

## TERMOCRONOLOGÍA K-Ar EN ILLITAS: ASPECTOS METODOLÓGICOS

Mantilla Figueroa, L. C.<sup>1</sup>

### RESUMEN

Las dataciones K-Ar en illitas son una herramienta importante para el estudio de cuencas sedimentarias, eventos hidrotermales y rocas metamórficas de bajo y muy bajo grado de temperatura. Las fracciones que mejor registran la historia termal de las rocas son aquellas de granulometrías entre 2.0-0.4 $\mu$ m, 0.4-0.2 $\mu$ m y <0.2 $\mu$ m, debido a que concentran mayoritariamente la illita neoformada. Un estudio preliminar de las rocas al SEM y el análisis de cada fracción mediante XRD, es fundamental en el momento de dar significado geológico a los datos isotópicos obtenidas.

**Palabras Clave:** Illitas, dataciones, K-Ar, cuencas sedimentarias, metamorfismo.

### ABSTRACT

The K-Ar dating methods on illites are an important tool for the study of sedimentary basins, hydrothermal events and low- and very low-grade metamorphic rocks. The granulometric fractions that better register the thermal history are those between 2.0-0.4 $\mu$ m, 0.4-0.2 $\mu$ m and <0.2 $\mu$ m, due its high concentration of newformed illites. A preliminary SEM study of the rocks, and the XRD analysis of each granulometric fraction is fundamental to interpretate the geological meaning of the obtained isotopic data.

**Keywords:** Illites, dating, K-Ar, sedimentary basin, metamorphism.

---

<sup>1</sup>Escuela de Geología, Universidad Industrial de Santander, A. A. 678 Bucaramanga  
Correo electrónico: lcmantil@uis.edu.co

## INTRODUCCION

El término 'illita' se utiliza de manera muy amplia para hacer alusión a un grupo de minerales que incluye una gran variedad de componentes de rocas y suelos de granulometría tamaño arcilla. Sin embargo, desde el punto de vista mineralógico, la illita es considerada un mineral tanto del grupo de las micas, como del grupo de las arcillas. Aunque también se incluye dentro del grupo de la hidromica: una variedad intermedia entre micas y arcillas (Hurlbut y Klein, 1992; Rieder *et al.*, 1998). A partir de la composición química y ordenamiento atómico, se considera como formula química promedio de la illita:  $(K, H_3O)(Al, Mg, Fe)_2(Si, Al)_4O_{10}[(OH)_2 \cdot H_2O]$  (Melgarejo, 1997).

El contenido de K en la illita, su presencia en rocas sedimentarias, ígneas (feldespatos illitizados) y metamórficas y la gran cantidad de estudios relacionados con el ambiente físico-químico de su formación, han contribuido a que este mineral en los últimos años haya cobrado un enorme interés, debido a su utilidad para datar eventos tectonotermiales relacionados con su formación.

En la actualidad Colombia no dispone de un laboratorio de geocronología, lo cual obliga a que estos estudios, por ahora, se tengan necesariamente que hacer en el exterior. No obstante, hay que tener en cuenta que el éxito de una datación en gran parte depende tanto del conocimiento mineralógico, petrográfico y químico del objeto a datar, como de la pureza de la muestra que se envía al laboratorio de geocronología. Este último aspecto depende del proceso de preparación y separación mineral.

El objetivo de este trabajo es dar a conocer aquellos aspectos metodológicos mínimos que hay que tener en cuenta para garantizar un buen conocimiento y una gran pureza de muestras de illitas. De igual manera se pretende señalar algunos aspectos fundamentales, relacionados con la interpretación de las edades K-Ar obtenidas y los campos de aplicación del método. Este trabajo no profundiza en el tema mineralógico y cristalquímico de las illitas e interestratificados, una mayor información sobre este aspecto se encuentra en la bibliografía de referencia.

## TERMOCRONOLOGÍA K-Ar EN ILLITAS: CONSIDERACIONES PREVIAS.

Un concepto muy importante en el campo de la geocronología es el denominado '*temperatura de bloqueo*' o '*temperatura de cierre del sistema*'. Este concepto fue definido por Dodson (1973), como la temperatura a la cual el sistema se bloquea o cierra, representando así un punto en el tiempo en el cual los productos hijos móviles llegan a ser completamente inmóviles (no escapan por difusión). Para el caso del K-Ar, esto quiere decir, que el  $^{40}Ar$  generado por la desintegración radioactiva del  $^{40}K$  no escapa del sistema (biotita, moscovita, etc.) a partir de ciertas temperaturas. En este sentido, cada sistema dependiendo de los isótopos padre-hijo involucrados, van a tener una temperatura de bloqueo característica (Ver TABLA 1). Por esta razón, resulta igualmente justo utilizar como sinónimo de geocronología el término termocronología.

La temperatura de bloqueo esta determinada por la energía de activación, el tamaño efectivo del grano y la velocidad de enfriamiento, siendo mayor cuando mayor es el tamaño del grano y mayor es la velocidad de enfriamiento (Dodson, 1973). Por ello, cabe esperar que los granos de diferente tamaño se cierren a diferentes temperaturas y por lo tanto muestras de distintos tamaños de un mismo mineral pueden resultar de diferente edad Cliff (1985).

El método K-Ar ha sido muy utilizado para la datación de rocas plutónicas (Stockwell, 1963; Baadgaard *et al.*, 1964; entre muchos otros) y metamórficas de grado medio y alto (Klistler *et al.*, 1965; Wager *et al.*, 1977; Harrison y Mc Dougall, 1980), pero su aplicación en el campo de estudio de rocas de más baja temperatura es relativamente escasa. No obstante, debemos señalar que los procesos de formación de illitas en rocas ígneas (illitización de feldespatos) y su presencia en cuencas sedimentarias y terrenos metamórficos de baja y muy baja temperatura abre en este sentido un gran campo de aplicación al método K-Ar. En estos dos últimos casos, la illita puede aparecer como mineral alóctono (heredado) o autóctono (neoforado durante la diagénesis, el metamorfismo o exhumación de las rocas).

**TABLA 1.** Valores de temperatura para algunos minerales importantes en geocronología (\* Tomado de Spear, 1995; \*\* Tomado de Cliff, 1985).

Mineral	Sistemática	T bloqueo (°C)
Granate*	U-Pb	>800
Circón*	U-Pb	>700
Allanita*	U-Pb	600-750
Monazita*	U-Pb	>700(530)
Titanita*	U-Pb	500-600
Moscovita**	Rb-Sr	500
Fengita**	Rb-Sr	500
Granate*	Sm-Nd	600
Hornblenda*	<sup>49</sup> Ar- <sup>39</sup> Ar	450-525
Moscovita*	<sup>49</sup> Ar- <sup>39</sup> Ar	325-375
Moscovita**	K-Ar	350
Biotita**	Rb-Sr	300
Biotita**	K-Ar	300
Biotita*	<sup>49</sup> Ar- <sup>39</sup> Ar	260-350
K- Feldespato*	<sup>49</sup> Ar- <sup>39</sup> Ar	125-350
<b>T de borrado de trazas<sup>1</sup></b>		
Titanita*	Trazas de Fisión (TF)	250
Circón*	TF	175-225
Apatitos*	(TF)	100-120

<sup>1</sup>En el caso de los métodos de datación mediante trazas de fisión, el término más apropiado es 'temperatura de borrado de trazas'. Por encima de estas temperaturas las trazas o rastros de las trayectorias de partículas nucleares en el mineral, producidas por la fisión espontánea de impurezas de U<sup>238</sup>, son borradas (Naeser *et al.*, 1989; Kamp *et al.*, 1996).

Como en cualquier trabajo geocronológico, una datación implica un buen conocimiento de las muestras. En este caso, resulta evidente que la aplicación del método K-Ar en illitas exige un estudio previo y detallado de las muestras con illitas y de las illitas en sí. Adicionalmente, es fundamental el proceso de separación y concentración, para que todo en conjunto permita interpretar correctamente las edades resultantes, en términos de su relación con su historia termal.

#### ESTUDIO Y SEPARACIÓN DE ILLITAS: ASPECTOS GENERALES.

Es evidente que la microscopía óptica resulta inapropiada para estudiar aquellos componentes de muestras con tamaño arcilla. Por esta razón, en aras de conocer con mayor detalle la petrografía de las muestras con illitas, se recomienda realizar exploraciones al SEM (microscopía electrónica de barrido, *scanning electron microscopy*) en

fragmentos orientados de muestras (chips). Esto, con el propósito de estudiar mínimamente: a) como se presenta la illita (rellenando poros, como constituyente principal de los dominios de cleavaje, etc.), b) cual es su tamaño, c) textura y, d) con cuantos eventos posibles se relaciona su formación.

Para disponer de un mejor conocimiento cristalógico (p. ej.: politipos de illita, química de los politipos), se recomienda hacer adicionalmente estudios de XRD (Difracción de Rayos X, *X-ray diffraction*) de las siguientes fracciones: <53µm; <20µm; <2.0µm; <0.4µm; <0.2µm. Las dos primeras fracciones se separan utilizando un tamiz de la granulometría de interés y según la Ley de Stokes (ver TABLA 2), respectivamente. Las restantes fracciones granulométricas se separan utilizando igualmente la Ley de Stokes (Krumbein y Sloss, 1963; Pettijohn, 1963; Folk, 1974; Boggs, 1987) o los métodos que más adelante se describen. Las fracciones que requieren mayor atención, son aquellas de granulometrías entre 2.0-0.4µm, 0.4-0.2µm y <0.2µm,

debido a que concentran mayoritariamente la illita y por consiguiente son las únicas que presentan interés para ser datadas.

Existen básicamente cuatro métodos (preparación de la muestra) para lograr que las illitas se separen de la muestra para luego ser concentradas. Estos métodos son: a) disgregación mecánica; b) disgregación por hidratación; c) disgregación criogénica y; d) trituración. Otros posibles métodos pueden derivarse de la mezcla de los anteriores. En cualquier caso, someter la muestra a baño de ultrasonido puede ser de gran utilidad para ayudar a la disgregación de la muestra.

Un requisito obligatorio antes de someter la muestra al rigor de la disgregación, es la eliminación previa de cualquier residuo de alteración supergénica que esta pueda tener.

A continuación se describe resumidamente lo que caracteriza a cada uno de los métodos mencionados.

En el caso de la disgregación mecánica, se recomienda martillar la muestra a mano muy suavemente, sobre un papel blanco limpio en una base metálica (yunque). El papel evita que se pierda parte del material disgregado, el cual posteriormente se vierte en un vaso precipitado con aproximadamente 1.5 litros de agua destilada, para ser sometido posteriormente a agitación mecánica.

En el caso de la disgregación por hidratación, simplemente se pone la muestra limpia en un recipiente con unos 1.5 litros de agua destilada y se deja hidratar durante varios días, dependiendo de las características de cada muestra. Este proceso permite una disgregación lenta de la muestra debido al reblandecimiento que va generando su hidratación. Este proceso puede resultar más efectivo, poniendo el vaso precipitado en un recipiente de baño de ultrasonidos o simplemente sometiendo su contenido a una agitación mecánica.

La disgregación criogénica (Liewig *et al.*, 1987), consiste en enfriar una muestra que ha sido previamente impregnada de agua destilada, para que el congelamiento de esta a una temperatura entorno a -10°C y su posterior calentamiento a temperatura

ambiente, repetidas veces, produzca un efecto similar a los procesos de meteorización física tipo gelifracción.

La disgregación por trituración consiste en machacar la roca con la ayuda de un molino para posteriormente pulverizarla en un mortero de ágata y luego verter el material en un vaso precipitado con 1.5 ltr. de agua destilada para ser agitado mecánicamente.

De todos los métodos de preparación de muestras antes citados, el menos recomendado es el relacionado con la disgregación mediante trituración, debido a que este método puede generar partículas muy finas durante la trituración y pulverización de la muestra, lo cual aumenta significativamente la proporción de contaminantes (p. ej. cuarzo).

Para fines de concentración de las illitas en las fracciones de mayor interés geocronológico antes mencionadas, existen básicamente tres métodos: a) simple decantación según la Ley de Stokes; b) centrifugación y; c) concentración con ayuda de papel filtro (Menbrafilter).

## ESTUDIO Y SEPARACIÓN DE ILLITAS: ASPECTOS ESPECÍFICOS

Considerando los aspectos antes mencionados, a continuación se resume un procedimiento sencillo para la preparación, separación, concentración y estudio de las fracciones de illitas, recolectadas con fines geocronológicos.

Una vez identificado el problema a estudiar mediante termocronología K-Ar, se seleccionan las muestras de interés (areniscas arcillosas; shales, margas, etc.) y se procede a disgregar la muestra para después eliminar los carbonatos y la materia orgánica en el caso que estas tengan, de lo contrario se continúa con los pasos señalados en el apartado '*Separación de las fracciones...*', descrito más adelante.

### *Eliminación de Carbonatos*

La eliminación de carbonatos se debe realizar teniendo presente que este proceso no debe producir

alteraciones en los minerales de la roca. Uno de los métodos que se suele utilizar es empleando HCl (Gault y Weiler, 1955; Ostrom, 1961), pero este procedimiento no es recomendable, debido a que puede atacar a los filosilicatos, entre ellos la illita. Por esta razón, se sugiere seguir el método propuesto por Jackson (1969) y resumido en Moor y Reynolds (1989).

Este método, enriquecido en algunos aspectos adicionales a los descritos en la bibliografía citada consiste básicamente en preparar una solución con 82 gr. de acetato sódico en 900 ml de agua destilada, al que se añaden 27 ml de acetato acético glacial y se ajusta el pH a un valor de 5 mediante la adición de hidróxido sódico o acetato acético. La solución se diluye a un litro de agua destilada (se debe obtener en total un litro de solución). Esta solución se vierte en un recipiente (vaso precipitado), donde esta la muestra previamente disgregada (300-500 gramos) siguiendo las recomendaciones antes señaladas. La muestra se debe agitar a temperatura ambiente hasta que no se observe efervescencia alguna. Luego, tapando el vaso, se pone en una estufa a baja temperatura (sin llegar a ebullición, preferiblemente no mayor a 80°C), durante al menos ½ hora. A continuación, la muestra es lavada repetidamente, siempre y durante todo el tratamiento con agua destilada, con el propósito de eliminar las sales formadas. Durante este proceso se debe tener en cuenta que la solución se elimina cuando no se observe una evidente presencia de material en suspensión, de lo contrario estaríamos eliminando las fracciones más finas e importantes. Para evitar esto, se recomienda dejar reposar la muestra mínimo 30 horas.

#### *Eliminación de la materia Orgánica*

Para la eliminación de la materia orgánica se recomienda poner en suspensión unos 150 gramos de muestra disgregada en 500 ml de agua destilada (tomar esto como una relación proporcional) y se añade 100 ml de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (al 30%- Perhydrol), para luego agitar la muestra durante una hora y/o someterla a ultrasonidos durante unos 15-20 minutos. De igual manera se puede someter la muestra a un baño-maría a 70°C, agitándola durante un tiempo no menor a 30 minutos. Luego de cesar la efervescencia, se procede a lavar la muestra

mediante sucesivas decantaciones, siguiendo el mismo procedimiento descrito anteriormente en la eliminación de carbonatos.

Para agilizar el proceso de lavado antes descrito, si se dispone de una centrifuga, se pone la suspensión a centrifugar durante una hora a 4500 r.p.m. Al final, el material que decanta en el fondo de los vasos de la centrífuga se agita con agua destilada, para así garantizar su lavado (eliminación de sales), y nuevamente se somete a centrifugación mínimo unas tres veces en total.

#### *Separación de las fracciones 2.0- 0.4µm, 0.4-0.2µm y <0.2µm.*

Una vez se ha eliminado la materia orgánica y los carbonatos, se agrega entre 300 y 500 gr de muestra a un litro de agua destilada y se somete a agitación mecánica durante 8 horas (intercalando 45 min. de agitación y 15 min. de reposo, regulando esto con un temporizador), luego de las cuales se deja reposar la muestra cerca de 8 horas (ver tiempo señalado en la TABLA 2) para extraer la fracción <2.0 µm. El tiempo de reposo necesario para extraer la fracción de interés esta determinado por la temperatura y la altura de la columna de agua (Ley de Stokes). Se recomienda repetir este proceso 4 ó 5 veces, para lograr con ello la extracción de al menos el 95% de dicha fracción. Aspecto importante, si se tiene en cuenta que los laboratorios de geocronología requieren un peso mínimo, preferible entorno a un gramo, de cada una de las fracciones granulométricas separadas por cada muestra.

La separación de la suspensión con las fracciones de interés, es posible según las siguientes dos formas:

- Utilizando una jeringa o una manguera, evitando la reagitación y por lo tanto la incorporación de partículas más gruesas que quedan en el fondo del vaso precipitado, se succiona la suspensión (agua destilada con las partículas del tamaño de interés en suspensión).
- Mediante la utilización de una centrifuga. En el caso de una centrífuga de un rotor con cuatro

vasos, cada uno con capacidad para 100 ml, se somete la suspensión que queda luego de las ocho horas de agitación a 1000 r.p.m. y durante 100 s (ó a 1500 r.p.m. durante 50 s). La suspensión que queda en cada vaso de la centrífuga, contiene la fracción  $<2\mu\text{m}$ .

Un control de tamaño de partículas mediante microscopía electrónica y de transmisión, demostró la similitud y por consiguiente la aplicación correcta de ambos métodos arriba citados (Barrenechea, 1993; Alonso-Azcarate, 1997; Barrenechea *et al.*, 1998).

Con una centrífuga de las características señaladas, los componentes de tamaño entre  $0.4-0.2\mu\text{m}$  y  $<0.2\mu\text{m}$ , se separan sometiendo la suspensión con la fracción  $<2\mu\text{m}$  a 5000 r.p.m. durante 10 min. y 3500 r.p.m. durante 5 min., respectivamente.

Debido a que las partículas con la granulometría de interés aun se encuentran en suspensión y se necesita concentrarlas, se recomienda evaporar el agua con ayuda de un horno (se recomienda no calentar la muestra más de  $80^{\circ}\text{C}$ ) o simplemente utilizando papel filtro. Este último, se puede utilizar incluso en reemplazo de la centrífuga desde un comienzo para separar las fracciones de interés.

TABLA 2. Tiempos de decantación para la extracción de las fracciones 2-20mm y  $<2\text{mm}$ , en función de la temperatura y de la altura de la columna de agua o suspensión (Tomado de Barrenechea, 1993).

Altura °C	2-20 $\mu\text{m}$		$<2\mu\text{m}$	
	10cm	20cm	10cm	20cm
	h min sec	h min sec	h min sec	h min sec
10	0. 06. 04	0. 12. 08	10. 06. 19	20. 12. 38
11	0. 05. 54	0. 11. 47	09. 49. 35	19. 39. 10
12	0. 05. 44	0. 11. 27	09. 32. 51	19. 05. 41
13	0. 05. 34	0. 11. 09	09. 17. 30	18. 34. 60
14	0. 05. 25	0. 10. 51	09. 02. 09	18. 04. 18
15	0. 05. 17	0. 10. 34	08. 48. 11	17. 36. 23
16	0. 05. 09	0. 10. 17	08. 34. 14	17. 08. 27
17	0. 05. 01	0. 10. 01	08. 21. 12	16. 42. 23
18	0. 04. 53	0. 09. 46	08. 08. 10	16. 16. 20
19	0. 04. 46	0. 09. 31	07. 56. 03	15. 52. 07
20	0. 04. 39	0. 09. 17	07. 44. 24	15. 28. 49
21	0. 04. 32	0. 09. 04	07. 33. 11	15. 06. 21
22	0. 04. 25	0. 08. 51	07. 22. 25	14. 44. 50
23	0. 04. 19	0. 08. 38	07. 12. 01	14. 24. 02
24	0. 04. 13	0. 08. 26	07. 02. 03	14. 04. 05
25	0. 04. 07	0. 08. 15	06. 52. 24	13. 44. 47
26	0. 04. 02	0. 08. 04	06. 43. 07	13. 26. 13
27	0. 03. 56	0. 07. 53	06. 34. 09	13. 08. 19
28	0. 03. 51	0. 07. 43	06. 25. 29	12. 50. 58
29	0. 03. 46	0. 07. 33	06. 17. 08	12. 34. 15
30	0. 03. 41	0. 07. 23	06. 09. 03	12. 18. 06
31	0. 03. 37	0. 07. 13	06. 01. 16	12. 02. 31
32	0. 03. 32	0. 07. 04	05. 53. 45	11. 47. 29
33	0. 03. 28	0. 06. 56	05. 46. 28	11. 32. 55
34	0. 03. 24	0. 06. 47	05. 39. 24	11. 18. 49

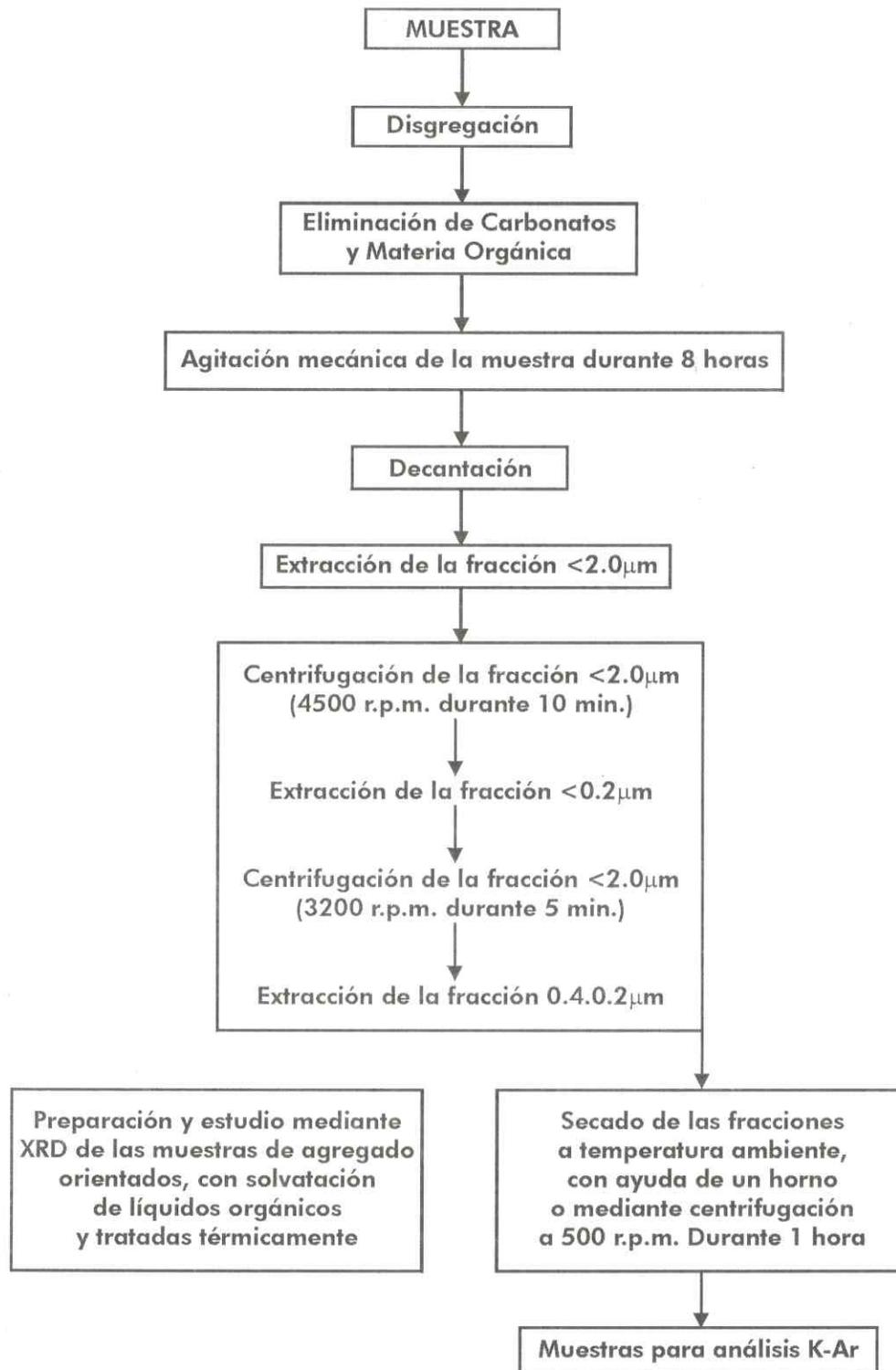


FIGURA 1. Diagrama de flujo mostrando el proceso de preparación de las muestras para análisis K/Ar y XRD.

### Estudio de las fracciones mediante XRD

Una vez separadas las suspensiones con las fracciones de interés, se debe estudiar cada una de ellas mediante XRD, con el propósito de identificar fundamentalmente las fases minerales presentes que puedan acompañar la illita, grado de pureza, cristalinidades, politipos y demás características. Para esto, se recomienda analizar la misma muestra en agregado orientado, sometida a solvatación con líquidos orgánicos (etilenglicolada) y tratada térmicamente (mayor detalle en Moor y Reynolds, 1989; Kisch, 1991; Grathoff y Moore, 2002; Ylagan *et al.*, 2002).

En síntesis, el procedimiento antes descrito se resume en el diagrama de flujo de la FIGURA 1

### OBTENCIÓN DE DATOS ISOTÓPICOS: TÉCNICAS ANALÍTICAS UTILIZADAS.

La ecuación para el cálculo de la edad K-Ar es:

$$t = 1/\lambda_{\text{total}} \cdot \ln[(^{40}\text{Ar} \cdot \lambda_{\text{total}} / ^{40}\text{K} \cdot \lambda_{\text{EC}}) + 1] \quad (1),$$

donde  $\lambda_{\text{total}}$ , es la suma de las constantes de desintegración  $\lambda_{\alpha}(\lambda_{\text{EC}})$  y  $\lambda_{\beta}$  ( $\lambda_{\alpha}$  = constante de desintegración del  $^{40}\text{K}$  en  $^{40}\text{Ar}$ ;  $\lambda_{\beta}$  = constante de desintegración del  $^{40}\text{K}$  en  $^{40}\text{Ca}$ );  $^{40}\text{Ar} = ^{40}\text{Ar}_{\text{total}} - 295.5$   $^{36}\text{Ar}$  y; los valores de las constantes, abajo indicados, aquellos recomendados por Steiger y Jäger (1977).

$$\lambda_{\alpha} = 5.81 \cdot 10^{-11} \text{ año}^{-1}$$

$$\lambda_{\beta} = 4.962 \cdot 10^{-10} \text{ año}^{-1}$$

$$^{40}\text{K} = 0.01167\%$$

$$^{36}\text{Ar}/^{38}\text{Ar} = 5.349206$$

$$^{40}\text{Ar}/^{38}\text{Ar} = 1.5809524 \cdot 10^3.$$

En este sentido, para calcular la edad con la ayuda de la fórmula (1), es suficiente medir las cantidades de Ar radiogénico y  $^{40}\text{K}$  del sistema de interés (mineral).

Aunque este procedimiento lo realiza el laboratorio de geocronología al cual hemos mandado las muestras, es importante señalar que el K se suele analizar por

duplicado en cada muestra mediante un fotómetro de llama, habiéndose atacado la muestra previamente en un microreactor de teflón con una mezcla ácida de HF+HNO<sub>3</sub> y HCl, y previa decantación de otros metaloides con carbonato amónico.

El Ar se analiza por dilución isotópica en un espectrómetro, utilizando la técnica 'en línea'. La extracción se hace mediante fusión en cápsula de molibdeno colocada en el interior de un sistema pirex con resguardo térmico asegurado por un tubo de cuarzo en un horno de inducción y, para la purificación se utilizan trampas criogénicas y hornos de Cu y Ti.

Para lograr un verdadero significado geológico del valor de edad que nos entrega el laboratorio de geocronología, es necesario que se cumpla una serie de condiciones (Galindo, 1989; Dickin, 1995), entre ellas:

- Que la composición isotópica del K presente un valor uniforme, de tal manera que una vez conocida la cantidad de K total, sea fácilmente posible calcular la cantidad de  $^{40}\text{K}$  existente en el sistema
- Que el  $^{40}\text{Ar}$  detectado en el sistema (mineral), sea exclusivamente de origen radiogénico y atmosférico, siendo este último eliminado mediante la corrección apropiada.
- Que el sistema haya permanecido cerrado tanto para el K como para el Ar, tras el evento geológico que se piensa datar
- Que ningún exceso de Ar haya sido introducido en el mineral, ya sea en el momento de su formación o en un evento termal subsecuente

### CONDICIONES Y CAMPOS DE APLICACIÓN DEL MÉTODO

El análisis de las fracciones más finas, tiene como objetivo evitar la presencia de Ar heredado, lo cual es muy común en las fracciones más gruesas. Las fracciones finas representan procesos de autigénesis (fracciones neoformadas) que debieron haber tenido lugar durante los eventos tectonotermales que afectaron la roca.

Bonhomme (1987) determinó que las fracciones de illitas  $<0.4 \mu\text{m}$  o más finas de ser posible, son las mejores para datar los eventos más jóvenes en una secuencia sedimentaria, siempre que esta presente cristalización o recristalización de los componentes arcillosos. Asimismo, su uso resulta de gran utilidad en terrenos con bajo grado de metamorfismo o en rocas afectadas por eventos hidrotermales (Adams *et al.* 1985, Liewing *et al.*, 1987; Dos Santos, 1988; Arkai y Balogh, 1989; Hamilton *et al.* 1989; Clauer *et al.*, 1992; Clauer *et al.* 1997; Meyer *et al.*, 2000; Arkai *et al.*, 2000).

Zhao *et al.* (1997), utilizando como base el estudio de la cristalinidad de las illitas y las edades obtenidas de estas mediante el método K-Ar, identifican dos etapas de diagénesis con neoformación de illita en la Cuenca de Ordos (China). Un aspecto importante que señalan los autores, es que la 'fiabilidad' de las edades K-Ar en rocas sedimentarias, depende en gran medida del grado de contaminación de las fracciones, lo que obliga a poner una gran atención al proceso de preparación y separación mineral.

Burley y Flisch (1989), realizaron dataciones K-Ar en illitas de tamaños  $0.5 \mu\text{m}$ , cubriendo distintas profundidades de muestreo de una secuencia sedimentaria; llegaron a la conclusión que las edades K-Ar más antiguas se derivan de las partes menos profundas de la secuencia y contrariamente, las edades más jóvenes se obtienen de las partes más profundas, incluyendo una mezcla de ambas edades en la zona intermedia. Esto, fue interpretado por los autores como producto de dos etapas de autigénesis de illitas. Las edades más antiguas reflejarían una autigénesis de illitas eogenética y las edades más jóvenes una autigénesis de illita mesogenética.

Otros estudios relacionados con dataciones K-Ar en illitas en cuencas sedimentarias, sugieren que para fines de interpretar las edades, se requiere de datos más detallados, como por ejemplo: identificar los politipos presentes; simular las reacciones de illitización mediante mecanismos de nucleación y crecimiento (Srodon *et al.*, 2002; Grathoff y Moore, 2002; Ylagan *et al.*, 2002).

En cuanto a las temperaturas de bloqueo en illitas para el sistema K-Ar, aunque es un campo aún muy discutido, según Adams *et al.* (1985), estas no serían

superiores a las de la moscovita ( $250^{\circ}\text{C}$ - $350^{\circ}\text{C}$ ) y posiblemente puedan llegar a ser considerablemente más bajas. No obstante, no debemos olvidar lo importante que resulta el estudio de las fracciones de illitas mediante XRD, SEM e incluso TEM (Microscopía electrónica de transmisión, *transmission electron microscopy*) cuando este sea posible, debido a que el conocimiento de su estructura (ordenamiento) nos podría ayudar a dar significado geológico a las edades obtenidas. En este sentido, según Hamilton *et al.* (1989), las illitas con estructura de ordenamiento inferior pueden tener temperaturas de bloqueo entorno a los  $150^{\circ}\text{C}$ .

Las dataciones K-Ar en illitas en cuencas sedimentarias son una herramienta geocronológica importante, que incluso en condiciones concretas de disponibilidad analítica, podrían ser mucho más eficaces que las dataciones mediante trazas de fisión en apatitos y/o en zircones. La eficacia radica en que además de obtener un dato sobre la edad de un proceso de autigénesis de illita (importante en cualquier estudio tendiente a caracterizar la historia termal de una cuenca), es posible paralelamente, controlar factores tan importantes como la cristalinidad de la illita y/o clorita, en el caso que este último mineral se presente incluso en pequeñas proporciones (debido a que no tiene K, este mineral no afecta el proceso de datación).

## CONCLUSIONES

La datación de illitas mediante el método K-Ar, se recomienda realizar utilizando tres fracciones distintas:  $2.0\text{-}0.4\mu\text{m}$ ,  $0.4\text{-}0.2\mu\text{m}$  y  $<0.2\mu\text{m}$ ., acompañando cada fracción con un estudio de XRD, previo análisis al SEM de un 'chip' o fragmento de roca, en aras de estudiar sus aspectos petrográficos y cristalocquímicos.

En terrenos afectados por eventos termal de muy baja temperatura, las fracción  $2.0\text{-}0.4\mu\text{m}$ , pueden resultar ser las menos sensibles, por lo tanto deben ser analizadas con cautela. Contrariamente, las fracciones  $0.4\text{-}0.2\mu\text{m}$  y  $<0.2\mu\text{m}$ , son las que mejor registran los eventos tectonotermal que hayan podido afectar una roca.

## AGRADECIMIENTOS

El autor expresa un profundo agradecimiento a los Doctores Cesar Casquet y Carmen Galindo, Directores del centro de Geocronología de la Universidad Complutense de Madrid (UCM), por sus valiosos aportes y orientaciones durante mi permanencia en esa institución.

Este trabajo fue posible, gracias al apoyo financiero que en su momento se tuvo por parte de la DGICYT y la Universidad Complutense de Madrid, a través de los proyectos PB88-0071 y PRI79/91-3469, respectivamente.

Agradezco igualmente a Mario García, Luis Cruz, Carlos Ríos y a un evaluador anónimo por enriquecer el documento con sus comentarios e indicaciones.

## REFERENCIAS

- Adams, C. J., Bishop, D. G., Gabites, J. E. (1985). Potassium-argon age studies of low-grade, progressively metamorphosed greywacke sequence, Dansey Pass, South Island, New Zealand. *J. geol. Soc. London*. Vol. 142. pp. 339-349.
- Alonso-Azcárate, J. (1997). Evolución de los filosilicatos y génesis de los yacimientos de piritita en la cuenca de Cameros: Su relación con las facies sedimentarias y el metamorfismo cretácico. La Rioja-Soria. Tesis doctoral. Univ. Complutense de Madrid. 544p.
- Arkai, P., Balogh, K. (1989). The age of metamorphism of the east alpine type basement, Little plain, W-Hungary: K-Ar dating of K-White micas from very low- and low-grade metamorphic rocks. *Acta Geologica Hungarica*. Vol. 32/1-2. pp. 131-147.
- Arkai, P., Berczi, M.A., Balogh, K. (2000). Alpine low-T prograde metamorphism in the post-Variscan basement of the Great Plain, Tisza Unit (Pannonian Basin, Hungary). *Acta Geologica Hungarica*, Vol. 43/1, pp. 43-63.
- Baadgaard, H., Cumming, G. L., Folinsbee, R. E., Godfrey, J. D. (1964). Limitations of radiometric dating. *Roy. Soc. Con. Spec. Publ.*, Vol. 8/20.
- Barrenechea, F. J. (1993). Evolución de la mineralogía de arcillas en el transito diagénesis-metamorfismo de bajo grado en el grupo Urbión (cretácico inferior) de la Cuenca de Cameros (Soria-La Rioja). Tesis Doctoral. UCM, 299p.
- Barrenechea, F. J., Rodas, Frey, M., Mas, J. R. (1998). Diagenesis and low-grade metamorphism in Tithonian-Berriasian sediments from the Cameros basin (NE Spain): Clay Mineral assemblages and crystallinity data). *Proceedings of the 2<sup>nd</sup> Mediterranean Clay Meeting*. Aveiro. Vol. 2, pp. 6-10.
- Boggs, S. Jr. (1987). *Principles of Sedimentology and Stratigraphy*. Merrill Publishing and A Bell and Howell Comp. Eds., 784p.
- Bonhomme, M. G. (1987). Type of sampling and comparison between K-Ar and Rb-Sr isotopic dating of fine fractions from sediments in attempt to date young diagenetic events. *Chemical Geology (Isotopic Geoscience Section)*, Vol. 65, pp. 209-222.
- Burley, S. D., Flisch, M. (1989). K-Ar geochronology and the timing of detrital I/S clay illitization and authigenic illite precipitation in the piper and tartan fields, Outer Moray Firth, U.K. North Sea. *Clay Minerals*, Vol. 24, pp. 285-315.
- Clauer, N., Cocker, J. D., Chaudhuri, S. (1992). Isotopic dating of diagenetic illites in reservoir sandstone: influence of the investigator effect. *SEPM (Society of sedimentary Geology)*, Spec. Publ., Vol. 47, pp. 5-12.
- Clauer, N., Srodon, J., Francu, J., Sucha, V. (1997). K-Ar dating of illite fundamental particles separated from illite-smectite. *Clay Minerals*, Vol. 32, pp. 181-196.
- Cliff, R. A. (1985). Isotopic dating in metamorphic belts. *J. Geol. Soc. London*, Vol. 142, pp. 97-110.
- Dickin, A. P. (1995). *Radiogenic isotope Geology*. Cambridge University Press. U.K., 490p.
- Dodson, M. H. (1973). Closure Temperature in Cooling Geochronological and Petrological Systems. *Contrib. Mineral. and Petrol.*, Vol. 40, pp. 259-274.
- Dos Santos, R. P. (1988). Datation K/Ar et Rb/Sr d'argiles de minéralisations et de diagenèse le long de la coté Est de l'Amérique de Sud. Implications géodynamiques. Ph. D. Thesis. L'Unuversite Joseph Fourier-Grenoble I.

- Folk, R. L. (1974). Petrology of sedimentary rocks. *Hemphill Publishing Company eds.* Austin, Texas, 184p.
- Galindo F. Ma del Carmen (1989). Petrología y Geocronología del Complejo Plutónico Taliga-Barcarrota (Badajoz). *Tesis Doctoral.* UCM, 378p.
- Gault, H. R., Weiler, K. A. (1955). Studies of carbonate rocks. III. Acetic acid for insoluble residues. *Pennsylvania Acad. Sci. Proc.*, Vol. 29, pp. 181-195.
- Grathoff, G. H., Moore, D. M. (2002). Characterization of the Waukesha Illite; a mixed-polytype illite in the Clay Mineral Society repository. *American Mineralogist*, Vol. 87/11-12, pp. 1557-1563.
- Hamilton, P. J., Kelley, S., Fallick, A. E. (1989). K-Ar dating of illite in hydrocarbon reservoirs. *Clay Minerals*, Vol. 24, pp. 215-231.
- Harrison, J. M., Mc Dougall, I. (1980). Investigation of an intrusive contact northwest Nelson, New Zealand. I. Thermal, Chronological and isotopic constraints. *Geochem. Cosmochim. Acta*, Vol. 44, pp. 1985-2004.
- Hurlbut, C. S. Jr., Klein, C. (1992). *Manual de Mineralogía de Dana*. Editorial Reverté, S.A., Tercera edición, 564p.
- Jackson, M. L. (1969). *Soil Chemical Analysis, advanced course*. Publicado por el Dept. of Soil Science, Univ. Of Wisconsin, Madison, Wisconsin. 53706, 498p.
- Kamp, P. J. J., Webster, K. S., Nathan, S. (1996). Thermal history analysis by integrated modelling of apatite fission track and vitrinite reflectance data: application to an inverted basin (Buller Coalfield, New Zealand). *Basin Research*, Vol. 8, pp. 383-402.
- Kisch, H.J. (1991). Illite crystallinity: recommendations on sample preparation, X-ray diffraction settings, and interlaboratory samples. *J. Metamorphic Geology*, Vol. 8, pp. 31-46.
- Klistler, R. W., Bateman, P. C., Brannock, W. W. (1965). Isotopic ages of the central Sierra Nevada and Inyo Mountains, California. *Geol. Soc. Am. Bull.* Vol. 76, pp. 155-163.
- Krumbein, W. C., Sloss, L. L. (1963). *Stratigraphy and Sedimentation*. Freeman and Company eds., 660p.
- Liewig, N., Clauer, N., Sommer, F. (1987). Rb-Sr and K-Ar dating of clay diagenesis in jurassic Sandstone Oil Reservoir, North Sea. *AAPG*. Vol. 71/12, pp. 1467-1474.
- Melgarejo, J-C. (1997). *Atlas de Asociaciones Minerales en Lámina Delgada*. Edic. Universidad de Barcelona, 1076p.
- Meyer, M., Brockamp, O., Clauer, N., Renk, A., Zuther, M. (2000). Further evidence for a Jurassic mineralizing event in Central Europe; K-Ar dating of hydrothermal alteration and fluid inclusion systematics in wall rocks of the Kaefersteige fluorite vein deposit in the northern Black Forest, Germany. *Mineralium Deposita*, Vol. 35/8, pp.754-761.
- Moor, D. M., Reynolds, R. C., Jr. (1989). X-ray diffraction and the identification and analysis of clay mineral. Oxford University Press, 332p.
- Naeser, N. D., Naeser, C. W., McCulloh, T. H. (1989). The application of fission-track dating to the depositional and thermal history of rocks in sedimentary basin, in Naeser, N. D., McCulloh, T. H., eds., *Thermal history of sedimentary basin-Methods and case histories*. New York, Springer-Verlag, pp. 157-180.
- Ostrom, M. E. (1961). Separation of clay minerals from carbonate rocks by wing acid. *J. Sediment. Petrol.*, Vol. 31, pp. 124-139.
- Pettijohn, F. J. (1963). Rocas sedimentarias. *Editorial universitaria de Buenos Aires*, 731p.
- Rieder, M., Cavazzini, G., D'Yakonov, Y., Frank-Kamenetskii, V., Gottardi, G., Guggenheim, S., Koval, P., Muller, G., Neiva, A., Radoslovich, E., Robert, J-L., Sassi, F., Takeda, H., Weiss, Z., Wones, D. (1998). Nomenclature of micas. *The Canadian Mineralogist*, Vol. 36, pp. 905-912.
- Spear, S. F. (1995). *Metamorphic Phase Equilibria and Pressure-Temperature-Time Paths*. Mineralogical Society of America Monograph, 799p.

Steiger, R. H., Jäger, E. (1977). Subcommittee on Geochronology: Convention on the use of decay constants in Geo- and Cosmochronology. *Earth and Planetary Science Letters*, Vol. 36, pp. 359-362.

Stockwell, C. H. (1963). Third report on structural provinces, orogenies and time-classification of rocks of the Canadian Precambrian shield. *Geol. Surv. Can. Paper*, Vol. 63/17, 125p.

Wager, G. A., Reimer, G. M., Jaeger, E. (1977). Cooling ages derived by apatite fission track, mica Rb-Sr and K-Ar dating: the uplift and cooling history of central Alps. *Mem. Insr. Geol. Min. Univ. Padova*. XXX, 28p.

Ylagan, R. F., Kim, C. S., Pevear, D. R., Vrolijk, P. J. (2002). Illite polytype quantification for accurate K-Ar age determination. *American Mineralogist*, Vol. 87/11-12, pp. 1536-1545.

Zhao, M-W., Ahrendt, H., Wemmer, K. (1997). K-Ar systematics of illite/smectite in argillaceous rocks from the Ordos basin, China. *Chemical Geology*, Vol. 136, pp. 153-169.

---

Trabajo recibido: diciembre 17 de 2002

Trabajo aceptado: marzo 26 de 2003