistema de Irradiación Rotatorio para Cápsulas (SIRCA) (Oregel, R.A., tesis profesional en proceso de publicación). El SIRCA es un sistema que gira alrededor del núcleo del reactor (FIGURA 14).

El tiempo de irradiación, al que se somete una muestra, dependerá del flujo de neutrones nominal del sitio de irradiación. En el caso de las apatitas se requiere obtener flujos del orden de  $10^{15}$  neutrones/cm<sup>2</sup>-seg. Como el SIRCA tiene un flujo del orden de  $10^{12}$  neutrones/cm<sup>2</sup>-seg, un tiempo de irradiación de 1000 segundos (16 minutos) produce el flujo deseado para las apatitas. Sin embargo, lo que se pretende con la irradiación, es tener una densidad de trazas inducidas estadísticamente manejables, por lo cual es posible que en muestras con alto contenido de uranio, como los zircones, tiempos de irradiación cortos produzcan resultados similares.





**FIGURA 14.** Arriba: Perfil del reactor Triga Mark III del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares. Abajo: Detalle del Sistema de Irradiación Rotatorio para Cápsulas (SIRCA) del reactor, (Ponce, 1980).

La pastilla de teflón con los zircones se prepara para irradiar en el reactor de la siguiente manera:

-Se corta la mica, que servirá como detector, al tamaño del teflón, de tal forma que cubra al área que ocupan los zircones. El espesor de la mica es de aproximadamente 30  $\mu\text{m}$ .

-Se lava con agua jabonosa la pastilla de teflón y la mica, enjuagandolos con agua destilada mezclada con un poco de alcohol.

-Se dejan secar las muestras sobre un papel absorbente.

-Cortar papel autoadherible, se limpia perfectamente con alcohol y con éste se envuelven el teflón y su detector.

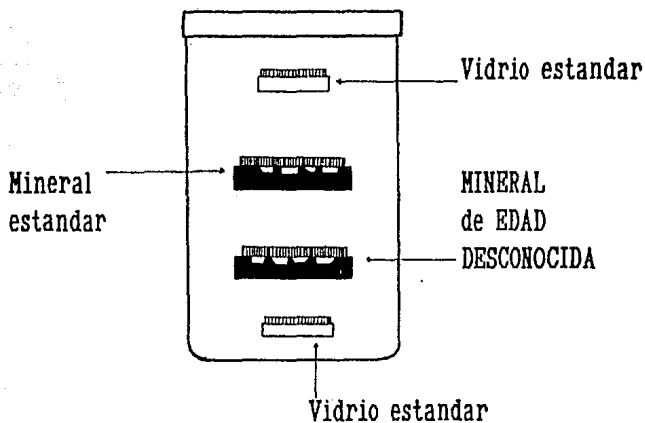
Procurar no tocar las preparaciones directamente con las manos para evitar la contaminación con grasa. Se recomienda usar guantes de plástico.

-Se coloca sobre la pastilla de teflón el detector y se envuelven en el papel autoadherible. El detector y los zircones, debe quedar en contacto estrecho.

Con la ayuda de una aguja de punta fina se hacen unas pequeñas perforaciones a la preparación, de tal forma que lleguen hasta el teflón. Estas perforaciones servirán como puntos de referencia para localizar la posición de los zircones, así como su respectiva imagen en el detector externo después de la irradiación.

-Las muestras, casi preparadas, se colocan dentro de un contenedor, como se esquematiza en la FIGURA 15, la preparación anterior, los zircones y vidrios estándar preparados de igual

## CONTENEDOR



~~EL DETECTOR~~ Detector Externo

FIGURA 15. El esquema muestra la forma de colocar las muestras dentro de un contenedor para irradiación.

forma. Después se sella el contenedor.

-En el reactor se introduce en un contenedor de polietileno más grande para impedir la introducción de agua a las muestras.

Después de irradiar las muestras se dejan enfriar durante una semana para permitir que la actividad inducida por radiación decaiga a niveles permitidos.

#### CUANTIFICACION DE LAS TRAZAS

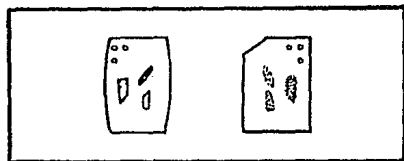
Una de las partes fundamentales para obtener la edad de un mineral es determinar  $\rho_s$ ,  $\rho_i$  y  $\zeta$ , éstos parámetros se obtienen después de realizar un conteo de trazas de los minerales y detectores externos. Se utiliza un microscópio óptico con una retícula graduada que se coloca en uno de los oculares de 12.5 aumentos, y un objetivo de inmersión de 100 o 125 aumentos. Esto permite obtener una magnificación de 1250 o 1560.

La cuantificación de las trazas se realiza de la siguiente manera:

-Montar la muestra de los zircones en un portaobjetos limpio y a la derecha su detector externo de tal forma que quede como su imagen de espejo (FIGURA 16). Se fijan con resistol blanco.

-Contar el número de trazas por apertura de la retícula. Si el número de trazas es mayor que 15 se recomienda utilizar una retícula de apertura más pequeña para tener una mayor precisión en el conteo.

-Medir el lado de la apertura de la retícula utilizada.



**FIGURA 16.** Arriba: ejemplo esquemático que muestra la forma de montar el teflón con los zircones (izq.) y su respectivo detector externo (der.) sobre un portaobjeto. Abajo: detalle de un zircón grabado y su imagen en el detector externo grabado. Se observan trazas espontáneas en el zircón y trazas inducidas en el detector.

-Seleccionar los zircones que muestren la cara paralela al eje cristalográfico "C" y localizar su imagen en el detector.

-Iniciar el conteo procurando cubrir la mayor área posible del zircón con la retícula. Las superficies de los zircones o de sus detectores que muestren irregularidades o imperfecciones como rayas de pulido o fracturas, se eliminan del conteo; no se deben contar trazas en esas áreas.

El caso del vidrio estándar, sólo se cuentan trazas en el detector externo.

-Después de los conteos se extrapola el número de trazas por retícula a un  $\text{cm}^2$  para obtener las densidades de trazas necesarias.

Para obtener resultados útiles y precisos se requiere realizar cuantificaciones y calibraciones cuidadosas.

## ZIRCONES DEL CERRO DE MERCADO

Para la elaboración de este trabajo se fecharon zircones de muestras recolectadas en la localidad del Cerro de Mercado, localizada al norte de la Cd. de Durango, Dgo. Sus coordenadas son 24°03'21.5" Latitud Norte y 104°40'07.2" Longitud Oeste (FIGURA 17).

### MARCO GEOLOGICO REGIONAL

Fisiográficamente El Cerro de Mercado forma parte de la Sierra Madre Occidental.

La Sierra Madre Occidental (SMO) es una extensa provincia volcánica emplazada durante el Cretácico y Terciario Temprano.

Los depósitos que configuran a la SMO son principalmente dos grandes secuencias de rocas ígneas calcoalcalinas y portadoras de ignimbritas (McDowell and Clabaugh, 1981).

Estas secuencias representan eventos magmáticos diferentes, el primero ocurrió entre los 100 y 45 millones de años (Ma) y el segundo entre los 34 y 18 Ma, estos eventos corresponden a las secuencias denominadas Complejo Volcánico Inferior y Super-Grupo Volcánico Superior, respectivamente. Entre estas dos secuencias magmáticas se encuentra una discorancia erosional.

Complejo Volcánico Inferior. Está constituido por tobas, lavas y aglomerados de composición andesítica o intermedia con intercalaciones de brecha riolítica, dacitas y riolitas. Esta

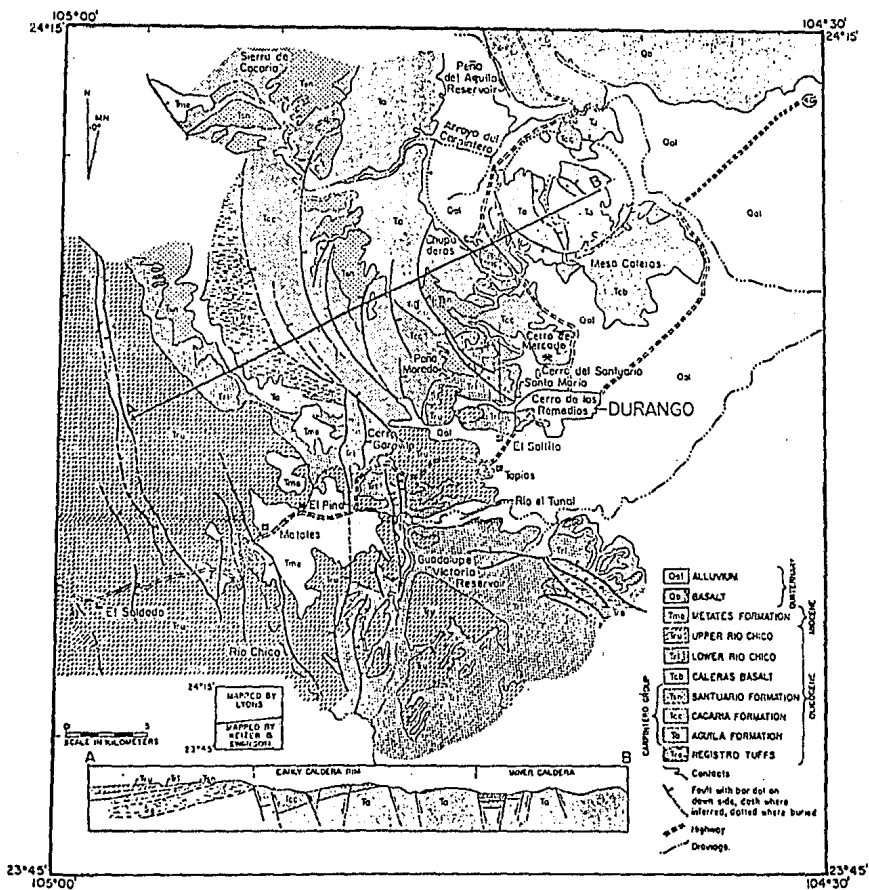


FIGURA 17. Plano de localización y geológico de la Caldera Chupaderos (Swanson, et al., 1978).



secuencia presenta pliegues de pequeña magnitud, fallamiento parcial y en algunas partes se encuentra intrusionada por cuerpos batolíticos de composición intermedia o por cuerpos tipo stock. Estas intrusiones provocaron las principales mineralizaciones epitermales de la SMO. En general su espesor varía de 1400 a 2000 metros.

**Super-Grupo Volcánico Superior.** Es una secuencia muy extensa, formada principalmente por ignimbritas riolíticas y riódacíticas originadas a partir de grandes y numerosas calderas. Estas extrusiones piroclásticas estuvieron acompañadas por pequeñas emanaciones de lava basáltica y raramente por rocas de composición intermedia. Las ignimbritas se depositaron en capas subhorizontales, presentan un fuerte a moderado grado de soldamiento, generalmente no están alteradas, su espesor varía de 600 a 1000 metros.

McDowell y Clabaugh (1981) consideran que el número de calderas que originó al Grupo Volcánico Superior es de 300 a 400 y sus diámetros pueden alcanzar los 30 y 40 kilómetros.

**Discontinuidad.** Entre los dos períodos magmáticos, existió un período de calma, el magmatismo cesó y después volvió a reactivarse.

Esta discontinuidad o interrupción del magmatismo entre los 45 y 34 Ma, se interpreta como una migración de dicho magmatismo hacia el interior del continente (Damon, et al., 1981).

## MARCO GEOLOGICO LOCAL

El Cerro de Mercado se localiza al norte de la Ciudad de Durango y corresponde a una elevación conspicua en las estribaciones de la Caldera Chupaderos.

En el Cerro de Mercado ocurre un yacimiento de hierro que forma parte de la secuencia de rocas volcánicas silíceas conocida como el Grupo Carpintero de la Caldera Chupaderos que corresponde a la secuencia volcánica superior de la SMO. El depósito de hierro fué formado por una variedad de procesos volcánicos subaéreos. Lyons (1988) le asigna un origen volcanogénico.

**Grupo Carpintero.** Descansa sobre la Toba Registro (unidad riolítica de flujo de cenizas que se desarrolló durante la etapa pre-caldera). Está constituido principalmente por tobas riolíticas, compuestas principalmente de fenocristales de sanidino, cuarzo, plagioclasas, horblendas y magnetita. Las Formaciones del Grupo Carpintero (FIGURA 18) están genéticamente relacionadas a la evolución de la Caldera Chupaderos y son: El Aguila, Cacarea y Santuario (Swanson, et al., 1978).

**Formación El Aguila.-** Corresponde a la parte inferior del Grupo Carpintero, está constituida por las tobas riolíticas hematíticas de flujo de cenizas de una primera gran erupción (fase inicial de la construcción de la Caldera Chupaderos). McDowell le asigna una edad de 30.8 Ma.

**Formación Cacaria.-** Descansa concordantemente sobre la Formación El Aguila, corresponde a la parte media del Grupo

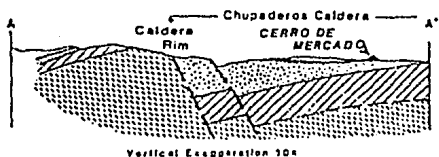


FIGURA 18. Plano geológico y sección al sureste de la Caldera Chupaderos (Lyons, 1988).

Carpintero. Cubre la fosa formada alrededor del domo central de la caldera (representa la fase de resurgencia de la caldera). Fué fechada por McDowell en 30.7 Ma.

Lyons (1988) subdivide a la Formación Cacaria en tres Miembros (FIGURA 19): Leona, Ferrífero Mercado y Tinaja.

Miembro Leona.- Consiste de tobas y extensos domos y flujos riolíticos.

Miembro Ferrífero Mercado.- Varias facies de este miembro se depositaron sobre el miembro Leona y sobre el domo resurgente de la Formación El Aguila. Las facies que pertenecen al depósito Cerro de Mercado son :

- Facies de Martita en capas y brechas de martita, con cristales octaedrales.

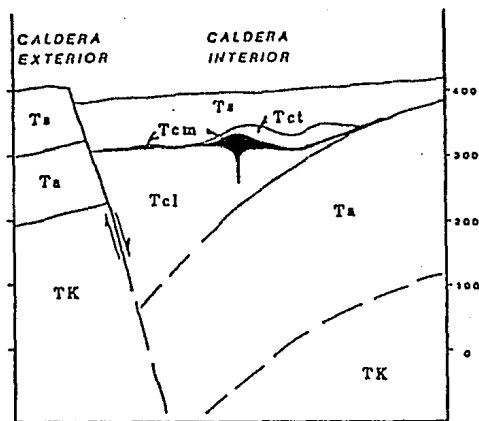
- Facies Arenosa de Magnetita.

- Facies de Cuarzolatita en bloques con una matriz arenosa de magnetita.

- Facies de mezcla de óxidos de fierro.

Miembro Tinaja.- Constituido principalmente por derrames y diques cuarzolatíticos emplazados durante las últimas etapas de la formación del Miembro Ferrífero Mercado. Ambos miembros precedieron la segunda gran erupción de tobas de la Formación Santuario.

Formación Santuario.- Sobreyace a la Formación Cacaria. Corresponde a la parte superior del Grupo Carpintero y está constituida por derrames cuarzolatíticos y tobas. En su base presenta



escala vertical en metros

GRUPO CARPINTERO	Ts		Formación Santuario
	F. Cacaria	Tct	Niembro Tinaja
		Tcm	Niembro Ferrifero Mercado
		Tcl	Niembro Leona
	Ta		Formación Aguilá
TK		Pre-Carpintero	

FIGURA 19. Sección esquemática de la Caldera Chupaderos y estratigrafía del Grupo Carpintero (Lyons, 1988).

fragmentos de óxidos de hierro. Esta Formación marca el fin de las etapas principales de construcción de la Caldera Chupaderos. McDowell le asigna una edad de 30.3 Ma.

Las edades de la Formación El Águila, Cacaria y Santuario que obtuvieron McDowell y Keizer (1977) por el método K/Ar, indican que el depósito de hierro fue emplazado hace aproximadamente 30 Ma.

Naeser y Fleischer (1975) reportan edades, en promedio, de 30 ma para apatitas y zircones del depósito de Cerro de Mercado por el método de trazas de fisión.

La comparación de las edades reportadas se observa en la Tabla IV.

Recientemente Valero y Treviño (1990) fecharon apatitas de Cerro de Mercado por el método de trazas de fisión y obtuvieron una edad de 30 Ma.

Labarthe y colaboradores (1988) reportan una edad de 23 ± 2 Ma (esta fecha se obtuvo por el método K/Ar para el Intrusivo Mercado, equivalente a los diques cuarzolíticos del Miembro Tinaja postulado por Lyons. Consideran el origen del yacimiento como un skarn asociado a un evento magmático intrusivo (Intrusivo Mercado). La edad reportada por los autores parece confirmar su hipótesis sobre un evento intrusivo posterior al depósito de las otras unidades volcánicas. Sin embargo la edad fue comunicada a los autores verbalmente, no se reportan datos experimentales de

ésta, y comparada con las otras fechas reportadas para la misma área hacen difícil juzgar su validez.

Debido a la falta de datos concluyentes para determinar cual de las dos hipótesis es la correcta, se optó por tomar muestras directas del Intrusivo Mercado y de las diferentes unidades descritas por los autores y obtener fechas de ellas.

Otra de las finalidades de esta tesis es fechar zircons del Intrusivo Mercado por el método de trazas de fisión y aportar datos que ayuden a reconsiderar si existió el evento que dió lugar al postulado intrusivo de 23 Ma (Labarthe y colaboradores, 1988).

Para realizar esta tesis se fecharon zircons de muestras directas recolectadas del Intrusivo Mercado.

TABLA IV. - Fechas de K/Ar y Trazas de Fisión del Grupo  
Carpintero, Caldera de Chupaderos, Durango, Dgo.

Unidad Volcánica	Muestra	E d a d e s   e n   M a			
		K/Ar (a)		Trazas de Fisión (b)	
		Individual	Promedio	Zircón	Apatita
Santuario	RK 6F	29.9 ±0.7		30.7 ±3.2	
Santuario	2-72-1F	30.6 ±0.9	30.3	28.9 ±2.5	
I. Cacaria	RK TF	36.5 ±1.7			
Cacaria	JLRDAP	30.7 ±0.7	30.7		
Mercado	D-585				31.8 ±6.2
Mercado	D-585				28.5 ±5.6
Agulla	RK 5F	30.5 ±0.7		31.2 ±3.2	
Agulla	RK 20F	31.0 ±0.7		30.4 ±2.7	
Agulla	KLPTF	31.4 ±0.7	30.8		
Registro	RK22F	31.4 ±0.7			
Registro	JLJEAF	32.1 ±1.9	31.8		

(a) McDowell and Keizer, 1977.

(b) Naeser and Fleischer, 1975.



## TRATAMIENTO Y RESULTADOS

Se realizaron diferentes y numerosas pruebas para calibrar el método del Detector Externo. Los procedimientos a seguir se describieron y discutieron en el capítulo IV "Metodología de Trabajo".

El tratamiento que se reporta a continuación, para la muestra IM-1, se llevó a cabo experimentando con diferentes materiales y equipos hasta obtener resultados óptimos.

Para realizar esta tesis se recolectaron aproximadamente 50 Kg de roca del tajo central de el Intrusivo Mercado (IM-1).

### Muestra IM-1

Se trituraron 12 Kg de la roca.

De un kilogramo de la roca triturada, después de tamizar, lavar y secar, se recuperaron 72 g de la fracción <60 y >150 mal-las. Esta cantidad no fué suficiente.

Se tamizaron, lavaron y secaron 3 Kg de roca triturada, se recuperaron 627 g de la fracción <60 y >150 mallas. Para separar la magnetita se utilizó un tubo Davis, que es un sistema por medio del cual se separan los minerales de acuerdo a su mag-netismo en condiciones húmedas. Se recuperaron 10 g de fracción no-magnética. De los líquidos pesados se recuperaron, aproximadamente, 3 g de fracción pesada del bromoformo, y sólo unos cuantos granos de minerales del diyodometano, de aquí quedaron unos 5 zircones.

Comentarios: El manejo de esta muestra, en las pruebas anteriores, fué difícil por diversas causas. El principal problema fué que se trabajaron, conjuntamente, tamaños diferentes de granos; ésto hace que la separación mineralógica sea poco eficiente y se pierda gran parte de la muestra. Se recomienda trabajar la muestra por tamaños, como se indicó anteriormente en el texto.

Nuevamente se tamizaron, lavaron y secaron 6.6 kg de roca triturada, se tuvo el cuidado de separar la muestra por tamaños (100, 150 y 200 mallas), recuperandose las siguientes cantidades:

No. de MALLA	CANTIDAD
<60 y >100	546.5 g
<100 y >150	265.0 g
<150 y >200	499.2 g

-----  
Total 1310.7g

Por tamaños se realizó la separación mineralógica, al final se obtuvieron concentrados de minerales pesados principalmente de zircones (85%). Se prosiguió a separar zircones con la ayuda de una aguja y un microscópio estereoscópico.

Se tomaron aproximadamente cincuenta zircones de cada tamaño para montarlos en teflón FEP. En total se montaron 9 muestras, 3 de cada tamaño.

Posteriormente se pulieron todas las muestras. Dos de las muestras, las de menor tamaño, se perdieron al momento de asen-

tarlas con el abrasivo del número 600. Por lo cual se recomienda asentar las muestras con abrasivo del número 1000.

Se grabó la muestra con los zircons de menor tamaño (<150 y >200 mallas), todos se desprendieron del teflón durante los primeros treinta minutos de grabado. Esto se debió a que no se podía controlar la temperatura, ésta se incrementaba demasiado.

Se continuó grabando una de las muestras con los zircons de tamaños <100 y >150 mallas. Primero se grabó durante una hora continua y posteriormente durante períodos de 20 a 30 minutos hasta completar 40 horas. Nunca se pudieron diferenciar las trazas en los zircons, y debido a que los tiempos de grabado a los que se sometió la muestra fueron muy largos, los zircons se sobregrabaron.

Nuevamente se grabó una muestra del mismo tamaño pero con períodos de tiempo más cortos, el primer período fué de 30 minutos los siguientes de 15 y 10 minutos. La muestra se sobregrabó cuando se completaron 6 horas de grabado.

Comentario: Es difícil mantener la temperatura requerida constantemente, por lo cual es necesario mantener el sistema termodinámico de grabado lo más cerrado posible. Se logró mantener la temperatura constante tapando el crisol con un vidrio de reloj y cubriendolos con un vaso de precipitados como se indicó en la FIGURA 12.

Se sometió al grabado una nueva muestra cuyos zircons tienen un tamaño <100 y >150 mallas. Se grabó durante 30 minutos,

después se revisó en un microscópio de aproximadamente 1560 aumentos, y no se observaron trazas. Se continuó grabando durante períodos de 15 minutos, al completar 2 horas y 30 minutos de grabado aparecen las trazas. En total, para observar claramente las trazas, la muestra se sometió a 3 horas de grabado a 210 °C en una solución eutéctica de 10 g de KOH + 7.2 g de NaOH.

Utilizando un microscópio de 125 aumentos se realizó un mapa de localización de los zircones, y con 1560 aumentos se realizó el conteo de trazas espontáneas en todos los zircones, haciendo referencia de los zircones que mostraron la cara paralela al eje cristalográfico "C". Para este conteo se utilizó una retícula de 10 x 10 divisiones con 0.00125 cm de lado.

#### **Muestra FCT.**

Esta muestra pertenece a los zircones estándar que se ocuparon. Los zircones son de la Fish Canyon Tuff, se les asigna una edad de 28.4 ± 0.7 Ma (Naeser, et al., 1981).

Los zircones se montaron, pulieron y se grabaron en una solución eutéctica de 7.2 g de NaOH + 10 g de KOH a 210 °C durante 2 horas y 15 minutos. Se contaron trazas espontáneas en todos los zircones utilizando la retícula empleada en la muestra IM-1. También se elaboró un mapa de localización de los zircones.

Las muestras IM-1 y FCT se prepararon para irradiarlas. Se utilizó como detector externo la muscovita Ruby de Brasil con

bajo contenido de uranio.

Las muestras se irradiaron en el reactor nuclear del ININ durante 5 minutos en el sitio denominado SINCA (Sistema de Irradiación Neumático para Cápsulas). Esto debido a que en ese momento era el mejor sitio estudiado. Los vidrios estándares no se pudieron incluir en esta irradiación, sin embargo se contaba con datos experimentales realizados simultáneamente para determinar el flujo de neutrones.

Se dejaron enfriar 7 días las muestras para poder manejarlas sin peligro de contaminación por la radiación.

Posteriormente se grabaron los detectores en una solución de ácido fluorhídrico al 10% durante 60 minutos, a temperatura ambiente. Después se lavaron perfectamente en una solución alcalina de agua con carbonato de calcio, para neutralizar al ácido y evitar que éste no dañe los objetivos del microscopio durante la observación.

Comentario: Después de numerosas pruebas se recomienda grabar las micas utilizadas como detector externo en una solución de ácido fluorhídrico al 48% durante 5 minutos, a temperatura ambiente.

Las muestras de zircones IM-1 y FCT, junto a su detector externo, se montaron en un portaobjetos limpio. Para realizar el conteo de trazas inducidas registradas en el detector externo, se utiliza la misma retícula con la que se realizó el conteo de trazas espontáneas.

Considerando áreas iguales, se determinaron las densidades de trazas espontáneas e inducidas de los zircones del Intrusivo Mercado y de los zircones estándar, también se determinó el parámetro " $\xi$ ". Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla V.

Con el parámetro " $\xi$ " determinado se evaluaron edades individuales de los zircones del Intrusivo Mercado y se obtuvo una edad promedio reportada en la Tabla VI.

Comentario: Las edades reportadas en esta tabla VI se refieren en el caso de la edad  $T_1$  a considerar únicamente a los zircones que muestran la cara paralela al eje cristalográfico "C" y por lo tanto esta edad es más confiable. La edad  $T_2$  se refiere a considerar además al zircón 5, cuya orientación no es segura, sin embargo, la morfología observada al microscopio parece indicar una orientación conforme al prisma tetragonal. Incluir este cristal, no causa que la edad reportada varíe significativamente, por lo que se incluye en la tabla a manera de dato comparativo.

Cabe aclarar que a medida que se continúe aplicando estas técnicas en el fechado de zircones se podrá mejorar la calidad del método, así como también se reducirá el rango de error.

**TABLA V. - Densidades de trazas (trazas/cm<sup>2</sup>) espontáneas  $\rho_s$  e inducidas  $\rho_i$  en los zircones de la Toba Fish Canyon, y el valor promedio del parámetro " $\xi$ " obtenido.**

Muestra/Zircón	$\rho_s$ (N.T.)	$\rho_i$ (N.T.)	" $\xi$ "
FCT / 5	1.51x10 <sup>6</sup> (52)	3.14x10 <sup>6</sup> (108)	5.92x10 <sup>7</sup>
FCT / 8	2.64x10 <sup>6</sup> (136)	2.83x10 <sup>6</sup> (146)	3.05x10 <sup>7</sup>
FCT / 11	2.53x10 <sup>6</sup> (87)	4.27x10 <sup>6</sup> (140)	4.80x10 <sup>7</sup>
FCT / 12	3.29x10 <sup>6</sup> (149)	4.06x10 <sup>6</sup> (184)	3.51x10 <sup>7</sup>
FCT / 16	1.93x10 <sup>6</sup> (305)	2.46x10 <sup>6</sup> (388)	3.63x10 <sup>7</sup>
			<b>"<math>\xi</math>" = 4.18x10<sup>7</sup></b>

**TABLA VI. - Densidades de trazas (trazas/cm<sup>2</sup>) espontáneas  $\rho_s$  e inducidas  $\rho_i$  en los zircones del Cerro de Mercado, y Edades promedio obtenidas.**

Muestra/Zircón	$\rho_s$ (N.T.)	$\rho_i$ (N.T.)	EDAD $\pm 1\sigma$ (Ma)
IH-1 / 1	4.3x10 <sup>5</sup> (49)	1.18x10 <sup>6</sup> (135)	
IH-1 / 2	9.55x10 <sup>5</sup> (103)	1.64x10 <sup>6</sup> (177)	
IH-1 / 12	1.31x10 <sup>6</sup> (49)	1.07x10 <sup>6</sup> (40)	$T_1 = 30.31 \pm 5.09$
IH-1 / 5	9.87x10 <sup>5</sup> (162)	1.57x10 <sup>6</sup> (257)	$T_2 = 29.28 \pm 4.42$

(N.T.) = Número de Trazas contadas.

## CONCLUSIONES

La metodología desarrollada en esta tesis para fechar zir-  
cones por trazas de fisión es el resultado de numerosas pruebas  
llevadas a cabo durante un largo tiempo. La perseverancia y la  
experiencia, no explicada en la bibliografía considerada, indica  
que se requiere de la práctica para que este método se aplique  
con mayor precisión y en menor tiempo. Es necesario indicar que  
el apoyo que brindan la instituciones oficiales a la perseveran-  
cia de ésta técnica de frontera y amplios horizontes, es muy im-  
portante.

La muestra IN-1 del Intrusivo Mercado, fechada por el método  
del detector externo, arroja una edad de  $30 \pm 5$  Ma. La concordan-  
cia de este resultado con los reportados en las publicaciones  
mencionadas, permite inferir que el método fué aplicado correc-  
tamente. Por lo tanto su reproducibilidad está garantizada.

El rango de error, se podrá minimizar en la medida que se  
continúe trabajando en el fechado de zircones, con el objeto de  
identificar y corregir la problemática en la preparación,  
irradiación, grabado y cuantificación.



La fecha de 23 Ma reportada por Labarthe y colaboradores (1988) no queda sustentada en vista de los resultados obtenidos, por lo que se infiere que existió una sola etapa de calentamiento sin perturbaciones posteriores.

Se han realizado fechamientos de los zircones de Cerro de Mercado por diferentes métodos y por varios autores, esto hace que se utilicen como estándares universales (Crowley, et al., 1989). El resultado obtenido en este trabajo se suma a esta serie de datos, y actualmente se cuenta con suficiente muestra para utilizarla como estándar en trabajos posteriores.

Una aplicación importante de ésta técnica que abre grandes horizontes en nuestro país, es el reciente desarrollo del método en los estudios de historias térmicas (Green, et al., 1989) de campos petroleros. Se necesita la interacción multidisciplinaria de la experiencia geológica del subsuelo y de los métodos nucleares en el análisis de los procesos de fisión y borrado de trazas en minerales, para la correcta explicación del fenómeno. Ambas condiciones se tienen en México, en la Facultad de Ingeniería de la U.N.A.M. y en la Gerencia de Investigación Aplicada del I.N.I.N. por lo cual es necesaria su continuación.

ESTA TESIS NO DEBE  
SALIR DE LA BIBLIOTECA

B I B L I O G R A F I A

- BIGAZZI, G., 1981; The Problem of the Decay Constant  $\lambda_f$  of <sup>238</sup>U. Nuclear Track, Vol. 5, Nos. 1/2, p. 35-44.
- BOYLE, R.W., 1982; Geochemical Prospecting for Thorium and Uranium Deposits. Elsevier Scientific Publishing Company.
- CROWLEY, K.D., NAESER, C.W. and NAESER, N.D., 1989; Fission-Track Analysis: Theory and Applications. A Short Course presented at the Geol. Soc. America Annual Meeting, St. Louis, Missouri.
- CHAVEZ AGUIRRE, J.M. y CHAVEZ AGUIRRE R., 1988; Geología de los Yacimientos de Uranio. DEPEFI, UNAM; México.
- DAMON, P.E., SHAFIQUILLAH, M. and CLARK, K.F., 1981; Age Trends of Igneous Activity in Relation to Metallogenesis in the Southern Cordillera. In Dickinson, W.R. and Payne, W.D. (Eds.), "Relations of Tectonics to Ore Deposits in the Southern Cordillera. Arizona Geological Society Digest, Volume XIV, p. 137-154.
- DANA, E.S., 1975; Tratado de Mineralogía. Cuarta edición, Compañía Editorial Continental, S.A., México,
- FAURE, GUNTER, 1986; Principles of Isotope Geology. Second edition, John Wiley & Sons, New York.
- FLEISCHER, R.L., PRICE, R.B. and WALKER, R.H., 1975; Nuclear Track in Solids, Principles and Applications. University of California Press.
- GLEADOW, A.J.W., HURFORD, A.J. and QUAIFE, R.D., 1976; Fission Track Dating of Zircon: Improved Etching Techniques. Earth and Planetary Science Letters, V. 33, p. 273-276.
- GREEN, P.F., DUDDY, I.R., GLEADOW, A.J.W. and LOVERING, J.F., 1989; Apatite Fission-Track Analysis as a Paleotemperature Indicator for Hydrocarbon Exploration, Chapter 5 in: CROWLEY, K.D., NAESER, C.W. and NAESER, N.D., 1989; Fission-Track Analysis: Theory and Applications. A Short Course presented at the Geol. Soc. America Annual Meeting, St. Louis, Missouri.
- HUTCHISON, C.S., 1974; Laboratory Handbook of Petrographic Techniques, Cap. 5 Mineral Separation. John Wiley & Sons, p.113.
- KRAUS, E.H., HUNT, W.F. and RAMSDALL, L.S., 1967; Mineralogía. Quinta Edición, Ediciones del Castillo, S.A., Mc Graw-Hill Book Company.

- LABARTHE-HERNANDEZ, G., TRISTAN-GONZALEZ, M. y AGUILLON-ROBLES, M., 1988; Análisis de la Mina Cerro del Mercado, Dgo. Geomimet, No. 150, p. 6-14.
- LYONS, J.I., 1988; Volcanogenic Iron Oxide Deposits, Cerro de Mercado and Vicinity, Durango, México. Economic Geology, Vol. 83, p. 1886-1906.
- MACDOUGALL, J.D., 1976; Fission Track Dating. Scientific American, Vol. 235, p. 114-122.
- MCDOWELL, F.W. AND CLABAUGH, H., 1981; The Igneous History of the Sierra Madre Occidental and its Relation to Tectonic Evolution of Western México. Revista del Instituto de Geología, UNAM, Vol. 5, Num. 2, p. 195-206.
- MCDOWELL, F.W. and CLABAUGH, S.E., 1979; Ignimbrites of the Sierra Madre Occidental and their Relation to the Tectonic History of Western México. In Ash-flow Tuffs. Edited by Charles E. Chaplin and Wolfaugh E. Elston, Geological Society America, special paper 180, p. 113-124.
- MCDOWELL, F.W. and KEIZER, R.P., 1977; Timing of Mid-Tertiary Volcanism in the Sierra Madre Occidental between Durango City and Mazatlán, México. Geological Society of America Bulletin, Vol. 88, p. 1479-1487.
- NAESER, C.W., 1976; Fission Track Dating. U.S. Geological Survey, Open File Report 76-190, p. 65.
- NAESER, C.W. and FLEISCHER, R.L., 1975; Age of the Apatite at Cerro de Mercado, Mexico: a Problem for Fission-Track Annealing Corrections. Geophysical Research Letters, Vol. 2, No. 2, p. 67-70.
- NAESER, C.W., ZIMMERMANN, R.A. and CEBULA, G.T., 1981; Fission-Track Dating of Apatite and Zircon: An Interlaboratory Comparison. Nuclear Track, Vol. 5, Nos. 1/2, p. 65-72.
- PONCE M., ANTONIO, 1980; El Reactor Triga Mark III del Centro Nuclear de México. Quinta Serie Divulgación, ININ.
- ROSE, A.W., HAWKES, H.E. and WEBB, J.S., 1979; Geochemistry in Mineral Exploration. Second Edition, Academic Press, London.
- STEARNS, R.L., 1974; Enfoque sobre la Física, "Física Atómica". C.E.C.S.A., México.
- SWANSON, A. E.R., KEIZER, R.P., LYONS J.I. and CLABAUGH, S.E., 1978; Tertiary Volcanism and Caldera Development Near Durango City, Sierra Madre Occidental, México. Geological Society of America Bulletin, Vol. 89, p. 1000-1012.

TORRES-RODRIGUEZ, V. y GONZALEZ-PARTIDA, E., 1989; Geoquímica Termodinámica. DEPTI, UNAM, México.

VALERO-REYES, A. Y TREVIÑO-MONTEMAYOR, A., 1990; Fechamiento de la Apatita del Cerro de Mercado y Calibraciones del Método de Huellas de Fisión. Tesis profesional, Fac. de Ingeniería, UNAM.

WHITE, H.E., 1985; Física Moderna. UTEHA, Vol. II.