



UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS Y MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE GEOLOGÍA

EVALUACIÓN DEL MÉTODO $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ EN ROCAS VOLCÁNICAS CUATERNARIAS
<1Ma EN EL LABORATORIO DE GEOCRONOLOGÍA DEL SERNAGEOMIN

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE GEÓLOGA
ESPAÑA FERNANDA MADRIAZA PALMA

PROFESOR GUÍA:
LUIS LARA PULGAR

MIEMBROS DE LA COMISION:
DIEGO MORATA CÉSPEDES
KATJA DECKART

SANTIAGO DE CHILE

2018

**EVALUACIÓN DEL MÉTODO $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ EN ROCAS VOLCÁNICAS
CUATERNARIAS <1Ma EN EL LABORATORIO DE GEOCRONOLOGÍA DEL
SERNAGEOMIN**

Los laboratorios deben estar en constante control de calidad en cuanto a los resultados que entregan. Para garantizar esa calidad, se practican diversos métodos orientados a la certificación. Una de las estrategias, más importantes en buscar la mejora continua es la intercalibración, esto es, someter a comparación los resultados obtenidos simultáneamente en dos laboratorios. Este trabajo forma parte de un esfuerzo emprendido por SERNAGEOMIN y la Universidad de Wisconsin-Madison, particularmente en el ámbito de las rocas volcánicas cuaternarias, con el objetivo de identificar debilidades y promover soluciones que mejoren la calidad de los resultados.

La datación por el método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ busca disminuir el error de medición para rocas cuaternarias a través de instrumentos cada vez más sensibles y el control de parámetros que pueden incrementar la incertidumbre en la medición. Por ello, SERNAGEOMIN (Chile) adquirió un ThermofisherScientific Argus VI Static Vacuum Noble Gas Mass Spectrometer el año 2013, que complementa un espectrómetro MAP 215-50, mientras que WiscAr (Universidad de Wisconsin-Madison, EE.UU) trabaja con un Nu Instruments Noblesse 5-collector mass spectrometer desde 2010. Aunque se trata de equipos diferentes, existen varias partes del proceso que son comunes y por lo tanto la intercalibración entre ambos laboratorios es un proceso en desarrollo.

Durante el ejercicio con 10 muestras seleccionadas, se han identificado factores importantes para la precisión de las mediciones. Entre ellos se encuentra la preparación de muestras, la irradiación y los minerales monitores estándares, entre otros. Con el propósito de minimizar los errores de medición en rocas volcánicas cuaternarias, este estudio evalúa las condiciones en que se realizan las dataciones en el laboratorio de geocronología de SERNAGEOMIN y se definen las mejoras que puedan incorporarse. Se realiza análisis SEM de las muestras, análisis geoquímico, granulométrico y de vesicularidad, lavado de muestra, separación magnética y definición de la cantidad de material óptimo para análisis.

Entre las conclusiones más relevantes se establece la necesidad de implementar una nueva técnica de preparación de muestras, en donde disminuir el tamaño de grano a la fracción 250-180 μm , aplicar separación magnética y aumentar la cantidad de muestra permite disminuir el error de medición para muestras basálticas. Junto a lo anterior, se establece la necesidad de implementar la geoquímica y análisis SEM para la factibilidad de datación.

Agradecimientos

Inicialmente agradezco a los miembros de mi comisión, Dra. Katya Deckart, Dr. Diego Morata y en especial a mi profesor guía, Dr. Luis Lara por todo su apoyo en este proceso. En mismo lugar, agradezco los financiamientos de este trabajo otorgados por el Laboratorio del SERNAGEOMIN y el proyecto Fondecyt 1141303 de Luis Lara.

Es difícil escribir agradecimientos a todos los que ha sido parte de esta parte de mi vida. Principalmente debo agradecer a mi familia, la Poli y mi abuela quienes hicieron todo lo posible para hacer lo que soy y repetirme desde que tengo memoria que para mí no existen límites. A mi padrino quién sin su apoyo no habría podido entrar a la Universidad. A mi tío Yerko que sé que nos acompaña siempre y a mi hermana Isidora por recordarme constantemente la belleza de las cosas simples.

A mis amigos, los que conservo desde plan común y formamos los chopico; Alvin, Matrona, Miguel y Adrián. A Coni noni y Coni. A mi querida Danisa. A personas que fueron cercanas durante mi proceso como lo son Gustavo y Exequiel. Así como los que fueron cercanas desde mucho antes como Nicolás, Mauricio y mi Anita.

A los cercanos que hice durante mi proceso en geología y quienes no pensé iba a ser tan cercana como la Vale y la Nicha. También debo agradecer a los Geouxjdb por todas las chelas.

A Nicolás Hunneus por confiarme mi primer curso de Auxiliar y descubrir lo feliz que me hace enseñar y aprender otras disciplinas como lo es la meteorología.

A mis queridos Iván y Javivi, con los cuales destripamos el mundo y gozamos cada cafecito arreglando el mundo, carrete o instante en que nos vemos.

A las personas del Laboratorio las cuales me apoyaron durante mi proceso y en quienes veo algunos amigos: Eugenia, Javiera, Millarca, Sergio y Marco. Debo agradecer a Adán quién a pesar de las diferencias fue un apoyo para obtener mis resultados. A Brad Singer y Paola con quienes reuní muestras en terreno y me orientaron inicialmente.

Por último, al Oso mañoso, quién ha sido indispensable en incontables noches de estudio y compañía incondicional desde que entre a la Universidad.

Tabla de contenido

1	Introducción	11
1.1	Formulación del problema	11
1.2	Objetivos	13
1.2.1	Objetivo general	13
1.2.2	Objetivos específicos	13
1.3	Hipótesis de trabajo	13
1.4	Alcances	14
2	Marco teórico	15
2.1	Fundamentos del método K/Ar	15
2.2	Estado del arte $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$	19
2.2.4	Cantidad de material y tamaño para análisis	21
2.2.5	Interferencias	23
2.3	Aspectos técnicos del método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$	26
2.3.1	Factibilidad	26
2.3.2	Molienda y tamiz	27
2.3.3	Separación de Masa Fundamental	27
2.3.4	Montaje disco irradiación, irradiación y disco de fusión.	29
2.2.6	Medición de los distintos isótopos.....	31
2.3.5	Análisis y reporte.....	32
2.3.6	Plateau	32
2.4	Costos.....	33
2.5	Marco geológico	34
2.5.1	Complejo Volcánico Planchón Peteroa, Muestras PP	34
2.5.2	Volcán Lanín, Quinquilil, Pino santo y Cordillera El Mocho, Muestras LL	35
3	Método de trabajo.....	36
3.1	Muestras para evaluación del Método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, SERNAGEOMIN	36
3.2	Preparación de muestras en SERNAGEOMIN y WiscAr	39
3.3	Diferencias en los métodos de WiscAr y SERNAGEOMIN.....	40
3.4	Factibilidad de datación	40
3.4.1	SEM de pulido y de granos factibles	41
3.4.2	Química en pulido y granos factibles mediante SEM	41
3.4.3	Química Roca Total y fracción magnética	41
3.4.4	Cambio de malla, vesicularidad y lavado	42
3.5	Caracterización de heterogeneidad del procedimiento.	44
3.5.1	Análisis de separación magnética.....	45

3.6	Tamaño de muestra para análisis	46
3.7	Reproducibilidad de los datos y toma de muestra variable.....	47
4	Resultados	48
4.1	Muestras para evaluación del método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, SERNAGEOMIN.....	48
4.2	Preparación de muestras y Dataciones.....	48
4.3	Diferencias en los métodos de WiscAr y SERNAGEOMIN.....	57
4.4	Factibilidad de datación.	60
4.4.1	SEM de corte pulido	60
4.4.2	SEM de granos factibles	63
4.4.3	Química en pulido y granos factibles mediante SEM	69
4.4.4	Química Roca total y fracción magnética.....	70
4.4.5	Cambio de malla, vesicularidad y lavado de muestras.....	71
4.5	Caracterización de heterogeneidad del procedimiento	74
4.5.1	Análisis separación magnética	74
4.6	Tamaño de muestra para ARGUSVI	80
4.7	Reproducibilidad de los datos y toma de muestra variable.....	81
5	Discusión.....	82
5.1	Preparación de muestra y dataciones	82
5.1.1	Medición muestras PP según preparación WiscAr y SERNAGEOMIN	83
5.2	Diferencias en los métodos de WiscAr y SERNAGEOMIN.....	85
5.3	Factibilidad de datación	90
5.3.1	SEM de pulido, granos factibles y corte petrográfico	90
5.3.2	Química en pulido y granos factibles mediante SEM	94
5.3.3	Química roca total v/s fracción magnética	97
5.3.4	Cambio de malla, vesicularidad y lavado de muestras.....	98
5.4	Caracterización de heterogeneidad del procedimiento	100
5.4.1	Análisis de separación magnética.....	102
5.5	Tamaño de muestra para ARGUSVI	103
5.6	Reproducibilidad de los datos	106
6	Conclusiones	107
6.1	Datación y preparación de muestras	107
6.2	Diferencias en los métodos de WiscAr y SERNAGEOMIN.....	108
6.3	Factibilidad de datación	109
6.4	Caracterización heterogeneidad de procedimiento	110
6.5	Tamaño de muestra para ARGUSVI	111
6.6	Reproducibilidad de los datos.....	111

7	Recomendaciones para SERNAGEOMIN.....	112
8	Bibliografía.....	114
9	Anexos.....	117
9.1	Descripciones de corte transparente	117
9.2	Informes de factibilidad	127
9.3	Informe de química mediante fluorescencia.	129
9.4	Química estadística de pulido mediante SEM	130
9.5	Mapa discos de fusión.....	140
9.6	Análisis de separación magnética	142
9.6.1	Fracción 250-180 μm sin separación magnética	142
9.6.2	Fracción 250-180 μm magnética	145
9.6.3	Fracción 500-250 μm sin separación.....	148
9.7	Análisis estadístico de pasos de plateau en muestras PP	151
9.8	Isócronas Inversas.....	152

Índice de Figuras

Figura 3.1: Desintegración de ^{40}K en ^{40}Ca y ^{40}Ar (Mc Dougall y Harrison, 1999).	15
Figura 3.2. Esquema de desintegración de ^{40}K . (Beckinsale y Gale, (1969), Dalrymple <i>et al.</i> , (1969), Garner <i>et al.</i> , (1975), Faure, (1977)).....	16
Figura 3.3: Tamaño de muestra para edad y contenido de potasio. Reproducción del original (Turner, 1971).....	22
Figura 3.4: Reacciones por irradiación de neutrones que generan argón (Mc Dougall y Harrison, 1999).	23
Figura 3.5: Correlación entre J, flujo de neutrones y razones de K/Ca ((Mc Dougall y Harrison, 1999).	25
Figura 3.6: Esquema general de separador magnético y sus componentes principales, SERNAGEOMIN.	29
Figura 3.7: Disco de irradiación con muestras montadas y tamaño correspondiente, SERNAGEOMIN.	30
Figura 3.8: Disco de fusión de WiscAr y cubierta de bromuro de potasio correspondiente. ...	31
Figura 3.9: Extracto de Geología de complejo Planchón Peteroa (Naranjo <i>et al.</i> , 1999).....	34
Figura 4.1: Mapa regiones entre el Maule y Los Ríos de Chile con ubicación de las muestras para análisis.	37
Figura 4.2: Mapa ubicación de muestras PP, Complejo volcánico Planchón Peteroa, Chile...38	
Figura 4.3: Mapa Ubicación de muestras LL, Volcan Lanin, Quinquilil, Pio Santo y Cordillera el Mocho, Chile.	38
Figura 4.4: Esquema de flujo de evaluación para factibilidad.	44
Figura 4.5: Borde de grano y su conteo correspondiente según discriminación de IHS o RGB (escala de grises y colores de la imagen).....	46
Figura 5.1: Plateau LL071216-12.....	49
Figura 5.2: Plateau LL221016-1.....	50
Figura 5.3: Plateau LL071216-9.....	50
Figura 5.4: Plateau LL190517-1.....	51
Figura 5.5: Plateau LL071216-1.....	51
Figura 5.6: Plateau PP1705S y PP1705W	52
Figura 5.7: Plateau PP1716S y PP1716W	53
Figura 5.8: Plateau PP1723S y PP17123W	54
Figura 5.9: Plateau PP1725S y PP17125W	55
Figura 5.10: Plateau PP1727S y PP17127W	56
Figura 5.11: Imágenes SEM. a) BSE y b) SE de muestra LL071216-12.....	60
Figura 5.12: Imágenes SEM. a) BSE y b) SE de muestra LL221016-1.....	61
Figura 5.13: Imágenes SEM. a) BSE y b) SE de muestra LL071216-9.....	61
Figura 5.14: Imágenes SEM. a) BSE y b) SE de muestra LL190517-1.....	62
Figura 5.15: Imágenes SEM. a) BSE y b) SE de muestra LL071216-1.....	62
Figura 5.16: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra LL071216-12.	63
Figura 5.17: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) Zoom de un grano representativos de la muestra LL221016-1.	64
Figura 5.18: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra LL071216-9	64
Figura 5.19: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra LL190517-1.	65

Figura 5.20: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra LL071216-1.	65
Figura 5.21: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra PP1705.	66
Figura 5.22: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra PP17016.	66
Figura 5.23: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra PP17023.	67
Figura 5.24: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra PP17025.	67
Figura 5.25: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra PP17027.	68
Figura 5.26: Imágenes SEM de muestra LL071216-12 en malla 500-250µm. a) Imagen BSE, b) Imagen SE. Cada uno con zoom respectivo.	71
Figura 5.27: Imágenes SEM de muestra LL071216-12 en fracción 250-180 µm. a) vista general de la muestra y b) zoom de un grano.	72
Figura 5.28: Imágenes SEM de muestra PP1705 (no lavada) en malla 35-60. a) Imagen BSE, b) Imagen SE.	72
Figura 5.29: Imágenes SEM de muestra PP1705 (lavada) en malla 60-80. a) Imagen BSE, b) Imagen SE.	73
Figura 5.30: a) Histograma y b) Estadística descriptiva de muestra LL071216-1 para las distintas mallas y separaciones.	75
Figura 5.31: a) Histograma y b) Estadística descriptiva de muestra LL071216-9 para las distintas mallas y separaciones.	76
Figura 5.32: a) Histograma y b) Estadística descriptiva de muestra LL071216-12 para las distintas mallas y separaciones.	77
Figura 5.33: a) Histograma y b) Estadística descriptiva de muestra LL190517-1 para las distintas mallas y separaciones.	78
Figura 5.34: a) Histograma y b) Estadística descriptiva de muestra LL221016-1 para las distintas mallas y separaciones.	79
Figura 5.35: Tamaño de muestra para condiciones actuales de ARGUSVI.	80
Figura 6.1: Esquema de etapas en SERNAGEOMIN y análisis de aspectos.	89
Figura 6.2: Imágenes; SEM de pulido (a), SEM de granos (b) y corte petrográfico(c) de las muestras LL.	92
Figura 6.3: Imágenes; Corte petrográfico nicoles cruzados(a), SEM de granos (b) acercamiento de grano (c) de las muestras PP.	93
Figura 6.4: Química de muestras LL. En rojo química de granos factibles. En verde química de pulido.	95
Figura 6.5: Química de potasio y Calcio de muestras PP. En rojo potasio y verde calcio.	96
Figura 6.6: Química roca total versus química de fracción magnética. Muestras LL.	98
Figura 6.7: Diagrama de caja de muestras LL para análisis de tamaño de grano.	101
Figura 6.8: Propuesta de cantidad de material para muestras entre 1ka y 1Ma de ARGUSVI.	104
Figura 6.9: Isolíneas de actual señal de ARGUSVI con dataciones de estudio.	105
Figura 6.10: Edad de PP1725 y PP1723 según ambas metodologías de preparación de muestras.	106
Figura 10.1 Corte pulido con ubicación de Spectrum(punto) para estadística de muestra LL221016-1.	130

Figura 10.2: Esquema de corte pulido con ubicación de Spectrum(punto) para estadística. .	131
Figura 10.3: Esquema de corte pulido con ubicación de Spectrum (punto) para estadística.	132
Figura 10.4: Esquema de corte pulido con ubicación de Spectrum (punto) para estadística.	133
Figura 10.5: Esquema de corte pulido con ubicación de Spectrum (punto) para estadística.	134
Figura 10.6: Esquema de granos con ubicación de Spectrum para estadística.....	135
Figura 10.7: Esquema de granos con ubicación de Spectrum para estadística.....	136
Figura 10.8: Esquema de granos con ubicación de Spectrum para estadística.....	137
Figura 10.9: Esquema de granos con ubicación de Spectrum para estadística.....	138
Figura 10.10: Esquema de granos con ubicación de Spectrum para estadística.....	139

Índice de Tablas

Tabla 3.1: Abundancia natural de los isótopos de K (Garner <i>et al</i> , 1975).	15
Tabla 3.2: Constantes de desintegración para ⁴⁰ K (Beckinsale y Gale, (1969), Steiger y Jäger, (1977)).	17
Tabla 3.3: Edades obtenidas de los últimos años para el estándar FCTs.	20
Tabla 3.4: Edades obtenidas de los últimos años para el estándar ACRs.	20
Tabla 3.5: Parámetros de interferencia para razones de isótopos. Donde se muestra a referencia de valores esperados y valores medidos en el Laboratorio de Geocronología de SERNAGEOMIN (In house)de ARGUSVI.	24
Tabla 3.6: Tamices y tamaños de grano correspondientes, SERNAGEOMIN.	27
Tabla 3.7: Copas Faraday y CDD del equipo ARGUSVI de SERNAGEOMIN.	32
Tabla 3.8: Unidades de muestras PP. Unidad, composición y edad corresponde a extracto de Naranjo <i>et al.</i> , 1999.	35
Tabla 3.9: Unidades de muestras LL. Unidad, composición y edad corresponde a extracto de Moreno y Lara (2006), Lara y Moreno (2004).	35
Tabla 4.1: Muestras para realizar evaluación.	36
Tabla 4.2: Preparaciones para evaluación del método.	39
Tabla 4.3: Muestras y distintos análisis para estudiar la factibilidad de datación. (*) Corresponde a estudio de vesicularidad y proporción de fenocristales por cambio de malla, (**) corresponde a lavado químico y proporción de fenocristales por cambio de malla. (***) Corresponde a los resultados de química del laboratorio ACME (Bureau Veritas Commodities, Canadá).	43
Tabla 5.1: Dataciones de muestras PP y LL mediante plateau e isócrona.	48
Tabla 5.2: Diferencias en procedimientos de laboratorios de SERNAGEOMIN y WiscAr.	59
Tabla 5.3: Resultados de análisis SEM por puntos y mapa de muestras LL.....	69
Tabla 5.4: Resultados de análisis SEM dado por puntos estadísticos de muestras PP.....	69
Tabla 5.5: Resultados análisis de Químico de SERNAGEOMIN.....	70
Tabla 5.6: Resultados análisis químico para muestras LL en Mineral laboratories.....	70
Tabla 5.7: Gramaje en comparación a conteo de grano.	74
Tabla 5.8: Análisis de separación magnética en muestras LL. alores corresponden a eficiencia [0,1].	75
Tabla 5.9: Resultado datación para misma unidad; Muestra PP1725 y PP1723.....	81
Tabla 6.1: Valores de razón de K/Ca para muestras LL en valores de SEM de granos y pulido para muestras LL.	96
Tabla 6.2: Valores de razón de K/Ca para muestras PP. (resultados fracción magnética).....	97
Tabla 10.1: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum de la muestra LL221016-1.....	130

Tabla 10.2 Mapa de composición (barrido de área).....	130
Tabla 10.3: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.....	131
Tabla 10.4: Mapa de composición (barrido de área).....	131
Tabla 10.5Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.....	132
Tabla 10.6: Mapa de composición (barrido de área).....	132
Tabla 10.7: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.....	133
Tabla 10.8: Mapa de composición (barrido de área).....	133
Tabla 10.9: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.....	134
Tabla 10.10: Mapa de composición (barrido de área).....	134
Tabla 10.11: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.....	135
Tabla 10.12: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.....	136
Tabla 10.13: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.....	137
Tabla 10.14: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.....	138
Tabla 10.15: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.....	139

1 Introducción

1.1 Formulación del problema

Determinar la cronología de los eventos geológicos permite resolver, entre otros, problemas asociados a la cronología o evolución de magmas, ocurrencia de franjas metalogénicas, diferenciación de eventos geológicos de deformación o eventos de sedimentación. En la búsqueda de formas de resolver esta necesidad, la Geología cuenta con métodos de geocronología relativa y absoluta y este trabajo se refiere a uno de los métodos de datación disponibles para esta última.

Las edades absolutas, con sus errores asociados, se obtienen a través de un conjunto de técnicas que permiten obtener un valor numérico concreto y preciso de un material, con el cual se puede determinar la edad de un evento geológico. Una de las variantes de la geocronología absoluta corresponde a los métodos radiométricos, los cuales están basados en la radioactividad producida por la desintegración de nucleidos químicos inestables que se transforman en otros nucleidos más estables. El ritmo al cual estos se desintegran puede ser medido, lo cual corresponde a la vida media de un nucleido. Y en base a la cantidad de elementos ‘padres e hijos’ puede determinarse la edad de una muestra.

Dentro de los distintos métodos radiométricos se encuentran el método ^{14}C el cual detecta carbono en muestras de hasta 70000 años; las series U-Th-Pb que son precisas para edades superiores a 30 Ma en rocas con presencia de uranio; el Berilio 10 para rocas volcánicas y sedimentarias con un rango de 15 Ma a miles de Ma; el método del tritio para hielo o masas de agua; el Sm-Nd, que es ideal para rocas muy antiguas por la lenta desintegración del samario. Por último, el método potasio-argón, que es uno de los más comunes por la abundancia del potasio en la naturaleza y además por ser el primer método que pudo medir un rango de edad de millones de años (Mc Dougall y Harrison, 1999). Una variante del método de potasio-argón es el método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, el cual sirve hoy en día de igual manera para rocas antiguas y jóvenes (para el presente estudio se consideran jóvenes aquellas menores a 1Ma).

La datación por el método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ busca a través de la irradiación de una muestra, hacer que el contenido de ^{39}K se desintegre a ^{39}Ar . Esto con el fin de disminuir los errores de medición de la edad en comparación al método tradicional de K/Ar. Posterior a esta nueva técnica, surge la necesidad de reducir aún más el error de las mediciones en las dataciones. Varios autores han planteado factores importantes para la precisión de las mediciones. Entre ellos está la preparación de muestras, la irradiación junto a los minerales monitores estándares (lo cuales sirven para calibrar el flujo de neutrones de las condiciones de irradiación), la espectrometría de masa y la condición de reproductibilidad de los datos adquiridos. Estos factores son esenciales para la precisión

de la edad de $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ en muestras jóvenes (ej., Renne *et al.*, (1997), Hora *et al.*, (2007), Singer *et al.*, (2008)).

En Chile el método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ tiene un alto potencial de demanda asociado al margen continental activo, el cual genera un volcanismo de diferentes edades, siendo particularmente abundantes las rocas volcánicas cuaternarias. En este último caso, la necesidad de una alta precisión en la edad de emplazamiento (enfriamiento) de una roca, sumado muchas veces a la ausencia de fases minerales ricas en K, determina el uso de masa fundamental en la datación, la cual proporciona una edad más cercana a la cristalización final de la roca y no solo un promedio entre la formación de minerales y edad de enfriamiento como haría la datación de roca total.

En Chile, esta técnica es llevada a cabo en la unidad de geocronología del laboratorio del SERNAGEOMIN, el cual con el fin de actualizar los procedimientos del método, ha establecido los vínculos para trabajar en un ejercicio de intercalibración con el laboratorio de geocronología de la Universidad de Wisconsin-Madison, EE.UU. (llamado también WiscAr) (Madison University of Wisconsin, 2018). En ambos laboratorios se trabaja la técnica con distintos equipos y protocolos de los cuales se evaluarán los adecuados para implementar en Chile.

En cuanto a los equipos de medición, SERNAGEOMIN incorpora un ThermofisherScientific Argus VI Static Vacuum Noble Gas Mass Spectrometer en 2013, mientras que WiscAr trabaja con un Nu Instruments Noblesse 5-collector mass spectrometer desde 2010. Junto a ello, la irradiación de SERNAGEOMIN se realiza en el reactor de la CECHEN y WiscAr utiliza el reactor de Oregon. Además, ambos tienen protocolos distintos de preparación de muestras y tiempos distintos de irradiación.

Para poder evidenciar las variables involucradas en el método de datación y establecer las diferencias metodológicas, se ha estructurado el procedimiento en: factibilidad de datación, preparación de muestra (molienda, tamizaje y separación de masa fundamental), montaje y medición. Dentro de estas etapas se evaluarán variables como el tamaño de grano, forma de separación de grano (masa fundamental), requerimientos mínimos para factibilidad de datación, entre otros. Para ello, se realiza un levantamiento de los procedimientos involucrados en ambos laboratorios para visualizar las diferencias e introducir los fundamentos teóricos pertinentes y de esta manera justificar las mejoras propuestas a implementar. Asimismo, se busca también cuantificar experimentalmente algunas de las variables a considerar en la fase de factibilidad de datación, preparación de muestras y montaje.

Las muestras para evaluar con todo el procedimiento corresponden a basaltos cuaternarios de distintos complejos volcánicos chilenos, las cuales han sido seleccionadas por su contenido de potasio limitado para el método, así como también un alto contenido de calcio, el cual genera interferencias considerables en la medición de muestras jóvenes y puede limitar la factibilidad de datación.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo general

Evaluar las condiciones en que se realiza la factibilidad, preparación de muestra, montaje y medición para las dataciones radiométricas por el método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ en rocas inferior a 1 Ma en el laboratorio de geocronología de SERNAGEOMIN y definir las posibles mejoras que se puedan introducir, en el contexto de un ejercicio de intercalibración con el laboratorio geocronológico de WiscAr de la Universidad de Wisconsin-Madison, EE.UU.

1.2.2 Objetivos específicos

- Determinar diferencias en los métodos/procedimientos que aplican los laboratorios.
- Construir una línea base analítica con basaltos seleccionados que serán procesados con ambos protocolos de preparación de muestra.
- Aislar las diferencias que podrían incidir en la calidad de los resultados y proponer ajustes en base a evaluaciones correspondientes.

1.3 Hipótesis de trabajo

Describir la línea de procedimientos del Laboratorio de Geocronología del SERNAGEOMIN para el método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ en rocas < 1 Ma, permite identificar posibles mejoras a implementar en base a fundamentos teóricos del método.

En el contexto de trabajo de intercalibración, describir los procedimientos de ambos laboratorios para las etapas de factibilidad, preparación de muestra, montaje y medición, permite identificar las diferencias de ambos laboratorios. Por lo tanto, se podrían definir mejoras a implementar para la metodología del Laboratorio de Geocronología del SERNAGEOMIN. Esto, asumiendo que la metodología actual de SERNAGEOMIN puede tener ciertos procedimientos no adecuados para llegar a los resultados alcanzados por WiscAr.

Al definir las variables críticas, se podría implementar experimentos que cuantifiquen cuál de ellas optimiza los recursos y además garantiza una mejor calidad del material que se prepara para analizar.

1.4 Alcances

El laboratorio de WiscAr emplea una metodología utilizada por varios laboratorios de geocronología (por ejemplo el USGS; Universidad de Melbourne, Australia; Argon Geochronology Lab, Oregon State University), para el método datación radiométrica $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. Estos laboratorios emplean un equipo de medición ARGUSVI a diferencia de WiscAr que utiliza desde 2010 un equipo de medición Noblesse ('Noblesse 5-collector mass spectrometer'). A pesar de que los equipos de ambos laboratorios son distintos, la preparación de muestra influye de la misma manera en los resultados de ambos equipos.

Para evaluar el método de datación se dispone a seguir toda la línea de procedimientos del laboratorio con un conjunto de muestras factibles y otras que sean críticas para la eficacia del método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ del laboratorio de SERNAGEOMIN. Las muestras consisten en lavas cuaternarias, para las cuales se evaluará la datación de masa fundamental con el fin de obtener la edad de enfriamiento más precisa en comparación a la datación de roca total para rocas jóvenes. La línea de procedimientos del laboratorio de geocronología de SERNAGEOMIN se ha sub-clasificado en: Informe de factibilidad de datación, selección de masa fundamental, irradiación, montaje y medición. Así como también, para efectos de comparación y evaluación, se considera la recopilación de los procedimientos de WiscAr con tal de hacer la comparación.

En este trabajo se considerarán las dos metodologías evaluadas de manera independiente, es decir, no se tomará en consideración permutar variables como tamaño de grano y método de separación entre ambas metodologías. Por lo tanto, el resultado final será la suma de todos los elementos que componen la preparación de muestras de ambos laboratorios aplicado al ARGUSVI del Laboratorio de Geocronología de SERNAGEOMIN. Quedará propuesto para trabajos posteriores la incorporación de estas variables bajo el análisis con el equipo Noblesse de WiscAr.

La naturaleza de las muestras corresponde a rocas básicas/intermedias con un bajo contenido de potasio y alto en calcio, lo cual significa estudiar casos críticos para el método; primero el bajo contenido en potasio significa un bajo contenido en el argón radiogénico para realizar la datación. Además, el alto contenido en calcio genera una interferencia en la medición, lo cual aumenta el error de medición. Este trabajo busca disminuir el error de medición de este tipo de muestras, y por ende de todas las muestras a analizar en el laboratorio.

2 Marco teórico

2.1 Fundamentos del método K/Ar

El método K/Ar está basado en la desintegración natural del isótopo ^{40}K a ^{40}Ar , proceso que tiene una vida media de 1250 Ma. La medición de la desintegración sumada al contenido de potasio de la muestra permite determinar la edad de la muestra.

Para comprender el método es necesario entender primero la naturaleza de los isótopos involucrados. El potasio de forma natural existe en 3 isótopos (^{39}K , ^{40}K y ^{41}K), los cuales poseen distintas abundancias en la naturaleza como se muestra en la Tabla 2.1. El ^{40}K se desintegra a dos isótopos mediante dos mecanismos; la desintegración β^- en ^{40}Ca y por captura electrónica en ^{40}Ar . Esto ocurre en distintas proporciones; el 89,5% del ^{40}K se desintegra a ^{40}Ca , mientras que el 10,5% del ^{40}K se desintegra en ^{40}Ar (Marshall y DePaolo (1982), Obradovich *et al.*, (1982), Fletcher *et al.*, (1997)). En la Figura 2.2 se observa un fragmento de la carta de nucleídos que además muestra las direcciones naturales de desintegración de los distintos isótopos de interés para la datación de K/Ar y $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$.

Tabla 2.1: Abundancia natural de los isótopos de K (Garner *et al.*, 1975).

Isótopo	Abundancia (%)
^{39}K	93.2581± 0.0029
^{40}K	0.01167±0.00004
^{41}K	6.7302±0.0029

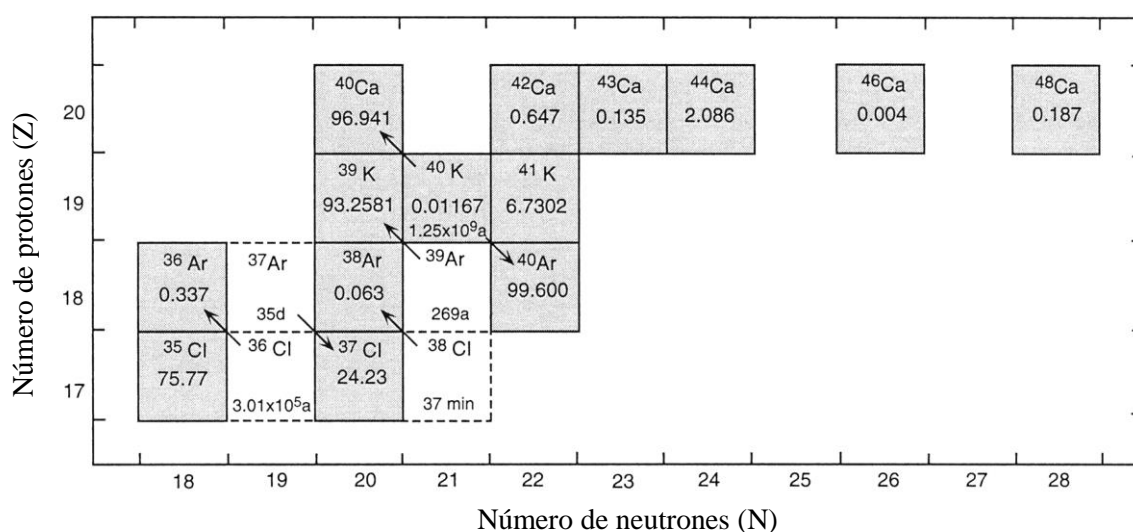


Figura 2.1: Desintegración de ^{40}K en ^{40}Ca y ^{40}Ar (Mc Dougall y Harrison, 1999).

Hay 3 tipos de captura electrónica mediante las cuales se produce la desintegración de ^{40}K a ^{40}Ar . La primera consiste en la captura orbital de un electrón, la cual libera 1.51 MeV. Este proceso ocurre por la captura de un electrón extra nuclear mediante un protón convirtiéndose en un neutrón y luego emitiendo un neutrino. Esto provoca una emisión de rayo γ que permite obtener el isótopo estable de ^{40}Ar y ocurre en el 10.32% del ^{40}K . La segunda opción ocurre en menor proporción (0.001%) y consiste en la emisión de un positrón (β^+) para luego emitir un rayo γ . El tercer y último modo consiste en la captura de un electrón directamente desde el estado estable de un orbital lo cual le ocurre al 0.16% del ^{40}K (Figura 2.2).

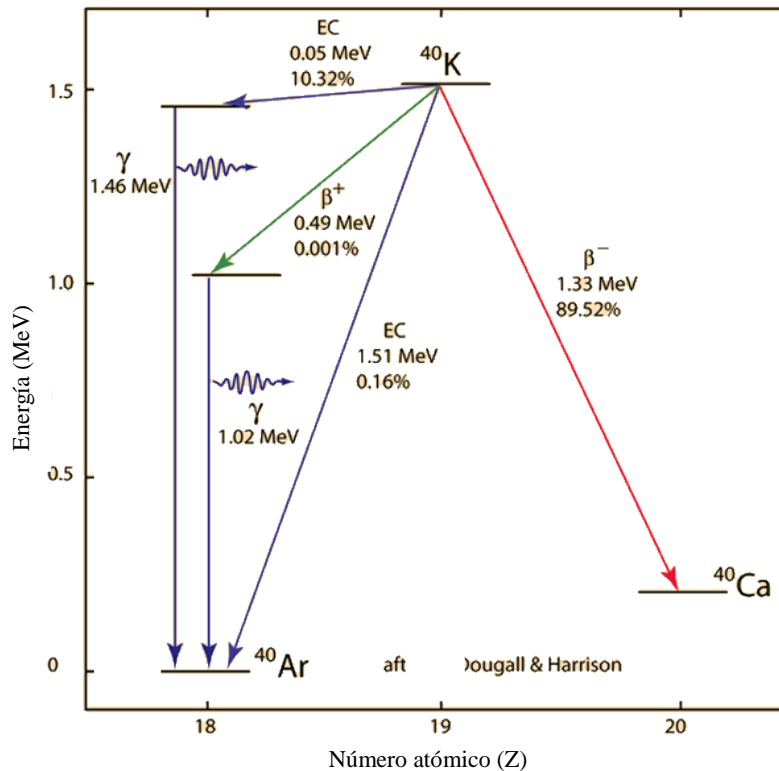


Figura 2.2. Esquema de desintegración de ^{40}K . (Beckinsale y Gale, (1969), Dalrymple *et al.*, (1969), Garner *et al.*, (1975), Faure, (1977)).

Una de las consideraciones del método K/Ar es la medición del K en las muestras. El método K/Ar hace las aproximaciones de abundancia natural del isótopo ^{40}K . Por ende, al determinar la química de la muestra, solo se pondera por las abundancias naturales para determinar el porcentaje para la medición y no considera las variaciones de la naturaleza. Posteriormente, el argón radiogénico se mide mediante un espectrómetro de masa.

Entre las diferencias más importantes del método K/Ar y $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ están que el primero utiliza el contenido de K total para su medición (no considera la medición de los distintos isótopos), mientras que el método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ permite medir el ^{39}K a través del ^{39}Ar lo cual es consecuencia de la irradiación. La actividad del K dependiendo del tipo de desintegración que sufre, puede cuantificarse según la ecuación Ec. 1 y sus resultados se

aprecian en la Tabla 2.2. En donde $\lambda_{\beta-}$ corresponde a la captura de un electrón extranuclear con un protón, λ_e corresponde a la emisión de un positrón y λ'_e a la captura de un electrón directamente del estado estable. λ corresponde a la suma de los 3 que corresponde a la constante de desintegración (Beckinsale y Gale, (1969), Steiger y Jäger, (1977)).

$$\lambda_i = \frac{dn_i}{dt} \frac{AY}{fN_{Av}} \text{ (año}^{-1}\text{)} \quad \text{Ec. 1}$$

Donde:

- dn/dt es la actividad de desintegración por segundo por gramo de K natural.
- A es el peso atómico del K.
- f la abundancia natural atómica del ^{40}K .
- N_{Av} es el número de Avogadro.
- Y es el número de segundos en promedio de un año solar (3.1558×10^7).

Tabla 2.2: Constantes de desintegración para ^{40}K (Beckinsale y Gale, (1969), Steiger y Jäger, (1977)).

Constante de desintegración	Valor [año ⁻¹]
$\lambda = \lambda_{\beta-} + \lambda_e + \lambda'_e$	$5.543 (\pm 0.01) \times 10^{-10}$
$\frac{\lambda}{\lambda_e + \lambda'_e}$	9.540

Donde $\lambda_{\beta-}$ corresponde a la captura electrónica del ^{40}Ca , λ_e es la emisión de un positrón para generar ^{40}Ar y λ'_e es la captura de un electrón para generar ^{40}Ar .

Dada la relación exponencial entre la tasa de desintegración y la actividad del ^{40}K (Rutherford y Soddy, 1903), se puede tener la expresión de la ecuación Ec. 2. En donde se evidencia la relación entre material parental e hijos dados por N y N_0 . Además, si se considera que el material N_0 corresponde a la suma de los hijos y el material residual, se puede hacer el reemplazo para obtener la expresión de la ecuación Ec. 3 donde N es el número de átomos radioactivos padres, D son los productos de la desintegración o hijos y λ corresponde a la constante de desintegración.

$$N = N_0 \exp(-\lambda t) \quad \text{Ec. 2}$$

$$t = \frac{1}{\lambda} \ln \left(1 + \frac{D}{N} \right) \quad \text{Ec. 3}$$

Para aplicar estas ecuaciones al método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ hay que saber la tasa en que ^{40}K desintegra en ^{40}Ar , esto se denota como f_{Ar} y se expresa en la ecuación Ec. 4. Luego, aplicando este valor en la ecuación Ec. 3, se tiene la ecuación de tiempo Ec. 5 para el

método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ donde el contenido de $^{40}\text{Ar}^*$ y ^{40}K son los correspondientes al presente, los cuales si se tienen, se puede calcular la edad de la muestra.

$$f_{\text{Ar}} = \frac{\lambda_e + \lambda'_e}{\lambda_e + \lambda'_e + \lambda_B} = \frac{\lambda_e + \lambda'_e}{\lambda} \quad \text{Ec. 4}$$

$$t = \frac{1}{\lambda} \ln \left(1 + \frac{\lambda}{\lambda_e + \lambda'_e} \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} \right) \quad \text{Ec. 5}$$

Para aplicar el método falta incluir el ^{39}Ar a la ecuación Ec. 5. Para ello, se utiliza el ^{39}Ar que se genera mediante la irradiación de neutrones rápidos del ^{39}K , lo cual es proporcional al ^{40}Ar de la muestra. Esto se hace mediante la razón $^{40}\text{K}/^{39}\text{K}$, la cual es constante en la naturaleza a cualquier tiempo (Mc Dougall y Harrison, 1999). Claramente el ^{39}Ar generado mediante flujo de neutrones no es directamente proporcional al ^{39}K . Esto debido a que depende de variables como el flujo energético al que se ve afectada la muestra, el tiempo de irradiación, interferencias, entre otros. Estos quedan implícitos en la ecuación Ec. 6 (Mitchell, 1968), donde se muestra el ^{39}Ar producido de la irradiación del ^{39}K .

La eficacia del método radica en la naturaleza del argón como gas inerte, el cual no forma parte de la estructura cristalina de los minerales y no se encuentra en equilibrio con el magma, por lo cual, su presencia en las rocas es atribuida solo a la desintegración del ^{40}K .

Finalmente, para obtener la expresión que define el método, se despeja de la ecuación Ec. 5 el argón radiogénico y se hace el cociente con la ecuación Ec. 6 para obtener la ecuación Ec. 7 que corresponde a la expresión fundamental del método de datación $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. En esta expresión se puede definir el parámetro J que corresponde a las variables que se expresan en la ecuación Ec. 8, el cual corresponde a el flujo de neutrones, la captura electrónica perpendicular a la energía de reacción $^{39}\text{K}(n, p) ^{39}\text{Ar}$, las cuales son asociados a la irradiación. Así finalmente se llega a la ecuación Ec. 9 clásica del método. Al definir el parámetro J se puede determinar la edad de la muestra mediante la posterior medición de los isótopos de la ecuación Ec. 9.

$$^{39}\text{Ar}_K = ^{39}\text{K} \Delta \int \Phi(E) \sigma(E) dE \quad \text{Ec. 6}$$

Donde:

- Δ que corresponde al tiempo de irradiación.
- $\Phi(E)$ es el flujo de neutrones.
- $\sigma(E)$ es la captura de electrones en la sección perpendicular a la energía dada por la reacción de $^{39}\text{K}(n, p) ^{39}\text{Ar}$.

$$\frac{{}^{40}\text{Ar}^*}{{}^{39}\text{Ar}_K} = \frac{{}^{40}\text{K}}{{}^{39}\text{K}} \frac{\lambda_e + \lambda'_e}{\lambda} \frac{1}{\Delta} \frac{[(\exp \lambda t) - 1]}{\int \Phi(E)\sigma(E)dE} \quad \text{Ec. 7}$$

$$J = \frac{{}^{40}\text{K}}{{}^{39}\text{K}} \frac{\lambda}{\lambda_e + \lambda'_e} \Delta \int \Phi(E)\sigma(E)dE \quad \text{Ec. 8}$$

$$t = \frac{1}{\lambda} \ln \left(1 + J \frac{{}^{40}\text{Ar}^*}{{}^{39}\text{Ar}_K} \right) \quad \text{Ec. 9}$$

Para hacer dataciones de ${}^{40}\text{Ar}/{}^{39}\text{Ar}$ sin tener los datos de $\int \Phi(E)\sigma(E)dE$ se utiliza la técnica de datar un monitor estándar del cual ya se le conozca la edad. Por lo tanto, mediante la ecuación Ec. 10 se puede determinar J solo midiendo la razón ${}^{40}\text{Ar}^*/{}^{39}\text{Ar}_K$ del monitor estándar. Luego se llevan las aproximaciones a la edad deseada para obtener J y aplicarlo a la muestra deseada.

$$J = \frac{\exp(\lambda t) - 1}{{}^{40}\text{Ar}^*/{}^{39}\text{Ar}_K} \quad \text{Ec. 10}$$

2.2 Estado del arte ${}^{40}\text{Ar}/{}^{39}\text{Ar}$

Para las dataciones se pueden ocupar distintos tipos de estándar ya definidos mediante calibraciones astronómicas, paleomagnéticas, etc. Entre ellos se encuentran: Faneromeni A1 tephra sanidine, Fish Canyon Tuff sanidine, Alder Creek Rhyolite sanidine, Mount Dromedary biotite. Estos se describen a continuación:

- a) **Faneromeni A1 tephra sanidine, Creta (A1Ts):** Consiste en una capa de espesor de fondo marino menor a 3 cm, el cual se encuentra expuesto a lo largo de la costa noreste de Creta, Grecia. Corresponde a sedimentos alternados con fangolita. A1 ocurre en la base de la unidad FC28, la cual varía en composición desde dacita a riolita (Rivera *et al.*, 2011). Este contiene vidrio, cristales de cuarzo, sanidina, biotita y hornblenda. A la sanidina (A1Ts) se le ha atribuido una edad de 6.943 ± 0.005 Ma ($\pm 2\sigma$) en el trabajo de Rivera *et al.* (2011).
- b) **Fish Canyon Tuff sanidine, Colorado (FCTs):** Proviene de una formación alrededor de 500 km^3 en el sureste de Colorado, la cual forma parte del campo volcánico de San Juan. La toba ha sido caracterizada por ser rica en fragmentos de dacita y riolita (Lipman *et al.*, 1997), también como Ignimbrita de quarzolita (Spell & McDougall, 2003) y la mineralogía consiste en cuarzo, sanidina, plagioclasa, biotita, hornblenda, apatito y zircones.

El valor de este estándar ha sido modificado a través del tiempo en varias publicaciones (Tabla 2.3). En SERNAGEOMIN se utiliza 28.201 ± 0.046 Ma, que corresponde al valor de Kuiper *et al.*, (2008).

Tabla 2.3: Edades obtenidas de los últimos años para el estándar FCTs.

Edad (Ma)	Referencia
28.020±0.32	(Renne <i>et al.</i> , 1998)
28.210±0.18	(Kuiper <i>et al.</i> , 2004)
28.201±0.046	(Kuiper <i>et al.</i> , 2008)
28.196±0.038	(Wotzlaw <i>et al.</i> , 2013)

- c) **Alder Creek Rhyolite sanidine, California (ACRs):** Este ocurre en la montaña Cobb en la ciudad de Sonoma, es parte del campo volcánico correspondiente al Plioceno tardío a Holoceno (Schmitt *et al.*, 2003). La riplita presenta abundancia en cristales de sanidina, cuarzo, feldespato potásico y biotita en una matriz de vidrio. Este tiene importancia en la geocronología cuaternaria porque además está ligado a una transición paleomangética localizada en alrededor de 1,19 Ma (Turrin *et al.*, 1994). Las muestras jóvenes de WiscAr se miden con este estándar (Singer, 2014).

Los reportes de edad varían según los autores y el tipo de comparación de su medición (astronómica, U/Pb y $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$); las últimas reportadas se encuentran en la Tabla 2.4.

Tabla 2.4: Edades obtenidas de los últimos años para el estándar ACRs.

Edad (Ma)	Referencia
1.1978±0.0046	(Rivera <i>et al.</i> , 2013)
1.189±0.002	(Singer, 2014)

- d) **Mount Dromedary Biotite, New south Wales, Australia (MD2):** Esta corresponde a la biotita conocida como GA-1550 derivado de la unidad de monzonita del complejo ígneo Dromedary, Australia. El MD2 o GA-1550 es un mineral recolectado de una unidad que posee una mineralogía de clinopiroxeno, biotita, plagioclasa, feldespato potásico y en menor cantidad fases opacas, apatito y zircón. La última edad reportada corresponde a 99.74 ± 0.21 Ma (Renne *et al.*, 2011).

Una vez determinado el J mediante los monitores correspondientes, se deben hacer ciertas correcciones a la medición. Una de estas consiste en que el espectrómetro de masa no mide abundancias absolutas, por lo que se deben hacer ciertas calibraciones como la razón de argón atmosférico para muestras terrestres que se muestra en la ecuación Ec. 11 de Steiger y Jäger, (1977). Esto es debido a que el equipo mide el argón atmosférico y el radiogénico juntos. Para poder separar cada uno de estos se debe poder reconocer la

fracción de argón radiogénico y así poder determinar el $^{40}\text{Ar}^*$ mediante la ecuación Ec. 12. La corrección se hace según el valor de 295.5 ± 0.5 que es el que se ocupa y ha medido en SERNAGEOMIN.

$$(^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar})_{At} = 295.5 \pm 0.5 \quad \text{Ec. 11}$$

$$^{40}\text{Ar}^* = (^{40}\text{Ar})_{Total} - 295.5(^{36}\text{Ar})_{At} \quad \text{Ec. 12}$$

Otra consideración técnica consiste en la señal necesaria para realizar las mediciones. Esto depende de la sensibilidad del equipo, contenido de potasio y de elementos que generen interferencias, como por ejemplo el calcio y el cloro, entre otros.

2.2.4 Cantidad de material y tamaño para análisis

Para una medición apropiada se deben considerar varios factores. Los más importantes son la edad de la roca, contenido de potasio de la muestra y la sensibilidad del instrumento de medición. Otros parámetros ligados a los anteriores son el contenido de argón radiogénico y el argón nucleogénico sean suficientes para la medición. Se pueden correlacionar estos factores mediante la ecuación Ec. 13.

$$^{40}\text{Ar}^* = ^{40}\text{K} \frac{\lambda_e + \lambda'_e}{\lambda} [(\exp \lambda t) - 1] \quad \text{Ec. 13}$$

Se conocen los valores de $\lambda/(\lambda_e + \lambda'_e)$ y λ que se encuentran en la Tabla 2.2. Luego, para estimar $^{40}\text{Ar}^*$ se debe considerar la sensibilidad del espectrómetro de masa (instrumento de medición). La sensibilidad de los equipos está en función de los detectores que operan en el espectrómetro de masa; estos usualmente consisten en 5 que operan a sensibilidades de alrededor de 2.5×10^{-17} mol/mV cada uno. Además, se estima que a 2V la señal es óptima (Turner, 1971). Por lo tanto, se necesitan 5×10^{-14} mol de $^{40}\text{Ar}^*$ para medir una muestra (Turner, 1971). El contenido de ^{40}K se debe estimar a partir de la cantidad de $^{40}\text{Ar}^*$ y para ello se pondera la cantidad de K que se desee por el peso atómico ($\text{PM}_{40\text{K}} = 39.96$ g/mol), luego por la abundancia natural del ^{40}K que se encuentra en la Tabla 2.1, y por último la cantidad de $^{40}\text{Ar}^*$. La estimación de estos parámetros se observa en la Figura 2.3 aplicando la ecuación Ec. 13. (Mc Dougall y Harrison, 1999).

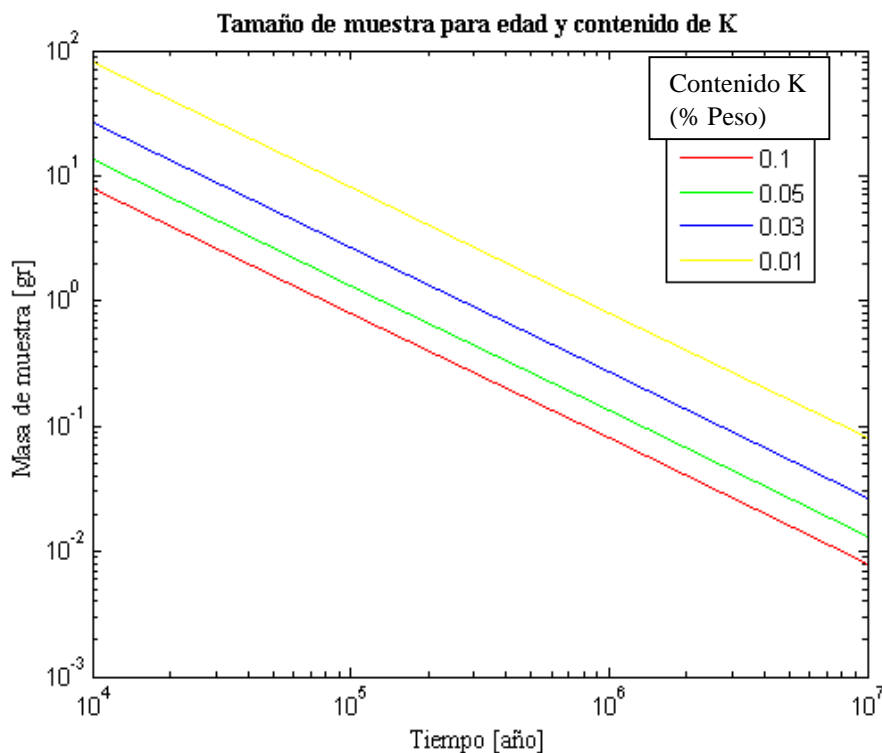


Figura 2.3: Tamaño de muestra para edad y contenido de potasio. Reproducción del original (Turner, 1971).

Otros laboratorios que cuentan con el mismo equipo de SERNAGEOMIN, como el ARGUSVI de la Universidad de Melbourne, varían la cantidad de material dependiendo de lo que deseen datar. Para basaltos alcalinos del orden de 1-2 Ma se utiliza masa fundamental de alrededor de 20 mg en 8 pasos de step heating mientras que para muestras menores a 100 ka se usan cantidades de 50-70 mg y hasta 100 mg para muestras holocenas. En muestras máficas de bajo contenido de K se necesita más muestra. El ARGUSVI del laboratorio de geocronología de Oregon utiliza 2 mg para roca total con un alto contenido de K, mientras que para muestras de bajo contenido de K utilizan 10-20 mg. En cuanto a masa fundamental o roca total >1Ma, se utiliza 10-20 mg y para rocas menores a 1 Ma con bajo contenido de K se utilizan 50 mg. (Duncan *et al.*, 2017). Estos laboratorios y WiscAr seleccionan su material en la fracción de tamaño entre 180 y 250 μ m, además de usar técnicas como la separación magnética para la eficiencia del procedimiento.

Así como es importante la cantidad de material en función de la proporción de potasio que contenga una muestra, existen interferencias asociadas a la irradiación que hacen que la señal de los isótopos de argón se vea afectada, como el calcio, cloro, entre otros, los cuales se encuentran afectados a la sensibilidad del instrumento para realizar las correcciones pertinentes.

2.2.5 Interferencias

Las mediciones de los isótopos de argón del método requieren su corrección debido a interferencias asociadas a reacciones de otros elementos involucrados no deseados durante la irradiación de muestra. Estas corresponden a $^{40}\text{Ca} (n,n\alpha)^{36}\text{Ar}$, $^{40}\text{Ca} (n, \alpha)^{37}\text{Ar}$, $^{42}\text{Ca} (n,\alpha)^{39}\text{Ar}$, $^{40}\text{K} (n,p)^{40}\text{Ar}$ (Brereton, 1970) y su efecto sobre distintos isótopos se puede apreciar en la Figura 2.4.

Argon isotope produced	Target element			
	Calcium	Potassium	Argon	Chlorine
^{36}Ar	$^{40}\text{Ca}(n,n\alpha)^{36}\text{Ar}$ (-7.04, 96.94)			$^{35}\text{Cl}(n,\gamma)^{36}\text{Cl} \xrightarrow{\beta^-} ^{36}\text{Ar}$ (+8.58, 75.77)
^{37}Ar	$^{40}\text{Ca}(n,\alpha)^{37}\text{Ar}$ (+1.75, 96.94)	$^{39}\text{K}(n,nd)^{37}\text{Ar}$ (-15.99, 93.26)	$^{36}\text{Ar}(n,\gamma)^{37}\text{Ar}$ (+8.79, 0.337)	
^{38}Ar	$^{42}\text{Ca}(n,n\alpha)^{38}\text{Ar}$ (-6.25, 0.65)	$^{39}\text{K}(n,d)^{38}\text{Ar}$ (-4.16, 93.26) $^{41}\text{K}(n,\alpha)^{38}\text{Cl} \xrightarrow{\beta^-} ^{38}\text{Ar}$ (-0.12, 6.73)	$^{40}\text{Ar}(n,nd)^{38}\text{Cl} \xrightarrow{\beta^-} ^{38}\text{Ar}$ (-18.38, 99.60)	$^{37}\text{Cl}(n,\gamma)^{38}\text{Cl} \xrightarrow{\beta^-} ^{38}\text{Ar}$ (+6.11, 24.23)
^{39}Ar	$^{42}\text{Ca}(n,\alpha)^{39}\text{Ar}$ (+0.34, 0.65) $^{43}\text{Ca}(n,n\alpha)^{39}\text{Ar}$ (-7.59, 0.14)	$^{39}\text{K}(n,p)^{39}\text{Ar}$ (+0.22, 93.26) $^{40}\text{K}(n,d)^{39}\text{Ar}$ (-5.36, 0.01167)	$^{38}\text{Ar}(n,\gamma)^{39}\text{Ar}$ (+6.60, 0.063) $^{40}\text{Ar}(n,d)^{39}\text{Cl} \xrightarrow{\beta^-} ^{39}\text{Ar}$ (-10.30, 99.60)	
^{40}Ar	$^{43}\text{Ca}(n,\alpha)^{40}\text{Ar}$ (+2.28, 0.14) $^{44}\text{Ca}(n,n\alpha)^{40}\text{Ar}$ (-8.85, 2.09)	$^{40}\text{K}(n,p)^{40}\text{Ar}$ (+2.29, 0.01167) $^{41}\text{K}(n,d)^{40}\text{Ar}$ (-5.58, 6.73)		

^aSources: Brereton (1970), Turner (1971a), and Dalrymple et al. (1981). *Q* values (MeV), calculated from data in Lederer and Shirley (1978), and target isotope abundance (atom%) shown in parentheses below each reaction.

^bHalf lives: $^{36}\text{Cl} \xrightarrow{\beta^-} ^{36}\text{Ar}$, 3.0×10^5 a; $^{38}\text{Cl} \xrightarrow{\beta^-} ^{38}\text{Ar}$, 37.3 min; $^{39}\text{Cl} \xrightarrow{\beta^-} ^{39}\text{Ar}$, 55.5 min; $^{37}\text{Ar} \xrightarrow{\alpha} ^{37}\text{Cl}$, 35.1 days; $^{39}\text{Ar} \xrightarrow{\beta^-} ^{39}\text{K}$, 269a; $^{40}\text{K} \rightarrow ^{40}\text{Ar}$, ^{40}Ca , 1.25×10^9 a.

Figura 2.4: Reacciones por irradiación de neutrones que generan argón (Mc Dougall y Harrison, 1999).

El laboratorio tiene incorporados en el software de medición los cálculos de interferencias de los distintos isótopos que se puede generar a partir de la irradiación de neutrones, los valores esperados de la razón de isótopos se muestran en la Tabla 2.5. Sin embargo, la medición de la interferencia no garantiza una óptima medición, esto debido a que el efecto de la interferencia se verá reflejado en la magnitud del error de la medición al momento de tener los resultados. Por lo tanto, estimar las razones de K/Ca que puede medir el equipo en base a su sensibilidad y predecir un error aceptable para el uso de la datación es necesario para no perder tiempo de uso del ARGUSVI.

Tabla 2.5: Parámetros de interferencia para razones de isótopos. Donde se muestra a referencia de valores esperados y valores medidos en el Laboratorio de Geocronología de SERNAGEOMIN (In house)de ARGUSVI.

Razón de Isótopos	Interferencia	Referencia
$(^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar})_{\text{K}}$	0.0017 ± 0.0002	In house
$(^{38}\text{Ar}/^{39}\text{Ar})_{\text{K}}$	0.01220 ± 0.00003	Renne et al. (2005)
$(^{39}\text{Ar}/^{37}\text{Ar})_{\text{Ca}}$	0.00077 ± 0.00003	In house
$(^{38}\text{Ar}/^{37}\text{Ar})_{\text{Ca}}$	0.0000196 ± 0.0000008	Renne et al. (2005)
$(^{36}\text{Ar}/^{37}\text{Ar})_{\text{Ca}}$	0.0003308 ± 0.0000012	In house
$(^{36}\text{Ar}/^{38}\text{Ar})_{\text{Cl}}$	262.8 ± 1.7	Renne et al. (2008)

Para muestras jóvenes, la medición del argón atmosférico es la interferencia más importante para la medición y se ve afectada por la interferencia $^{40}\text{Ca} (n,n\alpha)^{36}\text{Ar}$. Por lo tanto, se agrega una condicionante que corresponde a la Ec. 14 (Dalrymple *et al.*, 1981), cuyo valor se modifica en función de la restricción de la Ec. 11 según en estudio de Dalrymple *et al.*, (1981). En esta se muestra que la razón entre el argón radiogénico y el ^{36}Ar producido por reacción de ^{40}Ca debe ser mayor a 295.5, esto con tal que la medición no dependa de la interferencia del argón que deriva del calcio. El ^{40}Ar y ^{36}Ar son medido por distintas copas detectoras del instrumento de medición y luego se realizan las correcciones pertinentes para obtener el radiogénico y el derivado de interferencias.

$$\frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{36}\text{Ar}_{\text{Ca}}} \geq 295.5 \quad \text{Ec. 14}$$

En la Figura 2.5 se aprecia una correlación entre el parámetro de irradiación J, el flujo de neutrones rápidos, edad de la muestra a medir, razón de $^{40}\text{Ar}^*/^{39}\text{Ar}_{\text{K}}$ y K/Ca (Dalrymple *et al.*, 1981). En esta figura se puede determinar muestras que posean excesiva interferencia asociada al potasio derivado del ^{40}Ar y calcio derivado de ^{36}Ar , reacciones que ocurren según el tiempo de irradiación, así como también cuando existe insuficiencia de ^{39}Ar derivado a una falta de irradiación.

Junto a lo anterior, se tiene una zona ideal para realizar dataciones, donde $\text{K}/\text{Ca} > 0.01$ con tal de tener una suficiente producción de ^{39}Ar para la medición. Esto se debe al problema de interferencia del $^{36}\text{Ar}_{\text{Ca}}$ que genera grandes errores sistematicos a la datación, lo que implica un error de medición considerable para rocas jóvenes. Además se debe intentar cumplir que la razón $\text{K}/\text{Ca} < 1$, esto se debe a que es el punto donde se tiene suficiente producción de ^{39}Ar , pero irradiar más solo genera más interferencia, lo cual es contraproducente.

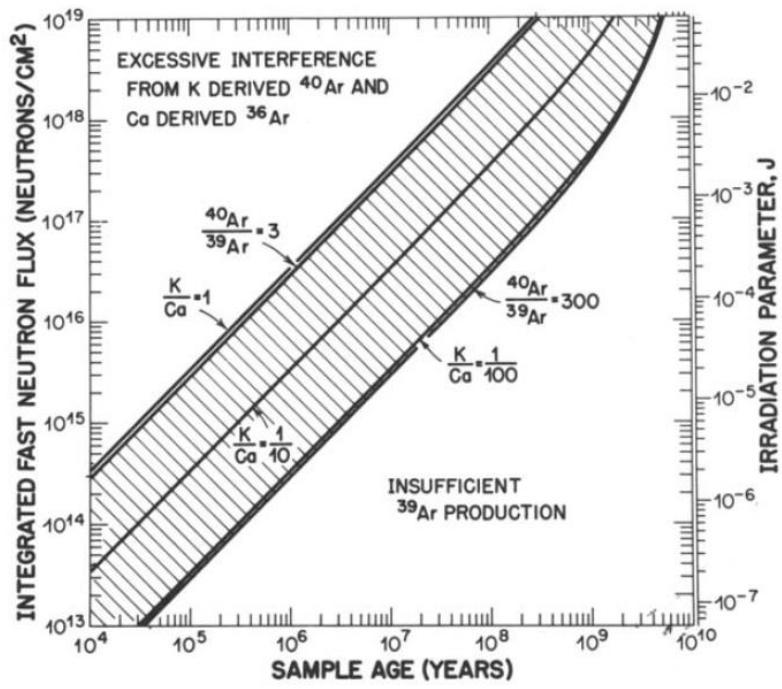


Figura 2.5: Correlación entre J, flujo de neutrones y razones de K/Ca (Mc Dougall y Harrison, 1999).

2.3 Aspectos técnicos del método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$

Para realizar la datación de una roca según masa fundamental, esta debe seguir las líneas de proceso implementadas para el método, las cuales se muestran en el Diagrama 1. Este se aplica para laboratorios en general.

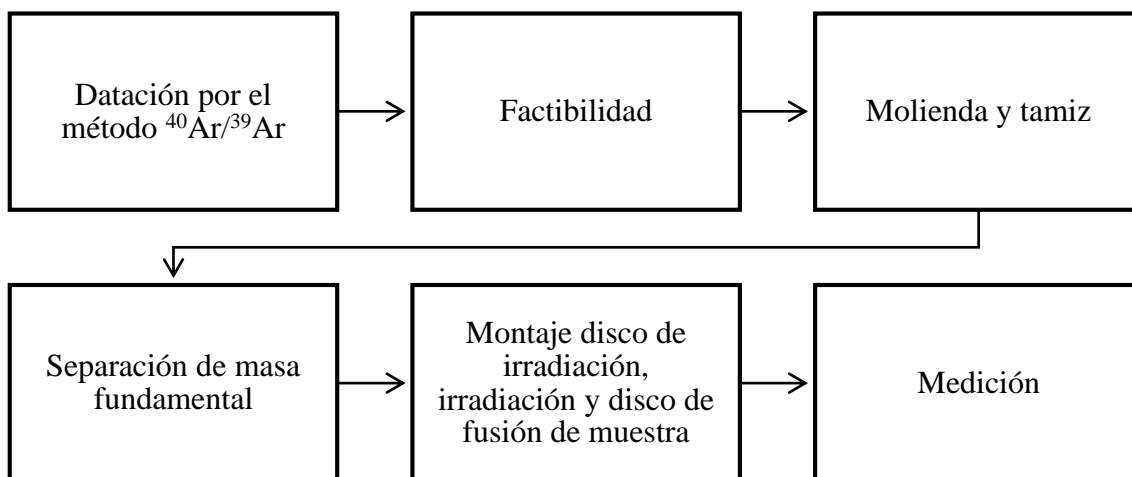


Diagrama 1: Flujo de procesos involucrados en el método de datación $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$.

2.3.1 Factibilidad

Para determinar si una muestra puede ser datada mediante el método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ se debe realizar primero una factibilidad.

SERNAGEOMIN: Para el Laboratorio de SERNAGEOMIN consiste en realizar una sección transparente de la muestra. Posteriormente se describe petrológicamente poniendo énfasis en el vidrio intersticial y masa fundamental. Estos no deben presentar alteración lo cual indicaría un posible reseteo del conteo de argón y no haría factible la datación. Siguiendo la misma lógica, se entiende que la muestra no debe presentar vesicularidad. Simultáneamente, se realiza tinción del rechazo del corte transparente con nitrito de cobalto ($\text{Na}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$), que muestra el contenido de feldespato potásico de la muestra. Esta es una forma de determinar cualitativamente si la muestra presenta o no contenido de potasio para utilizar el método. Si no hubiera contenido de potasio, no sería factible seguir con el procedimiento por lo cual si la muestra presente muy leve o nula tinción se descarta para la datación.

En el caso de presentarse dudas sobre posibles alteraciones, se realiza un análisis de DRX para tener certeza de ausencia de alteración.

WiscAr: El laboratorio de WiscAr debe realizar corte transparente con descripción petrográfica y especial atención a presencia de alteración en el vidrio intersticial y vesicularidad. Además, se manda a realizar el análisis de geoquímica de roca

total, donde se espera tener resultados de contenido de potasio y calcio para determinar si la muestra necesita condiciones especiales de tratamiento o para determinar si la muestra es factible o no para el método. Así como simultáneamente se revelan posibles alteraciones submicroscópicas.

2.3.2 Molienda y tamiz

La muestra de mano se pasa por dos chancadores. Inicialmente por el chancador mandibular o primario y luego la muestra molida pasa por el chancador de rodilla o secundario. Ambos equipos son limpiados con aire comprimido y cepillo de metal entre cada molienda para evitar contaminación. Esto es un procedimiento habitual que comparten los laboratorios.

SERNAGEOMIN: En SERNAGEOMIN el material que ha pasado por molienda se tamiza en las fracciones 1 mm-0.5 mm y 0.5 mm-250 μm (Tabla 1). Una vez tamizadas, estas son lavadas en la malla de 180 μm con agua normal y secada en hornos entre 30 °C y 60 °C con tal de eliminar residuos. Luego son empaquetados y entregados a la unidad de mineralogía junto al rechazo molido.

Los tamices utilizados son lavados y escobillados con cepillo metálico, además de realizar inspección de obstrucción de fragmentos, Esto permite evitar contaminación de la muestra. El tamiz más fino se deja remojando en agua entre usos (sin ultrasonido).

Tabla 2.6: Tamices y tamaños de grano correspondientes, SERNAGEOMIN.

tamiz	Diámetro de grano
18-35	1 mm-0.5 mm
35-60	0.5 mm-250 μm
60-80	250 μm -180 μm

WiscAr: En WiscAr se realiza el mismo procedimiento que en SERNAGEOMIN con la diferencia que la fracción que se entrega para selección de masa fundamental corresponde a la de tamaño 250 μm -180 μm , la cual corresponde a un tamaño de grano más fino que el trabajado en SERNAGEOMIN.

2.3.3 Separación de Masa Fundamental

SERNAGEOMIN: En la unidad de mineralogía de SERNAGEOMIN se concentra la masa fundamental seleccionando uno por uno los granos mediante inspección visual en lupa. Sin embargo, antes de realizar la separación de granos, se deben seguir con un protocolo de limpieza que tiene implementada la unidad:

- a) Limpiar el mesón de trabajo y lupa. Luego tanto lugar de trabajo como implementos a utilizar deben ser soplados con el aire comprimido.

- b) La muestra es preparada sometiéndola a un lavado con agua destilada en ultrasonido por 10 minutos aproximadamente. Para esto la muestra es vaciada en pocillos previamente identificados y puestos en ultrasonido; al finalizar se lava para luego secar la muestra en luz infrarroja por 10 minutos, esto dependiendo de la cantidad de muestra.

Luego de cumplido el protocolo de limpieza se prosigue a utilizar el protocolo de selección de masa fundamental:

- a) Se vacía la muestra en papel y se ubica en la lupa con el aumento adecuado.
- b) Con ayuda de pincel se realiza la separación de los granos requeridos que se encuentren en óptimas condiciones:
- Evitar fenocristales que se vean a lupa a zoom variable.
 - Si se observa algún fragmento de fenocristal como parte del grano de masa fundamental, este no se debe elegir.
 - En el caso de masa fundamental cristalina se deben elegir aquellos granos con un tamaño de cristal menor y en lo posible con una distribución homogénea.
- c) El criterio de concentrado es que sea microcristalino homogéneo y que no presente fenocristales de plagioclasa, piroxenos, etc. De no cumplir estas condiciones, se eligen aquellos con una menor cantidad de fenocristales.
- d) Se realiza una prueba de efervescencia, la cual consiste en mojar una fracción de la muestra con HNO_3 al 10%, esto permite determinar si hay presencia o no de calcita lo cual podría dañar el equipo al introducir una señal muy alta a los detectores. En el caso que haya presencia de calcita, la muestra es lavada con HNO_3 durante 10 minutos en un recipiente vibratorio, luego es secado con luz infrarroja y vuelto a empaquetar para realizar la selección de masa fundamental habitual (que incluye lavado con agua destilada).

El material que se utiliza es el que se encuentra en la malla 35-60 (500-250 μm). Se requieren 60 granos que se entregan posteriormente a la unidad de geocronología donde se montan los discos de irradiación con 23 granos de los 60 que se entregaron. Esto solo con el objetivo de tener respaldo de material.

WiscAr: Para el laboratorio de WiscAr, se tiene el mismo protocolo de limpieza. Sin embargo, los criterios de separación son distintos. El criterio de separación de la fracción tamizada es en base a la susceptibilidad magnética. En primera instancia, el material de la fracción 60-80 (250-180 μm) con un alto contenido magnético es separado con un imán de mano. Luego el material levemente magnético es separado con el separador magnético de Frantz.

El separador de Frantz genera un fuerte flujo magnético sobre una rampa que contiene el material con susceptibilidad magnética. Aquel material no magnético cae a una segunda rampa. El ángulo de esta se controla mediante una manija, usualmente se ocupan valores entre 10° y 25° . Para la intensidad del campo magnético se usa una perilla de corriente, la cual no debe exceder los 1,3 A.

Para el uso del separador magnético de Frantz se agrega la muestra al inyector que se muestra en la Figura 2.6. La tasa de introducción a la rampa se controla por el ángulo de la salida del alimentador y la fuerza de vibración. La velocidad en que el material se mueve hacia abajo es controlada por la fuerza de vibración de la rampa, esta vibración se ajusta de tal manera que el material se pueda separar en la rampa y no se introduzca tan rápido como para provocar cúmulos de granos.

El material magnético ya separado se revisa en el microscopio con un porta muestra y con un pincel se eliminan aquellos granos que no fueron separados por el separador magnético debido a que el grano poseía por ejemplo masa fundamental y cristal. Técnicamente se eligen granos que no posean más de 1/3 de contenido notorio de microcristales. Posteriormente, se entregan 20 miligramos para empaquetar y enviar a irradiación.

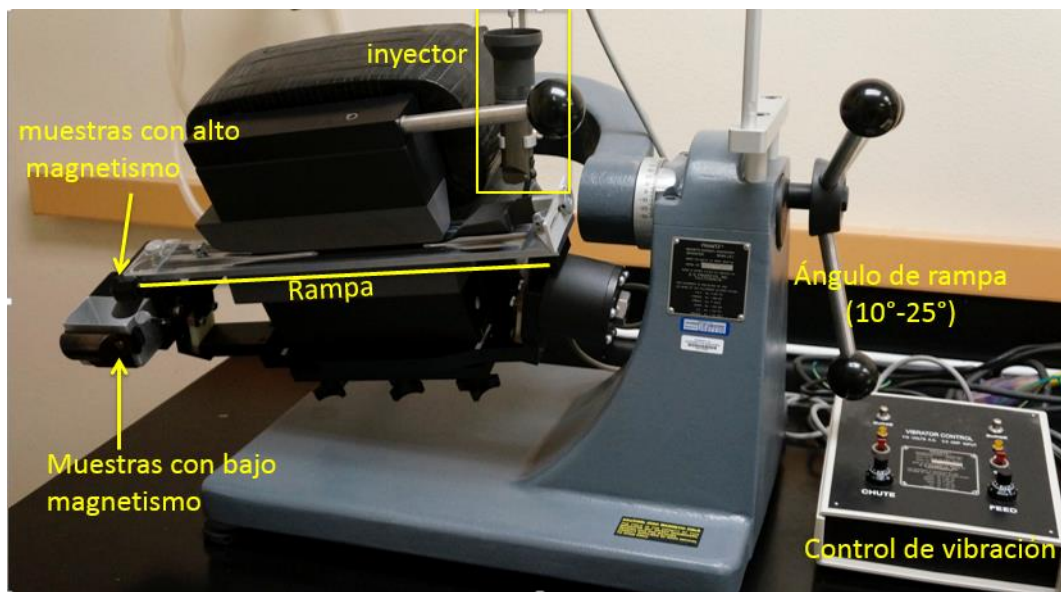


Figura 2.6: Esquema general de separador magnético y sus componentes principales, SERNAGEOMIN.

2.3.4 Montaje disco irradiación, irradiación y disco de fusión.

El disco de irradiación es en donde se manda la muestra a irradiar, este se numera en sentido horario para ubicación de las muestras a partir de una marca manual en el disco de aluminio como se muestra en la Figura 2.7. El disco tiene una composición del 99.9% de Al con un diámetro de 18,5 mm y 4,5 mm de altura. Tiene dos tamaños de orificios los cuales suman 21 orificios en el disco. El orificio interno y del centro poseen 3 mm de diámetro y 3 mm de profundidad, mientras que los orificios internos miden 2.5 mm de diámetro y 3 mm de profundidad. En estos orificios se montan los granos, en donde cada orificio contiene los granos de la muestra correspondiente. Además, junto a cada muestra se coloca una fracción de estándar FC (Fish Canyon), compartiendo el mismo orificio y

en la parte central del disco se coloca el estándar AC(Alder Creek) como se muestra en la Figura 2.7.

Posteriormente, el disco es envuelto en aluminio y empaquetado para irradiar en el reactor de la CCHEN en donde el disco es expuesto a 23 horas de irradiación en el borde del reactor. Posterior a la irradiación, el disco debe tener un tiempo de reposo de 3 meses antes de su manipulación, en donde se hará el montaje del disco de fusión.

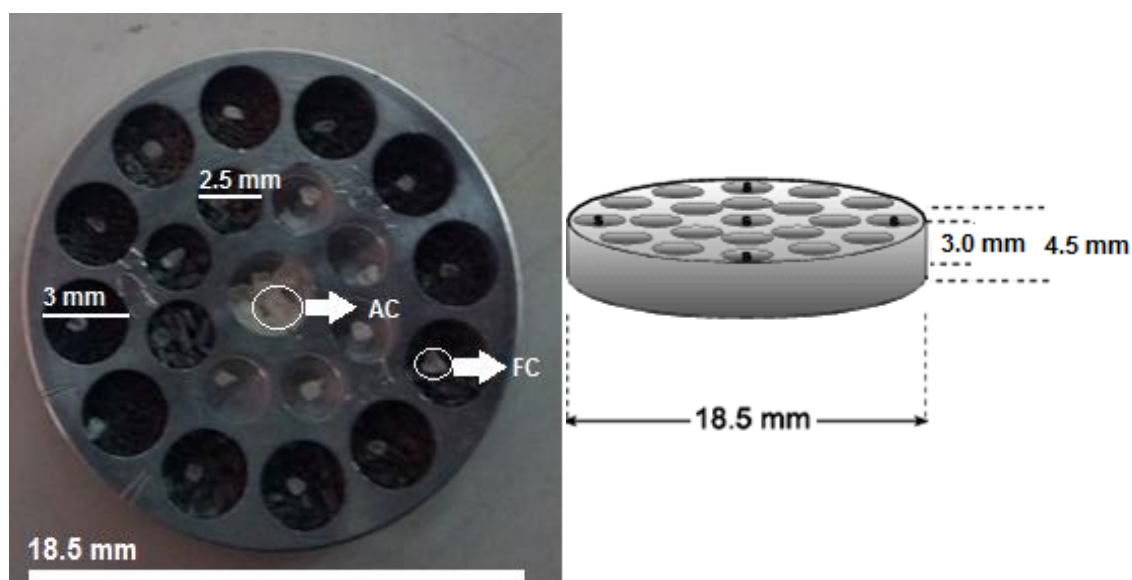


Figura 2.7: Disco de irradiación con muestras montadas y tamaño correspondiente, SERNAGEOMIN.

El disco de fusión de SERNAGEOMIN es el disco en donde se coloca la muestra irradiada para montar en el equipo donde se realiza el calentamiento para la medición. El disco está compuesto de cobre para fusión libre de oxígeno y alta conductividad térmica. Este posee 133 orificios factibles de fundir, el esquema de disco de fusión se muestra en el anexo 9.5 que corresponde a los mapas de disco de fusión del presente estudio. En este disco se montan uno por uno los granos desde el disco de irradiación, hasta que se forme una capa homogénea al fondo de cada orificio del disco con tal de no generar un gradiente de temperatura durante el calentamiento. Para muestras jóvenes se llenan 4 alicuotas cercanas, y entre muestras se aplica el criterio de no llenar vecinos cercanos, con tal de no alterar la muestra durante calentamiento. Además, cada FC y AC se ubican en un orificio individual como se observa en el anexo 9.5 en las marcas rojas con sufijo “F”.

El disco de fusión de WiscAr tiene un diámetro de 60 milímetros y cada orificio tiene un diámetro de 5mm. Cada uno es llenado con 15 mg de masa fundamental para realizar el calentamiento progresivo en el sistema colector Noblesse. El disco es de cobre y la cubierta es de KBr para proteger el puerto de vista de láser y así evitar los daños que los vapores y partículas generadas por el calentamiento puedan hacer. SERNAGEOMIN

posee el mismo tipo de cubierta de bromuro de potasio como se observa en la Figura 2.8, que corresponde al disco de fusión de WiscAr.

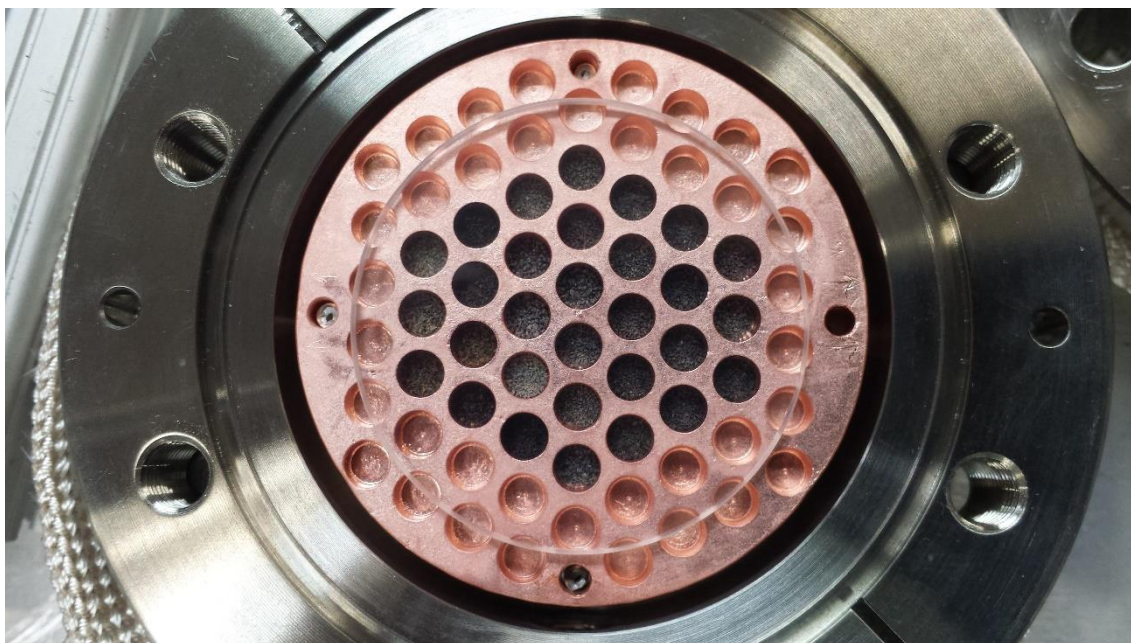


Figura 2.8: Disco de fusión de WiscAr y cubierta de bromuro de potasio correspondiente.

Las potencias del láser de ambos equipos no son comparables, principalmente porque a una misma potencia de láser, ambos presentan radios distintos de orificio que calentar y por ello es que WiscAr tiene implementado un sistema que permite aumentar el radio del rayo para calentar más homogéneamente la muestra. En cambio, SERNAGEOMIN al tener un radio de orificio de disco de fusión menor, se adecua a las condiciones del láser presente (CO_2 10,6 μ ; Photon Machine). El cambio de radio de calentamiento a diferentes radios diluye la potencia, por lo cual a la misma potencia existen distintas temperaturas de calentamiento.

2.2.6 Medición de los distintos isótopos

El calentamiento de la muestra se realiza en pasos que varían entre 6 y 8 dependiendo de la cantidad de material y la señal que presente. La muestra al liberar los gases y atravesar un sistema de filtro de gases de agua y nitrógeno, ingresa al espectrómetro de masa ARGUSVI. Este se caracteriza por presentar 4 copas de Faraday y una copa DCC. Las copas de Faraday poseen amplificación operacional de 10^{12} [Ohm], mientras que las copas CDD no tienen una resistencia determinada debido a que funcionan bajo un multiplicador de cascada de electrones. Sin embargo, para efectos prácticos se le asocia a una resistencia del valor de 10^{13} [Ohm]. En la Tabla 2.7 se muestran las distintas copas y que isótopo mide cada una.

Tabla 2.7: Copas Faraday y CDD del equipo ARGUSVI de SERNAGEOMIN.

Tipo de sensor	Nombre	Isótopo
Faraday	H2	⁴⁰ Ar
Faraday	H1	⁴⁹ Ar
Faraday	Ax	³⁸ Ar
Faraday	L1	³⁷ Ar
Faraday	L2	³⁶ Ar
CDD	CDD	³⁶ Ar

2.3.5 Análisis y reporte

El procesamiento de información consta de aproximaciones de las señales, en donde las nubes de puntos de las señales medidas se aproximan linealmente con tal de disminuir los errores, así como la propagación de errores que van desde el cálculo de interferencia, aproximación de la señal de los distintos isótopos propagando los errores correspondientes y juntando los distintos pasos a las aproximaciones de aire estándar, relación de aire atmosférico y edad de los minerales monitores. Esto permite determinar la edad que se reporta mediante informe siguiendo normas de reporte de ⁴⁰Ar/³⁹Ar dado por Renne *et al.* (2009). El cual, es usado de forma rutinaria por WiscAr y Berkeley Geochronology Center.

2.3.6 Plateau

Las condiciones que definen el Plateau son:

- Al menos 3 pasos de fusión consecutivos en los cuales se presentente al menos el 50% de ³⁹Ar liberado en el análisis (Fleck *et al.*, 1977)
- Estadísticamente para los análisis se considera acptable un MSWD < 3 (Laboratorio Geocronología, SERNAGEOMIN).

Además, dentro de las condiciones de medición se considera:

- Para determinar J de cada lugar de irradiación se realiza una regresión polinomial de 21 estandars presentes en el disco de irradiación (Laboratorio Geocronología, SERNAGEOMIN).
- Se considera el error overlap a 2σ (Berger y York, 1981).
- Cada dos o 3 pasos se hace una medición del background, el cuál es descontado directamente en mediciones subsecuentes.(Laboratorio Geocronología, SERNAGEOMIN).

2.4 Costos

El costo de datación en SERNAGEOMIN corresponde a 23 UF valor IVA incluido para dataciones por “Step-heating” de 7-8 pasos aplicado a masa fundamental. Sin embargo, la página web de SERNAGEOMIN solo se encuentra indicado el equipo MAP 215-50, siendo necesario actualizar la información disponible.

Para WiscAr el valor de datación utilizando su equipo corresponde a 900 USD, el que consiste también en análisis de “Step heating” utilizado 7-8 pasos. (Madison University of Wisconsin, 2018)

Para el valor de UF actualizado al 9 de Agosto del 2018 (\$28.632) y el valor del dólar a la misma fecha (1 Dólar = \$ 647), se tiene que las dataciones realizadas en SERNAGEOMIN son 117 USD más costosas que las de WiscAr. Esto plantea la necesidad de actualizar los valores en función de un estudio de mercado.

2.5 Marco geológico

Para definir el contexto geológico de las muestras analizadas, se mencionarán las unidades geológicas de las que provienen las muestras, la cuales corresponden al Complejo Volcánico Planchón Peteroa (CVPP), Volcán Lanín, Volcán Quinquilil, Andesita Pino Santo y Cordillera El Mocho.

2.5.1 Complejo Volcánico Planchón Peteroa, Muestras PP.

Las unidades cuyas muestras han sido tomadas del complejo volcánico Planchón Peteroa corresponden a 2; Volcán Peteroa-Azufre y Volcán Planchón 1 (Naranjo *et al.*, 1999). Estas muestras corresponden a las de código PP y se encuentran resumidas en la Tabla 2.8.

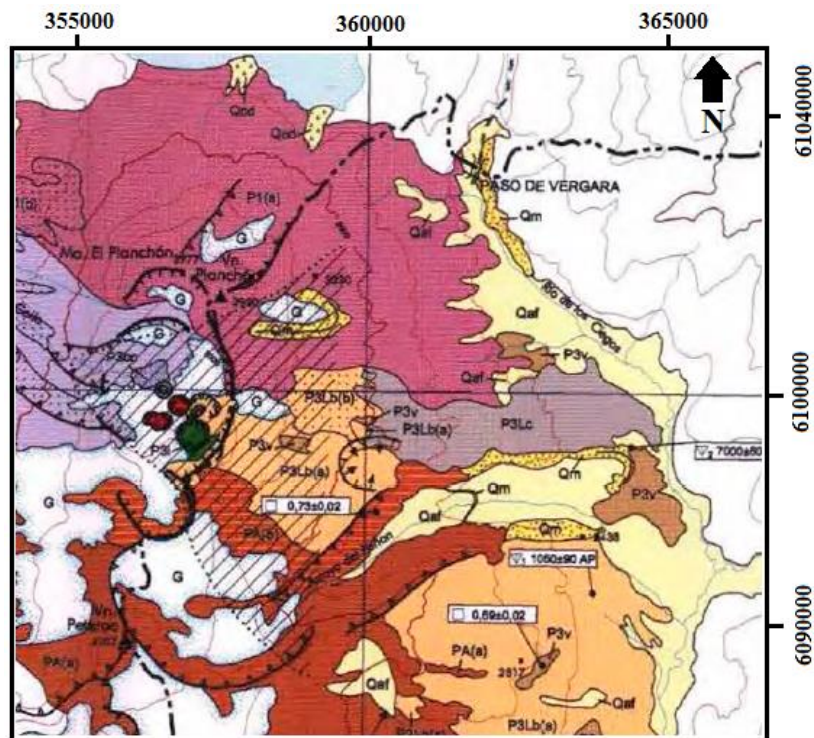


Figura 2.9: Extracto de Geología de complejo Planchón Peteroa (Naranjo *et al.*, 1999)

Tabla 2.8: Unidades de muestras PP. Unidad, composición y edad corresponde a extracto de Naranjo *et al.*, 1999.

Unidad	Composición	Edad	Muestra
Unidad Volcán Peteroa-Azufre, PA	basaltos, andesitas basálticas, andesitas y dacitas. Los basaltos son porfíricos con abundante plagioclasa y olivino, ocasionalmente presentan clinopiroxeno	K-Ar de roca total, 0.69±0.2 Ma 0.73±0.02 Ma 1.2±0.03 Ma	PP1716 PP1705
Unidad Volcán Planchón 1, P1	lavas basálticas y andesitas basálticas. En general, rocas porfídicas con abundantes fenocristales de plagioclasa y en menor proporción de olivino.	Pleistoceno Superior	PP1727 PP1725 PP1723

2.5.2 Volcán Lanín, Quinquilil, Pino santo y Cordillera El Mocho, Muestras LL

Las muestras LL corresponden a varias unidades volcánicas definidas en las hojas Pucón-Curarrehue (Moreno y Lara, 2006) y Liquiñe-Neltume (Lara y Moreno, 2004) escala 1:100.000. Las unidades de las muestras se resumen en la Tabla 2.8.

Tabla 2.9: Unidades de muestras LL. Unidad, composición y edad corresponde a extracto de Moreno y Lara (2006), Lara y Moreno (2004).

Unidad	Composición	Edad	Muestra
Volcán Lanín, Unidad Lanín 2(P12m)	lavas con una erosión glacial localizada en la base del valle del río Malleo	No determinado	LL190517-1
Volcán Quinquilil, Basaltos de Quinquilil	unidad basáltica del volcán homónimo ubicado entre los volcanes Villarrica y Quetrupillán	Pleistoceno	LL071216-9 LL071216-12
Cordillera El Mocho	volcán parcialmente erosionado entre los volcanes Villarrica y Quetrupillán	No determinado	LL071216-1
Andesita Pino Santo	Andesítico y basáltico erosionado y ubicado en el río Malleo	90 ka (Vincze, 1993).	LL221016-1

3 Método de trabajo

3.1 Muestras para evaluación del Método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, SERNAGEOMIN

El método de datación $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ posee mayores requerimientos para aquellas muestras que son cada vez más jóvenes y que a su vez posean una razón de K/Ca baja. Muestras que cumplen estas características corresponden a basaltos y andesitas cuaternarias, por lo cual se realizará el estudio con muestras que cumplan estas características

Para evaluar el método de datación se eligieron 10 muestras basálticas y/o andesíticas de zonas jóvenes, cuyos datos de ubicación GPS se muestran en la Tabla 3.1, y su mapa de ubicación geográfica se ilustran en la Figura 3.1, Figura 3.2 y Figura 3.3.

Las muestras de código PP han sido seleccionadas de la campaña de verano 2017 del Complejo Volcánico Planchón Peteroa. Además, las muestras de código LL han sido seleccionadas en la zona entre el volcán Lanín y el Quinquilil, cuya ubicación se encuentra en la Figura 3.2 y Figura 3.3. Estas zonas por contexto geológico corresponden a una formación menor a 1 Ma y son proporcionadas por contribuyentes al estudio presente.

Las muestras serán descritas en detalle petrográficamente con tal de tener mayor información posible para análisis comparativo de otras líneas de trabajo de este capítulo. Se tendrá en consideración; descripción general, mineralogía, alteración, tipo de roca, masa fundamental, texturas de minerales y de roca total.

Tabla 3.1: Muestras para realizar evaluación.

Código	Este	Norte	Ubicación
LL190517-1	296429	5612937	Volcán Lanín
LL221016-1	311083	5606209	Pino Santo
LL071216-1	257632	5626518	Cordillera El Mocho
LL071216-9	274831	5622785	Volcán Quinquilil
LL071216-12	273596	5622315	Volcán Quinquilil
PP-17-05	361379	6092704	Planchón-Peteroa
PP-17-16	361500	6096853	Planchón-Peteroa
PP-17-23	358723	6103057	Planchón-Peteroa
PP-17-25	360067	6103747	Planchón-Peteroa
PP-17-27	358637	6099059	Planchón-Peteroa

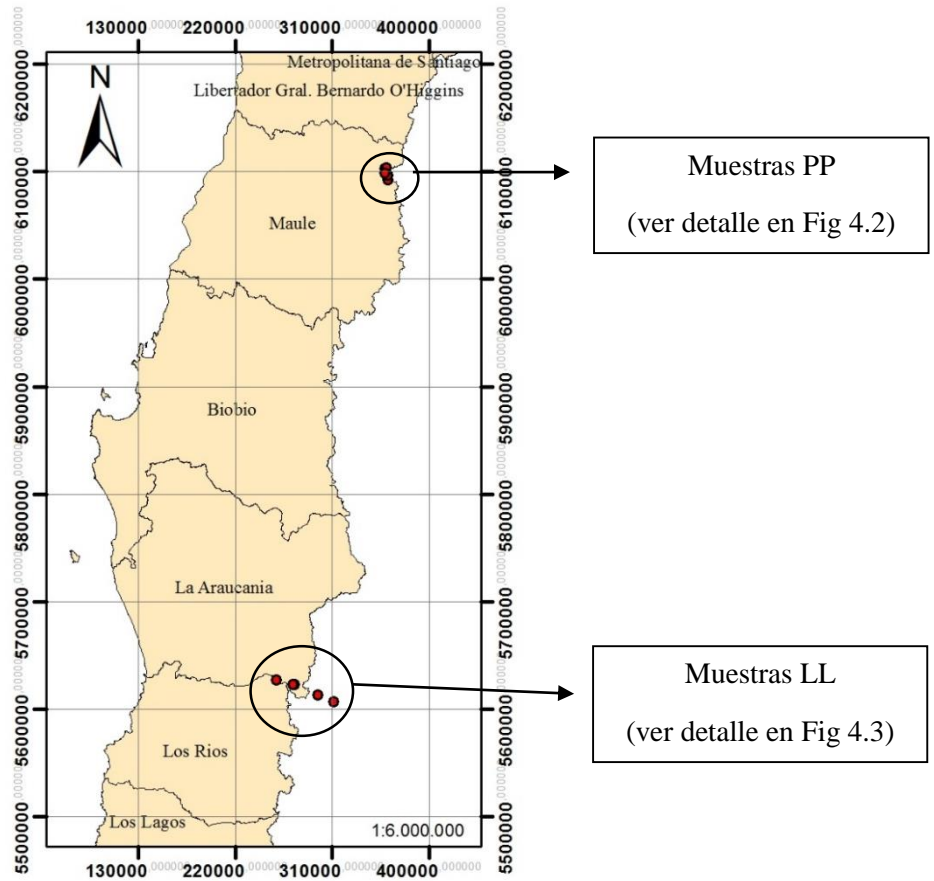


Figura 3.1: Mapa regiones entre el Maule y Los Ríos de Chile con ubicación de las muestras para análisis.

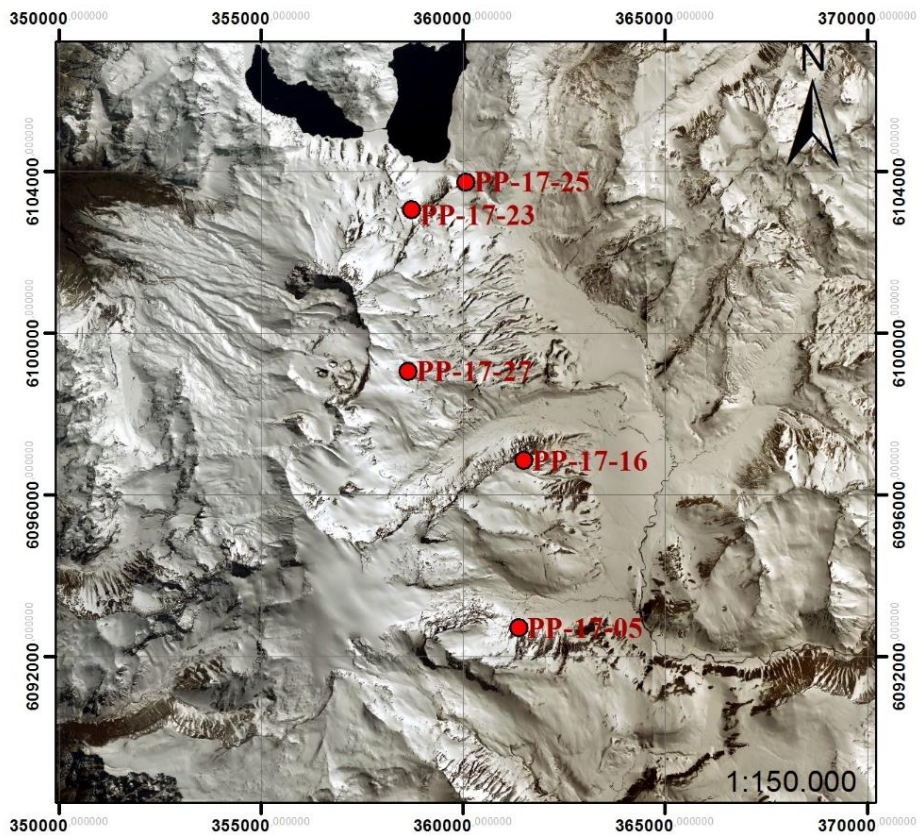


Figura 3.2: Mapa ubicación de muestras PP, Complejo volcánico Planchón Peteroa, Chile.

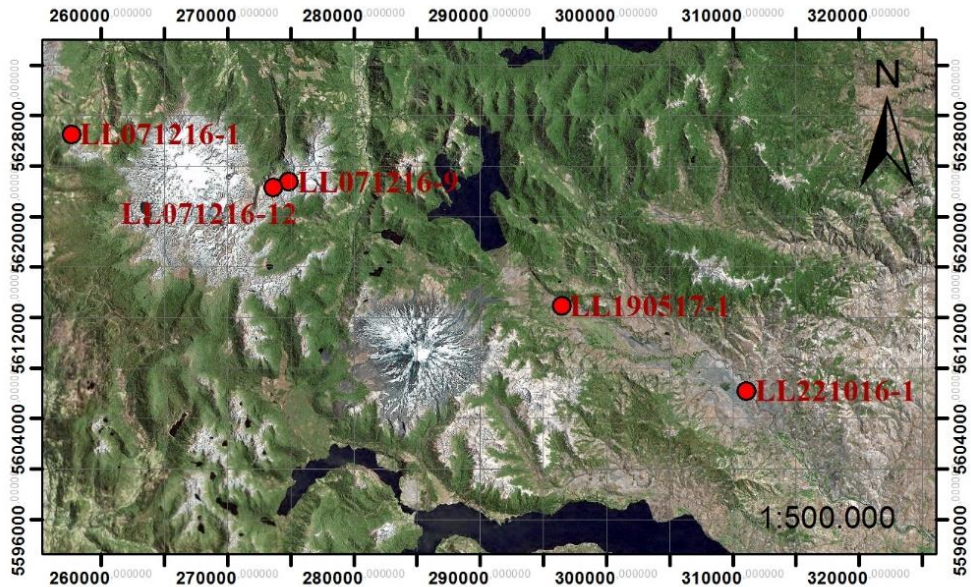


Figura 3.3: Mapa Ubicación de muestras LL, Volcan Lanin, Quinquilil, Pio Santo y Cordillera el Mocho, Chile.

3.2 Preparación de muestras en SERNAGEOMIN y WiscAr

Para evaluar la influencia de la preparación de muestras de masa fundamental en el resultado, es necesario primero determinar cómo influye actualmente en las dataciones el tratamiento de muestra en base a la naturaleza de esta. Posteriormente, debe aplicarse la nueva metodología a las muestras con tal de caracterizar y comparar de qué manera afecta la naturaleza del material seleccionado en conjunto con el tipo de tratamiento para seleccionar la masa fundamental.

Para comparar la preparación de muestras entre laboratorios se dispone de 2 preparaciones para las mismas muestras. En la Tabla 3.2 se indican; la preparación A que consiste en las muestras que fueron preparadas con estándares de WiscAr y la preparación B consiste en el procedimiento en SERNAGEOMIN. Las muestras PP son sometidas a ambos procedimientos, mientras que las muestras LL serán preparadas con el método habitual del SERNAGEOMIN para hacer la evaluación del procedimiento de manera autónoma.

Tabla 3.2: Preparaciones para evaluación del método.

Código	Preparación A (WiscAr)	Preparación B (SERNAGEOMIN)	Observación
LL190517-1		X	
LL221016-1		X	
LL071216-1		X	
LL071216-9		X	
LL071216-12		X	vesiculada
PP-17-05	X	X	
PP-17-16	X	X	
PP-17-23	X	X	Misma colada
PP-17-25	X	X	Misma colada
PP-17-27	X	X	

Las 10 muestras pasaron por la prueba de factibilidad en SERNAGEOMIN aunque la muestra LL071216-12 presenta una considerable vesicularidad (40%) y en rigor no sería factible de datar. No obstante, dado el contexto de evaluación, se realizará igualmente el procedimiento para esta muestra.

Posterior a la factibilidad se debe realizar molienda, tamiz y la selección de masa. Los protocolos de estos se encuentran en el apartado 2.3 que corresponde a los Aspectos técnicos del método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, en donde se explican en detalle los procedimientos de ambos laboratorios en cada una de estas labores.

Para todas las muestras se realizarán los procedimientos de SERNAGEOMIN, pero incluyendo el duplicado de muestras de código PP a las cuales se les aplica la preparación de muestras aplicado por WiscAr. El resto de los protocolos serán los establecidos en el Laboratorio de Geocronología de SERNAGEOMIN (montaje, irradiación, fusión y medición).

Al tener el material seleccionado y etiquetado, se procede a entregarlo a la Unidad de Geocronología, donde los 60 granos solicitados se montan en el disco de irradiación en varios espacios del disco quedando alrededor de 23-24 granos por espacio de disco. El disco tiene una capacidad de 21 muestras. Los discos son enviados al reactor de la CCHEN donde se irradian 23 horas. Luego son almacenados durante 3 meses por seguridad en la manipulación.

Para las muestras preparadas mediante protocolo de WiscAr, se medirá la misma masa que actualmente se realiza en el laboratorio de SERNAGEOMIN y no la cantidad de masa que realiza WiscAr, esto con el objetivo de aislar el factor de preparación de muestra. Por lo tanto, se debe medir la cantidad de granos en la fracción 35-60 para establecer cuanta masa de la nueva malla corresponde para la prueba, lo cual visualmente será menos material que el utilizado en otros laboratorios (esto se encuentra en detalle en el apartado 3.5 que corresponde a Caracterización de heterogeneidad del procedimiento).

3.3 Diferencias en los métodos de WiscAr y SERNAGEOMIN

Con tal de evidenciar las diferencias de ambos laboratorios, se seguirá toda la línea de procesos del método de datación en el laboratorio de SERNAGEOMIN, y esto será comparado con el método utilizado en WiscAr, cuyo método de datación ha sido recopilado mediante contacto inmediato con los agentes correspondientes. Junto a ello, el análisis de las diferencias permitirá evidenciar elementos que podrían mejorar las condiciones de datación, así como para optimizar los recursos y mejorar los resultados de las dataciones en el laboratorio de geocronología del SERNAGEOMIN en Chile.

Se confeccionará una tabla cronológica con los aspectos técnicos a analizar para proponer las mejoras a implementar. Se realizará solo la línea de factibilidad, preparación de muestras, montaje de disco de irradiación, irradiación y montaje de disco de fusión. Los aspectos técnicos de los distintos equipos de medición caben en el contexto del trabajo de intercalibración que lleva el laboratorio y se alejan a los alcances de este trabajo.

3.4 Factibilidad de datación

Para tener más información en la toma de decisión de factibilidad, se realizarán estudios SEM y química de muestras representativas para determinar si proporciona valor a la información necesaria para determinar la factibilidad de datación.

El microscopio electrónico de barrido SEM es una herramienta idónea para estudiar morfologías, esto sumado al detector EDS que permite determinar contenido de distintos elementos, proporcionan herramientas de utilidad para efectuar la factibilidad de datación con mayores antecedentes. Los parámetros que podrían verse mejor o complementar al corte petrográfico son: la vesicularidad, estimación del contenido de

potasio/calcio y alteraciones leves. Para estos factores, se realizará estudio a través del SEM en corte pulido y montaje de granos previamente seleccionados que cumplan requisitos de factibilidad para el procedimiento. Además de estudiar dos casos en que el cambio de malla afecte la interacción con las vesículas y comparar el lavado químico en una de las muestras. El detalle de estos se enumera a continuación:

3.4.1 SEM de pulido y de granos factibles

Por disponibilidad de muestra se realizará SEM de corte pulido de las muestras LL. Esto permitirá mediante imagen EDS caracterizar cambios de mineralogía y leves alteraciones que podrían no evidenciarse simplemente en corte transparente. Además, se realizará SEM de granos factibles para observar su textura, compactación, posibles fenocristales, cambios mineralógicos y leves alteraciones. Posteriormente, la evidencia de imágenes SEM de pulido, granos factibles y corte petrográfico, permitirán analizar cual presenta información adecuada y necesaria para determinar qué elementos integran información en la toma de decisión en la etapa de factibilidad.

Las muestras a las cuales se les efectuará pulido corresponde a las de código LL. Las muestras PP quedarán propuestas para trabajo de Laboratorio, mientras que granos factibles se realizará a todas las muestras. Todas las muestras metalizadas corresponden a muestras representativas y no las mismas que son medidas en ARGUSVI.

3.4.2 Química en pulido y granos factibles mediante SEM

A las muestras de código LL y PP se les realizará geoquímica de potasio y calcio. Esto se realizará mediante 3 métodos; mapa de composición de corte pulido, estadística de puntos en SEM y geoquímica mediante análisis de fluorescencia de rayos x.

Se realizará SEM de granos previamente seleccionados que cumplan las características de ser factible en la fase de selección. Se seleccionarán 10 granos de la fracción 250-180 μm de los cuales se tomará la química aleatoriamente en 10 puntos. Luego, se realizará la estadística descriptiva del contenido de los distintos elementos, específicamente del K y Ca del material que potencialmente será medido en el ARGUSVI mediante la preparación de muestras de WiscAr.

3.4.3 Química Roca Total y fracción magnética

Se realizará química de la fracción 250-180 μm a la cual se le aplicó separación magnética. La fracción magnética de la separación se le realizará análisis de rayos x. Este procedimiento necesita 50 mg de muestra, la cual se mezcla con di-litio tetraborato y litio metaborato en razones 3:1 que suman un peso de 5.95 gr con un error de 0.014 gr. La mezcla puede tener en total un error de 0.01 mg, la cual se mezcla en mortero para su

posterior fusión. Luego, para que la pastilla quede transparente se le incluyen trazas de litio iodado. De esta manera, la pastilla queda lista para realizar la medición junto a los estándares correspondientes.

Para las muestras LL, los resultados serán comparados con de geoquímica de las muestras LL del laboratorio ACME (Bureau Veritas Commodities, Canada), las cuales corresponden a química de roca total, esto con tal de evidenciar como cambia la proporción de elementos dada la separación de masa fundamental y fenocristales que componen la roca total.

3.4.4 Cambio de malla, vesicularidad y lavado

El material que ha pasado por separación magnética en el rango de 250-180 μm y se ha limpiado para ser factible, se compara con los granos factibles del rango 500-250 μm . Esta comparación se realizará con las muestras LL071216-12 y PP1705, esto con el objetivo de determinar si hay disminución del tamaño y cantidad de fenocristales mediante las distintas metodologías de separación explicadas en el marco teórico en la sección de molienda y tamiz 2.3.2 y separación de muestras 2.3.3

La muestra LL071216-12 se encuentra críticamente vesiculada, por lo cual podría esperarse que al seleccionar material en una malla más fina se esquiven o abran las vesículas que serían un problema para la medición. Para determinar si al seleccionar en una fracción más pequeña se puede o no evitar y romper las vesículas, es que se analizarán imágenes SEM de las fracciones 500-250 μm y 250-180 μm . Específicamente se observará la textura de la masa fundamental; compactación, vesicularidad y correlación con textura de corte petrográfico.

La muestra con leve contenido de carbonato PP1705, se lava químicamente con HNO_3 al 10% por protocolo de limpieza. Esta se debe comparar con el material sin lavar para analizar mediante SEM posibles alteraciones atribuidas al lavado propio de la muestra, lo cual es más exhaustivo y no se aprecia en el corte petrográfico debido a que el lavado químico es realizado a los granos como tratamiento posterior a la factibilidad (esto es solo para aquellas muestras con traza de carbonato asociado al ambiente, estas trazas aun que no posean un contenido en la muestra, la presencia de trazas asociadas a humedad o factores ambientales pueden dañar el espectrómetro de masas).

El resumen de todos los puntos anteriores se pueden apreciar en la Tabla 3.3, en donde se encuentran todas las variables que se realizarán y las muestras correspondientes a cada una. Además, en la Figura 3.4 se puede apreciar el flujo de evaluación de la factibilidad para la metodología.

Finalmente, con los datos obtenidos se comparará la información de la metodología habitual (corte transparente con descripción y tinción) con la de las pruebas de factibilidad (SEM de pulido, SEM de granos y química), para evaluar cual es la que entrega información necesaria de implementar para la factibilidad de datación.

Tabla 3.3: Muestras y distintos análisis para estudiar la factibilidad de datación. (*) Corresponde a estudio de vesicularidad y proporción de fenocristales por cambio de malla, (**) corresponde a lavado químico y proporción de fenocristales por cambio de malla. (***) Corresponde a los resultados de química del laboratorio ACME (Bureau Veritas Commodities, Canadá).

Código muestra	fracción	Análisis SEM		Química
		Pulido	Granos	
LL190517-1	250-180 µm	Mapa de K y Ca	K y Ca	K y Ca (***)
LL221016-1	250-180 µm	Mapa de K y Ca	K y Ca	K y Ca (***)
LL071216-1	250-180 µm	Mapa de K y Ca	K y Ca	K y Ca (***)
LL071216-9	250-180 µm	Mapa de K y Ca	K y Ca	K y Ca (***)
LL071216-12	500-250 µm 250-180 µm	Mapa de K y Ca	K y Ca , (*)	K y Ca (***)o
PP-17-05	500-250 µm 250-180 µm		K y Ca , (**)	K y Ca
PP-17-16	250-180 µm		K y Ca	K y Ca
PP-17-23	250-180 µm		K y Ca	K y Ca
PP-17-25	250-180 µm		K y Ca	K y Ca
PP-17-27	250-180 µm		K y Ca	K y Ca

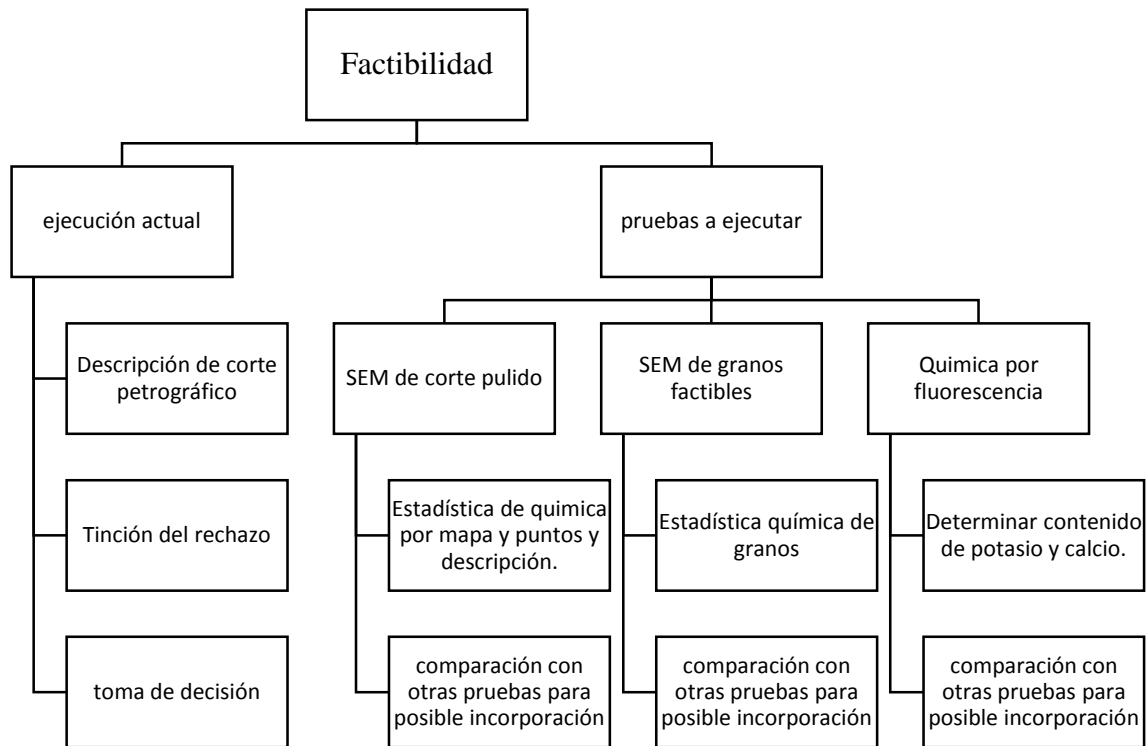


Figura 3.4: Esquema de flujo de evaluación para factibilidad.

3.5 Caracterización de heterogeneidad del procedimiento.

Se plantea determinar lo heterogéneo de la cantidad de material que se utiliza para las mediciones. Para ello se procede a masar el material que está destinado a datación y se determinará cuánto varía la masa de la muestra mediante el criterio de número de granos.

Se seleccionan alrededor de 23 granos de cada una de las muestras en la malla habitual del laboratorio (500-250 μm). Se masa en canastillos de plata en una pesa con una sensibilidad de la milésima de miligramo. Posteriormente, se estima la masa de un grano para cada una de las muestras para evaluar la variación de masa del tamaño de muestra total para la medición.

Además, se realiza análisis de foto mediante el software JMicroVision, en donde se reconocerán áreas visibles de los granos, esto se correlacionará directamente con la masa de los granos con tal de cuantificar la distribución de masa que se genera en la misma malla. Esto se realizará para las mallas 500-250 μm y 250-180 μm con tal de determinar si al tamizar más fino se tendrá una distribución menor de tamaños. Para la adquisición de imágenes se utiliza la descrita en la sección de análisis de separación magnética.

3.5.1 Análisis de separación magnética

Para estimar que tan efectivo es realizar la separación magnética para diferenciar la masa fundamental es que define la eficiencia, esta consiste en la probabilidad de seleccionar un grano que corresponda ser masa fundamental, la variable se define entre “0” y “1”, donde cero corresponde a la nula probabilidad de encontrar un grano de masa fundamental y uno que corresponde a que todos los granos son masa fundamental.

Para calcular la eficiencia de la separación magnética, se plantea el análisis estadístico de los granos a través de imágenes. Para ello, se establece una metodología de subconjuntos representativos de la muestra a través de foto para hacer conteo por color y análisis de tamaños según el software JMicroVision.

Para la preparación de imágenes se establece 3 subconjuntos de la muestra a evaluar. Se realiza una grilla cuadrangular de 5x5 mm de las cuales se evalúa estadísticamente cada una y luego de forma grupal para cuantificar la eficiencia. De las 10 muestras que se evalúan, se determinará la eficiencia de sus variadas condiciones:

- 1) Material en malla 500-250 μm
- 2) Material en malla 250-180 μm
- 3) material en 250-180 μm fracción magnética
- 4) material en 250-180 μm fracción no magnética.

Con el software se realiza un conteo y discriminación de los granos que son factibles para datación de aquellos que no son factibles, la estadística de tamaño se realiza con aquellos que pasan la prueba de conteo. El objetivo principal es establecer cuantitativamente la eficiencia del método para implementar en el laboratorio del SERNAGEOMIN.

El programa arroja las áreas factibles, de las cuales se eligen aquellas que posean más de 10000 μm^2 de área con tal de establecer que la mayoría del cristal sea factible y evitar la inclusión de cristales, esto se puede observar en la Figura 3.5. En el programa se utiliza cambios en el IHS y RGB que corresponde a los tonos de grises y color con tal de poder identificar bordes y seleccionar solo aquellos que presenten visualmente solo masa fundamental y no fenocristales.

Las condiciones de ejecución del programa son:

- Filtrar bordes que colinden con el margen de área de estudio.
- Llenado de objeto.
- Análisis de imágenes usando filtro RGB y IHS según corresponda.

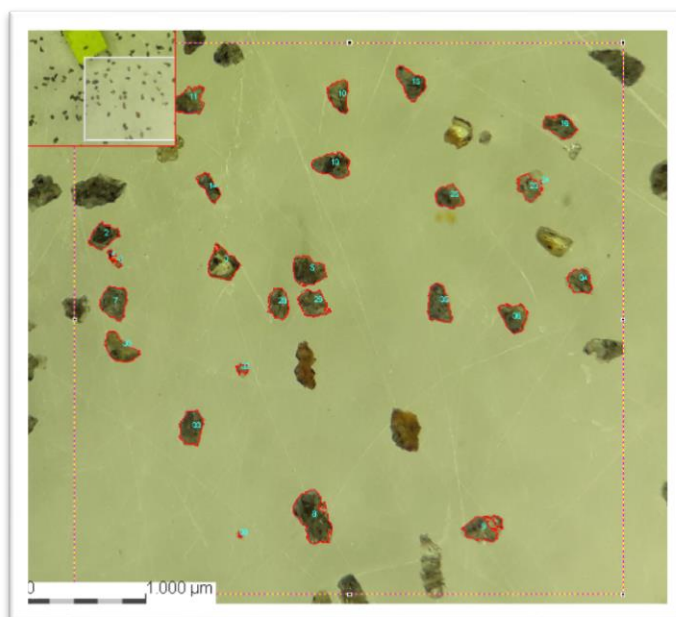


Figura 3.5: Borde de grano y su conteo correspondiente según discriminación de IHS o RGB (escala de grises y colores de la imagen).

3.6 Tamaño de muestra para análisis

Debido a la correlación entre contenido de potasio, cantidad de muestra y rango de edad factible para medir (Figura 2.3), se debe evaluar las condiciones para el laboratorio del SERNAGEOMIN. Para ello se debe replicar la figura mediante los datos que se proporcionan con las dataciones y posteriormente cambiar los parámetros del equipo para determinar las curvas de contenido de potasio para las distintas edades y cantidad de muestra para el equipo. Para ello se deben hacer las aproximaciones correspondientes de la sensibilidad del equipo.

Para construir la figura correspondiente a las condiciones actuales del equipo, se utilizará la Ec. 13, en donde se despejará el ^{40}K quedando la ecuación Ec. 15, en donde λ , λ_e y λ'_e son constantes conocidas en la Tabla 2.2. Mientras que el $^{40}\text{Ar}^*$ se determinará a partir de los datos obtenidos de las dataciones y t corresponde a un vector de tiempos.

$$^{40}\text{K} = ^{40}\text{Ar}^* \frac{\lambda}{\lambda_e + \lambda'_e} \frac{1}{[(\exp \lambda t) - 1]} \quad \text{Ec. 15}$$

Para determinar el $^{40}\text{Ar}^*$ se hace una correlación con el ^{40}Ar medido de las dataciones (promedio de señales a las cuales se hacen actualmente las dataciones), peso atómico del ^{40}K y la abundancia natural del ^{40}K de tal manera que quede representado el ^{40}K total. Posteriormente se realizan ponderaciones por porcentajes que corresponden a la cantidad de potasio que debería tener cierta muestra.

3.7 Reproducibilidad de los datos y toma de muestra variable

Dado el contexto de trabajo, se dispondrá a analizar los resultados de las muestras PP 1723 y PP1725, en donde ambas pertenecen a la misma colada de lavas pertenecientes a la formación P1 del complejo volcánico Planchón Peteroa (Naranjo *et al.*, 1999). Estas han sido elegidas por la distancia entre ellas pero misma pertenencia a colada de lava y a su vez por ser preparadas con los dos métodos de preparación de muestra. Por lo cual se tendrán 4 resultados de datación para este ejemplar y. A partir de ello se espera cumplir la reproducibilidad de los datos analíticos y además reproducibilidad con cambio de lugar de toma de muestra.

4 Resultados

4.1 Muestras para evaluación del método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, SERNAGEOMIN

Las muestras han sido descritas siguiendo secciones de categoría litológica, presencia de alteración, textura general, específica y descripción mineralógica. La descripción de cada muestra se encuentra en el Anexo 9.1.

4.2 Preparación de muestras y Dataciones

Las muestras preparadas según los dos protocolos de preparación corresponden a las muestras PP que se muestran en la Tabla 4.1, en donde las muestras con sufijo “s” son aquellas que se prepararon mediante procedimiento de SERNAGEOMIN. Mientras que aquellas con sufijo “w” corresponden a las preparadas mediante protocolo de WiscAr. Adicionalmente, se presentan las dataciones de las muestras LL, las cuales fueron preparadas solo mediante estándares de SERNAGEOMIN. La edad presentada corresponde a la de plateau entre 6 y 8 pasos. Todos los análisis han sido realizados en SERNAGEOMIN.

Tabla 4.1: Dataciones de muestras PP y LL mediante plateau e isócrona.

Muestra	Edad Plateau(ka)	Edad Isocrona(ka)
LL071216-12	180±12	196±44
LL221016-1	97±13	111±65
LL071216-9	152.2±3.6	150.7±9.5
LL190517-1	80.7±9.7	87±23
LL071216-1	319.5±6.1	323±7
PP1705s	237±25	350±150
PP1705w	219±14	215±85
PP1716s	179.5±6.8	180±14
PP1716w	178.2±5.2	181±14
PP1723s	66±13	63±25
PP1723w	71±14	58±42
PP1725s	73±13	44±35
PP1725w	72±11	71±43
PP1727s	54±18	31±33
PP1727w	52±12	20±36

Los resultados para las muestras PP aíslan por completo la influencia que posee la preparación de material según ambos laboratorios en un solo equipo de medición. Estos han sido medidos en el espectrómetro ArgusVI (multicolector, CDD en ^{36}Ar); Thermo Scientific del SERNAGEOMIN. Las potencias utilizadas para fundir el material han sido modificadas debido a que al utilizar un tamaño de grano menor, la fusión ocurre a

potencias levemente más bajas. La fusión ha sido realizada con el láser de CO₂ (10,6μ); Photon Machines. Dentro de las condiciones de medición se realizó medición de background cada 2 o 3 pasos, lo cual ha sido restado de las medidas subsecuentes. Esto significa que entre los pasos de medición se mide el vacío el equipo con tal de restar posibles residuos durante la medición de cada paso consecutivo.

No se presenta la presencia de argón heredado. Por lo cual se recomienda utilizar la edad plateau. Los plateaus de las muestras LL se muestran en las Figura 4.1, Figura 4.2, Figura 4.3, Figura 4.4 y Figura 4.5. Mientras que los plateaus comparados de las preparaciones de muestra en las muestras de código PP se muestran en las Figura 4.6, Figura 4.7, Figura 4.8, Figura 4.9 y Figura 4.10.

Para las muestras PP, se tiene que la muestra PP1705 disminuye en 22ka su error, la muestra PP1716 disminuye en 3.2ka su error, la muestra PP1623 aumenta su error en 2ka, la muestra PP1725 disminuye en 4ka y por último la muestra PP1727 disminuye en 12ka. Cabe señalar que la muestra que aumento su error es atribuido a la pérdida de información del paso E durante la medición de la PP1623w lo cual se puede apreciar en la Figura 4.8.

En todas las muestras se puede observar que dada la naturaleza de las muestras, el rango de variación de Cl/K varía en el rango de la centesima, mientras que el Ca/K varía en el rango de la unidad, lo cual es 3 ordenes de magnitud más dependiente para la naturaleza de las muestras en cuanto a interferencias.

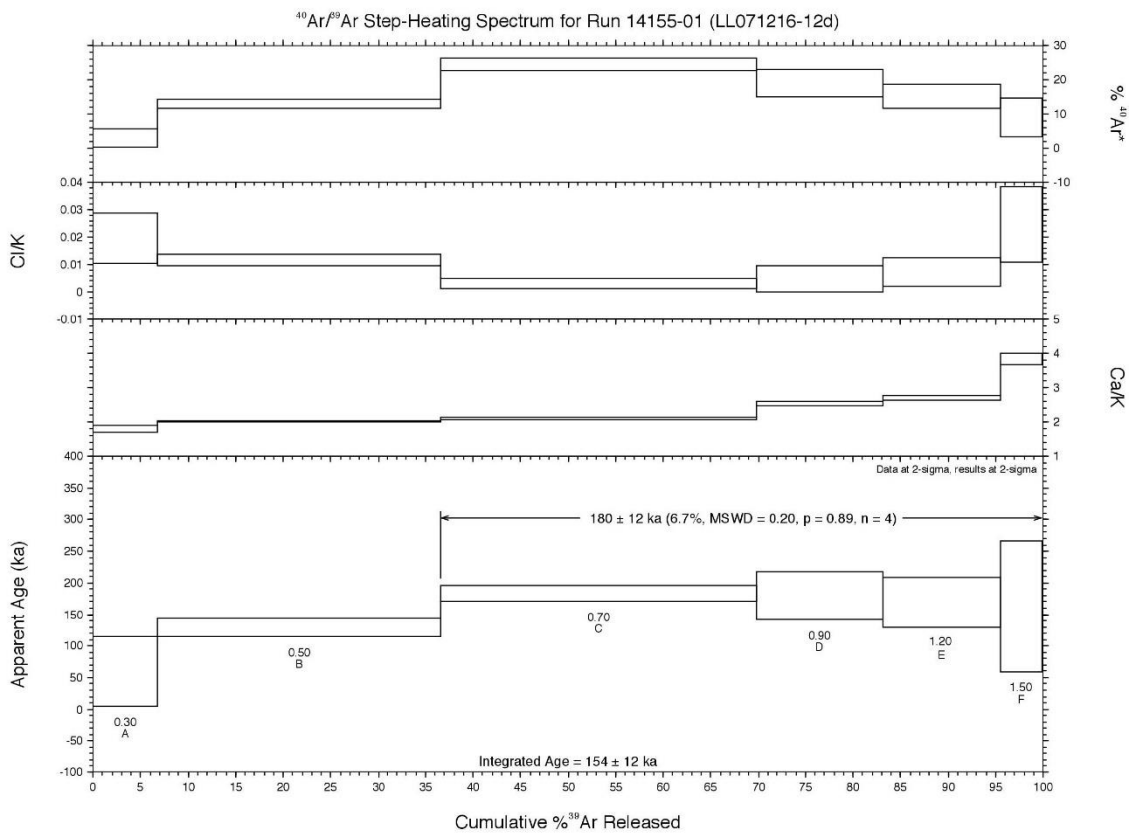


Figura 4.1: Plateau LL071216-12

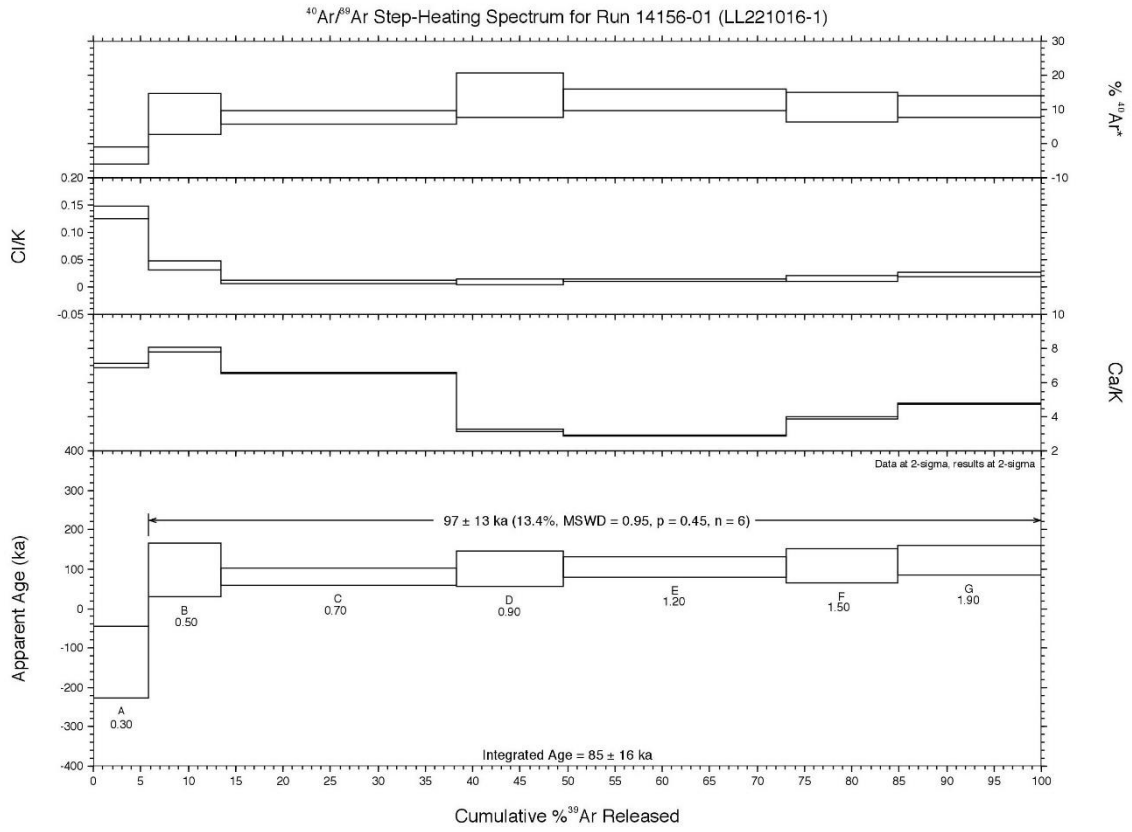


Figure 4.2: Plateau LL221016-1

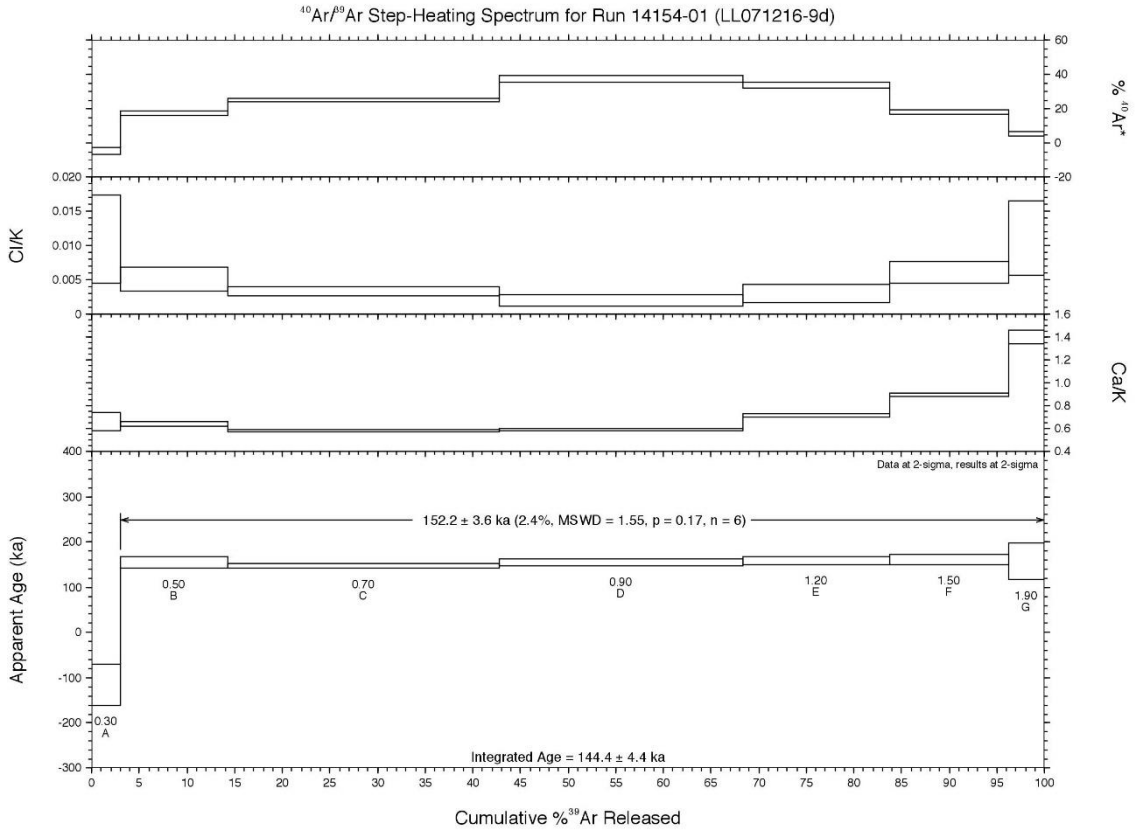


Figure 4.3: Plateau LL071216-9

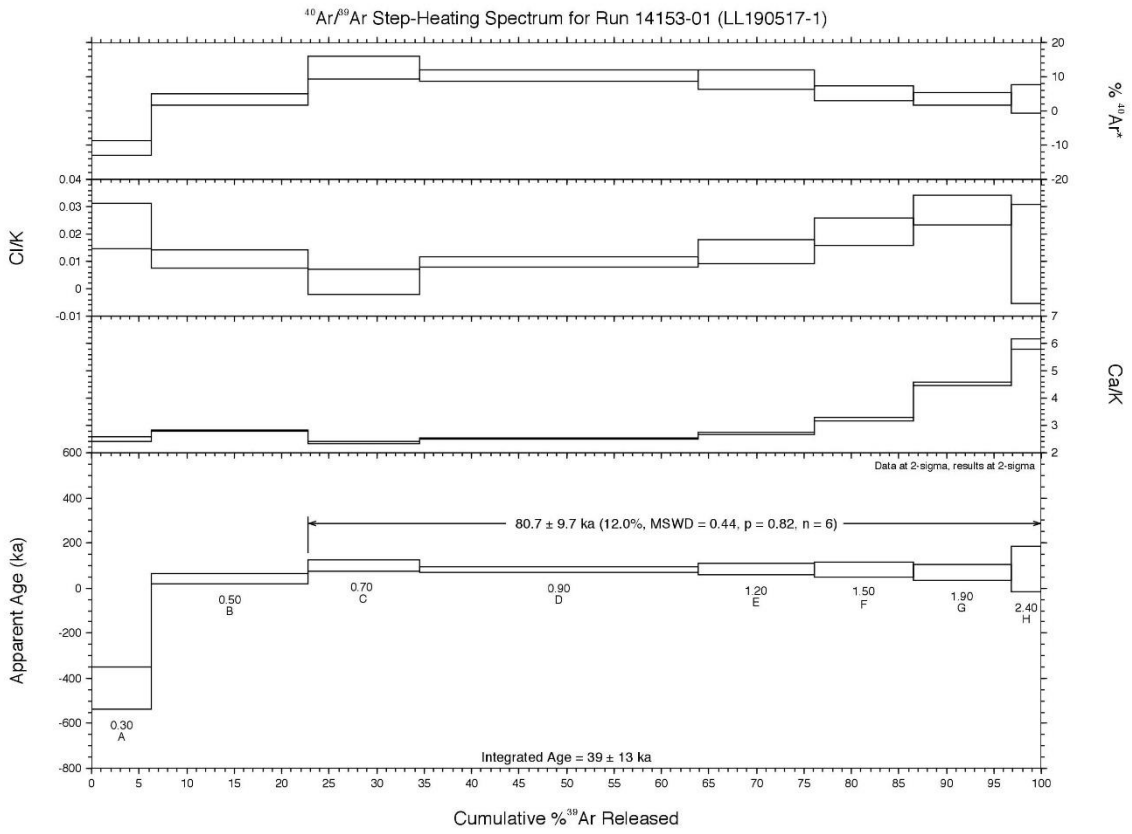


Figure 4.4: Plateau LL190517-1

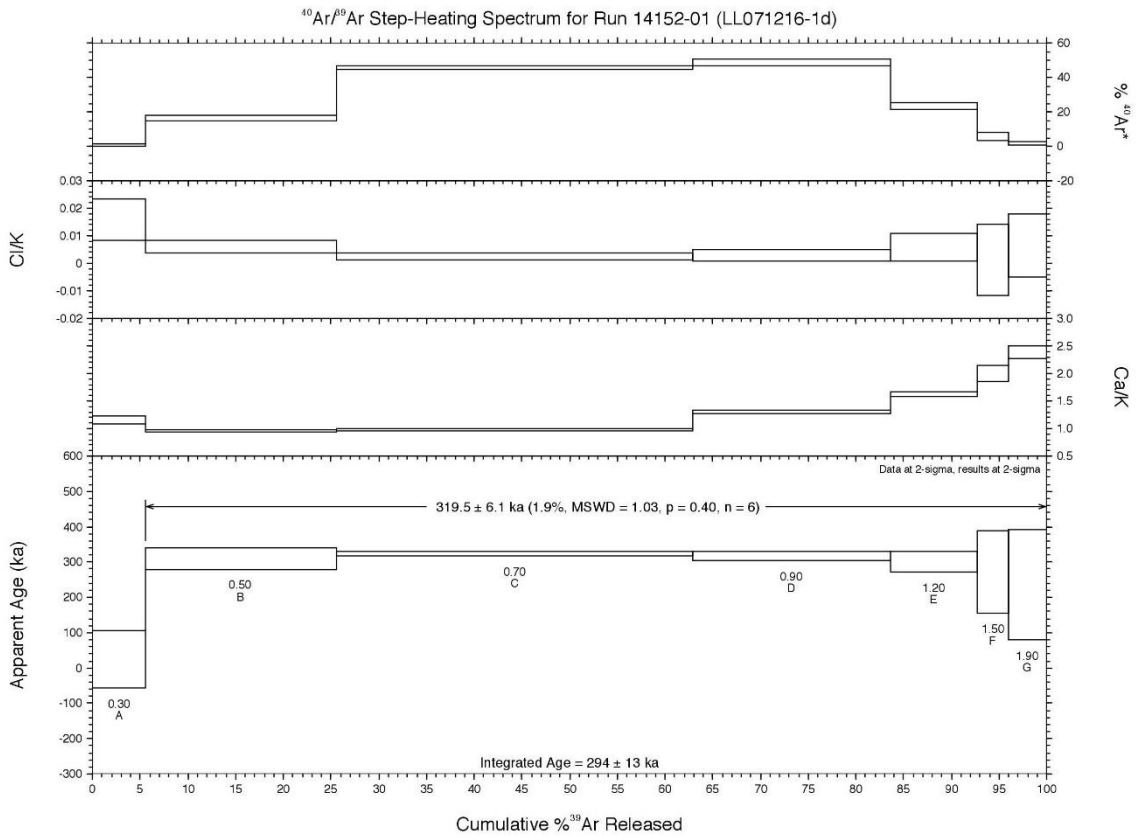


Figure 4.5: Plateau LL071216-1

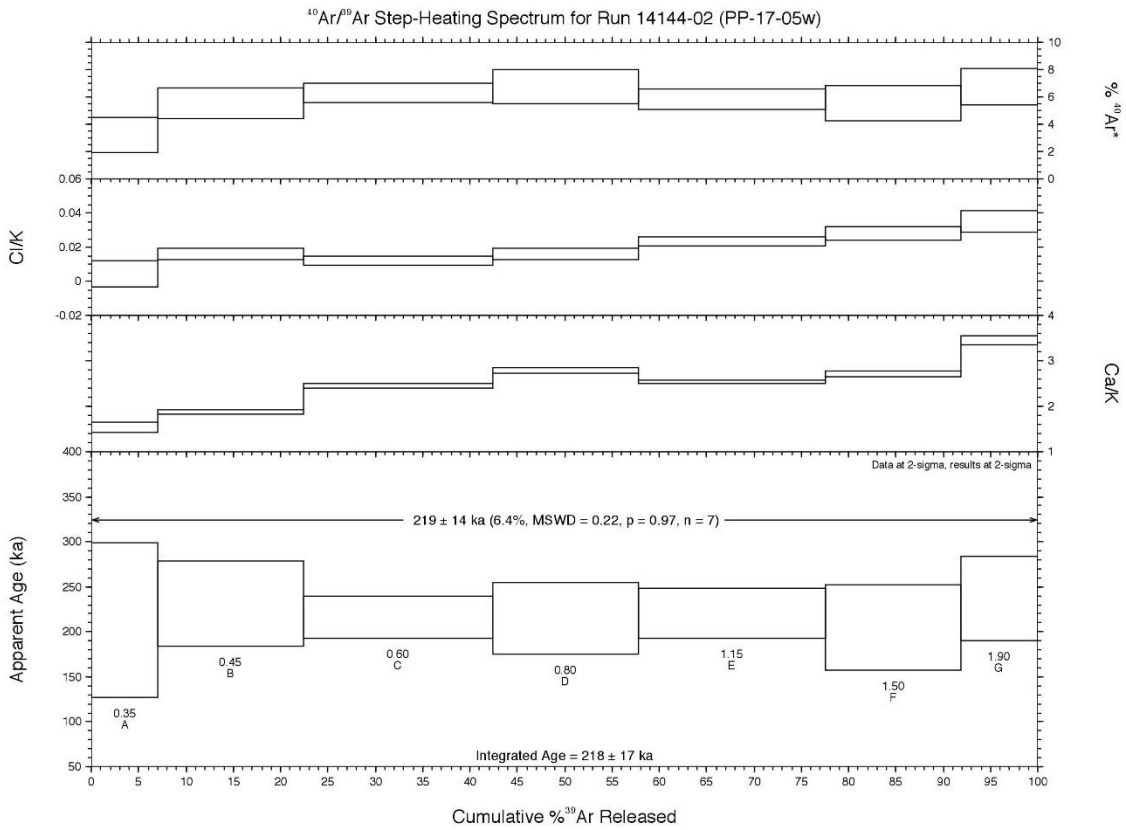
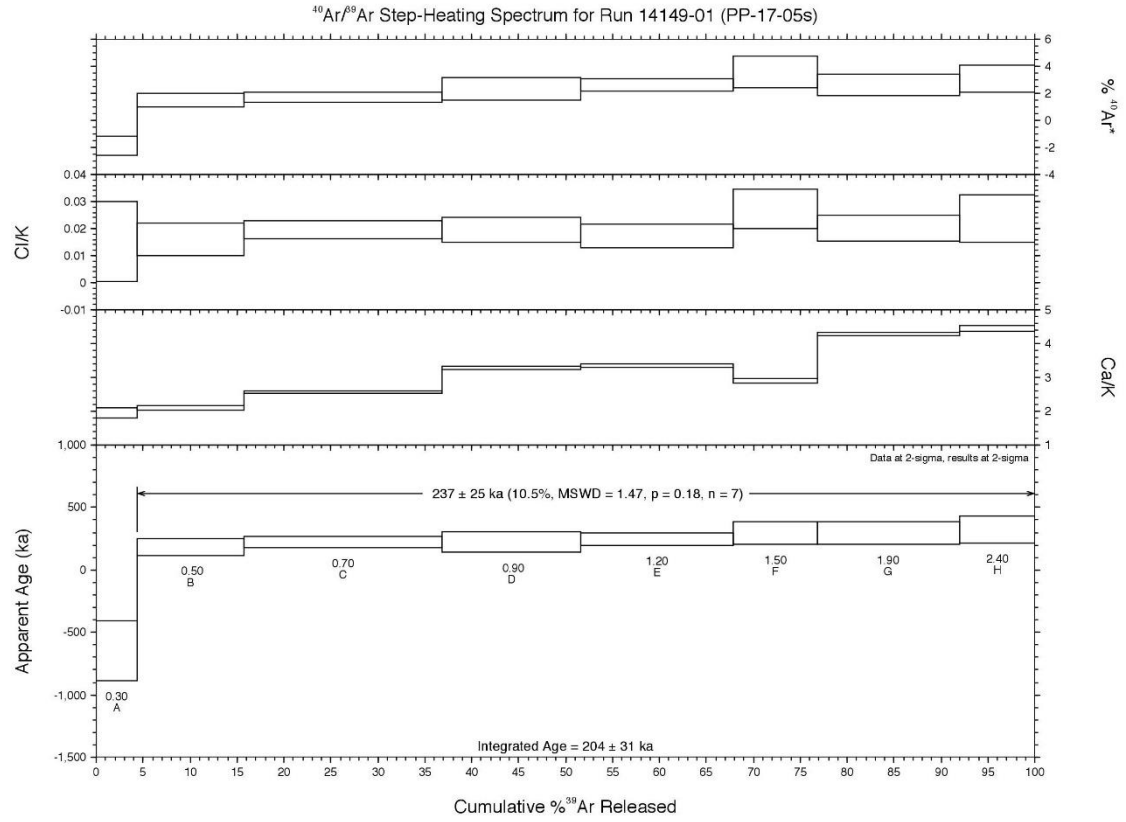


Figura 4.6: Plateau PP1705S y PP1705W

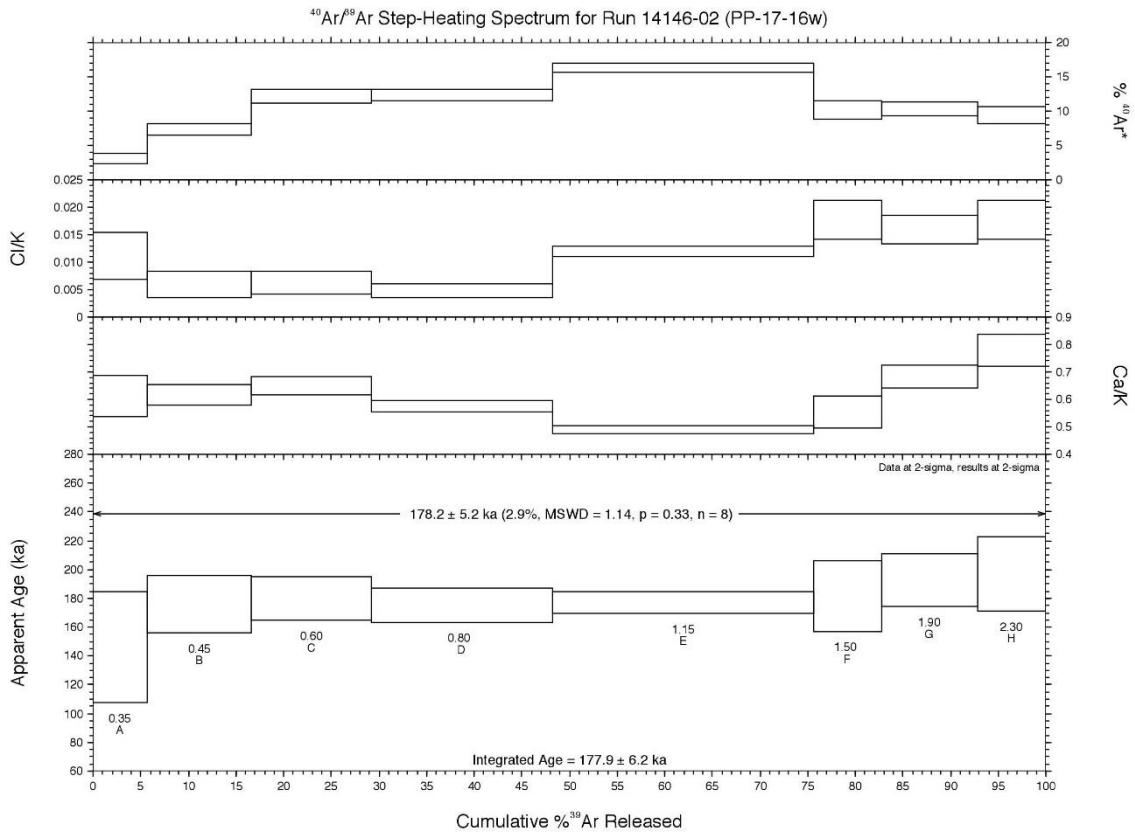
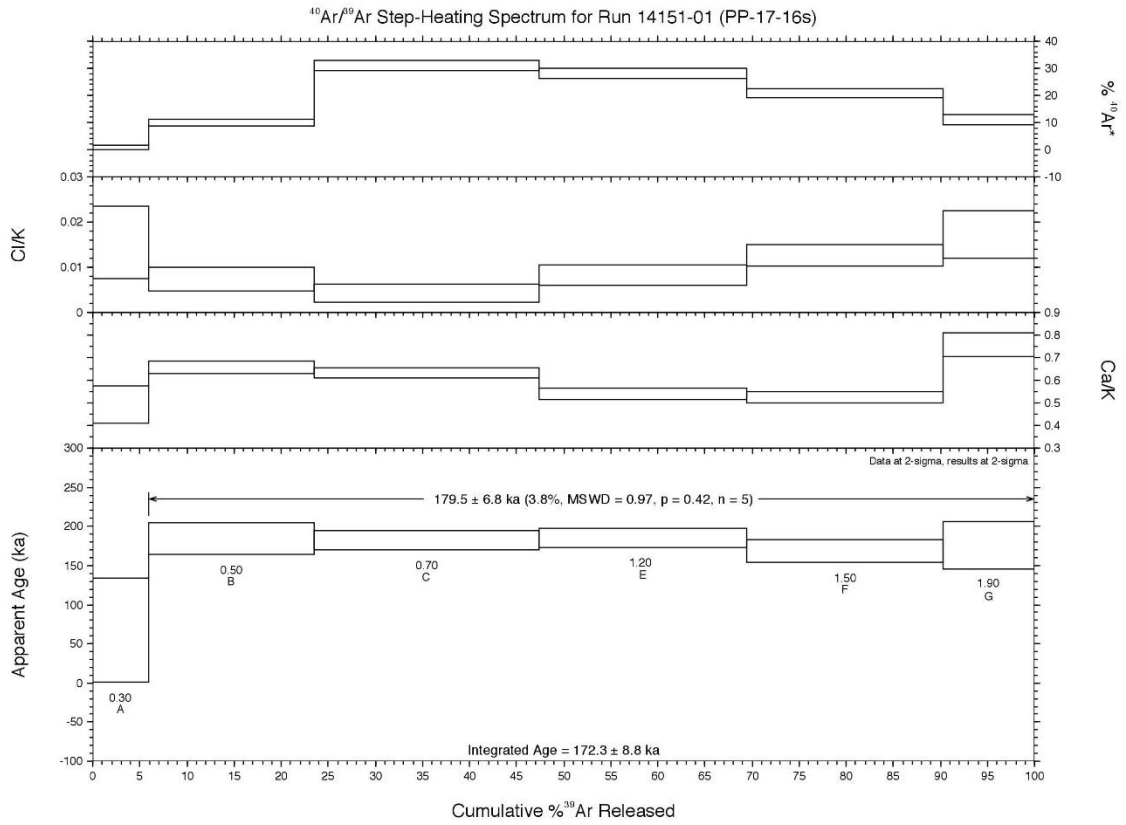


Figura 4.7: Plateau PP1716S y PP1716W

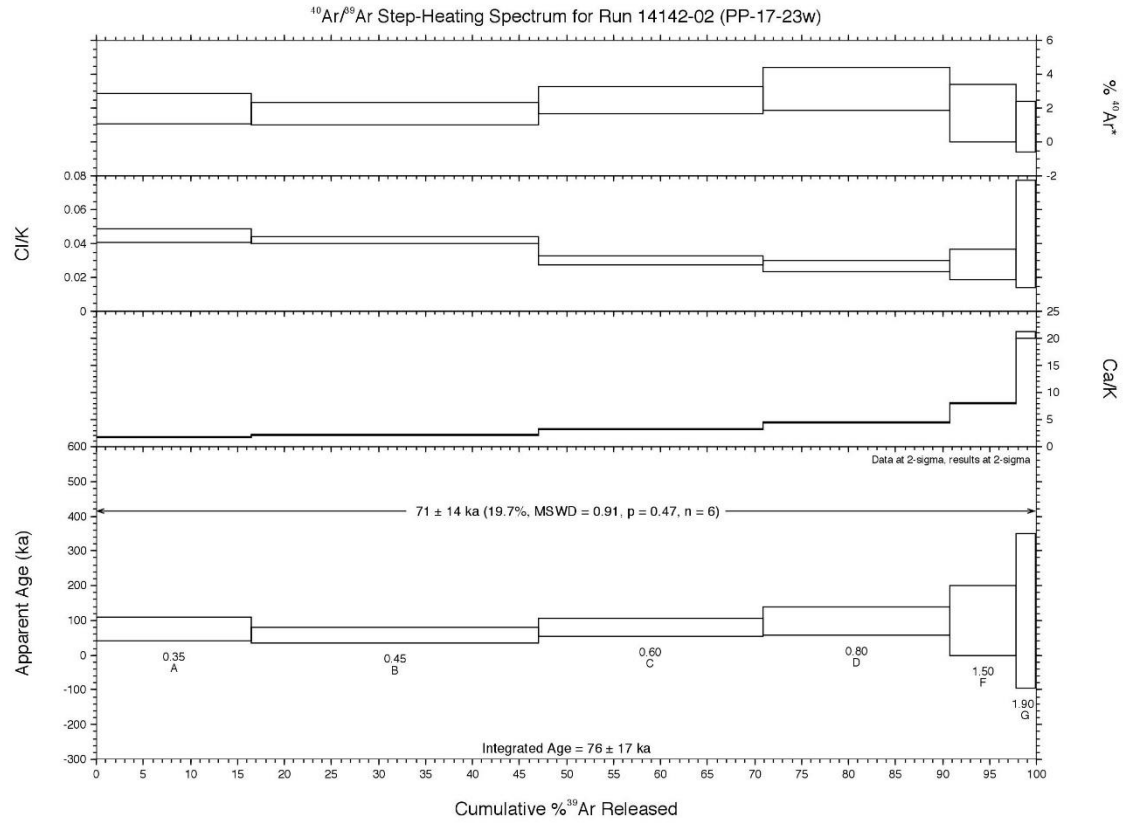
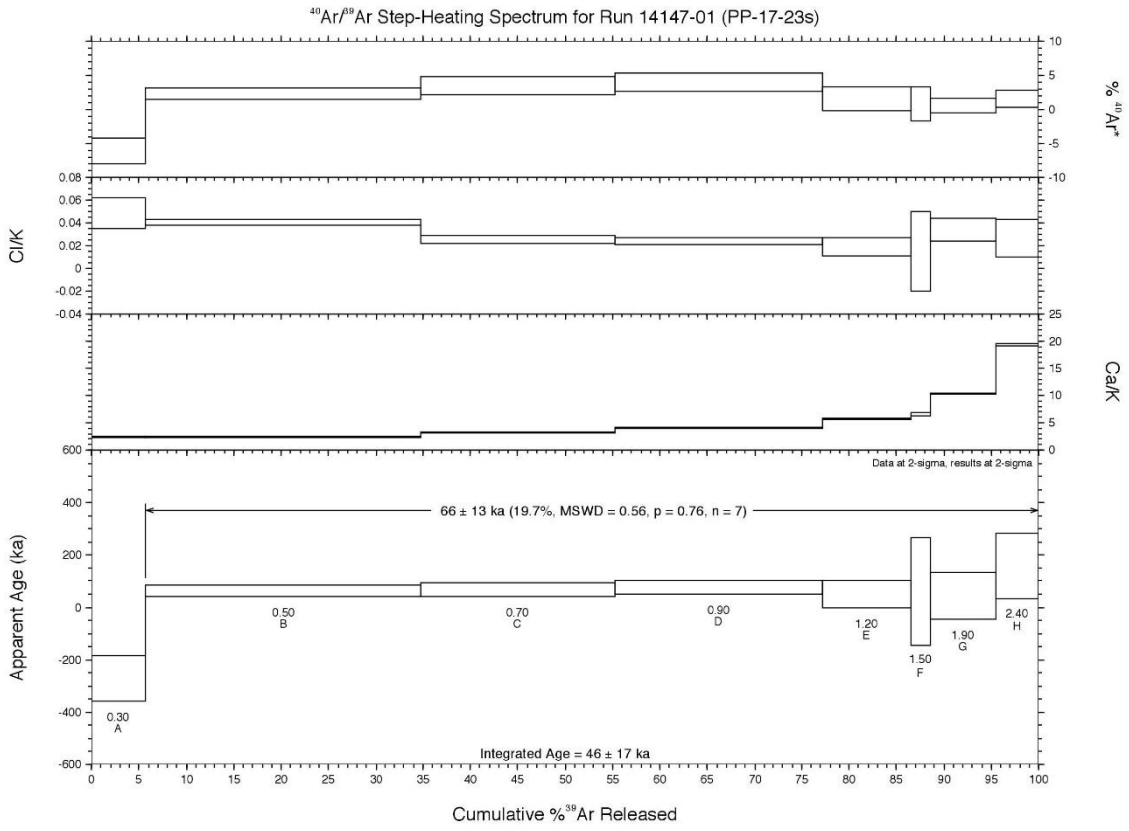


Figura 4.8: Plateau PP1723S y PP17123W

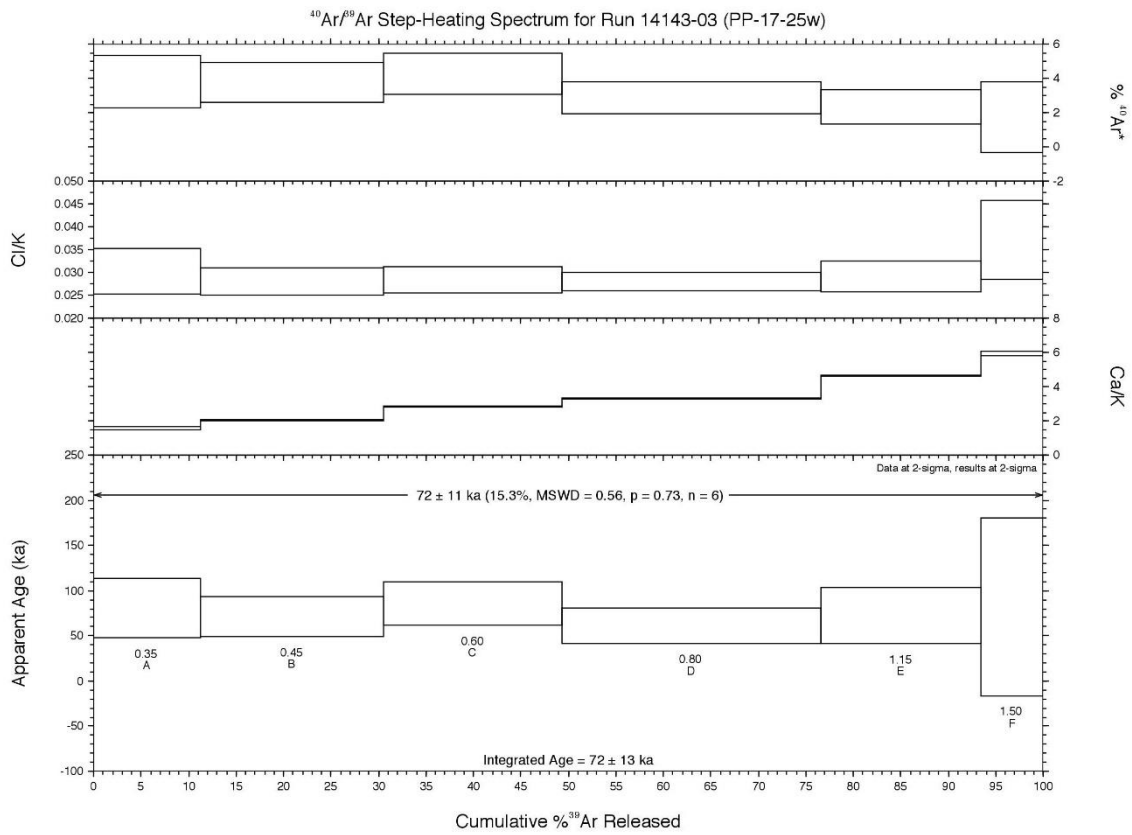
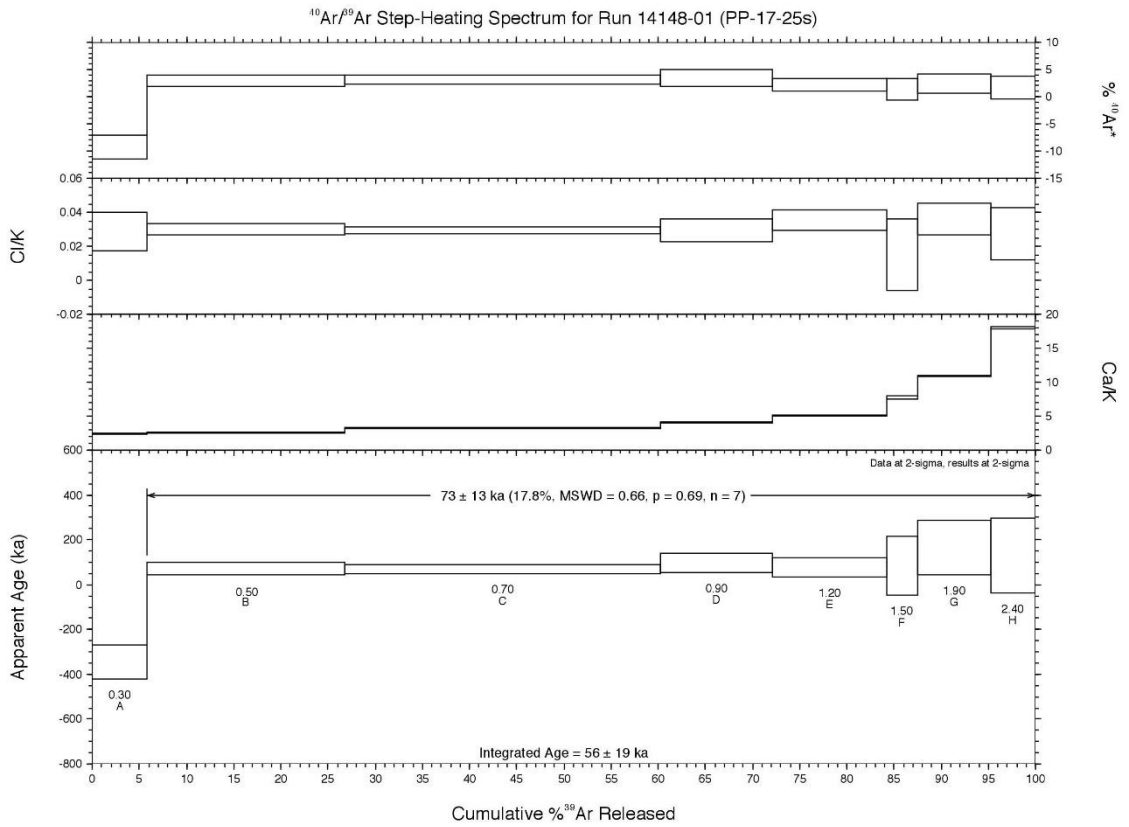


Figura 4.9: Plateau PP1725S y PP17125W

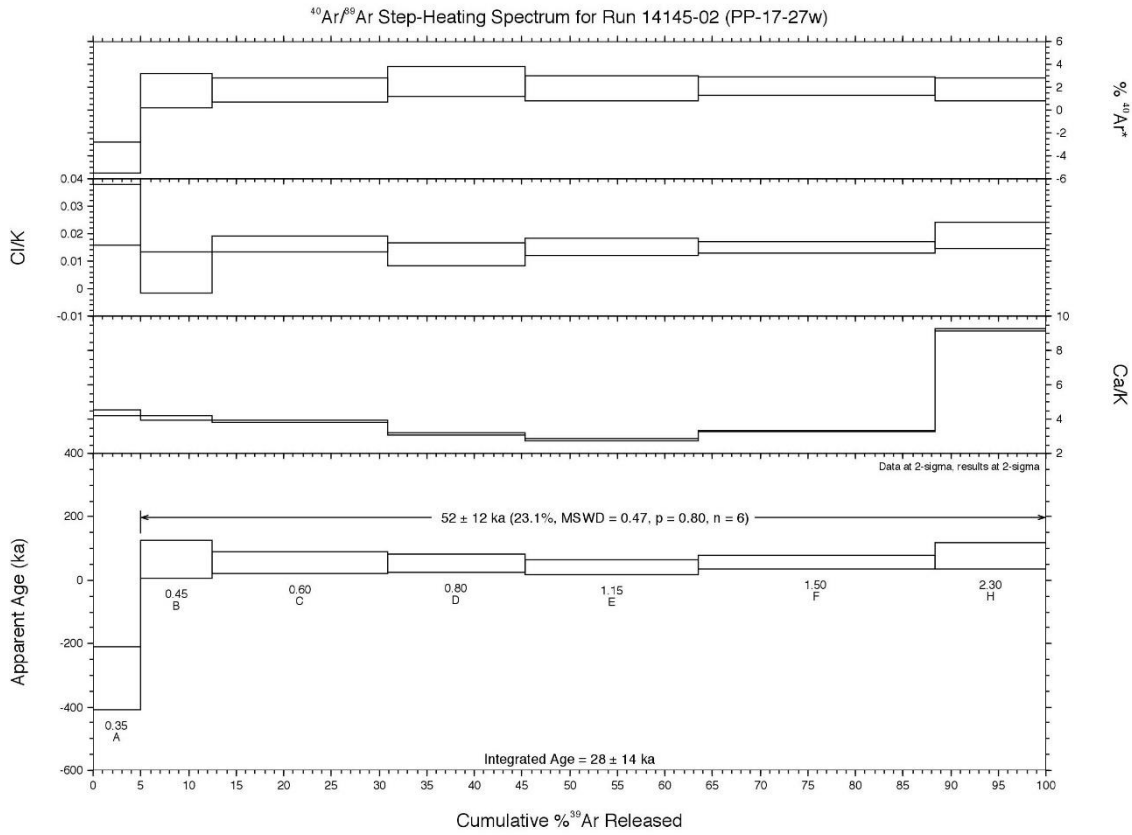
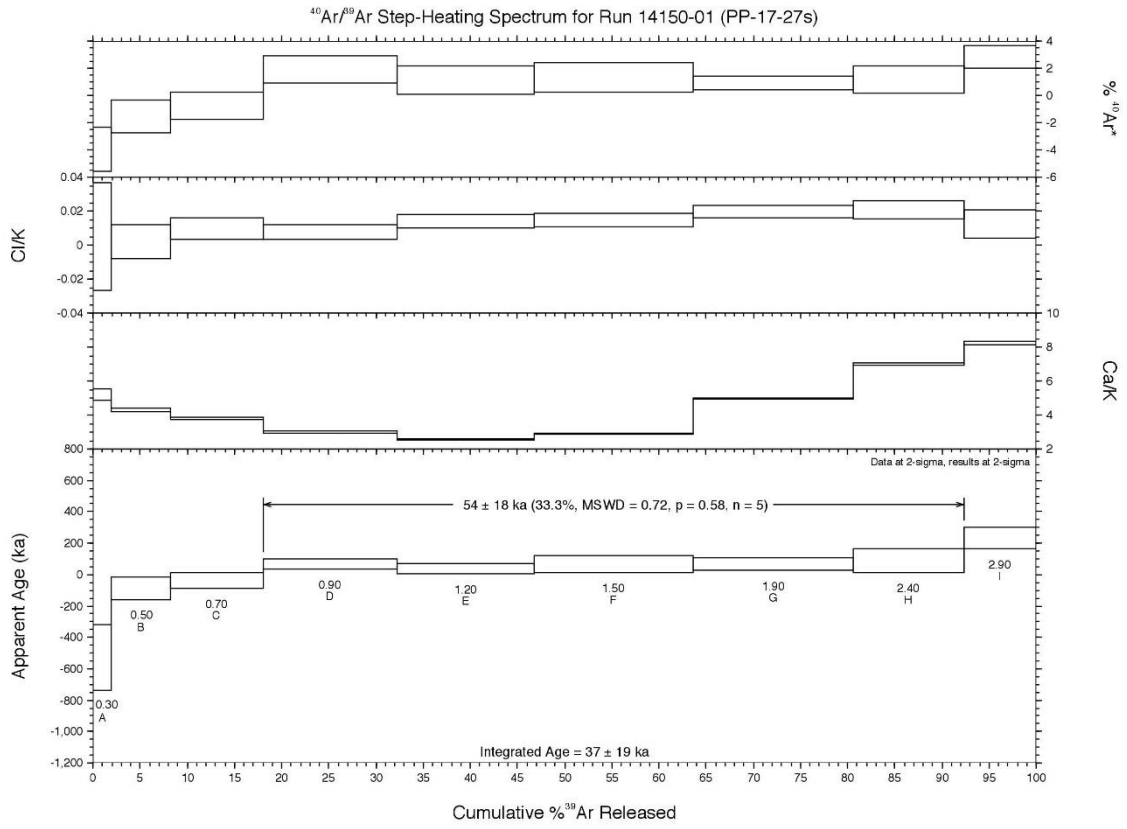


Figura 4.10: Plateau PP1727S y PP17127W

4.3 Diferencias en los métodos de WiscAr y SERNAGEOMIN

Entre los dos procedimientos existen variadas diferencias que individual o colectivamente, pueden afectar tanto el uso óptimo de los recursos cómo el resultado final de la datación. Para visualizar las diferencias detectadas se puede consultar la Tabla 4.2 en donde se identifican las diferencias en cronología del método, separando línea de proceso, elemento a comparar y la diferencia en cada laboratorio.

En la factibilidad ambos procedimientos tienen la misma descripción petrológica. La diferencia en esta etapa consiste en la manera en que se estima el potasio de la muestra, lo cual implica tener contenido de $^{40}\text{Ar}^*$. En WiscAr envían la muestra a realizar geoquímica, que dado por la naturaleza de muestras a analizar importa el calcio y el potasio (basaltos). En cambio, en SERNAGEOMIN se realiza tinción con nitrato de cobalto el cual es una medida cualitativa de estimar el potasio y solo indica contenido de feldespato potásico, evitando así otras formas en que pueda presentarse el potasio en la muestra (por ejemplo, inclusiones). Asimismo, en SERNAGEOMIN se ignora en la etapa de factibilidad el contenido de calcio que influye en la interferencia $^{40}\text{Ca}(\text{n},\text{n}\alpha)^{36}\text{Ar}$ y no se observa su influencia hasta cuando ya se ha medido mediante el espectrómetro de masas y se determina en la medición que tan confiable es el resultado.

SERNAGEOMIN entrega al área de separación de minerales la fracción 500-250 μm . Mientras que el laboratorio de WiscAr entrega además la fracción 250-180 μm que es el rango del cual se seleccionará material para la datación.

En el área de separación SERNAGEOMIN el material que se selecciona de la malla 35-60 es en base a criterio visual y recopilación con pincel hasta obtener 60 granos, los cuales son entregados para empaquetar e irradiar en el reactor de la CCHEN durante 23 horas. Mientras que WiscAr realiza separación magnética y luego limpieza por inspección visual de posibles granos que hayan pasado el filtro del separador magnético, para dicho caso el laboratorio realiza un concentrado de 20mg el cual es entregado para empaquetar y enviar al reactor de Oregon (tiempo variable entre 6 y 20 hrs). Además, existe otra diferencia en esta etapa, consiste que en WiscAr vuelven a tamizar la muestra luego de cualquier lavado que se realice a la muestra para eliminar fragmentos rotos debido al lavado, mientras que en SERNAGEOMIN no se realiza nuevos tamices de la muestra. La cantidad de material que utiliza SERNAGEOMIN es visualmente menor pero no puede cuantificarse debido a que la unidad de medida es en conteo de granos, por lo cual hay que cuantificar la diferencia (apartado 4.5.correspondiente a caracterización de heterogeneidad del procedimiento).

Para el montaje de muestras en el disco de irradiación, se tiene que el disco de SERNAGEOMIN es de agujeros más pequeños y solo se monta el material grano por grano mediante pinza o pincel. Mientras que WiscAr al trabajar con tamaño de grano más

pequeño tiene la dificultad de poner cada grano en los agujeros del disco de irradiación, por lo cual, desarrollan el empaquetamiento con un paquete artesanal de aluminio. Posteriormente, el paquete con la muestra es ubicado en el agujero del disco, el cual es más grande que el disco de SERNAGEOMIN.

Las diferencias dadas por el reactor no serán visualizadas debido a alcances de este trabajo y actual levantamiento de información requerida de los reactores.

Una vez que las muestras vuelven del reactor, WiscAr vierte el material desde el paquete al disco de fusión cuyo radio es mayor que el disco de fusión de SERNAGEOMIN. Como en Chile no se emplea el empaquetamiento, se debe volver a traspasar con pincel y pinza grano por grano del agujero del disco de irradiación hacia el disco de fusión, lo cual genera un riesgo de contaminación al caer un grano de otra muestra en uno de los agujeros vecinos.

SERNAGEOMIN monta suficiente material para formar una capa homogénea al fondo del disco de fusión. WiscAr realiza el mismo procedimiento, solo que como los hoyos de los discos son de distinto tamaño, permite que WiscAr ponga más material dentro de los agujeros. Por la misma razón, el láser no es comparable debido a que el radio del láser es distinto, por lo tanto para las distintas potencias se tendrán distintas temperaturas.

Los monitores de edad utilizados por SERNAGEOMIN corresponden a Fish canyon, mientras que WiscAr utiliza Alder Creek. Así como también el valor de aire que se utiliza es distinto. WiscAr utiliza $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar} = 298.56$ (Jicha *et al.*, 2016), mientras que SERNAGEOMIN utiliza una razón $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar} = 295.5$ (Steiger & Jäger, 1977). Estos valores sirven de control de calidad y limpieza de la señal realizada posteriormente en el tratamiento de datos para que las señales sean lo más cercanas al valor de la literatura y así se corrigen posibles anomalías o se descartan dataciones que se alejen de los valores esperados.

Dentro del procedimiento de calentamiento, el laboratorio de SERNAGEOMIN no realiza un precalentamiento de la muestra, por lo cual el argón atmosférico queda en el primer paso. Mientras que WiscAr realiza un precalentamiento previo con tal de eliminar argón atmosférico y quedar con una traza antes de empezar a medir los pasos. Otro factor del calentamiento consiste en las potencias de fusión, que se incrementan de manera sistemática continuamente. Sin embargo, al tener tamaño de grano distinto la potencia de fusión será menor para un grano de tamaño menor, por lo cual no es comparable y queda afecto a prueba y error debido a factores como la potencia del laser en función del radio de calentamiento. El radio de SERNAGEOMIN es menor, por lo cual a una cierta potencia se tendrán distintas temperaturas. Además, SERNAGEOMIN

debe implementar la correlación entre potencia y emperatura ejecutada por su láser mediante medición.

Tabla 4.2: Diferencias en procedimientos de laboratorios de SERNAGEOMIN y WiscAr.

Proceso	Elemento	Comparación	SERNAGEOMIN	WiscAr
factibilidad	Presencia de potasio	Diferentes procedimientos	Utiliza tinción para la presencia de feldespatos	Química de muestra
Molienda	Chancado	Mismo proceso		
	Granulometría masa fundamental	Se usan distintos tamaños de grano para el análisis	Utiliza malla 250/500 um	Utiliza malla 180/250 um
Limpieza muestra	Tamizaje	Ausencia de procedimiento en SERNAGEOMIN	No se realizan tamices luego de lavar la muestra	Realiza tamizaje posterior al lavado.
Selección de masa fundamental	Fracción de muestra	Distintos procedimientos	Utiliza selección visual de granos sin fenocristales	Separación magnética e inspección visual.
	Cantidad de material	Distintas cantidades	Utiliza cantidad de granos (23).	Utiliza cantidad de miligramos (10-20 mg).
Selección de feldespatos potásicos	Método de recolección	Distinto método	Utiliza tinción con nitrito de Co	Utiliza SEM
Irradiación	Señal de $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$	sobreirradiación	Señal de ^{39}Ar mayor a la necesaria	Señal de ^{39}Ar controlado por el contenido de K
	Flujo de neutrones	Posición en el reactor	SERNAGEOMIN se encuentra más lejano del centro del reactor	WiscAr se encuentra a una distancia del núcleo del reactor más cercana.
	rotación	Rotación de muestra	Rota las muestras durante la irradiación	No rotan las muestras durante la irradiación.
	Empaque	Empaque de muestra	No realiza empaquetado de muestra	Si realiza empaquetado de muestra
Fusión	Pre-calentamiento	Falta de proceso	No utiliza precalentamiento	Si utiliza precalentamiento
	Tamaño de spot	Procedimientos distintos	Disco más pequeño que implica un radio de spot menor	Disco más grande que requiere un radio de spot mayor
Mediciones	Monitores de flujo	Distintos monitores	FCs	ACs
Análisis	Razón usada en aire atmosférico $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$	Distintos valores de aire atmosférico	$^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar} = 295.5$	$^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar} = 298.56$

4.4 Factibilidad de datación.

Las fases de factibilidad de SERNAGEOMIN para las muestras se pueden observar en el apartado 4.1 Muestras para evaluación del método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, SERNAGEOMIN. Además, se presenta en el apartado 9.2 Informes de factibilidad, el formato de informe de factibilidad que se entrega para factibilidad e datación.

A continuación se presentan los resultados de SEM pulido para las muestras de código LL (por disponibilidad de muestra), SEM de granos factibles de datación, química en SEM de pulido, química en SEM de granos factibles, química mediante RX y análisis de vesicularidad y tamaño de cristales en función de tamaño de malla de trabajo. Se considera que dentro de la metodología en análisis de geoquímica se realizará solo potasio y calcio. Los resultados serán posteriormente discutidos entre sí para determinar qué proceso posee la información necesaria de implementar en factibilidad.

4.4.1 SEM de corte pulido

Los resultados de análisis SEM de corte pulido se muestran en las Figura 4.11, Figura 4.12, Figura 4.13, Figura 4.14 y Figura 4.15, donde se muestra en cada una la vista representativa de la muestra por imagen BSE (para observar cambios mineralógicos) y SE (para observar presencia de vesículas). Junto a ello, se menciona la descripción de mineralogía, textura de masa fundamental y vesicularidad.

4.4.1.1 Muestra LL071216-12

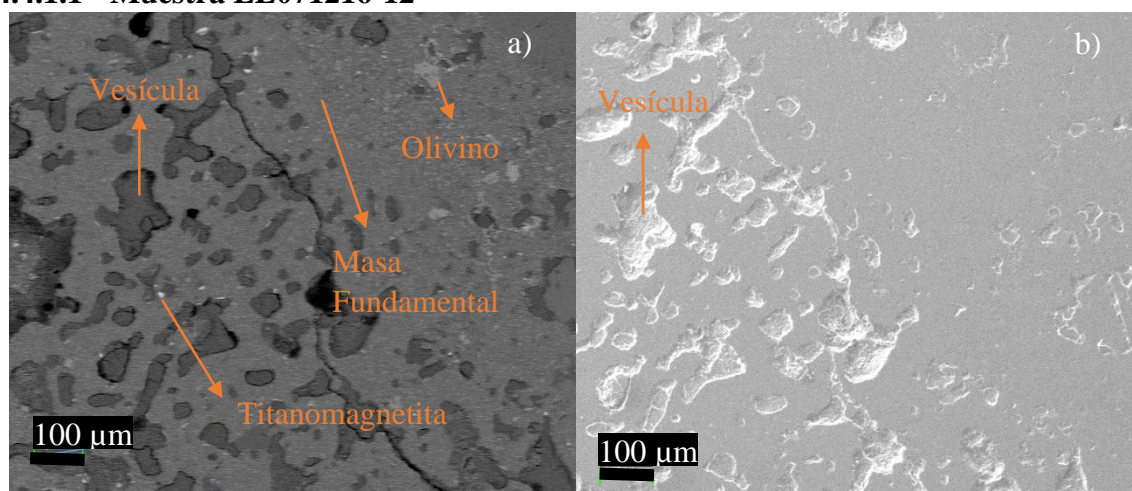


Figura 4.11: Imágenes SEM. a) BSE y b) SE de muestra LL071216-12.

Para la muestra LL071216-12 se aprecia una imagen representativa en la Figura 4.11, donde se puede observar en la imagen SE vesículas de tamaño entre 50 y 200 μm , las cuales se distribuyen heterogéneamente en dos partes de la muestra; la izquierda donde

las vesículas son grandes y aisladas, mientras que la derecha son más pequeñas y también aisladas. Existe espacio intersticial del cual se podría seleccionar material. La masa fundamental está constituida por microlitos de plagioclasas, minerales como piroxeno, titanomagnetita y vidrio intersticial. El intersticio no presenta cambios importantes en la continuidad del gris, por lo cual no hay alteración en ella.

4.4.1.2 Muestra LL221016-1

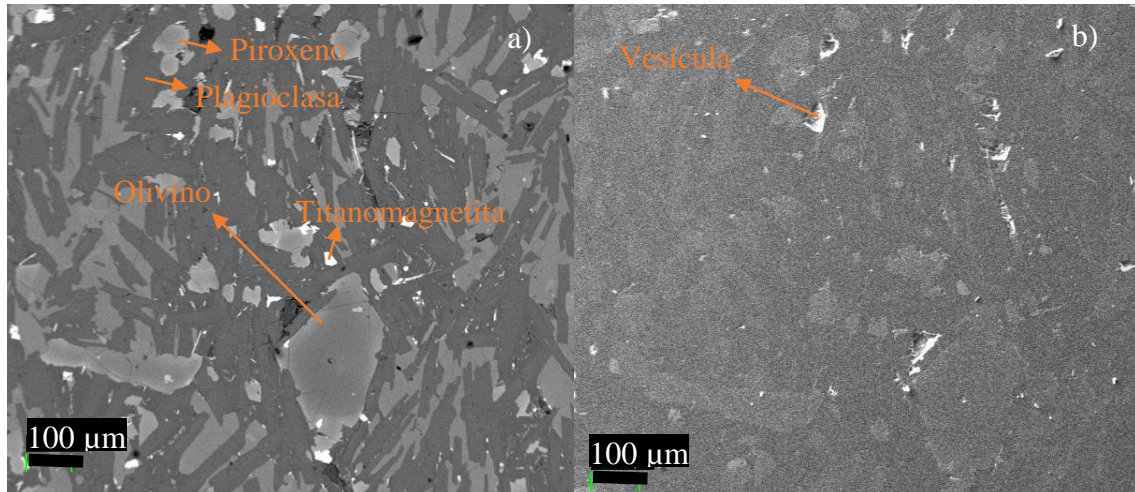


Figura 4.12: Imágenes SEM. a) BSE y b) SE de muestra LL221016-1.

La muestra LL221016-1 en la Figura 4.12 se observa que en la imagen SE se presentan vesículas de tamaño entre 20 y 50 µm, las cuales distribuyen heterogéneamente, esto permite seleccionar material sin vesicularidad durante la molienda y selección de granos factibles mediante criterio de no vesículas. La discontinuidad de gris corresponde a fenocristales de olivino y piroxeno con texturas de reabsorción. La masa fundamental se encuentra constituida solo por cristales, en donde no se presenta discontinuidad de gris, por lo cual no hay alteraciones asociadas a la masa. No hay vidrio intersticial.

4.4.1.3 Muestra LL071216-9

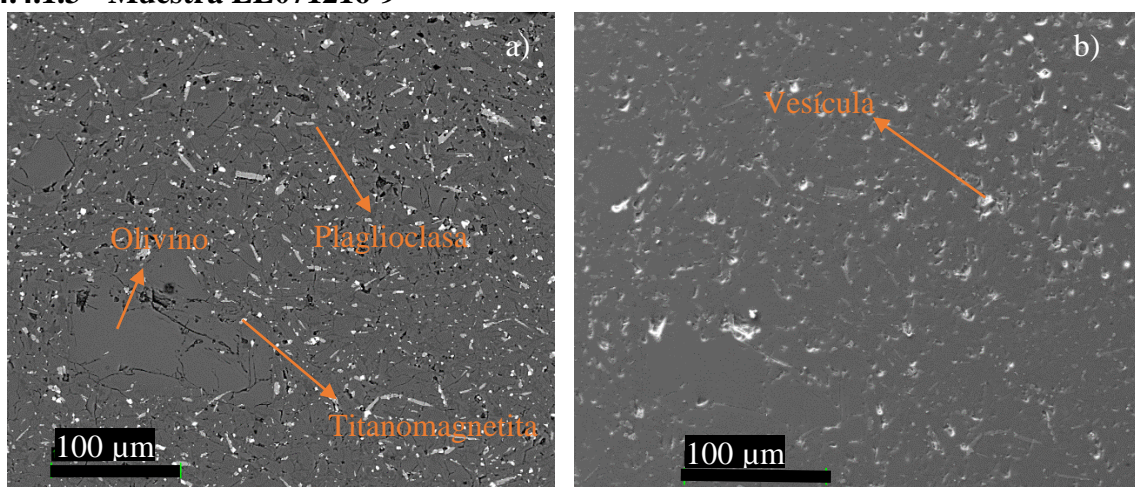


Figura 4.13: Imágenes SEM. a) BSE y b) SE de muestra LL071216-9

La muestra LL071216-9 en la Figura 4.13 se observa que en la imagen SE se presentan vesículas de tamaño entre 2 a 20 μm , las cuales distribuyen aleatoriamente en un 5% de la muestra total, esto permite seleccionar material sin vesícula durante molienda y selección de granos factibles. No se presenta discontinuidad de gris, por lo cual no hay cambios químicos ni mineralógicos atribuidos a alteración.

4.4.1.4 Muestra LL190517-1

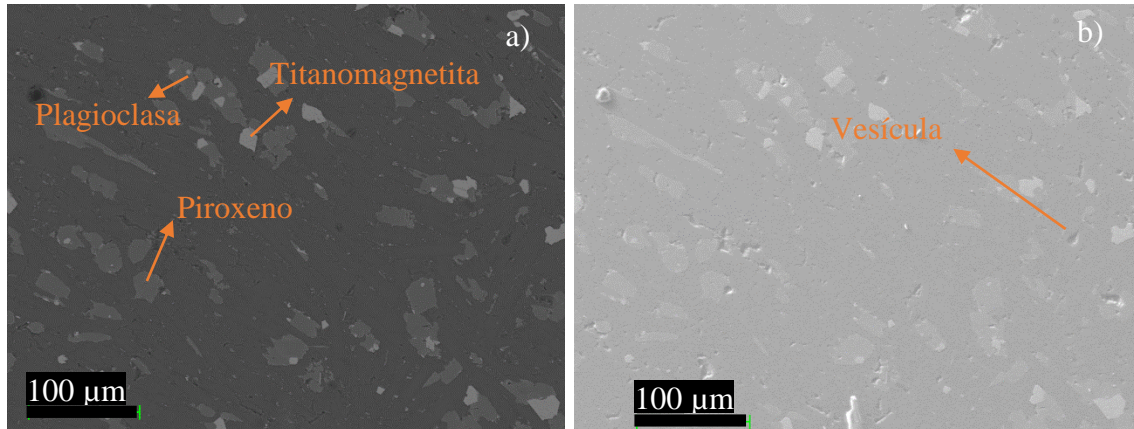


Figura 4.14: Imágenes SEM. a) BSE y b) SE de muestra LL190517-1

La muestra LL071216-9 en la Figura 4.14 se observa que en la imagen SE se presentan vesículas de tamaño entre 5 y 10 μm , las cuales distribuyen aleatoriamente y en menos de 1% de la muestra total, esto permite seleccionar material sin vesícula durante molienda y selección de granos factibles. No se presenta discontinuidad de gris, por lo cual no hay cambios químicos ni mineralógicos atribuidos a alteración.

4.4.1.5 Muestra LL071216-1

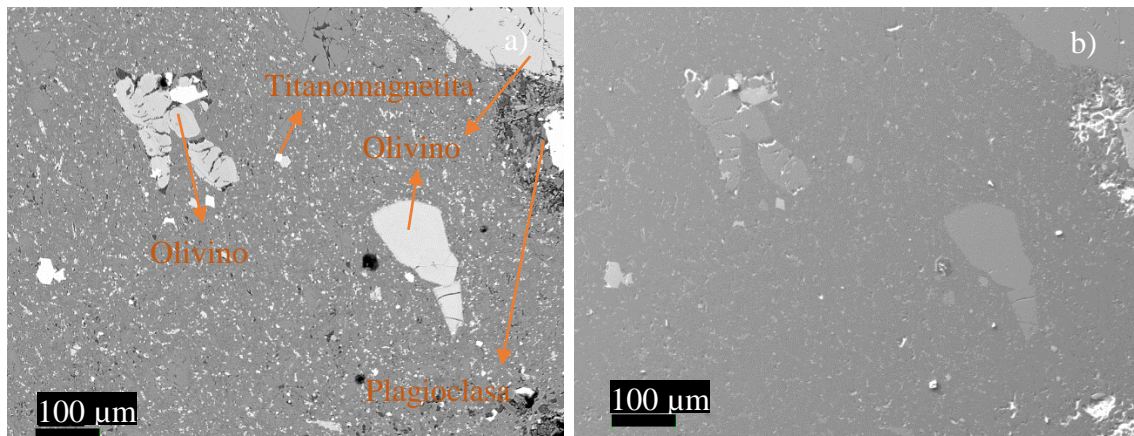


Figura 4.15: Imágenes SEM. a) BSE y b) SE de muestra LL071216-1

La muestra LL071216-1 en la Figura 4.15 se observa en la imagen SE la ausencia de vesículas, esto permite seleccionar material sin vesícula durante molienda y selección de granos factibles. No se presenta discontinuidad de gris, por lo cual no hay cambios químicos ni mineralógicos atribuidos a alteración. En la masa fundamental se presenta

textura de reabsorción en borde de fenocristales y microlitos de titanomangetita y plagioclasas.

4.4.2 SEM de granos factibles

A continuación en las figuras; Figura 4.16Figura 4.17Figura 4.18Figura 4.19Figura 4.20Figura 4.21Figura 4.22Figura 4.23Figura 4.24Figura 4.25 se presentan las imágenes SEM de granos previamente seleccionados que cumplen la condición de ser factibles de datación. En donde se presenta un espacio de muestra representativo de los granos y el zoom de uno de ellos. Además, se adjunta la descripción de vesículas, presencia de micro-cristales e integridad del material en la malla de trabajo 60-80.

4.4.2.1 Muestra LL071216-12

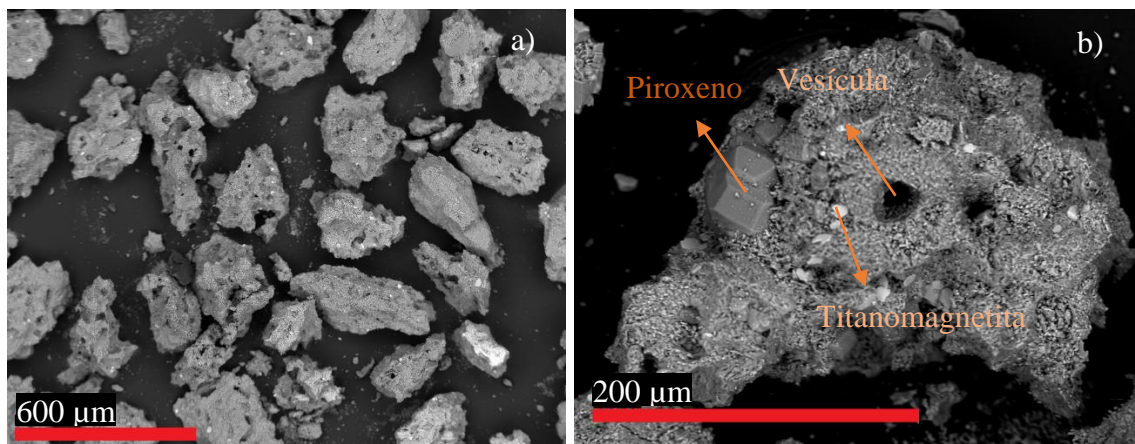


Figura 4.16: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra LL071216-12.

Para la muestra LL071216-12, se puede apreciar en la Figura 4.16 imágenes representativas de los granos factibles de datación según criterio visual, en donde se puede observar en ambas imágenes vesículas de tamaño entre 20 y 50 μm, así como granos que no presentan vesículas y una gran cantidad de microcristales en aquellos granos que presentan vesicularidad.

A partir del procedimiento realizado, se observa la incorporación de fragmentos que no corresponden a la malla de trabajo. Además, en ambas imágenes que corresponden a la fracción de 180 a 250 μm no se logra eliminar las vesículas, quedando granos en los que efectivamente fue posible eliminar las vesículas pero aun así todos los granos presentan vesículas. Por último, la naturaleza de la muestra se caracteriza por microcristales de piroxeno y titanomangetita que no son capaces de separarse por el procedimiento.

4.4.2.2 Muestra LL221016-1

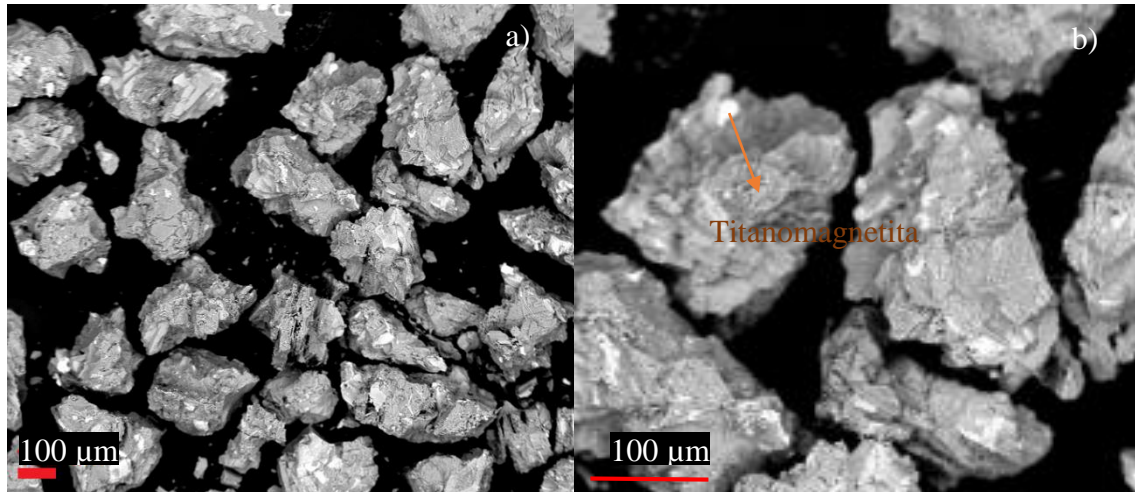


Figura 4.17: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) Zoom de un grano representativos de la muestra LL221016-1.

La muestra LL221016-1 en la Figura 4.17 se observa que en la imagen SE una nula vesicularidad. Sin embargo, los granos presentan una alta textura atribuida al fracturamiento a través de los cristales de plagioclasa y piroxenos. La masa a la escala de trabajo se observa relativamente homogénea a pesar de la evidente diferenciación entre los cristales. La discontinuidad de gris corresponde a cristales de plagioclasa, piroxeno y titanomagnetita. La masa fundamental se encuentra constituida solo por cristales, en donde no se presenta discontinuidad de gris, por lo cual no hay alteraciones asociadas a la masa. No hay vidrio intersticial. Se presenta molido que no corresponde a la malla de trabajo (180-250 μm).

4.4.2.3 Muestra LL071216-9

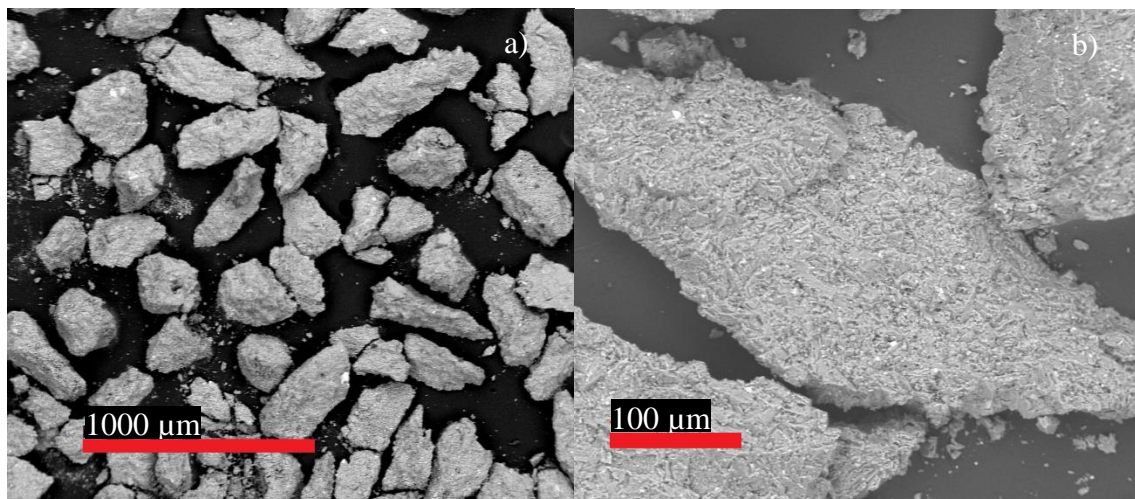


Figura 4.18: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra LL071216-9

Para la muestra LL071216-9, se puede apreciar en la Figura 4.18 imágenes representativas de los granos factibles de datación según criterio visual, en donde se puede observar en ambas imágenes la ausencia de vesículas, así como también la presencia de material que no corresponde a la malla de trabajo (180-250 μm). No hay presencia de

microcristales de tamaño distinguible de la masa. La foto del grano representativo indica la interacción entre masa fundamental vítrea, microlitos de plagioclasas y titanomagnetita. Por lo cual, la masa es idónea para el método.

4.4.2.4 Muestra LL190517-1

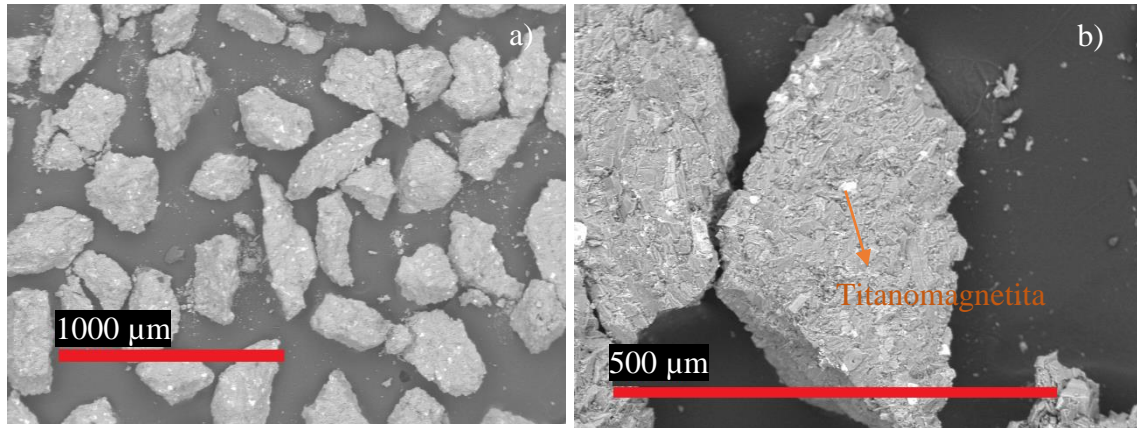


Figura 4.19: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra LL190517-1.

Para la muestra LL071216-9, se puede apreciar en la Figura 4.19 imágenes representativas de los granos factibles para datación según criterio visual, en donde se puede observar en ambas imágenes la ausencia de vesículas. La masa fundamental se compone de microlitos de plagioclasa y en una pequeña proporción de titanomagnetita. No se observa la presencia de fenocristales distinguibles de la masa por lo cual el material es idóneo para aplicar el método. Se aprecia material más pequeño de la malla trabajada (180-250 μm).

4.4.2.5 Muestra LL071216-1

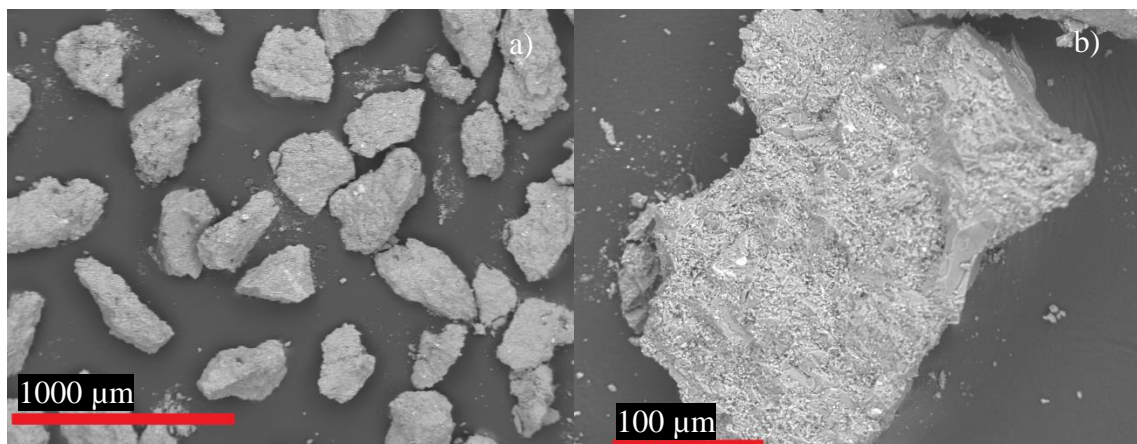


Figura 4.20: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra LL071216-1.

Para la muestra LL071216-1 se puede apreciar en la Figura 4.20 imágenes representativas de los granos factibles de datación según criterio visual, en donde se puede observar en ambas imágenes la ausencia de vesículas. Se presenta material que no corresponde a la malla de trabajo (180-250 μm). Existen un par de microcristales de piroxeno, plagioclasa y titanomag netita que se presentan en la masa fundamental, estos distribuyen de forma homogénea en toda la masa.

4.4.2.6 Muestra PP1705

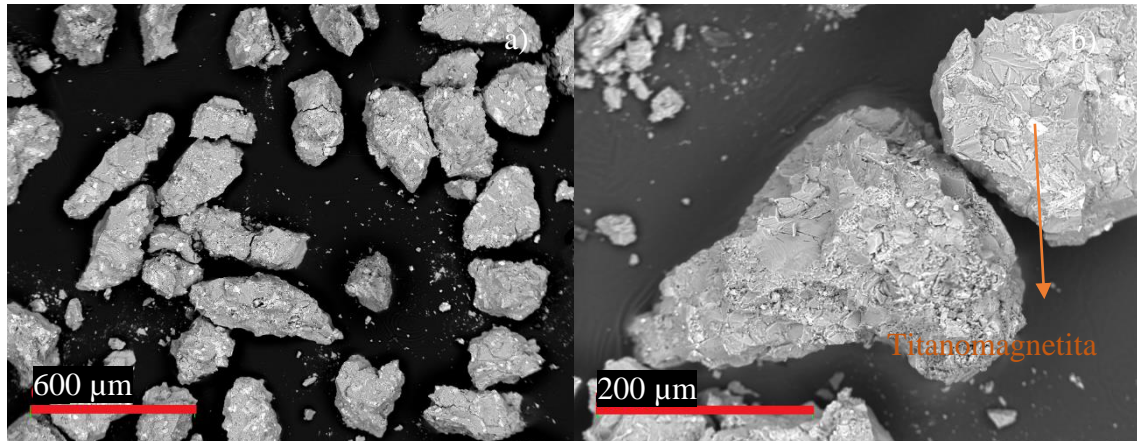


Figura 4.21: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra PP1705.

Para la muestra PP1705 se puede apreciar en la Figura 4.21 imágenes representativas de los granos factibles de datación según criterio visual, en donde se puede observar en ambas imágenes la ausencia de vesículas. Se presenta material que no corresponde a la malla de trabajo (180-250 μm). Existen un par de microcristales de piroxeno, plagioclasa y titanomagnetita que se presentan en la masa fundamental, estos distribuyen de forma homogénea en toda la masa. A pesar de la selección, se evitaron los fenocristales más grandes, pero como la muestra presenta varias familias de tamaños, estos granos factibles aún tienen cristales distinguibles a simple vista como se ve en el grano individual.

4.4.2.7 Muestra PP1716

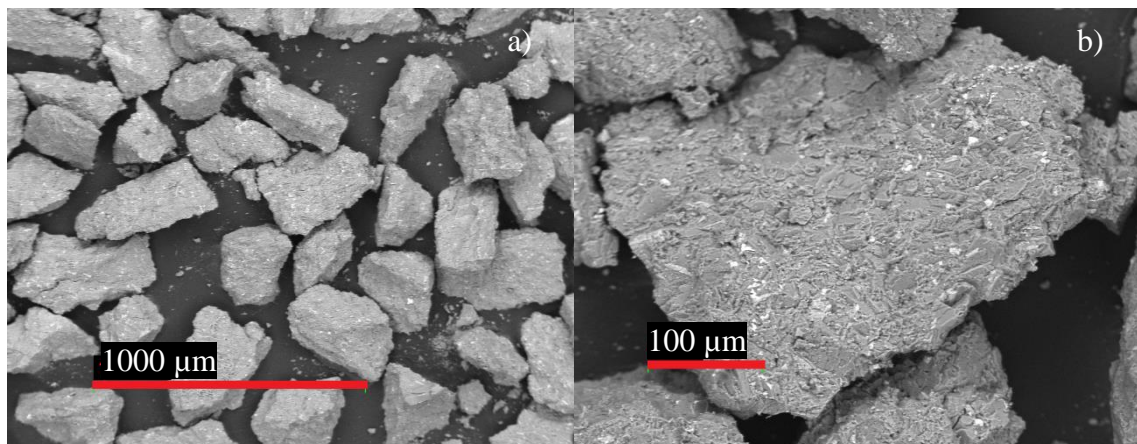


Figura 4.22: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra PP17016.

Para la muestra PP1716 se puede apreciar en la Figura 4.22 imágenes representativas de los granos factibles de datación según criterio visual, en donde se puede observar en ambas imágenes la ausencia de vesículas. Se presenta material que no corresponde a la malla de trabajo (180-250 μm). Existen un par de microlitos de piroxeno, plagioclasa y titanomagnetita que conforman la masa fundamental. La masa se considera homogénea.

4.4.2.8 Muestra PP1723

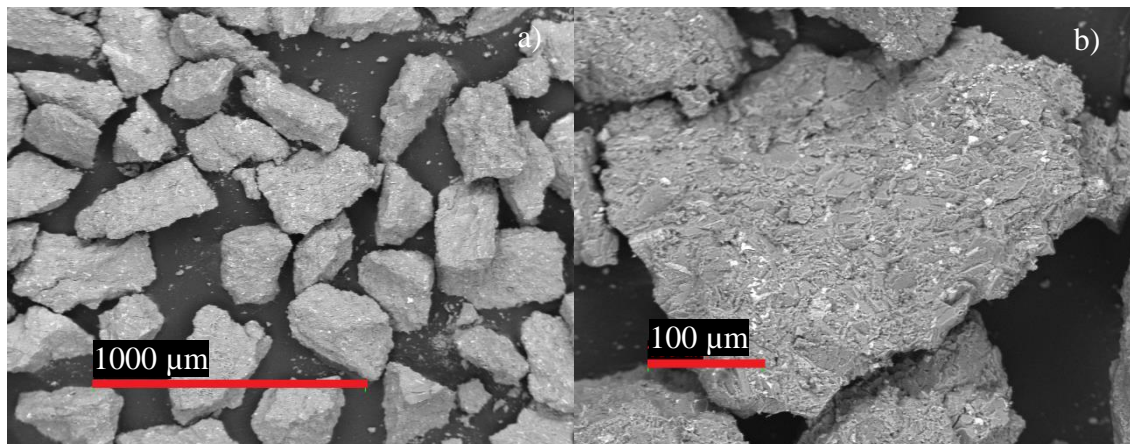


Figura 4.23: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra PP17023.

Para la muestra PP1723 se puede apreciar en la Figura 4.23 imágenes representativas de los granos factibles de datación según criterio visual, en donde se puede observar en ambas imágenes la ausencia de vesículas. Se presenta material que no corresponde a la malla de trabajo (180-250 μm). La masa se conforma de microlitos de piroxeno, plagioclasa y titanomagnetita.

4.4.2.9 Muestra PP1725

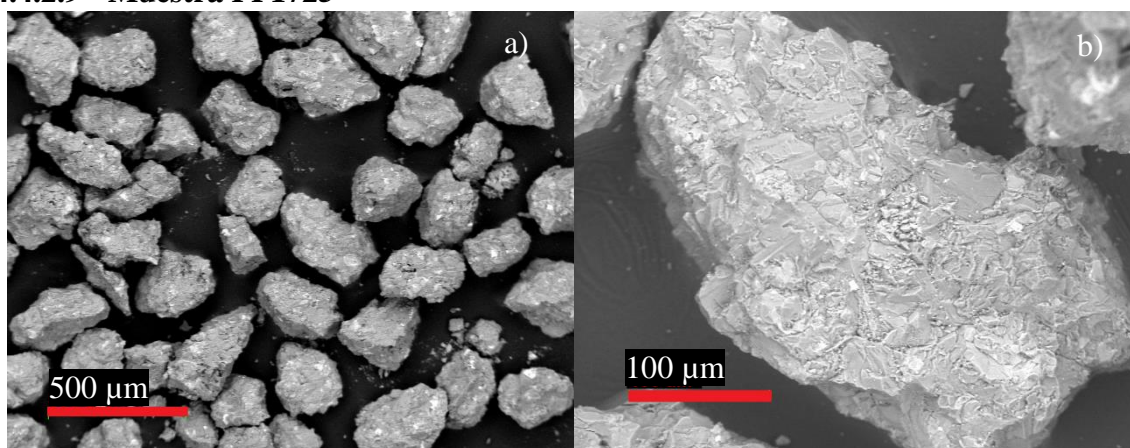


Figura 4.24: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra PP17025.

Para la muestra PP1725 se puede apreciar en la Figura 4.24 imágenes representativas de los granos factibles de datación según criterio visual, en donde se puede observar en ambas imágenes la ausencia de vesículas. Se presenta material que no corresponde a la

malla de trabajo (180-250 μm). La masa se conforma de microlitos de piroxeno, plagioclasa y titanomagnetita, los cuales distribuyen homogéneamente la mayoría con algunos casos de heterogeneidad dado por las familias de tamaños que se presentan en el material.

4.4.2.10 Muestra PP1727

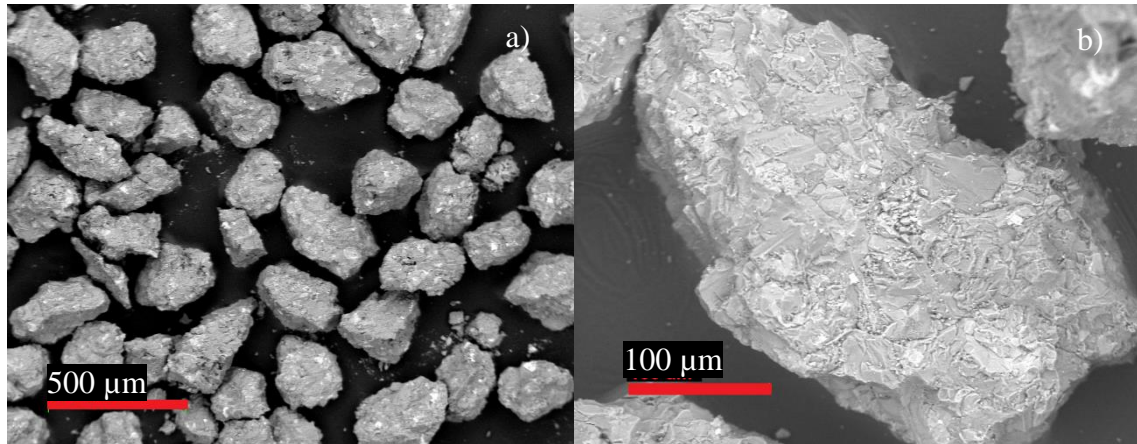


Figura 4.25: Imágenes SEM. a) BSE de grupo de granos y b) de un grano representativos de la muestra PP17027.

Para la muestra PP1725 se puede apreciar en la Figura 4.25 imágenes representativas de los granos factibles de datación según criterio visual, en donde se puede observar en ambas imágenes la ausencia de vesículas. Se presenta material que no corresponde a la malla de trabajo (180-250 μm). La masa se conforma de microlitos de piroxeno, plagioclasa y titanomagnetita, los cuales distribuyen homogéneamente la mayoría con algunos casos de heterogeneidad dado por las familias de tamaños que se presentan en el material.

En general todas las muestras contienen los mismos microlitos. Lo que varía es el tamaño y proporción de estos.

4.4.3 Química en pulido y granos factibles mediante SEM

La química de muestra mediante SEM según pulido y granos factibles de las muestras de código LL se muestra en la Tabla 4.3, en donde se aprecia el contenido en porcentaje de peso de los elementos de interés junto al error de medición asociado. Para las muestras PP, se muestra en la Tabla 4.4 los resultados de SEM para estadística de granos factibles con los elementos de interés y su error asociado. Los detalles del análisis se presentan en el Anexo 9.4 Química estadística de pulido mediante SEM.

Tabla 4.3: Resultados de análisis SEM por puntos y mapa de muestras LL

Muestra	SEM estadístico de granos		SEM Mapa en pulido	
	K(%wt)	Ca(%wt)	K(%wt)	Ca(%wt)
LL221016-1	1.72±1.86	7.55±5.12	1.56±0.02	7.66±0.02
LL071216-1	2.03±1.10	2.44±3.24	2.13±0.02	2.30±0.02
LL071216-9	2.04±1.2	1.79±1.14	2.05±0.02	1.94±0.02
LL071216-12	1.74±1.38	3.62±1.11	1.03±0.01	3.54±0.01
LL190517-1	1.05±1.3	4.57±2.2	1.23±0.01	3.81±0.01

Tabla 4.4: Resultados de análisis SEM dado por puntos estadísticos de muestras PP

Muestra	SEM estadístico de granos	
	K(%wt)	Ca(%wt)
PP1705	2.39±2.57	3.57±2.2
PP1716	2.07±1.69	3.66±2.7
PP1723	0.89±1.08	3.46±3.43
PP1725	1.05±0.89	1.62±1.21
PP1727	2.35±2.72	5.65±3.88

4.4.4 Química Roca total y fracción magnética

Los resultados de química mediante RX realizados en el laboratorio de SERNAGEOMIN, se muestran en la Tabla 4.5, donde se aprecia el contenido en porcentaje peso de potasio y calcio junto a su error asociado para todas las muestras.

Tabla 4.5: Resultados análisis de Químico de SERNAGEOMIN.

Muestra	Química SERNAGEOMIN fracción magnética	
	K(%wt)	Ca(%wt)
LL221016-1	0.83±0.01	6.10±0.01
LL071216-1	1.46±0.01	2.71±0.02
LL071216-9	2.15±0.02	2.07±0.01
LL071216-12	1.00±0.02	2.46±0.01
LL190517-1	1.20±0.01	3.88±0.01
PP1725	2.21±0.01	5.82±0.01
PP1716	2.65±0.01	1.97±0.01
PP1723	1.05±0.01	5.85±0.01
PP1727	1.00±0.01	5.63±0.01
PP1705	1.51±0.01	4.73±0.01

La química de roca total de las muestras de código LL se muestran en la Tabla 4.6, los cuales fueron realizados en ACME (Bureau Veritas Mineral Laboratories) en Canadá. Se aprecia el valor en porcentaje en peso de los elementos de potasio y calcio con su error asociado, estos valores corresponden a los medidos.

Tabla 4.6: Resultados análisis químico para muestras LL en Mineral laboratories.

Muestra	Mineral laboratories Roca total	
	K(%wt)	Ca(%wt)
LL221016-1	0.81±0.01	6.52±0.06
LL071216-1	1.36±0.01	3.17±0.03
LL071216-9	2.16±0.02	2.42±0.01
LL071216-12	1.28±0.01	4.18±0.04
LL190517-1	1.05±0.01	6.01±0.01

4.4.5 Cambio de malla, vesicularidad y lavado de muestras.

Para el cambio de tamaño de grano se observa cualitativamente las muestras LL071216-12 y PP1705 en las fracciones 500-250 μm y 250-180 μm . Simultáneamente, se realizan las observaciones de cómo el cambio de malla afecta a la vesicularidad y cómo cambia la muestra al realizar lavado químico.

En la Figura 4.26 se observa la muestra LL071216-12 en la fracción 500-250 μm , en donde la imagen BSE muestra una alta vesicularidad que no pudo evitarse con la molienda. Sin embargo, la imagen SE muestra que las vesículas que hay en superficie no son profundas, por lo que pasan a ser parte de la textura de grano. Por otro lado, en la Figura 4.27 se observa la misma muestra en la fracción 250-180 μm , en donde aparecen granos con menor proporción de vesículas dado por la molienda de estas mismas, y producto de ello se aprecian algunos granos compactos. La muestra no disminuye la cantidad de cristales, pero si disminuye el tamaño de estos. Debido a la vesicularidad, la compactación del material no es buena, pero mejora al moler más fino.

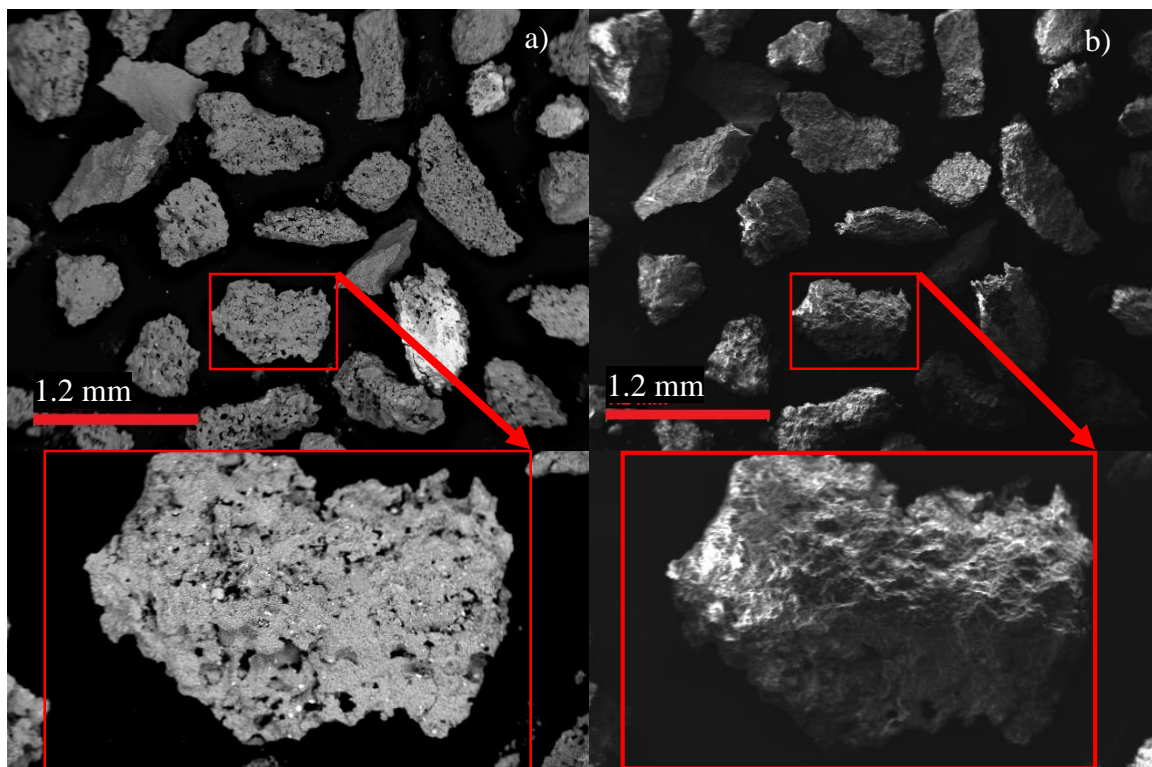


Figura 4.26: Imágenes SEM de muestra LL071216-12 en malla 500-250 μm . a) Imagen BSE, b) Imagen SE. Cada uno con zoom respectivo.

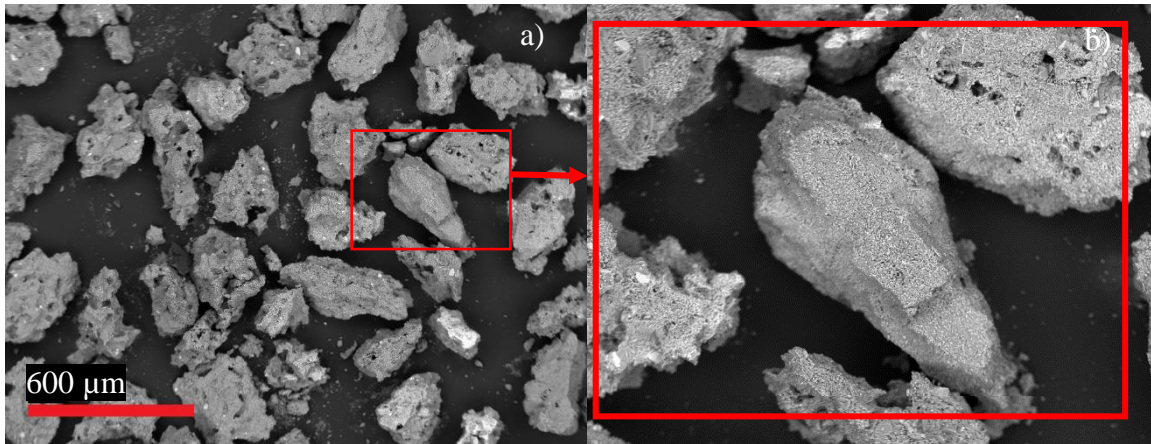


Figura 4.27: Imágenes SEM de muestra LL071216-12 en fracción 250-180 μm . a) vista general de la muestra y b) zoom de un grano.

En la Figura 4.28 se observan fenocristales de tamaño de 500 μm que distribuyen aleatoriamente en los granos. Además, la masa se distingue por cristales que distribuyen homogéneamente pero que pasan a ser parte de la masa fundamental. En la Figura 4.29 los cristales que distribuían homogéneamente se pueden observar que se distribuyen de la misma manera y conforman la masa. Sin embargo, los fenocristales de tamaño mayor ya no aparecen debido al filtro de moler más fino. La cantidad de fenocristales no disminuye, pero sí el tamaño de estos.

La muestra no lavada mantiene mayor consolidación de sus granos, mientras que la lavada mantiene una consolidación inferior (fracturación) de los granos dado al lavado con ultrasonido y ácido. No se presentan cambios en la continuidad del gris, por lo cual no hay alteración del intersticio.

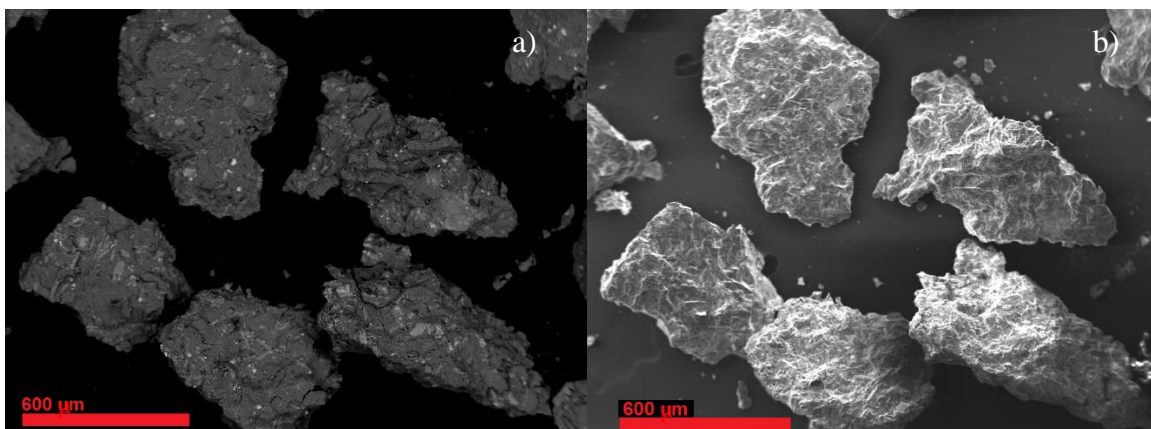


Figura 4.28: Imágenes SEM de muestra PP1705 (no lavada) en malla 35-60. a) Imagen BSE, b) Imagen SE.

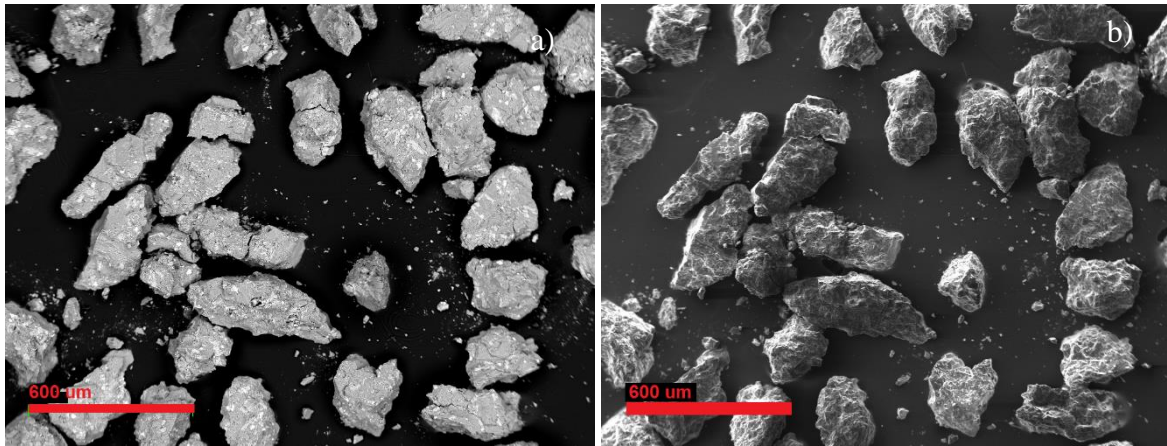


Figura 4.29: Imágenes SEM de muestra PP1705 (lavada) en malla 60-80. a) Imagen BSE, b) Imagen SE.

4.5 Caracterización de heterogeneidad del procedimiento

La heterogeneidad del procedimiento se entiende en cómo el procedimiento que debiera influir equitativamente en todas las muestras, presenta aleatoriedades en factores como la distribución de tamaño de grano y como esta influye en la cantidad de material que se está utilizando para los análisis.

Dentro del proceso desarrollado por SERNAGEOMIN se identificaron variados aspectos que influyen en la heterogeneidad al procedimiento. Entre ellas se encuentra tamaño de grano de muestras seleccionadas y conteo de número de granos. Determinar unidad de medida de conteo de granos es la única manera de operar en SERNAGEOMIN en comparación con otros laboratorios (ej; WiscAr, OSU, Melbourne), por lo cual determinar el gramaje del número de granos es necesario para la fase de comparación en la preparación de muestras del apartado 4.2

En la Tabla 4.7 se presenta la estimación del gramaje por grano seleccionado para datación de las muestras de estudio.

Tabla 4.7: Gramaje en comparación a conteo de grano.

Muestra	Cantidad de granos (número de grano)	Masa (mg)	Masa de 1 grano (mg)
PP1705	21	2.512	0.1196
PP1727	24	2.811	0.1171
PP1716	23	3.028	0.1317
PP1725	24	2.079	0.0866
PP1723	24	2.495	0.1040
LL071216-12	24	2.611	0.1088
LL190517-1	24	2.955	0.1231
LL221016	24	3.003	0.1251
LL071216-9	24	2.102	0.0876
LL071216-1	24	2.203	0.0918

4.5.1 Análisis separación magnética

El análisis de separación magnética de las muestras LL se presenta en la Tabla 4.8, en donde se presenta la fracción 250-180 μm en fracciones magnéticas y no magnéticas según separación magnética de Franz. Además se presenta el análisis del material en la fracción 250-500 μm sin separación aplicada. Los valores corresponden a probabilidad de obtener un grano de masa fundamental, definido entre “0” y “1”.

Tabla 4.8: Análisis de separación magnética en muestras LL. alores corresponden a eficiencia [0,1].

Muestra	Fracción 60-80 No magnética	Fracción 60-80 magnética	Fracción 35-60 Sin separación
LL071216-1	0.24±0.03	0.79±0.07	0.77±0.04
LL071216-9	0.17±0.02	0.85±0.03	0.72±0.04
LL071216-12	0.39±0.03	0.83±0.02	0.74±0.11
LL190517-1	0.30±0.05	0.76±0.05	0.3±0.05
LL221016	0.23±0.13	0.69±0.03	0.64±0.03

El la Figura 4.30, Figura 4.31, Figura 4.32, Figura 4.33 y Figura 4.34 se muestra el histograma correspondiente a las distintas fracciones evaluadas, presentando la estadística descriptiva de las áreas de grano factible de datación y estadística descriptiva de las eficiencias que corresponde a la probabilidad de encontrar granos de masa fundamental dado la aplicación o no de la separación magnética.

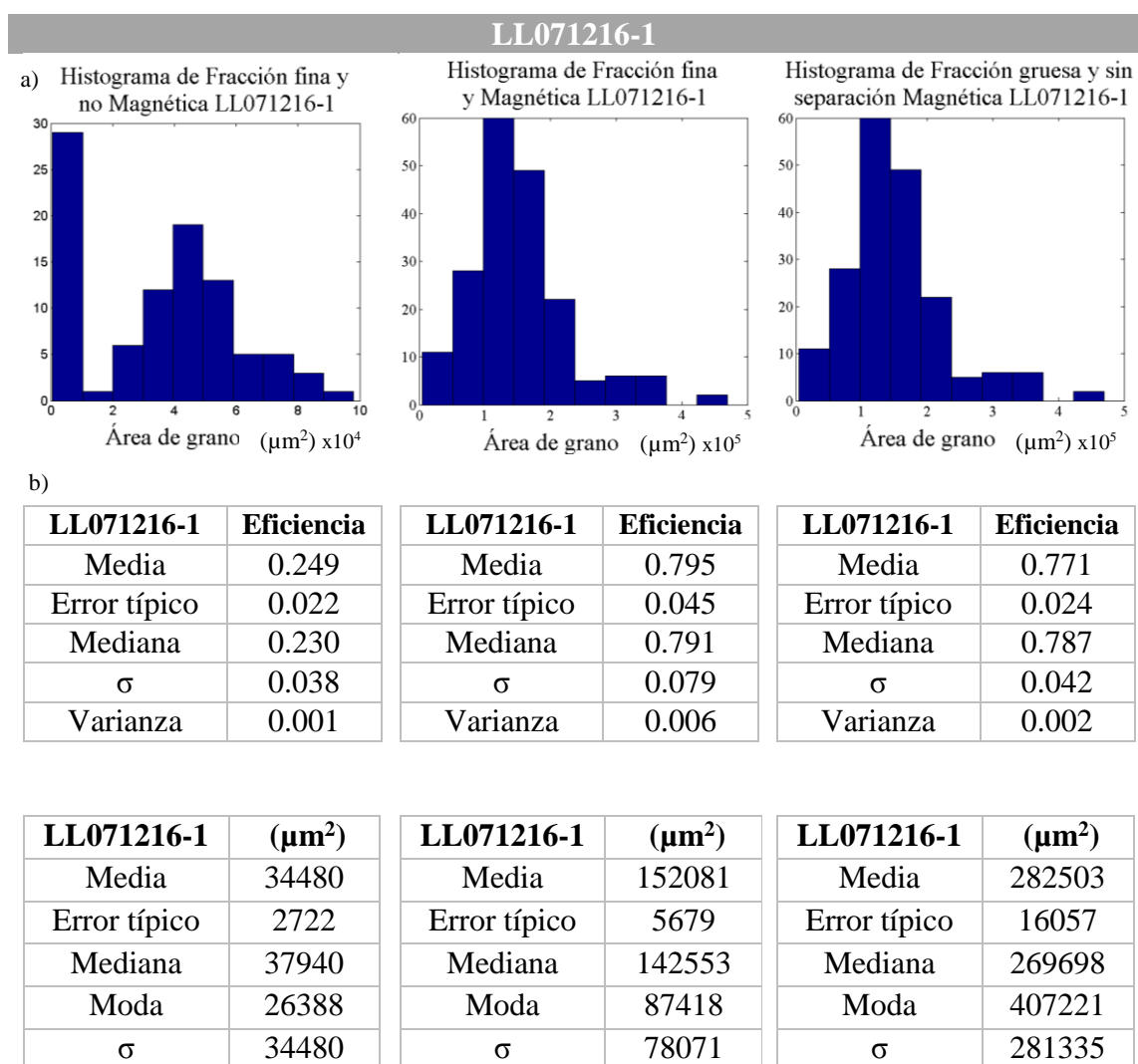
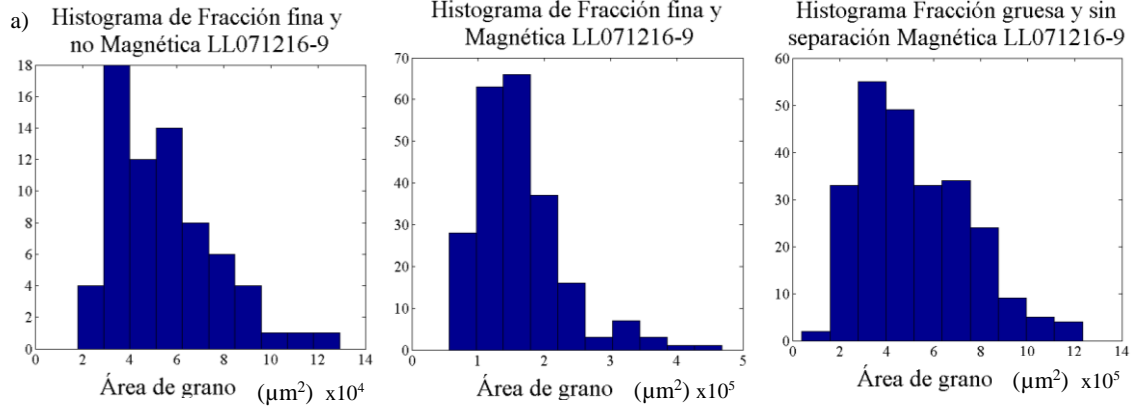


Figura 4.30: a) Histograma y b) Estadística descriptiva de muestra LL071216-1 para las distintas mallas y separaciones.

LL071216-9



b)

LL071216-9	Eficiencia
Media	0.177
Error típico	0.014
Mediana	0.173
σ	0.025
Varianza	0.001

LL071216-9	Eficiencia
Media	0.859
Error típico	0.014
Mediana	0.838
σ	0.035
Varianza	0.001

LL071216-9	Eficiencia
Media	0.724
Error típico	0.027
Mediana	0.708
σ	0.046
Varianza	0.002

LL071216-9	(μm^2)
Media	54661
Error típico	2612
Mediana	52653
Moda	37812
σ	21700

LL071216-9	(μm^2)
Media	161519
Error típico	4377
Mediana	150661
Moda	135100
σ	65579

LL071216-9	(μm^2)
Media	515200
Error típico	14616
Mediana	446614
Moda	302304
σ	230171

Figura 4.31: a) Histograma y b) Estadística descriptiva de muestra LL071216-9 para las distintas mallas y separaciones

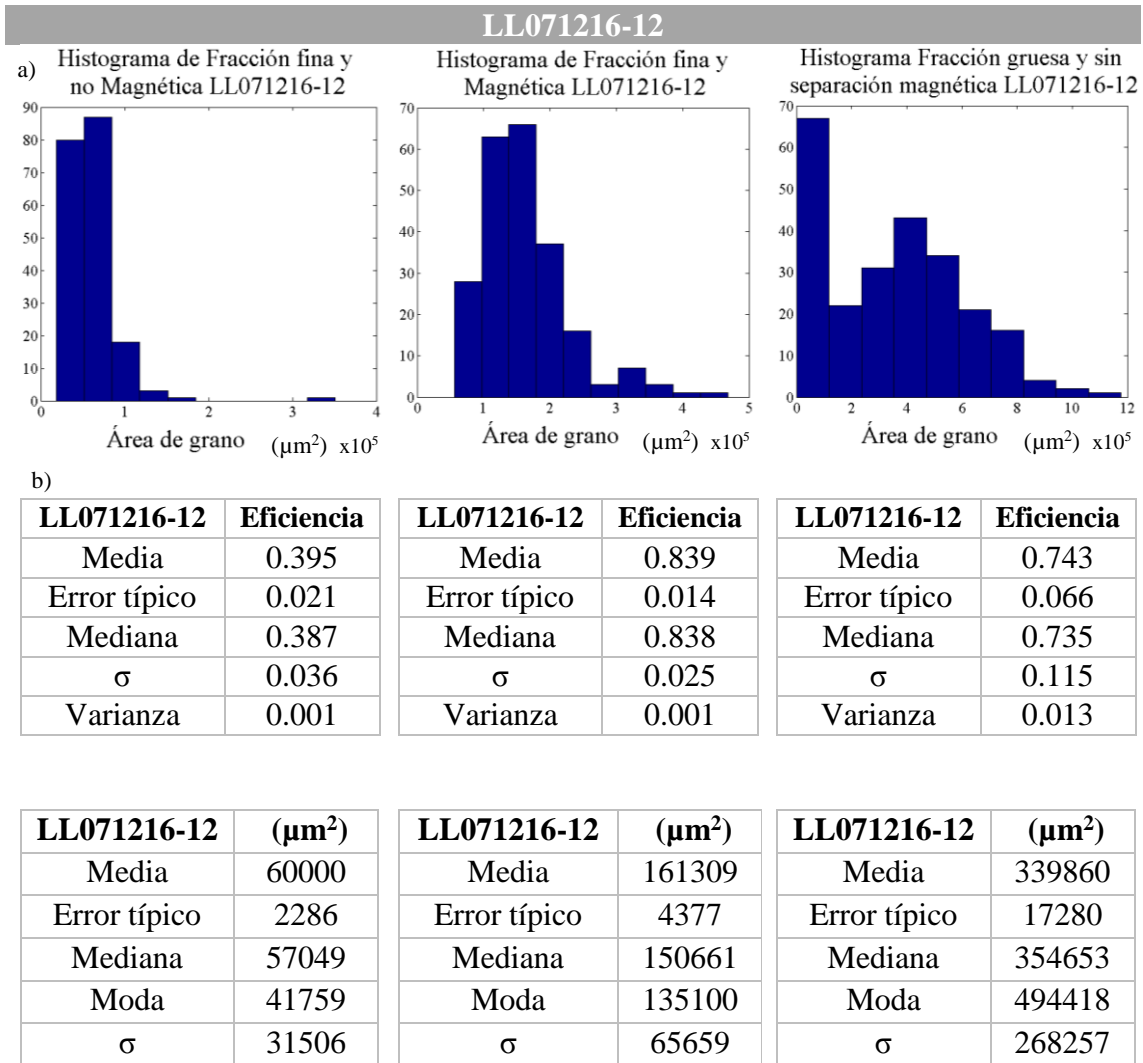


Figura 4.32: a) Histograma y b) Estadística descriptiva de muestra LL071216-12 para las distintas mallas y separaciones

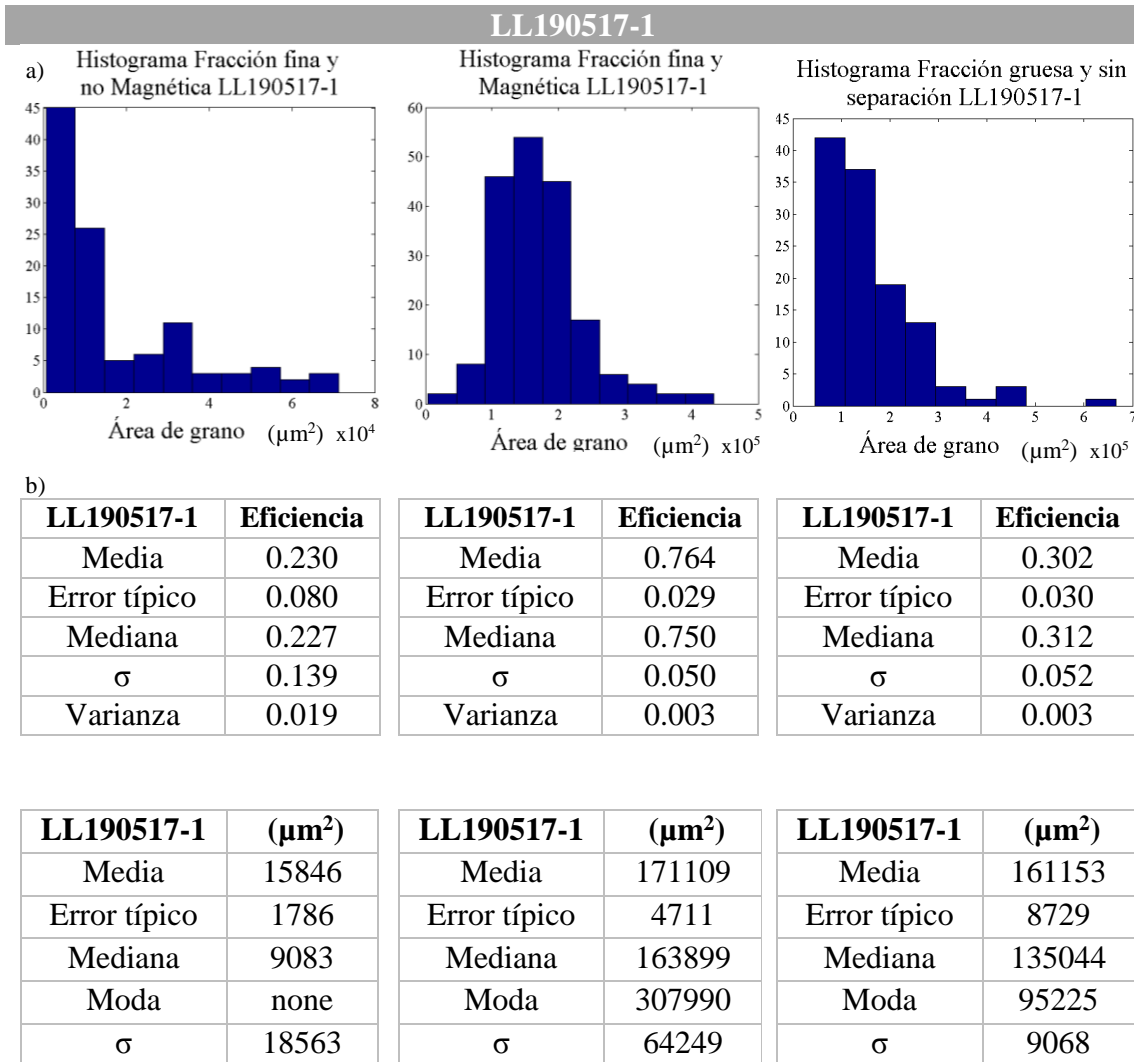


Figura 4.33: a) Histograma y b) Estadística descriptiva de muestra LL190517-1 para las distintas mallas y separaciones

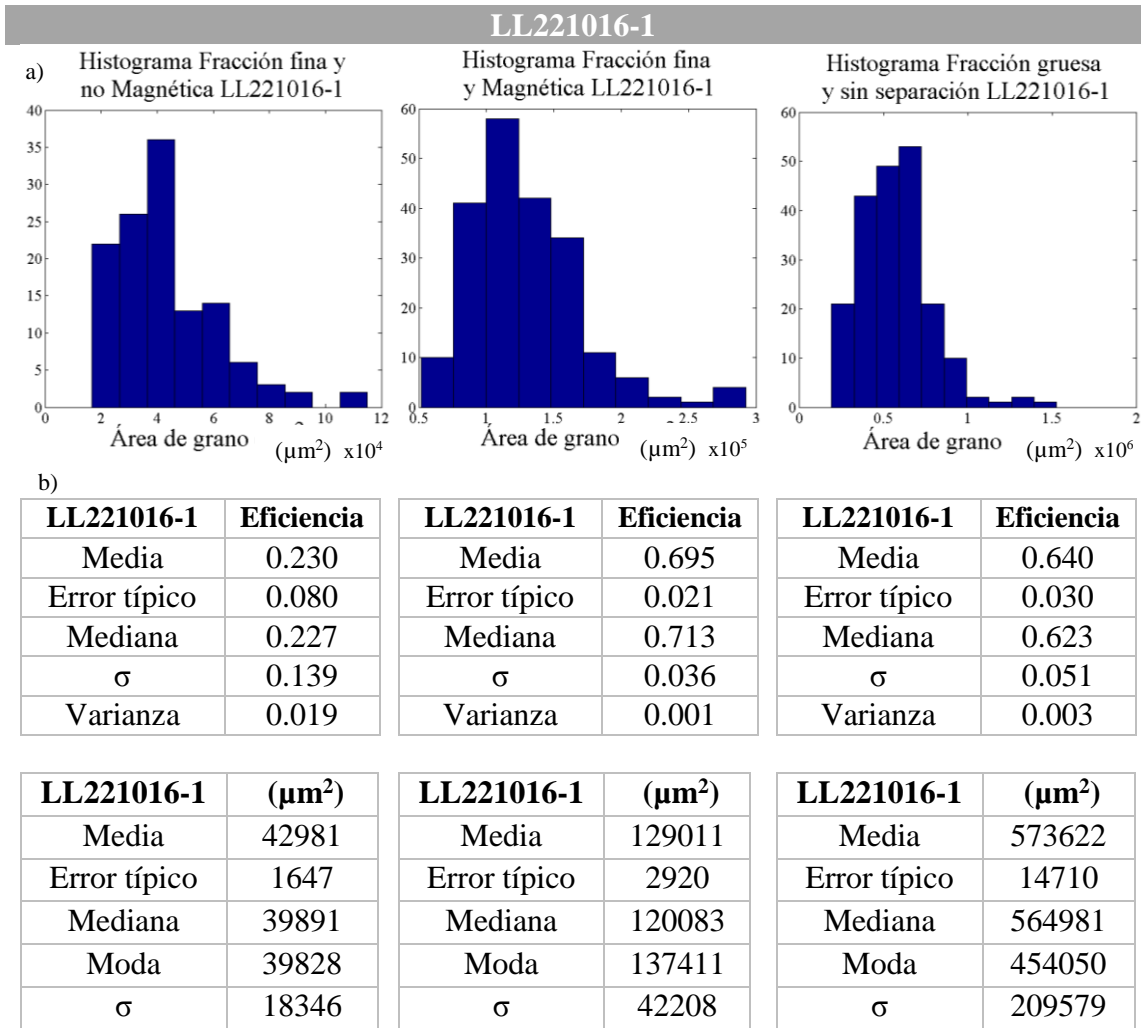


Figura 4.34: a) Histograma y b) Estadística descriptiva de muestra LL221016-1 para las distintas mallas y separaciones

4.6 Tamaño de muestra para ARGUSVI

Actualmente el laboratorio de SERNAGEOMIN realiza dataciones con una cantidad fija de material para muestras jóvenes, lo cual según el tipo de conteo de grano varía entre 2 y 3 miligramos. Esto debería variar según el rango de edad que se desea medir. Para ello, se desea determinar la correlación entre rango de edad de una muestra, cantidad de material para análisis y por último el contenido de potasio de la muestra.

Para lograrlo, la correlación se dispone a utilizar los datos de las mediciones de muestras LL y PP bajo las condiciones actuales de datación para tener valores como la sensibilidad del equipo. Se tiene conocido todos los valores exceptuando el $^{40}\text{Ar}^*$, el cual será determinado con las mediciones siguiendo la ecuación 15.

$$^{40}\text{K} = ^{40}\text{Ar}^* \frac{\lambda}{\lambda_e + \lambda'_e} \frac{1}{[(\exp \lambda t) - 1]} \quad \text{Ec. 16}$$

Para estimar el $^{40}\text{Ar}^*$ se debe hacer a partir de los moles de ^{40}Ar que mide el equipo. Dada la conformidad de las dataciones, se determina un promedio de 0.2×10^{-16} moles de ^{40}Ar que corresponden al promedio de las señales de todos los pasos de todas las mediciones realizadas. Posteriormente este valor se lleva a contenido de potasio al ponderar por el peso molecular de ^{40}K para pasarlo a gramos, luego por la abundancia natural del ^{40}K y por último ponderado por las distintas isolíneas de contenido de potasio para la muestra, lo cual se aprecia en la Figura 4.35.

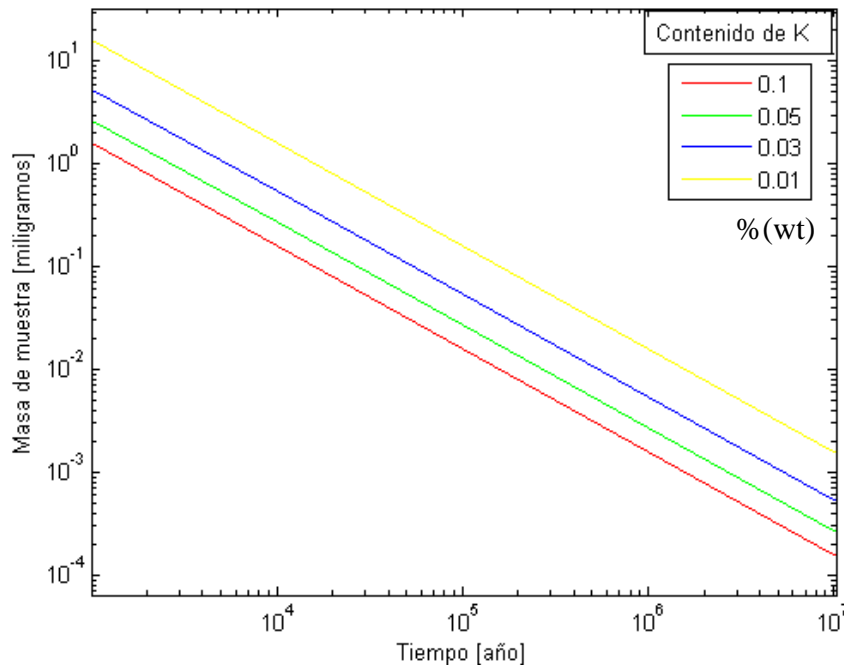


Figura 4.35: Tamaño de muestra para condiciones actuales de ARGUSVI.

4.7 Reproducibilidad de los datos y toma de muestra variable

Evidenciar la reproducibilidad de los datos adquiridos es una herramienta que permite dar consistencia a las mediciones. Para las muestras PP1723 y PP1725 se tiene que ambas corresponden a la misma colada de lava. Junto a ello, cada punto es medido con las dos metodologías de preparación de muestra, lo cual se puede apreciar en la Tabla 4.9.

Tabla 4.9: Resultado datación para misma unidad; Muestra PP1725 y PP1723

Muestra	Preparación SERNAGEOMIN [500-250 μm] (ka)	Preparación WiscAr [250-180 μm] (ka)
PP1725	73 \pm 13	72 \pm 11
PP1723	66 \pm 13	71 \pm 14

5 Discusión

5.1 Preparación de muestra y dataciones

Los resultados de medición de las muestras LL y PP son concordantes con las edades indicadas en la bibliografía.

Las edades Plateau son siempre menores a las edades indicadas por isócrona inversa. Esto es debido a que el plateau se define como al menos 3 pasos consecutivos con edad similar y que concentre al menos un 50% del ^{39}Ar . Esto permite realizar un filtro de los pasos necesarios para construir un plateau lo cual con la isócrona no se realiza y se utilizan casi todos los pasos para construir, esto incorpora aquellos pasos que poseen un mayor error de medición y entre la preparación de errores se muestra un error mayor para las isócronas que para los plateau que para estos se pueden elegir además aquellos que definan un menor error a conveniencia del análisis.

Los errores de medición de las muestras LL son de un rango que va desde 3.6 ka hasta 13 ka para la edad plateau de entre 7 y 8 pasos. Se tiene que a medida que la muestra es más joven, el error de medición se incrementa así como también aumenta el Ca/K. Dentro de las causas naturales en el método, ocurre que a medida que se tiene una muestra más joven, el porcentaje de $^{40}\text{Ar}^*$ disminuye debido a que ha pasado poco tiempo y por esto existen pocos hijos de la desintegración radiogénica. A su vez se observa de manera general que a medida que se tiene una mayor cantidad de ^{40}Ar medido (Anexo 9.7)

La muestra con mayor porcentaje de $^{40}\text{Ar}^*$ corresponde a la muestra LL071216-1 que corresponde a una que tiene una masa fundamental homogénea y con tamaño de fenocristal que no varía mucho según la escala. Junto a ello, es la que presenta una edad mayor entre las otras muestras LL, por lo cual la acumulación de $^{40}\text{Ar}^*$ puede deberse a ello.

La muestra con menor error corresponde a la LL071216-9, que comparte la poca variabilidad de tamaños de cristales con la muestra LL071216-1. Además entre las otras LL es la que presenta un menor índice de Ca/K (0.79) lo cual indica que es la que tiene menor interferencia asociada al calcio, lo cual se ve directamente relacionado al tamaño del error a pesar de ser la segunda más antigua del conjunto LL.

La muestra que presenta un mayor error corresponde a la que tiene una masa fundamental conformada solo por cristales que se pueden apreciar a simple vista, esta corresponde a la muestra LL221016-1, que también presenta el mayor índice de Ca/K entre las muestras LL.

Comparando la muestra LL221016-1 que posee masa cristalina y LL071216-12 que posee vesicularidad, se tiene que ambas poseen la misma señal de ^{40}Ar . Sin embargo, la muestra vesiculada contiene más porcentaje de $^{40}\text{Ar}^*$. Esto se atribuye a la diferencia en las razones de Ca/K, por lo cual este factor es más importante que la cristalinidad o la vesicularidad (manteniendo la discrepancia del contenido de vesículas cerradas).

Cambiar la preparación de muestra puede ser un factor influyente en los resultados de las mediciones, por lo cual el comparar las mediciones de ambas preparaciones es necesario para determinar cómo afectan las modificaciones a la metodología. Por ello, las muestras PP han sido preparadas mediante las dos metodologías.

5.1.1 Medición muestras PP según preparación WiscAr y SERNAGEOMIN

En la muestra PP1705, se tiene que la medición mediante la preparación de WiscAr tiene un error de 14 ka, mientras que con la preparación de SERNAGEOMIN se presenta un error de 25 ka. Entre las observaciones de esta medición en base a la Figura 4.6 se tiene que en la preparación SERNAGEOMIN existe un menor porcentaje de $^{40}\text{Ar}^*$ en comparación con el porcentaje de $^{40}\text{Ar}^*$ de la preparación de WiscAr. Esto va directamente relacionado con que las razones de Ca/K, cuyo valor es inversamente proporcional al porcentaje de $^{40}\text{Ar}^*$, debido a que existe una menor cantidad de Ca o mayor K asociado a la preparación de muestra que se ve directamente influenciado en el error de cada paso de medición, lo cual permite medir edades con menor error y a la vez edades similares.

La muestra PP1716 presenta una baja en el error de medición de 6.8 ka (preparación SERNAGEOMIN) a 5 ka (preparación WiscAr), lo cual se aprecia en la Figura 4.7. Para esta muestra se tiene que la señal de $^{40}\text{Ar}^*$ es variable; para la muestra PP1716s (SERNAGEOMIN) se tiene que la señal es mayor en solo 3 pasos, pero el resto es muy baja, esto se ve directamente en la edad de cada paso sin haber variado significativamente la razón Ca/K. Por otro lado, en la PP1716w se tiene que la señal de $^{40}\text{Ar}^*$ no es tan alta como la de la medición anterior, pero es más estable, por lo cual su baja variabilidad se ve reflejado en edades similares entre pasos, errores de pasos y Ca/K de ellos.

En la muestra PP1723 se presenta una diferencia de error que corresponde 1 ka, el cual se ve favorecido a la preparación de SERNAGEOMIN. Para la muestra PP1723w se tiene que tiene señales de Ca/K son levemente menores que la PP1723s. Esta muestra en particular tiene una masa fundamental bastante heterogénea, es decir, presenta muchas familias de tamaño de cristales, lo cual provoca que al disminuir la malla del tamiz no se

evita la heterogeneidad de los tamaños en la masa, puesto que a todas las escalas se presenta esta característica.

La muestra PP1725 presenta una diferencia de error de 2 ka entre las distintas preparaciones, siendo inicialmente 13 ka de PP1725s hasta bajar a un error de 11 ka de la muestra PP1725w de edad plateau. En cuanto a las señales, se tiene que la PP1725w tiene una señal mayor de $^{40}\text{Ar}^*$ que la PP1725s y el Ca/K es similar entre si. Esta muestra presenta la misma particularidad de múltiples familias de tamaño de cristales lo cual genera el mismo efecto que la muestra PP1723.

La muestra PP1727 presenta un error de 18 ka para la preparación PP1727s y un error de 12 ka para la preparación PP1727w. Se tiene que la muestra PP1727w tiene mayor señal de $^{40}\text{Ar}^*$, edades más estables entre pasos y razón de Ca/K menor que la PP1727s. Esta muestra presenta la particularidad de las dos muestras anteriores de tener una masa fundamental con numerosas familias de tamaño de cristal lo cual no se puede evitar a medida que se cambie el tamaño de grano para el tamiz.

El cambio en la metodología no cambia el resultado sustancial de las mediciones, lo cual se aprecia en el caso de la muestra PP1723 y PP1725, cuyos resultados no cambian mayormente para ser utilizados en contexto geológico y cuya variabilidad se atribuye a los errores sistemáticos del procedimiento de datación, pero el resultado posee credibilidad en la reproducibilidad.

En efecto en muestras que presentan muchas familias de tamaños de cristales, el cambio de la metodología no tiene mucho efecto a no ser que sea limitado el conjunto de tamaños, lo cual se apreció en la muestra PP1705 donde el porcentaje de heterogeneidad no cambió pero sí se redujo el tamaño de los cristales y tiene importancia en la disminución del error de la medición bajando de 25 ka a 14 ka con la metodología propuesta.

Se observa que aquel resultado con mejor calidad va ligado a la textura de la masa fundamental, para el caso se tiene la muestra PP1716 que contiene los menores errores de medición. Esta textura debe ser homogénea, con cristales apenas perceptibles pero del mismo tamaño. Esto coincide con ser aquella muestra con una razón menor de Ca/K, por lo cual se propone hacer pruebas con un bajo índice de estos elementos y variando la textura con tal de determinar el factor más preponderante, así como también determinar si el tipo de cristalinidad tiene correlación con la composición de calcio y potasio o son variables independientes.

Es necesario determinar el mejor método para determinar la geoquímica de los elementos de importancia, esto se debe a que en base a su contenido se determina el tiempo de irradiación de las muestras. Sin embargo, el tiempo de irradiación al que se puede exponer una muestra se determina en rangos, por lo cual 15 minutos no influyen, pero si 10 horas de diferencia de irradiación según la muestra.

Para determinar los tiempos adecuados de irradiación, se necesita realizar estudios sobre la actividad del reactor en donde se realiza la irradiación. En el reactor influyen parámetros como la distancia al centro del reactor y el flujo energético, así como también el material del disco de irradiación que en este caso corresponde a aluminio. Naturalmente, junto a todo lo anterior, influye la composición química de la muestra debido a las reacciones de interferencia que se generan. Además, se necesita evaluar el tiempo que sea el mínimo con tal tener suficiente ^{39}Ar , pero no que sobre, esto es debido a que una sobreirradiación genera ^{39}Ar de sobra para la medición y se tienen mayores interferencias asociadas en este caso al decaimiento del calcio, esto queda propuesto para los análisis correspondientes entre SERNAGEOMIN y CCHEN.

5.2 Diferencias en los métodos de WiscAr y SERNAGEOMIN

En el análisis de factibilidad de SERNAGEOMIN solo se estima cualitativamente el potasio, lo cual solo entrega información para determinar que existe la presencia de $^{40}\text{Ar}^*$. Este criterio deja fuera de factibilidad muestras que a pesar de tener un bajo contenido de potasio, podrían en efecto tener una datación óptima en el caso que presenten bajo contenido de los elementos que generan interferencias. En el caso de las muestras de estudio que tienen bajo contenido de potasio y alto en calcio por lo cual, si estas muestras presentarán mucho calcio, es probable que una datación no sería factible y no se determinaría hasta realizar el análisis de plateau con los datos obtenidos de la medición. En el apartado 2.2.5 se tiene que el ^{40}Ca al irradiarse genera ^{36}Ar , lo cual significa que a medida que la muestra sea más cálcica la interferencia será mayor. Por ello, el control de la irradiación mediante la medición de potasio y calcio es relevante en la factibilidad.

En SERNAGEOMIN, aparte de la estimación cualitativa de potasio en la factibilidad y la nula información de calcio, se tiene que la tinción de nitrito de cobalto solo tiñe feldespato potásico, lo que deja fuera de la tinción otras estructuras en las que pueda quedar el potasio.

En la factibilidad la estimación de K de SERNAGEOMIN con nitrito de cobalto no permite determinar con manera exacta la factibilidad de datación de una muestra joven y cálcica, dado que si la razón de Ca/K es muy alta en roca total o masa fundamental, no tendrá un resultado óptimo a pesar de tener relativamente más potasio que otra muestra que contenga una razón menor de estos dos elementos. Por lo tanto, queda una ventana

de incertidumbre durante la factibilidad de datación. En comparación con WiscAr, estos poseen la información asociada a la razón de Ca/K la cual permite determinar si la datación de una muestra joven y cálcica será efectiva y que condiciones de irradiación y cantidad de material deberá cumplir para dicho caso.

La cantidad de material que se utiliza para el análisis en SERNAGEOMIN es inferior que la de WiscAr. Esto no es un elemento comparable ya que depende de la sensibilidad de los distintos equipos, lo cual no se determina solo por modelo del equipo, sino que también por los cuidados y mantención de estos. Por ello, se debe evaluar de manera independiente en función de la señal necesaria para un tratamiento estadístico con el menor error posible, esto se ve y analiza en el apartado 4.6 que corresponde a tamaño de muestra para ARGUSVI.

Al tener un control de las cantidades de potasio y calcio se puede determinar cualitativamente el tiempo de irradiación para esta, evitando problemas como falta de irradiación o sobreirradiación de la muestra. Si la muestra se encuentra sobre irradiada, la señal de ^{39}Ar será sobre el valor necesario para la medición, así como también la de interferencia asociada al calcio en el ^{36}Ar , lo cual solo es perjudicial en la exactitud de la medición y será reflejado en el error de medición. Por lo tanto, las interferencias generadas por irradiación dependen tanto de la cantidad de los elementos que al irradiarse generan interferencia como también el tiempo al que son expuestos.

Para llevar un control de la irradiación de las muestras es necesario tener la información necesaria: flujo de neutrones, parámetros de irradiación, edad estimada de la muestra y cantidad de K y Ca como se puede observar en el apartado 2.2.4 y 2.2.5. Actualmente no se cuenta con el flujo de neutrones de muestras, lo cual debe ser dispuesto por la CCHEN. Sin embargo, hay que determinar cómo se estimará el potasio y el calcio así como determinar cuánto material es el necesario para las dataciones para que quede a disposición cuando el flujo de neutrones se encuentre disponible.

A parte de la cantidad de material, es necesario evaluar la naturaleza física de la muestra. A medida que se selecciona material más fino, este es más difícil de manipular bajo los estándares actuales del laboratorio, surgiendo problemas en el montaje de las muestras. El material se traspasa desde el frasco de mineralogía al disco de irradiación donde puede haber contaminación al caer un grano en un agujero que no le corresponde. Posteriormente se debe realizar el montaje desde el disco de irradiación al disco de fusión, donde se vuelve a repetir el problema de riesgo de contaminación. En el laboratorio de WiscAr se tiene implementado discos de irradiación y fusión con un radio de agujero mayor. Además, se tiene implementado paquetes de aluminio confeccionados manualmente, donde al montar en el disco de irradiación se elimina el riesgo de contaminación debido a que se montan los paquetes confeccionados en un ambiente sin

mezcla de material. A pesar de los cuidados, esta es la etapa de mayor riesgo de todo el procedimiento.

Para el montaje de disco de fusión en WiscAr, se procede a abrir el paquete desmontado del disco de irradiación y verter la muestra en el disco de fusión, lo cual a pesar de tener cierto riesgo, es considerablemente menor que la toma de grano por grano para montar cada uno en la alícuota correspondiente del disco de fusión. Además, el mismo radio del disco de fusión es más grande, por lo cual la dispersión de caída de material caerá en el mismo spot en comparación con el disco actual en donde los hoyos son pequeños y pegados. Para solucionar problemas asociados a esto se utiliza en criterio de no llenar los vecinos cercanos con muestras distintas. Sin embargo, el riesgo de todo lo que consiste en montaje de discos es considerable y existe el riesgo de pérdida de muestra preparada e irradiada, lo cual atasca el flujo de producción y eficiencia del laboratorio.

El tamaño de grano se debe evaluar si al ser más pequeño se consigue hacer una selección más exhaustiva de material correspondiente a masa fundamental. Lo cual se comentará en el apartado 4.4.5 el cual corresponde a cambio de malla, vesicularidad y lavado. A la vez, el tamaño de grano mayor hace más difícil la liberación de argón atmosférico que se encuentra en el espacio intersticial de la muestra, lo cual es favorecido por la presencia de micro cristales, por lo cual es necesario incluir un precalentamiento de la muestra para eliminar la señal de argón atmosférico que no sirve para la medición y solo genera un gasto en las copas del espectrómetro de masas.

La diferencia de tamaño de los orificios de los discos de fusión permite que a mayor tamaño de agujero, más material se puede incluir por alícuota. Por ello, el disco de WiscAr al tener orificios de 5 mm de diámetro permite ingresar mayor material que el disco de SERNAGEOMIN, el cual presenta un diámetro de 2.5 mm por agujero. Esto a su vez permite realizar menos alícuotas y por lo tanto optimizar los recursos de laboratorio.

La dificultad que se presenta de aumentar el radio de los orificios de los discos radica en adecuar el láser de fusión al radio correspondiente al diámetro de los orificios del disco de fusión para efectuar un calentamiento homogéneo. Para abordar esto se propone la implementación de un lente que disperse la luz al radio deseado.

Disminuir el tamaño de grano, permite utilizar mayor superficie efectiva del fondo de cada orificio, esto debido a que mientras mayor es el tamaño de grano, existe mayor espacio entre ellos. Al moler más fino este espacio es mejor abastecido por el material, permitiendo ubicar mayor cantidad de muestra en los mismos agujeros y con una distribución más homogénea para realizar el calentamiento.

La metodología de conteo de grano de SERNAGEOMIN no permite determinar cuánto varia la cantidad de muestra en peso para determinar cuánto varia la muestra seleccionada y trabajada, lo cual genera una heterogeneidad en el procedimiento debido a que en la misma malla de trabajo existen cambios en el tamaño de grano lo cual se refleja en la cantidad de material que se utiliza para la medición, esto se discute en detalle en el apartado 5.4 que corresponde a la caracterización de la heterogeneidad del procedimiento.

Los minerales monitores de flujo de edad que salen de rango de la edad medida introducen un error sistemático al procedimiento de medición de edad, por lo cual se deben utilizar monitores correspondientes al rango de medición. Para el caso de muestras jóvenes debe ser Alder Creek. Así como también tener el valor de referencia de la última publicación para hacer los ajustes necesarios a la medición de una manera equivalente entre laboratorios, importante para los parámetros de argón atmosférico y producción de interferencias.

Concretamente los aspectos analizados en las diferencias de ambos laboratorios que deben ser cambiados o puestos en discusión se resumen en la Figura 5.1 En donde se presenta un esquema jerárquico con las etapas del proceso y aspectos de cada uno que se cuestionan y la razón de por qué se deben modificar o prestar atención en su injerencia.

Etapas del método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$



Figura 5.1: Esquema de etapas en SERNAGEOMIN y análisis de aspectos.

5.3 Factibilidad de datación

5.3.1 SEM de pulido, granos factibles y corte petrográfico

Comparar los distintos tipos de imágenes que dan información tanto de morfología, texturas, mineralogía, vesicularidad y tamaños de cristales, permite determinar con mayor certeza si una muestra joven y cálcica es factible o no de datar.

En la Figura 5.2 Se puede comparar diferentes imágenes de las muestras LL Estas corresponden a SEM de corte pulido (a), SEM de granos seleccionados (factibles) (b) y corte petrográfico (c). En general, la imagen de granos factibles junto a la imagen de pulido muestra que no hay diferencia en cómo se puede esperar que sea el grano en textura y compactación, por lo tanto, no es necesario realizar imagen de granos factibles para tener mayor información.

El corte petrográfico no permite determinar cómo será la textura de los granos en cuanto a la homogeneidad esperada para concentrar masa fundamental. Esto toma una mayor relevancia si la muestra posee varias familias de tamaños de cristales. Muestra con variadas familias de tamaños son las más propensas a tener granos con una integridad cristalina para el análisis, por tanto, conforman masa fundamental, pero corresponde al agregado de microcristales de menor tamaño de la muestra y se vuelve ambigua en cuanto a la definición de masa fundamental para análisis.

El SEM de los granos permite cualitativamente ver la superficie efectiva del material que se medirá, por lo que aquellos que tengan más superficie dado por la rugosidad serán los que tengan un mayor contenido de argón atmosférico. Por otro lado, todas las muestras serán precalentadas, por lo que saber este atributo no es de necesidad en el momento de determinar si la muestra es o no posible de datar según el método.

Particularmente, en la muestra LL071216-12 no hay diferencia en la apreciación de cómo interactúan las vesículas con los granos entre el SEM de pulido y granos. Es de esperar que al estimar un tamaño de grano sobre corte pulido se pueda inferir como serán los granos que se pueden seleccionar. Esta muestra mediante corte transparente no sería capaz de pasar prueba de factibilidad dado al contenido de vesículas que se presentan, pero mediante SEM se puede apreciar zonas relativamente homogéneas que permiten seleccionar granos con integridad adecuada de las cuales se podrían seleccionar granos para medir.

Aquellas muestras que poseen una masa fundamental conformada por microlitos y que distribuyen homogéneamente, son más apropiadas para el método que masa

fundamental vítrea, esto debido a que durante el calentamiento los microlitos liberan discretamente los distintos isótopos en comparación a la masa vítrea que es más espontánea y necesitaria más material para definir pasos del plateau.

Las muestras con familias heterogéneas, a medida que se muele más fino se limpian los tamaños más grandes de fenocristales, por lo que moler más fino permite disminuir la cantidad de fenocristales en proporción a la malla de tamiz.

En la Figura 5.3 se aprecian las muestras PP en corte petrográfico (a), granos factibles (b) y zoom de un grano representativo (c). Se puede observar que entre el corte petrográfico y las imágenes de granos existe una directa correlación entre granos que presentan heterogeneidad (cristales diferentes a simple vista) e imágenes de cortes petrográficos donde la masa fundamental es cristalina con varias familias de tamaños. Siguiendo lo anterior, aquellas masas fundamentales con una familia de tamaños variados en su masa fundamental y que por ende poseen mayor heterogeneidad corresponden a PP1705 (Figura 4.21), PP1725 (Figura 4.24), PP1727 (Figura 4.25), mientras que aquellas que son más homogéneas son la PP1723 (Figura 4.23) y PP1716 (Figura 4.22).

Respecto al punto anterior y llevándolo a las muestras LL, aquellas que poseen más heterogeneidad corresponden a la LL221016-1 (Figura 4.17) y LL071216-12 (Figura 4.16). Mientras que las más homogéneas corresponden a la muestra LL071216-1 (Figura 4.20), LL190517-1 (Figura 4.19) y LL071216-9 (Figura 4.18).

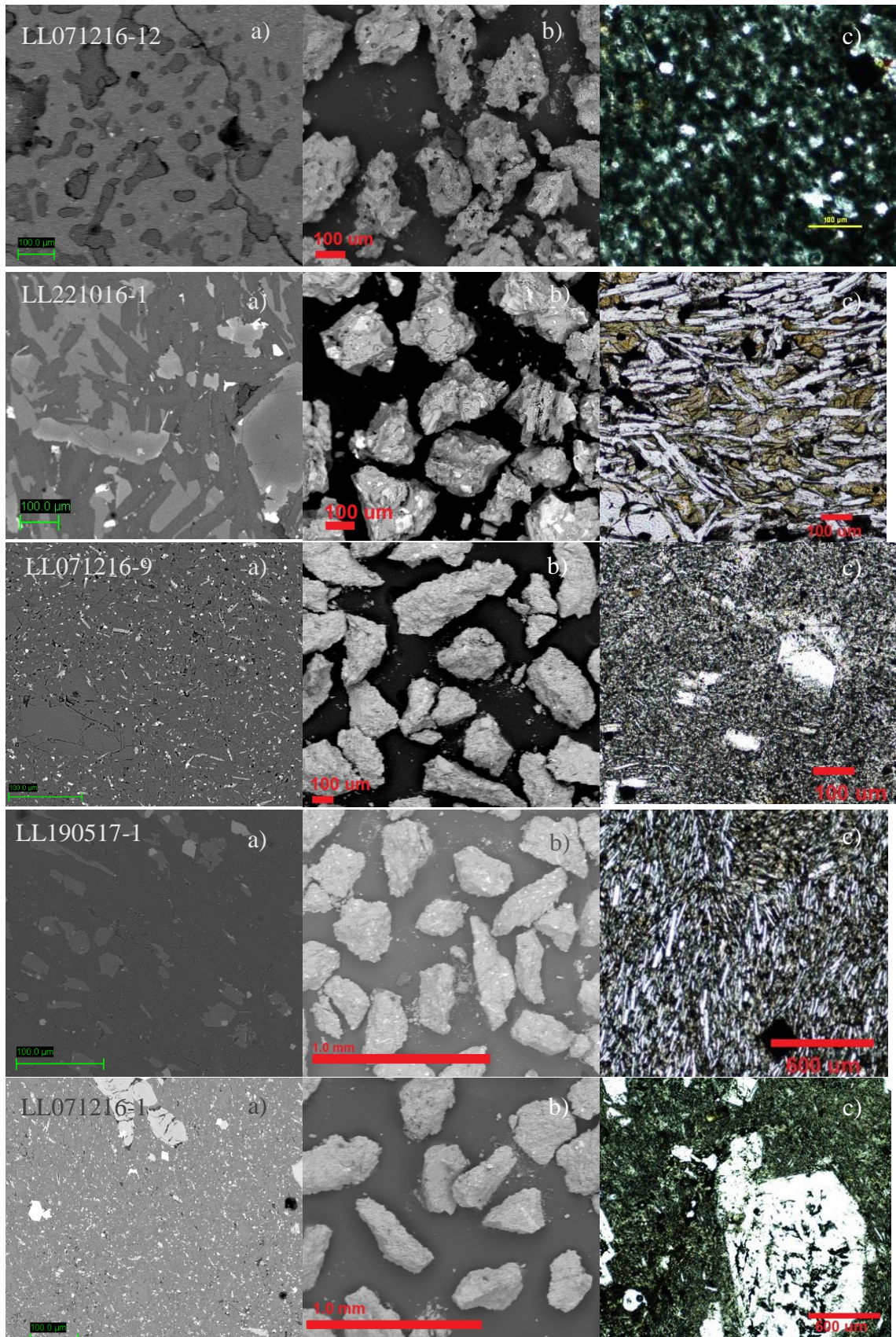


Figura 5.2: Imágenes; SEM de pulido (a), SEM de granos (b) y corte petrográfico(c) de las muestras LL.

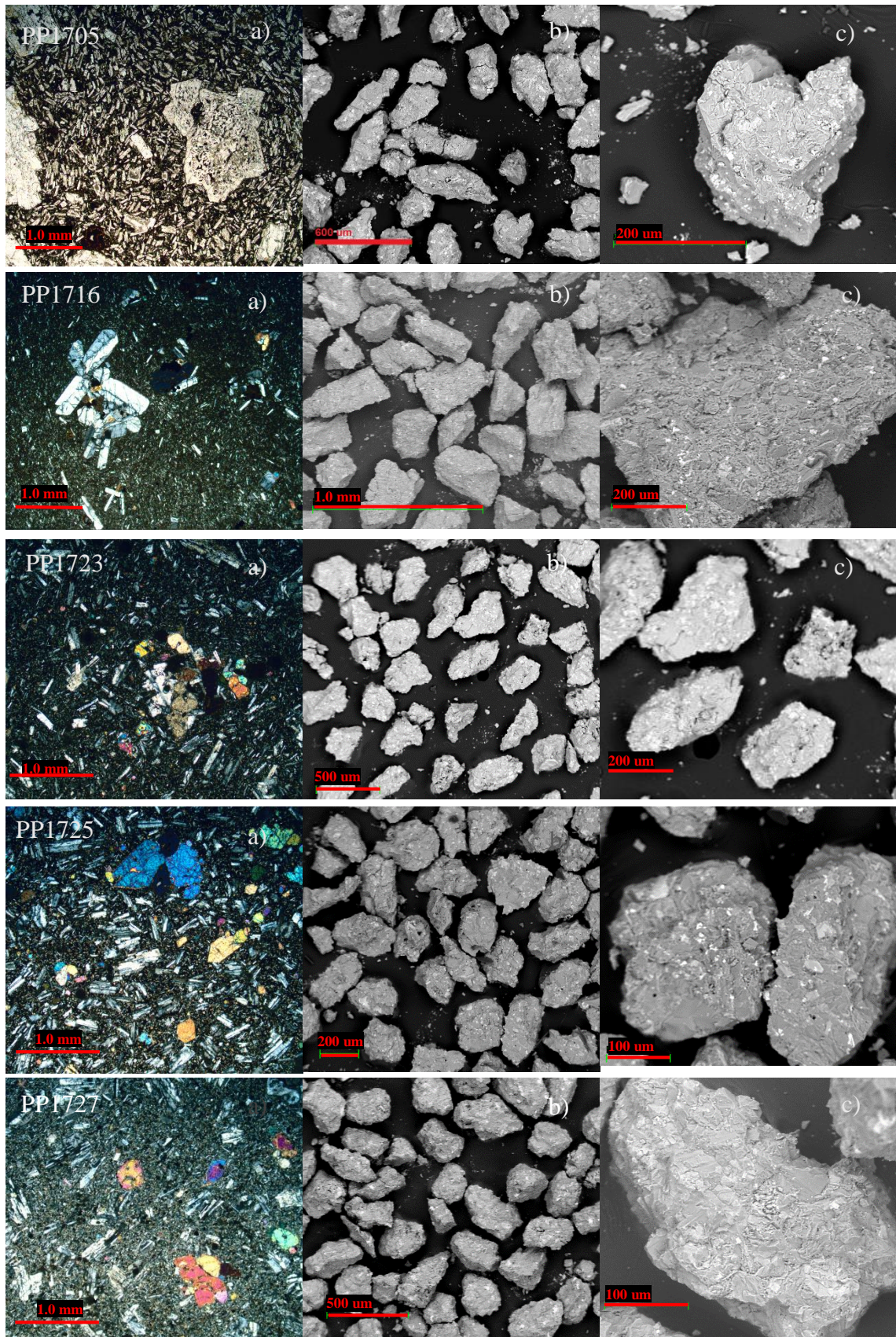


Figura 5.3: Imágenes; Corte petrográfico nicoles cruzados(a), SEM de granos (b) acercamiento de grano (c) de las muestras PP.

5.3.2 Química en pulido y granos factibles mediante SEM

Determinar el contenido de potasio y calcio de las muestras cálcicas y jóvenes en dataciones por el método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ es una necesidad que debe incorporar el Laboratorio de SERNAGEOMIN en el camino del control de datación. Se busca proponer una metodología que permita determinar estas concentraciones mediante análisis SEM de las muestras y que esto sea comparable semi cuantitativamente para determinar el tiempo de irradiación de las muestras incorporándolo en el análisis de factibilidad de datación de SERNAGEOMIN.

El caso de las muestras LL se realizó mapa de barrido de corte pulido y estadística de puntos de granos factibles de datación. Figura 5.4 se muestra el gráfico de barras de error de los resultados de química mediante SEM. Se observa que para la química de corte pulido esto presenta un error bajo de medición que bordea el 1%, mientras que la estadística de puntos de granos factibles presenta un error considerablemente mayor que genera incertidumbre en la confiabilidad individual del dato. Por otro lado, el promedio de la medición de granos comparado con el mapa de pulido presenta valores muy similares, los cuales exceptuando el potasio de la muestra LL071216-12 no varían más de un 10%. El error de la muestra es debido a la naturaleza heterogénea de esta (muchas vesículas y microcristales).

Entre las dos metodologías se aprecia que la de mapa de corte pulido en secciones representativas de masa fundamental es la que posee menor error y por ende mayor confiabilidad. Sin embargo, se deben tener ciertas precauciones y realizar pruebas de la metodología.

Dentro de las precauciones del método esta la consideración de realizar el barrido de mapa en una zona representativa de la masa fundamental. Además que esta sea lo suficientemente amplia como para que sea representativa de la muestra y no incluya fenocristales. En el caso que no sea posible realizar en una zona muy amplia como ocurrió en la muestra LL071216-1, se deben hacer pruebas que consisten en hacer mapa de varias zonas pequeñas pero representativas de la masa fundamental y evaluar la variabilidad de los resultados y determinar cuántos barridos deben realizarse para tener un valor representativo de la masa fundamental de potasio y calcio.

La preferencia del método, aparte de la disminución de la incertidumbre comparado con el otro método, radica en que realizar un corte pulido es más rápido que subir la cantidad de granos factibles de datación en el área de separación de minerales.

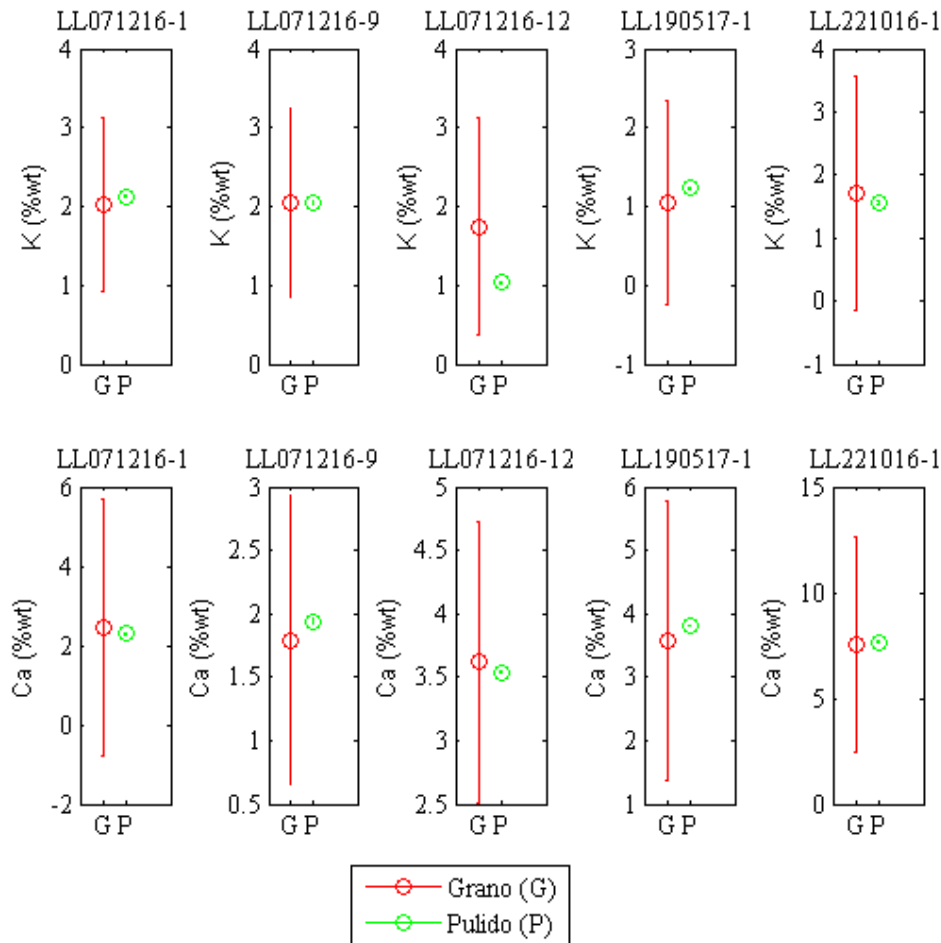


Figura 5.4: Química de muestras LL. En rojo química de granos factibles. En verde química de pulido.

Para la razón de K/Ca aplicado a las interferencias de la Figura 2.5 en el apartado 2.2.5. Se observa en la Tabla 5.1 y Tabla 5.2 que todos los valores de las muestras presentan una razón de K/Ca dentro del rango admisible para las dataciones el cual debe ser entre 1 y 0.1, exceptuando la muestra LL071216-9 que se escapa por poco de dicho rango. Por otro lado, al observar la Figura 2.5 se tiene que el valor J de las mediciones corresponde al rango de 10^{-3} , mientras que las edades de todas las muestras se encuentran en un rango cuaternario. Esto significa que las muestras presentan un cuadro de exceso de interferencia, que se atribuye directamente a la irradiación puesto que las muestras cumplen las condiciones de razón de K/Ca adecuadas. Claramente la referencia debería ser actualizada para las condiciones del reactor de CCHEN. Sin embargo, sirve de referencia cualitativa.

Los resultados de K/Ca muestran que entre los dos métodos no varía el resultado más de un 10%. Además, los errores de la estimación mediante pulido son muy bajos, lo cual permite determinar que es el método con menos incerteza y cuyo valor se acerca más al del método de grano a pesar de la incertidumbre más alta. Junto a ello, al ser un barrido del área observable cumple con una mayor representatividad de la muestra.

En la Figura 5.5 se observa que el Ca posee un mayor valor que el potasio. Sin embargo, en general el error de Ca es mayor que el error de la medición de K. A pesar de la incertidumbre de este método, se puede apreciar esta característica del promedio de este que coincide con el de barrido de corte pulido.

Tabla 5.1: Valores de razón de K/Ca para muestras LL en valores de SEM de granos y pulido para muestras LL.

Muestra	SEM Granos		SEM pulido	
	K/Ca	error	K/Ca	error
LL071216-1	0.832	1.193	0.926	0.026
LL071216-9	1.140	0.988	1.057	0.030
LL071216-12	0.481	0.409	0.291	0.004
LL190517-1	0.230	0.305	0.323	0.005
LL221016-1	0.228	0.291	0.204	0.006

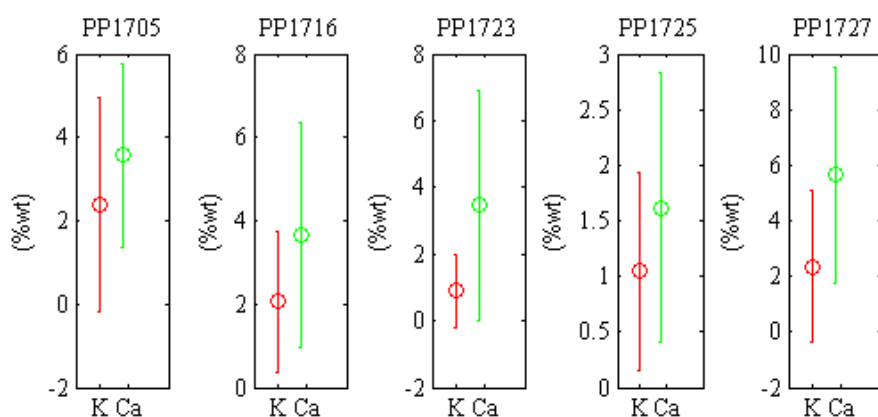


Figura 5.5: Química de potasio y Calcio de muestras PP. En rojo potasio y verde calcio.

Tabla 5.2: Valores de razón de K/Ca para muestras PP. (resultados fracción magnética)

Razón/muestra	PP1705	PP1716	PP1723	PP1725	PP1727
K/Ca	0.32	1.38	0.18	0.38	0.18

5.3.3 Química roca total v/s fracción magnética

Caracterizar el comportamiento de la muestra a medida que se le aplica la separación magnética es necesario para justificar de una manera fuerte la mejora del procedimiento. Para tal caso se ha realizado análisis químico de las muestras LL, la cual consiste en química de roca total para calcio y potasio y análisis de calcio y potasio para la fracción magnética realizada en malla 60-80 y según los estándares descritos para la separación en el apartado 2.3.3 de separación de masa fundamental.

Como se observa en la Figura 5.6, Q_e corresponde a química de roca total, mientras que Q_i corresponde a la química de fracción magnética. La proporción de los elementos cambia para la química de K y Ca de todas las muestras. El potasio puede aumentar, disminuir o mantenerse entre la química de roca total y química de fracción magnética cambiando entre un 2% (LL221016-1) hasta un 20% (LL071216-12). Sin embargo, la cantidad de calcio se reduce en la fracción magnética entre un 6% (muestra LL221016-1) llegando hasta un 40% (muestra LL071216-12).

La disminución de calcio es debido a que en la separación magnética se evita los fenocristales de plagioclasas, los cuales en proporción tienen un mayor índice de Ca/K. que la masa fundamental. En consecuencia, la datación por masa fundamental para rocas jóvenes aplicando separación magnética reduce la proporción de calcio, lo cual reduce la interferencia por las reacciones $^{40}\text{Ca} (n, n\alpha)^{36}\text{Ar}$ y $^{40}\text{Ca} (n, \alpha)^{37}\text{Ar}$. Y por lo tanto, mejora la precisión de la edad.

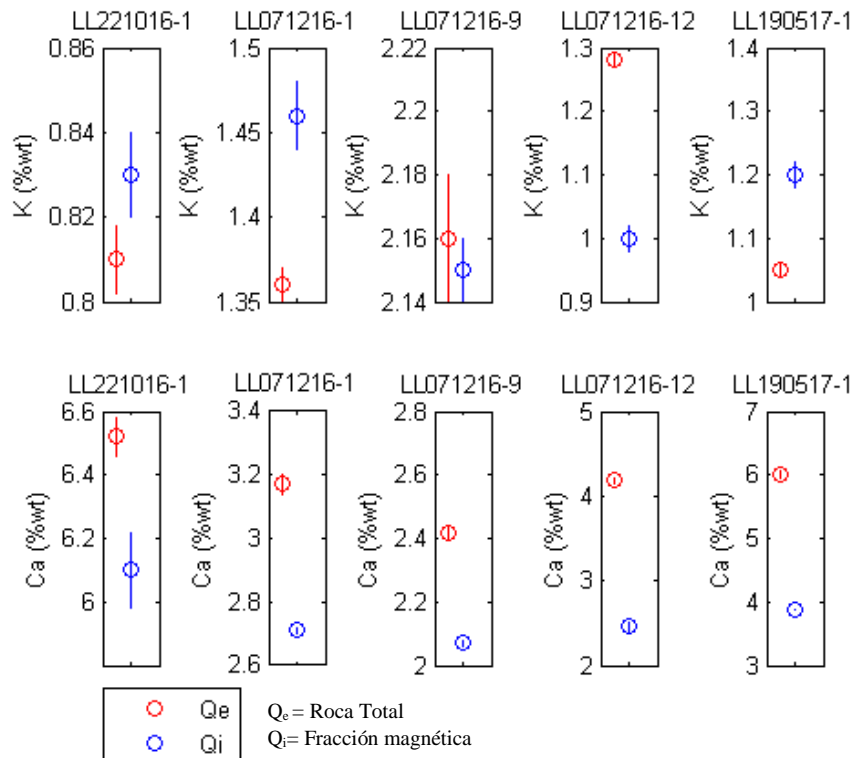


Figura 5.6: Química roca total versus química de fracción magnética. Muestras LL.

5.3.4 Cambio de malla, vesicularidad y lavado de muestras.

En las muestras LL071216-12 y PP1705 en las fracciones 500-250 μm y 250-180 μm se realizaron simultáneamente observaciones de como el cambio de malla afecta a la vesicularidad, la masa fundamental seleccionada y cómo cambia la muestra al realizar lavado químico.

En la prueba de factibilidad las muestras que presentan vesicularidad no son aptas para datación, esto se debe a que las vesículas pueden encontrarse aisladas, las cuales en su interior presentan una proporción de argón distinta a la de la roca. Datar muestras con vesículas encerradas genera un error en la medición debido a que en el momento de calentar la muestras abre la vesícula, midiendo el gas de esta con composición atmosférica y mezclando la señal con la razón isotópica de la muestra de masa fundamental durante algún paso del calentamiento de la muestra. Por lo cual, para las muestras vesiculadas el método no es recomendable. Sin embargo, se debe comparar dataciones a medida que se tiene tamaño de muestra más fino, lo cual permitiría abrir las vesículas y permitiría en teoría hacer factible la medición de la muestra.

Para la vesicularidad, al tamizar más fino se disminuye en proporción las vesículas, disminuyendo las vesículas cerradas que podría tener la muestra, también debido a esto, se puede obtener mayor material compacto al realizar la selección más exhaustiva. Sin embargo, la muestra en si aún puede mantener vesículas. Por ello, deben

compararse resultados de datación de ambos tamaños de malla y uno más pequeño con tal de evidenciar la influencia de la vesicularidad.

En la muestra vesiculadas LL071216-12 se tiene que las imágenes BSE otorgan mayor resolución de la cantidad de vesículas que puede tener una muestra. Para el caso de cambio de tamaño de grano desde la malla 35-60 a 60-80 se tiene que la observación de estas imágenes permite hacer un acercamiento detallado de las vesículas. Lo cual a su vez permite seleccionar granos que presenten en proporción menos vesículas o que hayan sido abiertas.

Para el cambio de tamaño de grano se observa que al aplicar un tamiz más fino se realiza una selección más exhaustiva de material. Sin embargo, utilizar la metodología antigua solo cambiando el tamaño de malla genera problemas logísticos, esto debido a que seleccionar grano por grano en una malla inferior se necesitarían 8 granos en la fracción 250-180 μm por cada grano de la fracción 500-250 μm para poder reunir el gramaje correspondiente equivalente.

Reunir material con una selección más exhaustiva quiere decir que se evitan más los microcristales que se encuentran en la superficie del grano. Además, se disminuye la probabilidad de que exista un cristal de tamaño considerable dentro del grano de malla mayor, el cual al tamizar más fino se puede evitar su selección.

En cuanto a la relación tamaño de cristal con tamaño de grano, en general, al disminuir el tamaño de grano, se disminuye la probabilidad de seleccionar un grano que contenga un fenocristal, esto debido a que al tamizar más fino, se evitan cristales que pudiera contener el grano en su interior, así como también realizar una selección más inequívoca en la homogeneidad de mis granos que evitaría cristales que en proporción sean mayor que el tamaño de grano.

La muestra no lavada mantiene mayor consolidación de sus granos, mientras que la lavada mantiene una consolidación inferior (fracturación) de los granos debido al lavado con ultrasonido. No se presentan cambios en la química de la muestra debido al lavado, por lo cual no hay alteración del intersticio en la muestra PP1705, la cual según protocolos debió ser lavada.

5.4 Caracterización de heterogeneidad del procedimiento

Los elementos del procedimiento de SERNAGEOMIN que se han evidenciado una falta de control corresponden a primero la cantidad de granos que se utiliza para determinar la cantidad de material que se debe usar para las mediciones. SERNAGEOMIN utiliza 23 granos los cuales se tiene que su gramaje en las distintas muestras varió considerablemente teniendo por ejemplo la muestra PP1725 con un promedio de 0.086 miligramos el grano seleccionado en la fracción 500-250 μm . Mientras que la muestra PP1716 posee un promedio de 0.131 miligramos por grano de muestra seleccionada en la fracción 500-250 μm . Esto genera una heterogeneidad en el procedimiento asociado a que en la malla de trabajo se produce una mayor heterogeneidad en las familias del tamiz. Por lo que a medida que se disminuye el tamiz de la muestra, la variación de gramaje de estas será proporcional y por ende menor. Hay que considerar que esta variación es significativa cuando son 23 granos para la medición. Por lo tanto, la variación es significativa y debe controlarse.

Lo anterior se evidencia en la Figura 4.30, Figura 4.31, Figura 4.32, Figura 4.33 y Figura 4.34. En donde se muestra que en la estadística de tamaño de grano existe siempre una disminución de la desviación estándar para el caso de disminuir el tamiz a la malla 60-80, lo cual se muestra en los histogramas de los granos factibles según los distintos tamices. Por ejemplo, la muestra LL071216-1 en la Figura 4.30 presenta una media de 152.000 μm^2 con una desviación de 78.000 μm^2 para la fracción fina y magnética. Mientras que para la fracción gruesa y sin separación magnética el material tiene un promedio de área de 28.000 μm^2 y una desviación de 280.000 μm^2 , lo cual indica una disminución en la dispersión de los tamaños.

En base a lo anterior se tiene que trabajar con un tamaño de grano menor impacta de manera positiva al procedimiento.

En la Figura 5.7 se encuentra un resumen de los histogramas de la Figura 4.30, Figura 4.31, Figura 4.32, Figura 4.33 y Figura 4.34. En donde se tiene que en general la fracción gruesa tiene una distribución mayor de tamaños, esto implica que la heterogeneidad de tamaño de grano es más grande. Por lo tanto, mientras se tenga un tamiz más fino, se puede tener una distribución menor, y por ende, más homogéneo. Esto tiene una incidencia directa durante el calentamiento. A medida que se tienen granos de distintos tamaños, cada uno libera el gas de manera distinta en función del tamaño de grano con la potencia del láser. Por ello es necesario tener una homogeneidad en el tamaño de los granos para que a medida que se calienta la muestra, el gas se libere de la misma manera independiente del grano.

La variabilidad del gramaje por grano genera una incertidumbre en la cantidad de material que se utiliza en la medición. Esto se encuentra asociado a la misma dispersión

de tamaño que existe en la malla, por lo cual al disminuir la malla esto se soluciona parcialmente. Sin embargo, al necesitar una mayor cantidad de granos para cumplir la masa entre la malla 60-80 y 35-60, es necesario implementar la medición del peso del material, lo cual permite realizar la correlación de masa, rango de edad y cantidad de potasio para determinar si se efectúa o no una buena datación.

La aplicación de la separación magnética es indistinta a la malla a la cual se tamice la muestra, por ende al aplicar la separación magnética, no cambia la mejora de la distribución de tamaño de grano debido al tamiz aplicado de la malla 60-80.

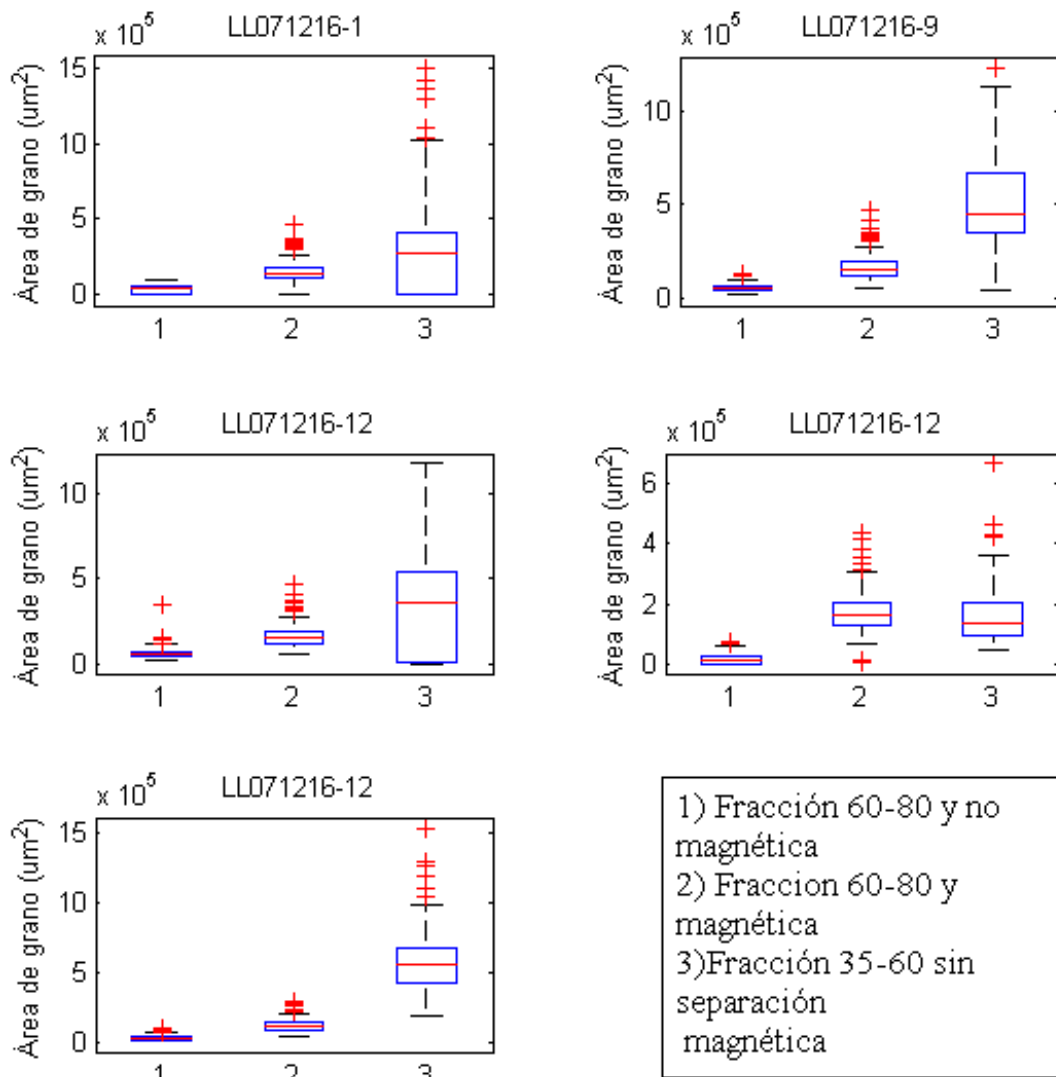


Figura 5.7: Diagrama de caja de muestras LL para análisis de tamaño de grano.

5.4.1 Análisis de separación magnética

El análisis de separación magnética permite determinar cuantitativamente las mejoras en su implementación. La separación magnética es eficiente debido a que los fenocristales no son magnéticos, y la magnetita se encuentra en la masa fundamental como microlitos de titanomagnetita. Esto permite no seleccionar granos que presenten cristales en su interior, debido a que estos tendrán menor susceptibilidad magnética y por ende en la separación quedan en la fracción no magnética.

Una de las limitantes es que la aplicación de la separación magnética debe realizarse en material fino, esto debido a que la susceptibilidad del separador magnético de Franz es alta, por lo cual no puede aplicarse a la fracción 500-250 μm debido a que seleccionaría todos los granos como fracción magnética debido a existencia de masa fundamental en alguna parte del grano, por lo cual la aplicación del método no sería efectivo.

Al evaluar las eficiencias de la separación, se puede comprobar que a medida que se aplique separación magnética a la fracción 250-180 μm , aquellos granos que presenten factibilidad de datación se encontrarán en la fracción magnética debido a que en la masa fundamental se presentan microlitos de magnetita y titanomagnetita. Lo anterior se puede comprobar en los análisis de SEM de las muestras. Además, se evidencia que la fracción 250-180 μm con separación magnética es la que posee mayor eficiencia, es decir, contiene la mayor proporción de granos factibles para datación que la fracción 500-250 μm sin separación y la fracción 250-180 μm no magnética.

Un factor que influye sustancialmente en la medición consiste en la cantidad de material. En el laboratorio de SERNAGEOMIN se pide una cantidad determinada de granos. Sin embargo, esto pasa por alto la distribución de tamaño que hay entre los granos, lo cual implica una variabilidad en la cantidad de material que se entrega para irradiar y medir, y por lo tanto, se puede tener menos material del necesario para la medición.

Para medir muestras jóvenes se tiene que a medida que una muestra sea más joven, se necesitará mayor cantidad de material para realizar una óptima medición. Necesitar una mayor cantidad de muestra para medir rocas jóvenes implica también un aumento de los fenocristales que hay dentro de los granos los cuales pueden alterar la medición asociado al calcio extra que se incluye en las interferencias. Además la capacidad del equipo de purificar el argón es limitada, lo cual resulta contraproducente al aumentar la cantidad de muestra si no se controla de alguna manera la cantidad de eventos de fenocristales en la muestra de masa fundamental.

Volviendo a lo anterior, los granos que se seleccionan varían en masa, por lo cual el número de granos no es eficiente para homogeneizar el proceso. Por ello, es adecuado determinar peso en miligramos para el proceso y simultáneamente depurar la selección de esta muestra.

5.5 Tamaño de muestra para ARGUSVI

El tamaño de muestra utilizado en SERNAGEOMIN indica que para los casos más críticos de muestras holocenas y con un bajo contenido de potasio (alrededor del 1%) se debe realizar la medición con al menos 10 miligramos. Sin embargo, la aproximación de los moles utilizando la metodología de moles de ^{40}Ar (Turner, 1971a) no basta para realizar el criterio definitivo.

Para las muestras jóvenes cálcicas, se tiene que la señal más baja a medir corresponde a la del ^{36}Ar . Este mismo isótopo posee en el espectrómetro de masa ARGUSVI una copa CDD, la cual posee una sensibilidad mayor para su medición que para el resto. Esto se debe a la baja señal y las interferencias asociadas que generan errores sistemáticos en el procedimiento.

La manera de comportarse del ^{36}Ar , es bastante dispersa, por lo cual las aproximaciones no poseen un error que pueda pasar desapercibido. Es por esto que se debe llevar la aproximación de la cantidad material necesario para que se cree una señal suficiente de ^{36}Ar que disminuya su error en la aproximación polinomial de este isótopo.

Para determinar el $^{40}\text{Ar}^*$ a partir del del ^{36}Ar se tiene un promedio de los pasos y a su vez un promedio de las mediciones a partir de los moles de ^{40}Ar , su señal en fA y la señal correspondiente del ^{36}Ar de cada medición de las muestras PP y LL, lo cual resulta en un promedio de 6×10^{-18} moles de ^{36}Ar para las mediciones actuales de SERNAGEOMIN. Se propone el caso de llevar al doble los moles de este isótopo, por lo cual se necesitaría el doble de moles de ^{40}Ar . La Figura 5.8 muestra una simulación de esto:

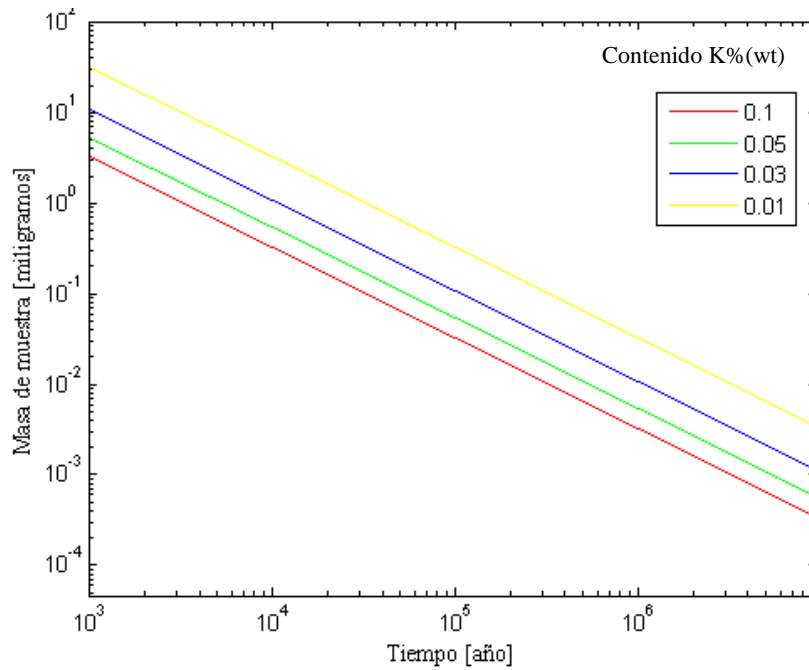


Figura 5.8: Propuesta de cantidad de material para muestras entre 1ka y 1Ma de ARGUSVI.

Por otro lado, las dataciones realizadas en SERNAGEOMIN se han sumado a la Figura 4.35 para ilustrar claramente en la Figura 5.9 que no coinciden los tiempos y cantidad de muestra en base al contenido de potasio de las muestras. Los errores de medición, la masa de muestra de la medición y el tratamiento de muestra puede hacer que varíe entre una línea y otra de composición de una medición idónea, por lo cual la cantidad de material que se utiliza en el análisis debe ser finamente calculada para que no se provoquen errores de medición dado a que el error de la masa de la muestra es muy sensible a la cantidad de potasio y la edad que puede medir para cada muestra.

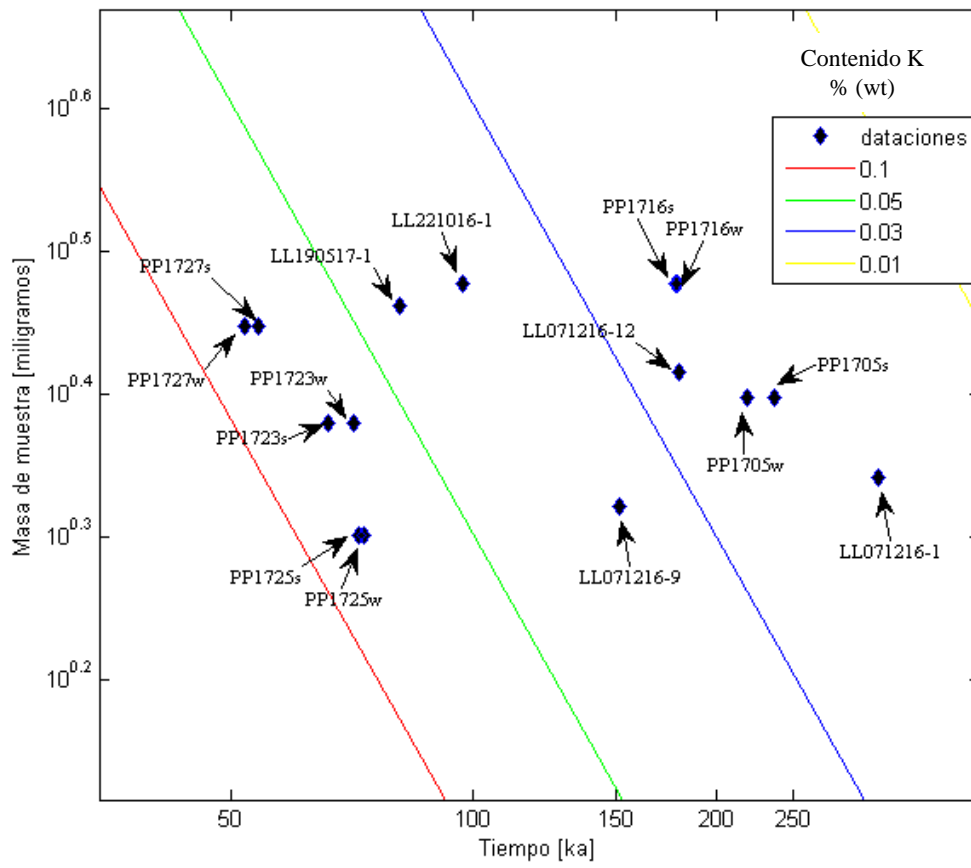


Figura 5.9: Isolíneas de actual señal de ARGUSVI con dataciones de estudio.

5.6 Reproducibilidad de los datos

Poder comprobar la reproducibilidad de los datos adquiridos de una muestra al cambiar parámetros como su preparación y el lugar de toma de muestra permite mantener la credibilidad de los datos ya entregados por el servicio.

Para las muestras PP1723 y PP1725 se tiene que ambas corresponden a la misma colada de lava. Además, ambas fueron preparadas por las dos metodologías de preparación de muestra, se aprecia en la Figura 5.10 que los márgenes de error de las variables incluyen la edad de las otras, por lo cual la reproducibilidad de datos se cumple. Tabla 4.9: Resultado datación para misma unidad; Muestra PP1725 y PP1723

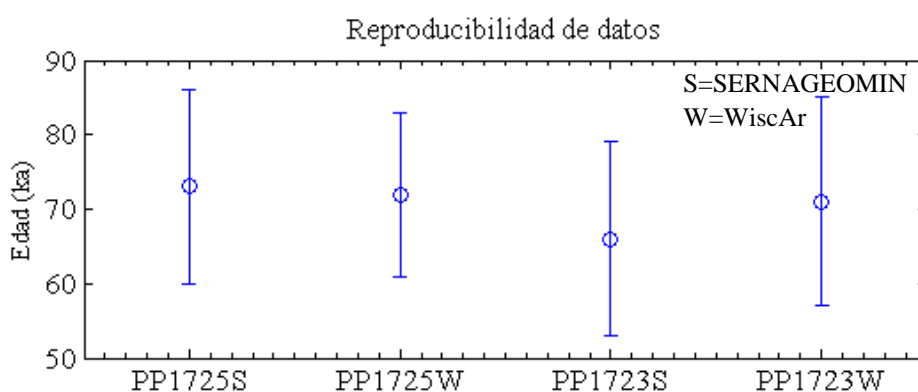


Figura 5.10: Edad de PP1725 y PP1723 según ambas metodologías de preparación de muestras.

Existe una diferencia en las razones de Ca/K, según la muestra PP1725 y PP1723, cuyos valores son de 2.21 (%wt K) y 5.8 (%wt Ca) para PP1725 y 1.05 (%wt K) y 5.8 (%wt Ca) para PP1723. Esto significa que la muestra PP1725 es más apropiada para el método debido a que posee 1% más de potasio que la otra. Esto quiere decir que la muestra PP1725 la tenido una mejor separación de masa fundamental que la otra muestra, esto se debe a que la muestra con menor error (PP1725W) posee levemente tamaños de grano más fino, por lo cual la separación funciona mejor para seleccionar masa fundamental. En otras parabras, este cambio de composición no es atribuido a cambios químicos de la colada, esto es más bien atribuido a como la separación magnética puede incidir en el cambio composicional al realizar una separación cada vez más exhaustiva de masa fundamental, ya que las componentes más cálcicas (en proporción) se encuentran en los fenocristales de las muestras de esta naturaleza.

6 Conclusiones

La evaluación de las condiciones en que se practican la factibilidad, preparación de muestra, montaje y medición de muestras para las dataciones según el método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, evidencian variados procedimientos que podrían optimizarse. Estos van desde cómo influye la preparación de muestras en el resultado final, química de la muestra, manipulación, instrumentación, entre otros.

6.1 Datación y preparación de muestras

La preparación de muestra según SERMAGEOMIN puede modificarse con el objetivo de hacer más eficiente el proceso de datación en cuanto a los errores de las mediciones para rocas jóvenes cálcicas, específicamente rocas del tipo basaltos y andesita basálticas, las cuales por su naturaleza cálcica presentan una dificultad debido a la interferencia que generan.

Dentro de la preparación de muestra, se tiene que tamizar más fino permite tener un mayor control de la masa fundamental seleccionada, pudiendo evitar cristales proporcionales a la malla de tamiz y a su vez evitar la probabilidad que se encuentre un fenocristal dentro del grano que según el método con grano de tamaño entre 0.5 mm y 250 μm podría ser factible a simple vista. Por otro lado, un tamiz más fino de la muestra genera inconvenientes en la selección de la misma cantidad de material que se utiliza actualmente para las mediciones, a partir de lo cual se propone evaluar oparcionalmente el método de separación magnética.

El lavado de muestra que se realiza posterior al tamiz genera fracturamiento en los granos, por lo cual aparece un conjunto de granos que es menor a la malla 180 μm , por lo que una vez realizado el lavado de material, debe realizarse un nuevo tamizaje de material para garantizar la conformidad del tamaño de grano de la malla solicitada.

Las mediciones de las muestras dada la aplicación de ambas metodologías de preparación de muestras, indican que a medida que una muestra es más joven, la razón de Ca/K aumenta. Por lo tanto, aumenta el error de la medición. Junto a esto, el aplicar ambas metodologías de preparación de muestra no genera cambios en las muestras que poseen una masa fundamental con muchas familias de tamaños de cristales. Sin embargo, esto queda afecto a la evaluación de la irradiación.

6.2 Diferencias en los métodos de WiscAr y SERNAGEOMIN

Se logra establecer una propuesta de actualización de los procedimientos realizados por el laboratorio de SERNAGEOMIN, esto a través del análisis comparativo de los procesos involucrados en dos laboratorios para evaluar que elementos pueden ser incorporados con justificación empírica y experimental. Los procesos involucrados corresponden a factibilidad, preparación de muestra, montaje de discos, irradiación y medición.

En la etapa de factibilidad se observó ausencia de información de contenido de potasio y calcio. La implementación de esto es un camino al control de datación, en donde se busca optimizar los recursos al ser más exhaustivo en la etapa de factibilidad de datación.

En la etapa de preparación de muestra se tiene que un grano más grueso tiene mayor probabilidad de tener incluidos cristales de mayor tamaño, por lo cual debe bajarse el tamaño de grano para el procedimiento. Junto a ello, se tienen la variabilidad de tamaño en la misma malla que genera una variabilidad en la cantidad de masa para el procedimiento, lo cual debe evaluarse.

El montaje de discos manual solo involucra problemas en contaminación y pérdida de recursos humanos en el caso de un error de manipulación motriz fina. Es por ello que se propone cambiar el tamaño de los discos para permitir una manipulación más fácil. Junto a ello, el vertido de muestra debe ser a través de paquetes como se realiza en WiscAr o idear algún mecanismo que evite eliminar esta vulnerabilidad a la contaminación.

Disminuir el tamaño de grano permite facilitar la medición, esto debido a que un tamaño mayor dificulta la liberación de argón atmosférico en el precalentamiento inicial de las muestras. Adicionalmente, la fracción más gruesa tiene una mayor probabilidad de tener incluido un fenocristal, esto es por probabilidad de evento en un volumen de grano mayor

Durante la medición se debería incluir un precalentamiento de muestra y eliminación de este gas que no será considerado en la medición, esto para garantizar y optimizar las condiciones del espectrómetro ARGUSVI, este procedimiento es aplicado por WiscAr.

Se evidencia una estrecha relación entre la cantidad de muestra, el contenido de potasio y el rango de edad a medir para el proceso. Para determinar estas variables dentro

de un equipo es necesario contar con la sensibilidad del equipo y la señal que se desee para un tratamiento estadístico apropiado.

6.3 Factibilidad de datación

Dentro de la etapa de factibilidad se encontraron elementos que deben ser incorporados para tener mayor información en las dataciones, entre ellos se encuentra determinar la razón de Ca/K, el cual es un factor preponderante para determinar cualitativamente la magnitud del error de medición. Secundariamente se debe incluir la descripción de tamaños de grano de la masa fundamental, lo cual puede permitir realizar un filtro en la factibilidad de dataciones de rocas jóvenes cálcicas.

Para las muestras vesiculadas se debería tamizar más fino para eliminar las vesículas ya que desde la fracción 250-180 μm no es suficiente para garantizar la eliminación de vesículas. Es por ello que se propone moler en una fracción aún más fina. Junto a su datación se deben comparar las dataciones en distintas mallas y verificar si a medida que se tamiza más fino, la muestra tiene consecutivamente una edad más antigua y si esto es de tal importancia como para realizar un tratamiento especial de muestras para casos especiales.

Dentro de la información que se puede obtener de SEM de pulido, granos factibles y corte petrográfico, se determina que la de granos no entrega información relevante para determinar factibilidad, pero SEM de pulido sí puede entregar información cualitativa de la textura de masa a un zoom mayor que el que proporciona un corte petrográfico y además de la proporción de Ca/K.

La química a través de granos factibles es un método que posee un error bastante alto y que por lo tanto no es recomendable como mejora. Por otro lado, la química de SEM por corte pulido sí permite determinar el valor de Ca/K con un error pequeño para un espacio muestral representativo de la masa fundamental.

La química de roca total y fracción magnética demuestra que el método de separación magnética permite disminuir la cantidad de Ca sin variar mayormente el contenido de K, esto permite disminuir la razón de Ca/K y por lo tanto, disminuir el error de las mediciones.

Cambiar la malla de tamiz para seleccionar granos más finos permite disminuir el tamaño de cristales que se encuentran en los granos, pero no cambia la heterogeneidad de estos, así como también disminuye la vesicularidad pero no se encuentra afectada a la posibilidad de que exista alguna vesícula aislada. En cuanto al lavado de muestras, se

tiene que existe un fracturamiento, pero bajo ningún motivo altera la muestra en la composición.

La fracción correspondiente a 500-250 μm posee una mayor probabilidad de tener un fenocristal en su interior, lo cual significa que en la selección de material no se considera la posibilidad de que un grano aparentemente solo de masa fundamental pueda tener en su interior un fenocristal. Esta probabilidad se disminuye al disminuir el tamaño de grano a la fracción 250-180 μm . Este problema de tener un fenocristal en el interior puede provocar que se tenga una menor cantidad de masa y, por lo tanto, menos material que pueda definir un plateau, esto también genera más error por el efecto del posible fenocristal.

6.4 Caracterización heterogeneidad de procedimiento

Determinar los aspectos en los cuales se produce una heterogeneidad en el tratamiento de muestras, introduce cierta incertidumbre al procedimiento, entre ellas se encuentra el tamaño de grano, el cual al disminuir la dispersión de los tamaños permite realizar un calentamiento de manera homogénea durante la medición, lo que a su vez hace liberar de la misma manera los gases en cada uno de los granos. De no ser así, los granos más pequeños se fundirán completamente a menor potencia de láser y a medida que sea más grande en grano, necesitará más potencia y generará un gradiente de temperatura entre la superficie del grano y su interior. Por lo cual es necesario implementar la disminución del tamaño de grano.

Trabajar con una unidad de medida de conteo de grano no permite evidenciar cuanto material se utiliza para las mediciones. Además, introduce un error en el peso de la muestra, por lo cual el tratamiento de muestra no es homogéneo debido a que a pesar de que se cuente la misma cantidad de grano, la masa de esta varía hasta en 1 miligramo. Disminuir el tamaño de grano permite bajar la distribución de peso por grano y permite efectuar el conteo de grano de una manera de que sea directamente proporcional a la malla. Sin embargo, la cantidad de grano equivalente es mucho mayor, por lo cual es necesario trabajar con peso en vez de número de grano.

Para seleccionar masa fundamental se debe efectuar separación magnética con el separador magnético de Franz, este debe variar en ángulo y con un amperaje mínimo para separar la masa de los cristales, esto fundamentado por los microlitos de magnetita y titanomagnetita que se encuentran en la masa fundamental. Posteriormente, debe realizarse inspección visual para eliminar aquellos granos que presenten una fracción de fenocristal y masa fundamental que pudieran saltarse el procedimiento.

La aplicación de la separación magnética genera siempre un concentrado donde la masa fundamental esta en mayor proporción que los fenocristales, lo cual permite realizar una limpieza de material exhaustiva.

6.5 Tamaño de muestra para ARGUSVI

El tamaño de muestra utilizado con el ARGUSVI varía constantemente dado la preparación y montaje de muestras. Para dicho caso, se debe tener un control fino de la cantidad de material que se utiliza para las mediciones, ya que la factibilidad de composición es sensible a la variabilidad del gramaje de muestras.

El tamaño de muestra utilizado en el SERNAGEOMIN indica que para los casos más críticos de muestras holocenas y con un bajo contenido de potasio (alrededor del 1%) se debe realizar la medición con al menos 10 miligramos. Sin embargo, la aproximación de los moles utilizando la metodología de moles de ^{40}Ar (Turner, 1971) no basta para realizar el criterio definitivo.

La propuesta de aumentar la cantidad de material es para bajar el error estadístico de la señal de ^{36}Ar , todas las otras figuras construidas con la señal actual de SERNAGEOMIN tienen incluido ese problema de error sistemático.

6.6 Reproducibilidad de los datos

La toma de muestras relativamente próxima no influye en la datación de una unidad. Por lo cual, la datación da conformidad a posibles variaciones en la proporción cristalina a lo largo de la unidad. Solo podría variar el error conforme a las variaciones de la razón de K/Ca, pero el valor principal de la datación no cambiará.

7 Recomendaciones para SERNAGEOMIN

El ejercicio de intercalibración involucra un trabajo dual entre las dos partes involucradas, en donde se puede seguir realizando mejoras en conformidad a la base teórica desprendida de este trabajo. Dentro de las recomendaciones sugeridas para el Laboratorio de SERNAGEOMIN, aplicados al equipo ARGUSVI en muestras jóvenes son:

- 1) Incluir en factibilidad la geoquímica de potasio y calcio, esto deberá realizarse mediante análisis SEM de corte pulido o RX.
- 2) Implementar de manera inmediata la disminución del tamaño de grano al rango 250-180 μm para muestras jóvenes cálcicas (basaltos y andesitas).
- 3) Ejecutar separación magnética para concentrar masa fundamental. Además, se deberá realizar inspección visual del material para garantizar una concentración solo de masa fundamental.
- 4) Pesar el material que se entrega al área de geocronología, en donde se recomienda entregar un concentrado de 10 mg para libre disposición del área de geocronología.
- 5) El área de geocronología deberá irradiar los 10 mg de muestra y medir 5 mg en el equipo. Otros 5 mg quedarán a libre disposición en caso de pérdida de datos durante la medición en ARGUSVI.

Los ejercicios que debe realizar el Laboratorio de SERNAGEOMIN aplicados al equipo ARGUSVI son:

- 1) Realizar geoquímica de las muestras PP mediante análisis SEM de corte pulido y comparar con los resultados de datación.
- 2) Probar efectivamente que las muestras LL al aplicar la nueva preparación de muestra tendrán un error de medición menor, estas ya fueron preparadas y se encuentran a disposición para medición.
- 3) Probar con las muestras PP y LL el aumento paulatino de cantidad de muestra hasta llegar al utilizado por WiscAr (20 mg). En donde se elegirá la cantidad de material que sea óptima para el análisis.
- 4) Probar la datación de una muestra aplicando empaquetamiento de aluminio durante la irradiación. En el caso de que no afecte la medición de la muestra se deberá implementar para optimizar tiempo del operario al traspasar el material desde el disco de irradiación al de fusión.
- 5) Realizar tamizaje después del lavado correspondiente de la muestra y comprobar que el material es limpiado de aquellos fragmentos rotos durante el lavado.
- 6) Dado que WiscAr utiliza tiempo de irradiación variable, se debe realizar un estudio de cuanto tiempo deben irradiarse las muestras comparando la condiciones del los reactores utilizados (posición del reactor y flujo energético del reactor). Además, se debe hacer la prueba con monitores estándares para comparar entre laboratorios los valores de J en función de la composición y tiempo de irradiación de la misma muestra en ambos reactores.

- 7) Se debe implementar la relación entre potencia y temperatura del equipo de medición durante el calentamiento de muestras.
- 8) Debe implementarse un calentamiento inicial de las muestras en donde el gas liberado no debe medirse, esto con tal de eliminar contaminación del primer paso, esto genera un uso inadecuado del espectrómetro ARGUSVI.
- 9) El Laboratorio de SERNAGEOMIN debe realizar cotizaciones de sus servicios debido a que los costos de datación son mayores que los de WiscAr para las dataciones mediante $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$.

8 Bibliografía

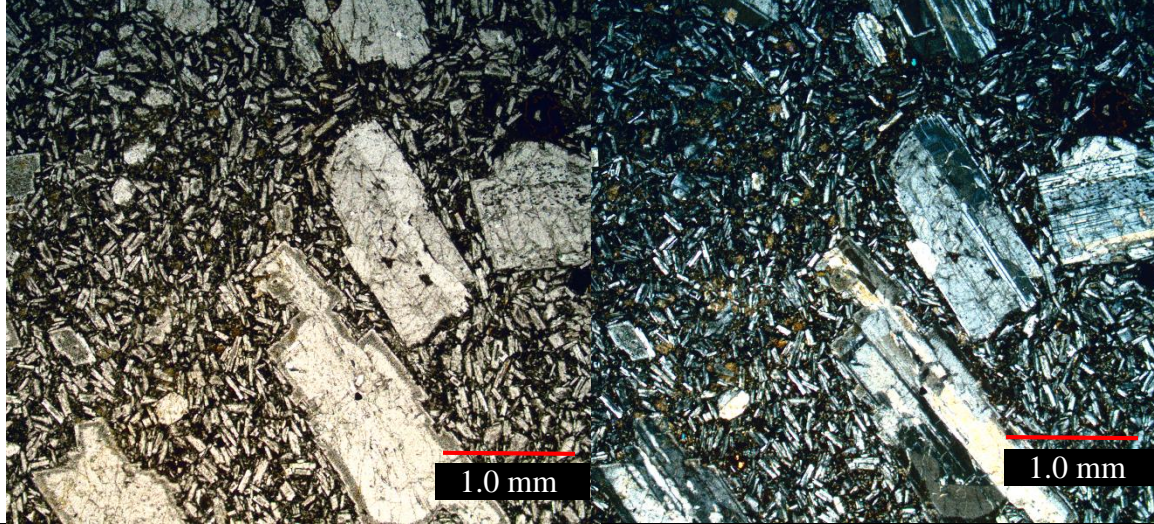
- Beckinsale, R. D., & Gale, N. H. (1969). A reappraisal of the decay constants and branching ratio of ^{40}K . *Earth Planet. Sci. Lett.* 6, 289-294.
- Berger, G. W., & York, D. (1981). Geothermometry from $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating experiments. *Geochim. Cosmochim. Acta* 45, 795-811.
- Brereton, N. R. (1970). Corrections for interfering isotopes in the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating method. *Earth Planet. Sci. Lett.* 8, 427-433.
- Dalrymple, G. B., & Lanphere, M. A. (1969). *Potassium-argon dating*. San Francisco: Freeman.
- Dalrymple, G. B., Alexander, E. C., Jr, Lanphere, M. A., & Kraker, G. P. (1981). Irradiation of samples for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating using the Geological Survey TRIGA reactor. *U.S. Geol. Surv., Prof Paper*, 1176.
- Duncan, R., Koppers, A., & Miggins, D. (2017). *OSU Argon geochronology Lab*. Obtenido de OSU: <http://geochronology.coas.oregonstate.edu/>
- Faure, G. (1977). *Principles of isotope geology*. New York: Wiley.
- Fleck, R. J., Sutter, J. F., & Elliot, D. H. (1977). Interpretation of discordant $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age-spectra of Mesozoic tholeiites from Antarctica., (págs. 15-32).
- Fletcher, I. R., McNaughton, N. J., Pidgeon, R. T., & Rosman, K. J. (1997). Sequential closure of K-Ca and Rb-Sr isotopic system in Archaean micas. *Chem. Geol.(Isot. Geosci. Sect.)*, 138, 289-301.
- Garner, E. L., Murphy, T. J., Gramlich, J. W., Paulsen, P. J., & Barnes, I. L. (1975). Absolute isotopic abundance ratios and the atomic weight of a reference sample of potassium. *Res. Natl. Bureau Stand* 79A, 713-725.
- Hora, J. M., Singer, B. S., & Woerner, G. (2007). Volcanic evolution and eruptive flux on the thick crust of the Andean Central Volcanic Zone: $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ constraints From Volcan Parí, Chile. *GSA Bulletin* v. 119, no, 343-362.
- Hong, C. S., Lee, M. Y., Pälike, H., Wei, K. Y., Liang, W. T., Iizuka, Y., & Torii, M. (2002). Astronomically calibrated ages for geomagnetic reversals within the Matuyama ch. *Earth Planets Space* 54, 679-690.
- Jicha, B. R., Singer, B. S., & Sobol, P. (2016). Re-evaluation of the ages of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sanidine standards and supereruptions in the western U.S. using a Noblesse multi-collector mass spectrometer. *Chem. Geol.* 431, 54-66.
- Kuiper, K. F., Deino, A., Hilgen, F. J., Krijgsman, W., Renne, P. R., & Wijbrans, J. R. (2008). Synchronizing rock clocks of Earth history. *Science* 320, 500-504.
- Kuiper, K. F., Hilgen, F. J., Steenbrink, J., & Wijbrans, J. R. (2004). $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages of tephra intercalated in astronomically tuned Neogene sedimentary sequences in the eastern Mediterranean. *Earth Planet. Sci. Lett.* 222, 583-597.

- Lipman, P. W., Dungan, M. A., & Bachmann, O. (1997). Comagmatic granophyric granite in the Fish Canyon Tuff, Colorado: implications for magma-chamber processes during a large ash-flow eruption. *Geology* 25, 915-918.
- Madison University of Wisconsin. (2018). *Wiscar Geochronology Lab*. Obtenido de Department of Geoscience: <https://geochronology.geoscience.wisc.edu/preparing-samples/>
- Marshall, B. D., & DePaolo, D. J. (1982). Precise age determinations and petrogenetic studies using the K-Ca method. *Geochim. Cosmochim. Acta* 46, 2573-2545.
- Mc Dougall, I., & Harrison, T. (1999). *Geochronology and thermochronology by the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method*. New York: Oxford University Press, 10-73.
- Mitchell, J. G. (1968). The argon-40/argon39 method for potassium-argon age determination. *Geochim. Cosmochim. Acta* 32, 781-790.
- Naranjo S, José Antonio; Haller, Miguel J; Pesce H, Abel; Sruoga, Patricia; SERNAGEOMIN. (1999). Geología y peligros del complejo volcánico Planchón-Peteroa, Andes del sur (35° 15'S), Región del Maule, Chile.
- Obradovich, J. D., Tatsumoto, M., Manuel, O. K., Mehnert, H., Domenick, M., & Wildman, T. (1982). K-Ar and K-Ca dating of sylvite from the late Permian Salado Formation, New Mexico. Implications regarding stability of evaporite minerals. *Isotope Geol.* (págs. 283-284). Japan: Fifth Int. Conf. Geochronol. Cosmochronol.
- Renne, P. R., Balco, G., Ludwig, K. R., Mundil, R., & Min, K. (2011). Response to the comment by W.H. Schwarz et al. on "Joint determination of 40K decay constants and $^{40}\text{Ar}^*/^{40}\text{K}$ for the Fish Canyon sanidine standards, and improved accuracy for 40Ar/39Ar geochronology" by P.R. Renne et al. (2010). *Geochim. cosmochim. Acta* 75, 5097-5100.
- Renne, P. R., Sharp, W. D., Deino, A. L., Orsi, G., & Civetta, L. (1997). $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating into the historical realm: Calibration against Pliny the Younger. *Science* 277, 1279-1280.
- Renne, P. R., Swisher, C. C., Deino, A. L., Karner, D. B., Owens, T. L., & DePaolo, D. J. (1998). Intercalibration of standards, absolute ages and uncertainties in $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating. *Chem. Geol.* 145, 117-152.
- Renne, P., Deino, A., Hames, W., Heizler, M., Hemming, S., Hodges, K., Wijbrans, J. (2009). Data reporting norms for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ geochronology. *Quaternary geochronology*, 346-352.
- Rivera, T. A., Storey, M., Schmitz, M. D., & Crowley, J. L. (2013). Age intercalibration of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sanidine and chemically distinct U/Pb zircon populations from the Alder Creek Rhyolite Quaternary geochronology standard. *Chem. Geol.* 345, 87-98.

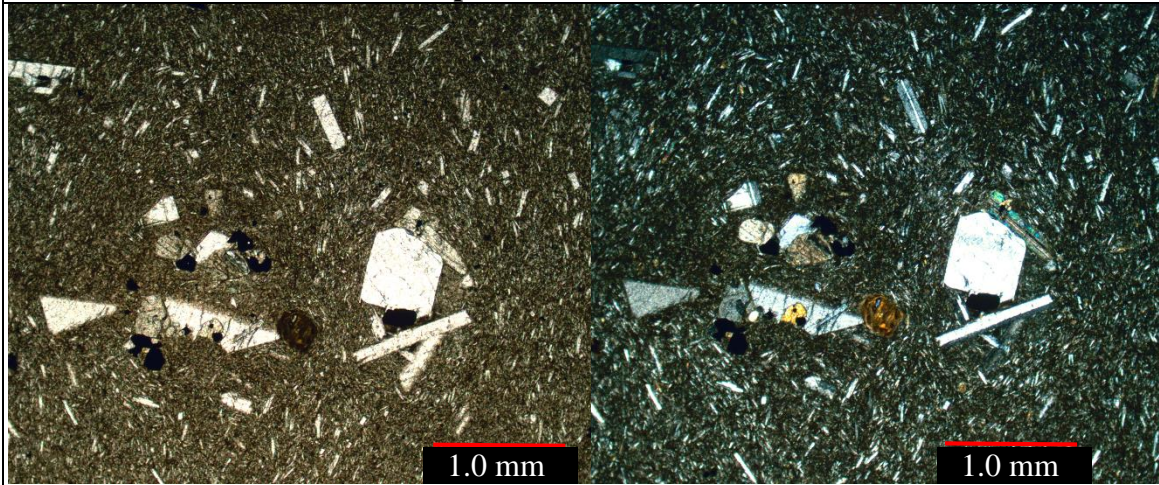
- Rivera, T. A., Storey, M., Zeeden, C., Hilgen, F. J., & Kuiper, K. (2011). A refined astronomically calibrated $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age for Fish Canyon sanidine. *Earth Planet Sci. Lett.* 311, 420-426.
- Rutherford, E., & Soddy, F. (1903). Radioactive change. *Phil. Mag. Ser. 6*, 5, 576-591.
- Schmitt, A. K., Grove, M., Harrison, T. M., Lovera, O., Hulen, J., & Walters, M. (2003). The Geysers-Cobb Mountain system, California (part 1): U-Pb zircon ages of volcanic rocks, conditions of zircon crystallization and magma residence times. *Geochim. Cosmochim. Acta* 70, 426-445.
- Singer, B. S. (2014). A Quaternary Geomagnetic Instability Time Scale. *Quat. Geochron.* 21, 29-52.
- Singer, B. S., Jicha, B. R., Harper, M. A., Naranjo, J. A., Lara, L. E., & Moreno, R. (2008). Eruptive history, geochronology, and magmatic evolution of the Puyehue-Cordon Caulle volcanic complex, Chile. *Geol. Society of America Bulletin* 120(5-6), 599.
- Spell, T. L., & McDougall, I. (2003). Characterization and calibration of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating standards. *Chem. Geol.* 198, 189-211.
- Steiger, R. H., & Jäger, E. (1977). Convention on the use of decay constants in geo- and cosmochronology. *Earth Planet. Sci. Lett.* 36, 359-362.
- Turner, G. (1971a). Argon 40- argon 39 dating: The optimization of irradiation parameters. *Earth Planet. Sci. Lett.* 10, 227-234.
- Turrin, B. D., Donnely-Nolan, J. M., & Hearn, B. C. (1994). $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages from the rhyolite of Alder Creek, California: age of the Cobb Mountain normal-polarity subchron revised. *Geology* 22, 251-254.
- Wotzlaw, J. -F., Schaltegger, U., Frick, D. A., Dungan, M. A., Gerdes, A., & Günther, D. (2013). Tracking the evolution of large volume silicic magma reservoirs from assembly to supereruption. *Geology* 41(8), 867-870.

9 Anexos

9.1 Descripciones de corte transparente

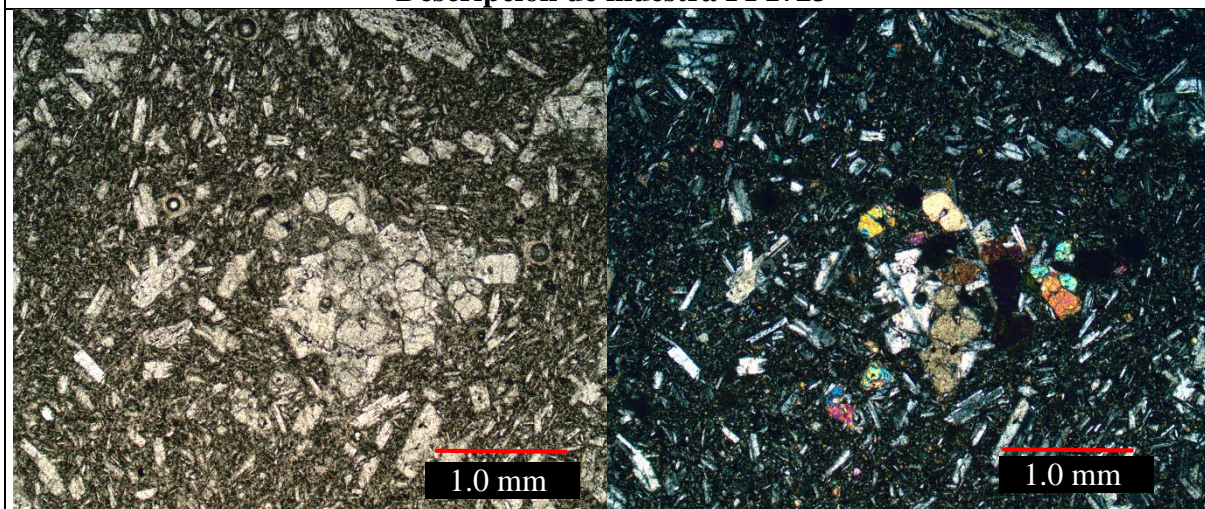
Descripción de muestra PP1705		
		
Cat. Litológica	Volcánica	Descripción General: Roca de textura porfídica, fanerítica con dos poblaciones de tamaños. La masa fundamental es cristalina. Presencia de leve eferbescencia asociada a carbonatos superficiales.
Alteración	No tiene	
Textura General	Porfídica	
Nombre de roca	Basalto	
Descripción mineralógica	Félsico	Hay fenocristales y microcristales. Los fenocristales se encuentran con textura sieve. Otros se encuentran con alteración de esmectita y otros entrecrecidos. Se presentan fracturas rellenas con calcita (5%)
	máficos	El olivino se encuentra con leve reemplazo de epidota y se presentan cristales aislados de clinopiroxeno (<1%)
	Masa Fundamental	La masa fundamental seran los cristales menores a 0.3 mm. Corresponde a cristales de plagioclasa euhedrales, maclados y algunos levente zonados. Tambien la presencia de masa oscura y microcristales de piroxenos forman una textura poikilítica. La masa se considera intergranular
Texturas	Porfídica, Poikilítica, intergranular.	

Descripción de muestra PP1716



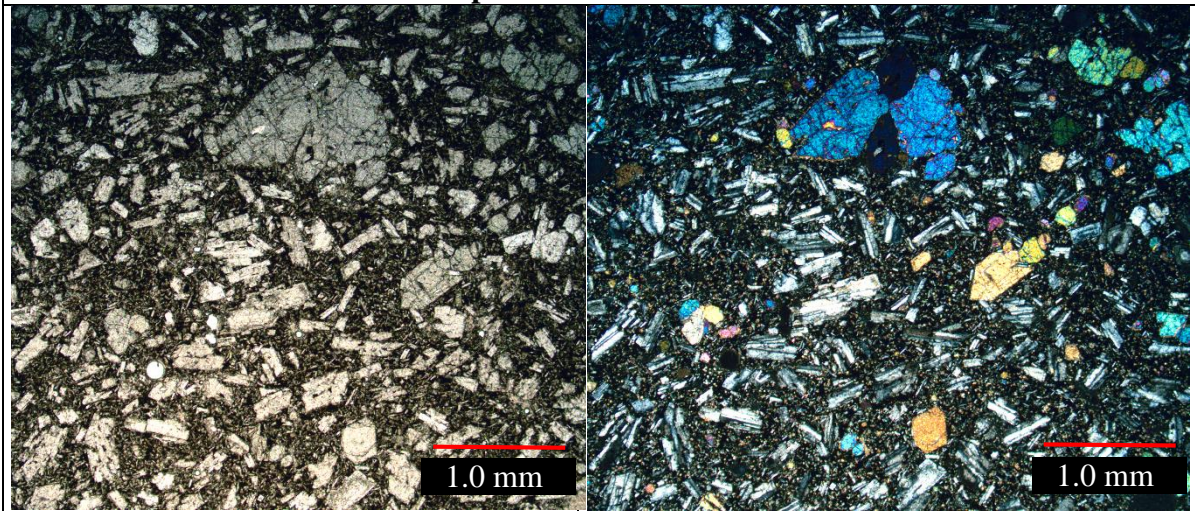
Cat. Litológica	Volcánica	Descripción General: La muestra de textura porfídica presenta fenocristales de plagioclasa y masa fundamental intergranular oscura microcristalina, se observan leves flujos y distintas texturas en plagioclasa y máficos.
Alteración	No presenta	
Textura General	Porfídica	
Nombre de roca	Andesita	
Descripción mineralógica	Félsico	Hay fenocristales y microcristales. Los fenocristales se encuentran el cumulos con piroxenos. Estos corresponden a un 10% de la muestra. Los microlitos tienen un tamaño de 0.3-0.4 mm de largo y son muy finos. Presentan en su mayoría macla carlsbad y albita. Altunos rotos mecánicamente y muy heterogéneo en tamaño.
	máficos	El olivino se encuentra casi totalmente reemplazado a iddingsita con un tamaño <1mm. Los clino y ortopiroxenos son <1.5mm y se encuentran principalmente entrecrecidos con plagioclasas en textura poikilítica.
	Masa Fundamental	La masa fundamental presenta vidrio levemente alterado a hematita. Se presenta un intercepto entre textura intergranular e interseccional.
Texturas	Porfídica, Poikilítica, cumuloporfídica, intergranular, interseccional.	

Descripción de muestra PP1723



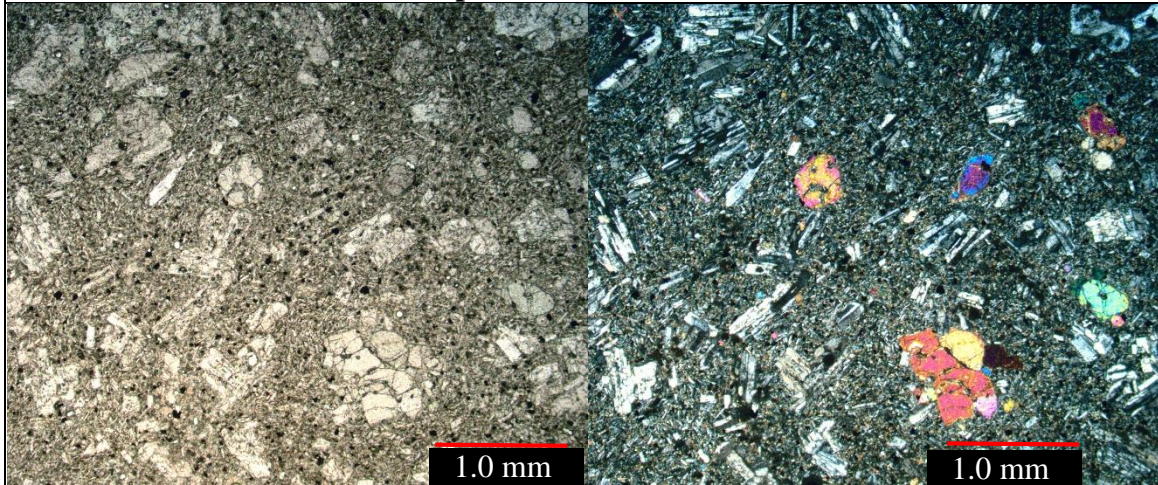
Cat. Litológica	Volcánica	Descripción General: Muestra de textura porfídica con masa microfanerítica con vidrio intersticial. Los fenocristales se presentan principalmente seriados con tamaños variables.
Alteración	No presenta	
Textura General	Porfídica	
Nombre de roca	Basalto	
Descripción mineralógica	Félsico	El tamaño de los cristales llega hasta 2 mm, tienen macla albita y algunos con leve zonación. El 30% de los cristales más grandes poseen reemplazo de esmectita en zonación central. Los cristales son subhedrales, los cristales quebrados presentan reabsorción en los bordes. Corresponden a 2/3 de los fenocristales.
	Máficos	Olivino y piroxenos que corresponden a 1/3 de los fenocristales. Son subhedrales y hay sectores que se encuentran entrecrecidos con plagioclasa en textura cumulo porfídica. Se presenta textura de embahiamiento en algunos olivinos.
	Masa Fundamental	La masa presenta poblaciones de distintos tamaños. Esta se considera los cristales <0.04 mm. el segundo grupo corresponde a maficos de 0.07-0.3 mm. Los cristales en este rango de tamaño no presentan alteración y son euhedrales. La masa se considera intergranular el un 70% y 30% intersecional.
Texturas	Porfídica , cumulo porfídica, intergranular, intersecional, embahiamiento.	

Descripción de muestra PP1725



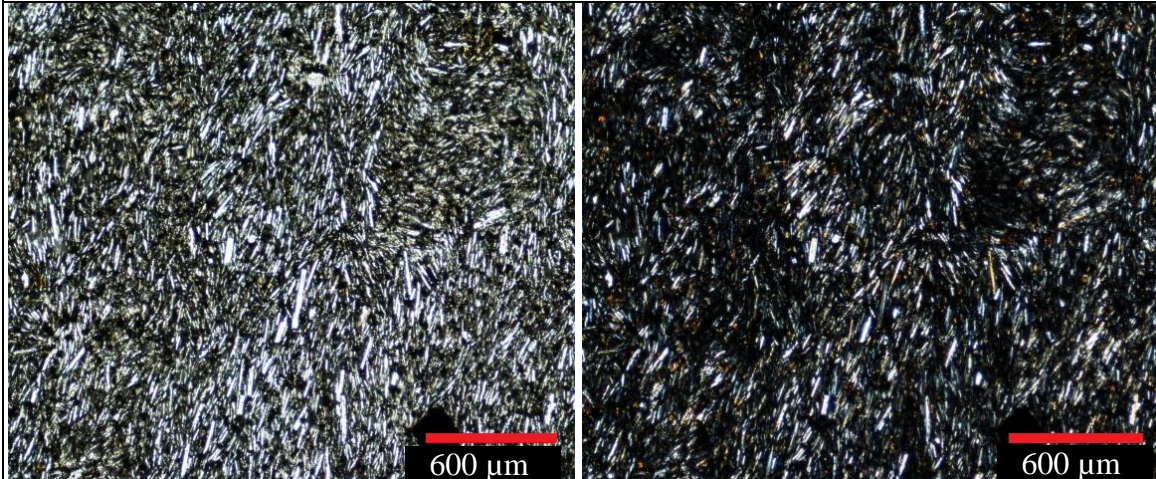
Cat. Litológica	Volcánica	Descripción General: Roca de textura porfídica cuyos fenocristales corresponden a un 50% de la muestra con una relación entre plagioclasa y maficos de 3:1. La masa fundamental corresponde a una textura intergranular conformada de plagioclasa y masa oscura (vidrio).
Alteración	No presenta	
Textura General	Porfídica	
Nombre de roca	Basalto	
Descripción mineralógica	Félsicos	Tienen tamaños que llegan hasta los 2.5 mm, estas se encuentran entrecrecidas con piroxenos formando cumulos. Los cristales van desde subhedral a euhedral.
	máficos	Corresponden a ortopiroxenos, clinopiroxenos y olivinos cuyo tamaño es inferior a 1mm. Los olivinos se encuentran solo rodeando los cumulos de plagioclasa y piroxeno. Su textura es subhedral a anhedral. Algunos con textura de reabsorción.
	Masa Fundamental	Compuesta de maficos, plagioclasa y vidrio en las proporciones de 5:3:2. Con tamaño <0.05 mm.
Texturas	Porfídica, intergranular, reabsorción, cumulo porfídica.	

Descripción de muestra PP1727



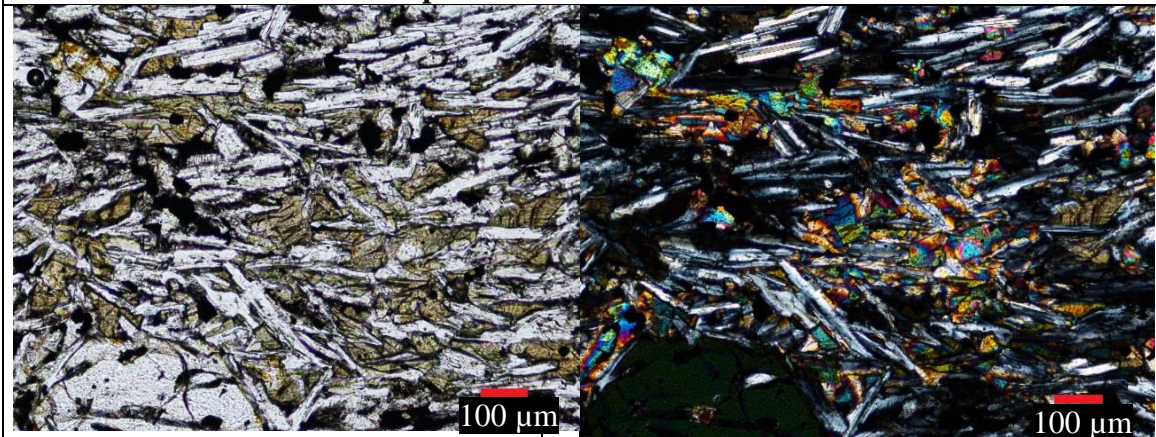
Cat. Litológica	Volcánica	Descripción General: Roca de textura porfídica cuyos fenocristales corresponden a un 25-30% de la muestra con una relación entre plagioclasa y máficos de 3:1. La masa fundamental corresponde a una textura intergranular conformada de plagioclasa y microlitos de máficos.
Alteración	No presenta	
Textura General	Porfídica	
Nombre de roca	Basalto	
Descripción mineralógica	Félsicos	Tienen tamaños que llegan hasta los 2.5 mm, estas se encuentran entrecrecidas con piroxenos formando cúmulos. Algunas presentan texturas poiquilítica con piroxeno en su interior y otros pocos con textura de reabsorción. Las texturas van desde subhedral a euhedral.
	máficos	Corresponden a ortopiroxenos, clinopiroxenos y olivinos cuyo tamaño es inferior a 1 mm. Los olivinos se encuentran solo rodeando los cumulos de plg y px. Su textura es subhedral a anhedral.
Texturas	Porfídica, intergranular, poiquilítica, reabsorción, cumuloporfídica.	

Descripción de muestra LL190517-1



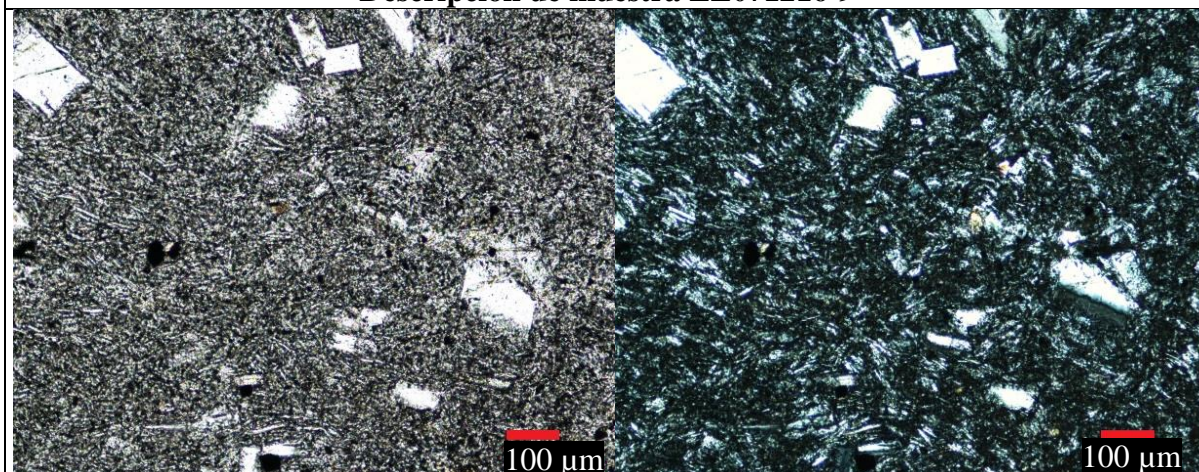
Cat. Litológica	Volcánica	Descripción General: La roca corresponde a un basalto de textura porfídica. Los fenocristales son escasos y corresponden a plagioclasas y piroxenos. La masa es microcristalina con flujos locales compuesto de plagioclasa, piroxenos y vidrio.
Alteración	No presenta	
Textura General	Porfídica	
Nombre de roca	Basalto	
Descripción mineralógica	Félsicos	Los fenocristales tienen tamaño de hasta 1 mm y corresponde a un 10 % de la muestra, son euhedrales a subeuhedrales. Presentan textura sieve y de reabsorción. En la masa fundamental es el mineral mayoritario por un 80 %, donde localmente presenta textura pilotaxítica y tienen un tamaño de 50 μm-100 μm de largo.
	máficos	Corresponden a piroxenos que se encuentran intercrecidos entre la masa fundamental, estos son anhedral y de un tamaño de alrededor de 30 μm
	Masa Fundamental	Localmente la plagioclasa presenta textura pilotaxítica y subpoikilitica con los piroxenos rodeados de plagioclasas. La plagioclasa, piroxeno y vidrio se encuentra en la razón 8:1:1. La masa en escala mayor corresponde a una textura intergranular.
Texturas	Porfídica, poikilitica, reabsorción, sieve, pilotaxítica, intergranular.	

Descripción de muestra LL221016-1



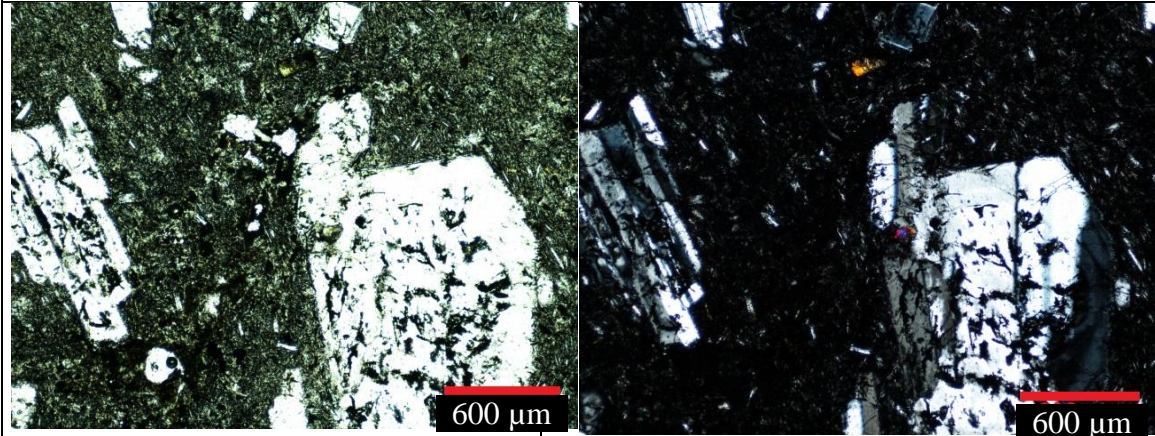
Cat. Litológica	Volcánica	Descripción General: La muestra corresponde a un basalto de textura porfídica. Los fenocristales corresponden a olivinos. La masa fundamental es plagioclasa, olivino, piroxeno.
Alteración	No presenta	
Textura General	Porfídica	
Nombre de roca	basalto	
Descripción mineralógica	Félsicos	Tienen tamaños que llegan hasta 1 mm, estas se encuentran tanto en fenocristales como masa fundamental. Se encuentra con textura de reabsorción dado por mezcla de magmas. Además de orientarse localmente. Corresponden a un 60 % de la muestra.
	Máficos	Corresponden a olivinos y piroxenos que se encuentran como fenocristales en un porcentaje de 10 % en la muestra. Presentan texturas glomeroporfídicas, coronóticas y de reabsorción.
	Masa Fundamental	Corresponde a los cristales <0.5 mm. Son cristales de plagioclasa y piroxeno, estos localmente se encuentra orientados, pero globalmente corresponde a una textura intergranular con una interacción entre ambos de textura subofítica.
Texturas	Porfídica, intergranular, reabsorción, reemplazo, coronítica, glomeroporfídica, subofítica	

Descripción de muestra LL071216-9



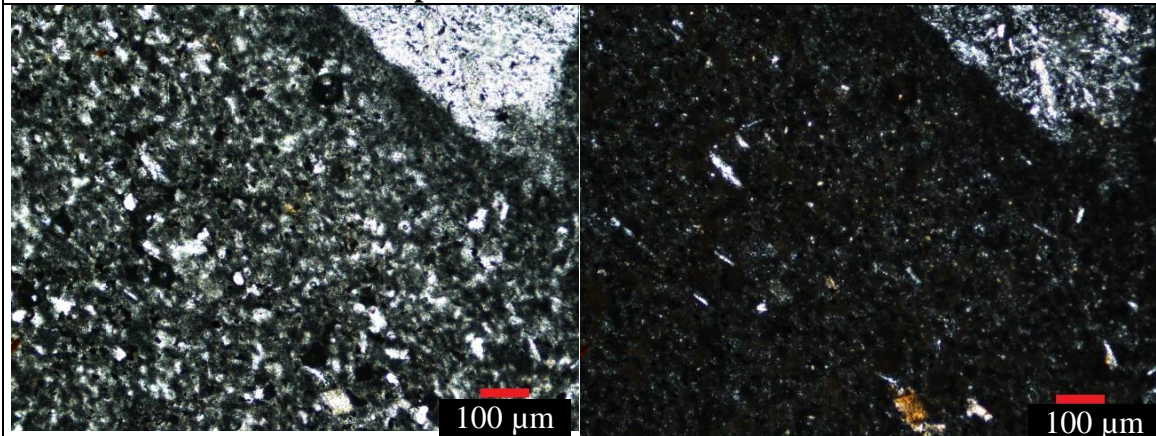
Cat. Litológica	Volcánica	Descripción General: La muestra corresponde a un basalto con textura porfídica. Los fenocristales corresponden a olivinos y plagioclasas, mientras que la masa fundamental se compone de plagioclasa y vidrio.
Alteración	No presenta	
Textura General	Porfídica	
Nombre de roca	basalto	
Descripción mineralógica	Félsicos	Tienen tamaños que llegan hasta los 2.5 mm, estas conforman los fenocristales y la masa fundamental. Los fenocristales poseen textura sieve y cumulo porfídica con los olivinos.
	máficos	Corresponden a olivinos que presentan textura de reabsorción y cumulo porfídica con las plagioclasas.
	Masa Fundamental	Corresponde a plagioclasa menor a 10 μm y vidrio intersticial que conforman una textura intergranular.
Texturas	Porfídica, cumulo porfídica, intergranular, sieve.	

Descripción de muestra LL071216-1



Cat. Litológica	Volcánica	Descripción General: La muestra corresponde a un basalto de textura porfídica. Los fenocristales corresponden a olivinos y plagioclasas con textura de reabsorción y una masa cristalina.
Alteración	No presenta	
Textura General	Porfídica	
Nombre de roca	Basalto	
Descripción mineralógica	Félsicos	Poseen tamaños heterogeneos donde los tañamos van desde 10 micras hasta 0.8 mm. Los más grandes presentan textura sieve y de reabsorción. Son subhedrales.
	máficos	Olivinos con textura de reabsorción y formando tectxtura cumulo porfídica junto a plagioclasas.
	Masa Fundamental	Corresponden a plagioclasas con tamaño entre 10 y 20 micras y vidrio con una textura intergranular.
Texturas	Porfídica, reabsorción, sieve, intergranular, cumulo porfídica.	

Descripción de muestra LL071216-12



Cat. Litológica	Volcánica	Descripción General: La roca consiste en un contacto de dos rocas volcánicas de similar composición basáltica, pero con distinta vesicularidad. La parte más vesiculada es una roca con piroxenos y plagioclasa con un fondo de vidrio volcánico, mientras que la otra con cristales de plagioclasa, piroxenos y olivino. La roca en general presenta textura porfídica.
Alteración	No presenta	
Textura General	Porfídica	
Nombre de roca	Basalto	
Descripción mineralógica	Félsicos	Tienen tamaños que llegan hasta los 2.5 mm, estas se encuentran distribuidas aleatoriamente en toda la muestra.
	máficos	Corresponden a ortopiroxeno, clinopiroxeno y olivino cuyos tamaños son de alrededor de 20 micras. Varios con textura de reabsorción.
	Masa Fundamental	Tiene dos zonas de vesicularidad distinta, una con 40 μm de tamaño de micras y forma ovalada y otra parte con vesículas de 100 micras y con forma ovalada. El resto corresponde a vidrio y leve presencia de microlitos de plagioclasa, por lo cual es una textura de masa fundamental intersecetal.
Texturas	intersecetal, reabsorción, porfídica.	

9.2 Informes de factibilidad

1) LL190517-1c (Corte transparente y Separación de minerales)

La muestra corresponde a una roca volcánica de composición andesítica y de textura porfídica. Se clasifica como basalto. Los fenocristales son escasos y corresponden a plagioclasa y ortopiroxeno, los cuales presentan textura sieve y de reabsorción. La masa fundamental corresponde a plagioclasa, piroxeno y vidrio, en donde el mayoritario es plagioclasa, este localmente presenta textura pilotaxítica, pero globalmente presenta textura intergranular. Se presentan minerales opacos.

El vidrio de la masa fundamental y la muestra en general no presenta ningún tipo de alteración. Se presentan agregados criptocristalinos de feldespato potásico

Se pasó por molienda controlada hasta lograr la fracción correspondiente a la datación solicitada. Se separaron agregados microcristalinos de masa fundamental en buenas condiciones.

Roca APTA para datación por método Ar/Ar en masa fundamental.

2) LL221016-1c (Corte transparente y Separación de minerales)

La muestra corresponde a una lava de composición basáltica de textura porfídica, la cual se clasifica como basalto de olivino. Los fenocristales corresponden a olivinos con texturas que van entre coroníticas, glomeroporfídica y reabsorción. La masa fundamental corresponde a plagioclasa, olivino, piroxenos. La disposición de las plagioclasas es aleatoria e interdigitada con los cristales de piroxenos y olivinos. La textura de la masa fundamental es intergranular.

Se pasó por molienda controlada hasta lograr la fracción correspondiente a la datación solicitada. Se separaron agregados microcristalinos de masa fundamental en buenas condiciones.

Roca APTA para datación por método Ar/Ar en masa fundamental.

3) LL071216-1c (Corte transparente y Separación de minerales)

La muestra corresponde a una lava de composición basáltica de textura porfídica, la cual se clasifica como basalto de olivino. Los fenocristales corresponden a olivinos contexturas de reabsorción y acumuladas, plagioclasas con texturas sieve y piroxenos. También se presenta la textura cumulo porfídica con la mezcla de olivinos y plagioclasas. La masa fundamental corresponde a plagioclasa y vidrio que presenta una textura intergranular.

La muestra no presenta alteración. Se presentan agregados criptocristalinos de feldespatos potásicos.

Se pasó por molienda controlada hasta lograr la fracción correspondiente a la datación solicitada. Se separaron agregados microcristalinos de masa fundamental en buenas condiciones.

Roca **APTA** para datación por método Ar/Ar en masa fundamental.

4) LL07121216-9c (Corte transparente y Separación de minerales)

La muestra corresponde a una roca volcánica de composición andesítica y de textura porfídica, la cual se clasifica como andesita de piroxeno. Los fenocristales son plagioclasas y piroxenos, los cuales se encuentran en disposición aleatoria o formando cúmulos. La masa fundamental está compuesta de vidrio y microlitos de plagioclasa con textura intergranular.

La masa fundamental y los cristales no presentan ningún tipo de alteración. Además, Se presentan agregados criptocristalinos de feldespatos potásicos.

Se procedió a molienda controlada hasta lograr la fracción correspondiente a la datación solicitada. Se separaron agregados microcristalinos de masa fundamental en buenas condiciones.

Roca **APTA** para datación por método Ar/Ar en masa fundamental.

5) LL071216-12c (Corte transparente y separación de minerales)

La muestra consiste en un contacto de dos rocas volcánicas de similar composición basáltica, pero de distinta cantidad de vesículas. La parte más vesiculada (40%) corresponde a una roca escoriácea con cristales de ortopiroxeno y plagioclasa, en un fondo formado por vidrio volcánico isótropo. Las vesículas son de tamaño 40 micras y de forma ovalada. La otra parte de la muestra corresponde a una lava basáltica presenta de textura porfídica, con fenocristales de plagioclasa, ortopiroxeno y olivinos, además de un 20% de vesículas de formas ovalada y tamaño de 100 micras. La masa fundamental corresponde a vidrio volcánico isótropo sin signos de desvitrificación. Ambas fracciones de la muestra son negativas en la tinción de nitrito de cobalto.

La muestra pasó por molienda controlada hasta lograr la fracción correspondiente a la datación solicitada. Se separaron, bajo lupa binocular, los fragmentos de masa fundamental con la menor cantidad de vesículas visibles, desde la fracción 35-60.

Roca **APTA** para datación por método Ar/Ar en masa fundamental.

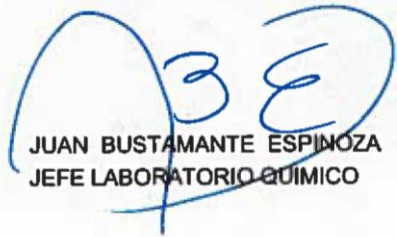
9.3 Informe de química mediante fluorescencia.



SERVICIO NACIONAL DE GEOLOGÍA Y MINERÍA
LABORATORIO QUÍMICO
INFORME DE ANÁLISIS No 2018-008

REFERENCIA CORRELATIVO C170794
 REFERENCIA MEMORANDUM N°197
 REMITE SERNAGEOMIN - UNIDAD DE MINERALOGÍA
 ATENCIÓN SRA. EUGENIA FONSECA PEDRAZA
 MUESTRA ROCAS
 PROYECTO CDC2018 MINERALOGÍA Y GEOLOGÍA ISOTÓPICA
 QUÍMICOS JUAN BUSTAMANTE E.- JUANA VÁSQUEZ Z.

Muestra	<u>K</u> %	<u>Ca</u> %		
LL071216-12m	1.00	2.46		
LL221016-1m	0.83	6.10		
LL071216-9m	2.15	2.07		
LL-190517-1m	1.20	3.88		
LL091216-1m	1.46	2.71		
PP-1725	1.21	5.82		
PP1716 6080	2.65	1.97		
PP1723 6080	1.05	5.85		
PP-17-27	1.00	5.63		
PP1705 60-80 LAVADO	1.51	4.73	<i>K% valor</i>	<i>Ca% valor</i>
ESTANDARES			<i>referencia</i>	<i>referencia</i>
agv2	2.407	3.650	2.39	3.71
gsp2	4.478	1.492	4.48	1.50
ja2	1.648	4.519	1.50	4.63
jb1a	1.284	6.740	1.18	6.59
jb2	0.349	6.976	0.35	7.06
qlo1a	2.913	2.275	2.99	2.26


 JUAN BUSTAMANTE ESPINOZA
 JEFE LABORATORIO QUÍMICO

06-02-2018

Departamento de Laboratorios Servicio Nacional de Geología y Minería
 Til Til 1993, Ñuñoa - Santiago - FONOS: (56-2) 2385292 FAX: (56-2) 2385332 - www.sernageomin.cl
 E-mail: jefe_lab@sernageomin.cl - Casilla: 10465 y 1347, correo 21- SANTIAGO - CHILE

9.4 Química estadística de pulido mediante SEM

Muestra LL221016-1

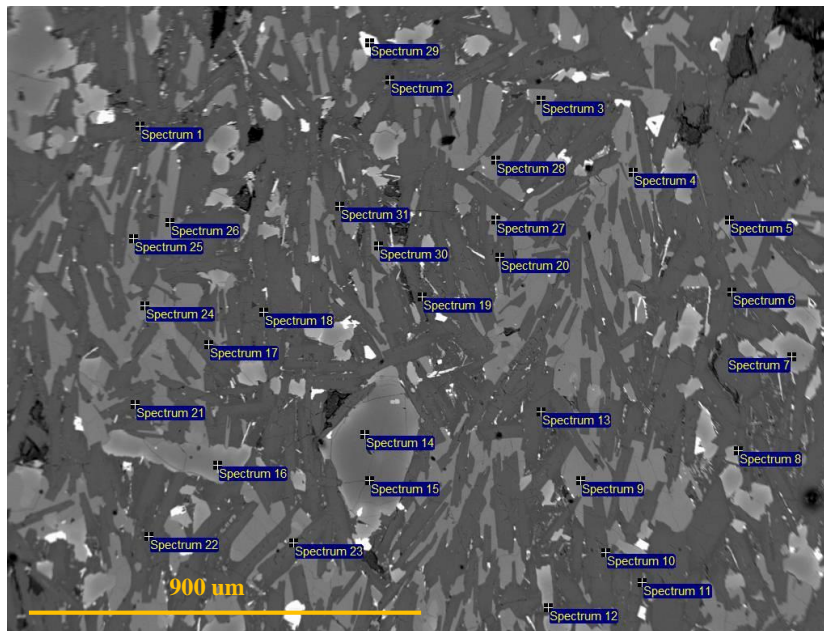


Figura 9.1 Corte pulido con ubicación de Spectrum(punto) para estadística de muestra LL221016-1

Tabla 9.1: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum de la muestra LL221016-1.

Spectrum	K (% wt)	Ca (% wt)	Spectrum	K (% wt)	Ca (% wt)
1	0.19	8.59	17		9.22
2	4.05	1.66	18		8.82
3		13.83	19	2.55	4.57
4		14	20		9.24
5		0.33	21	0.19	8.78
6	0.27	7.61	22	4.93	0.56
7		0.2	23		9.76
8	1.58	3.93	24		0.19
9		13.91	25		14.2
10	0.2	8.81	26		13.85
11	4.12	0.41	27		13.98
12		0.24	28		14.21
13	0.17	8.74	29		
14			30	0.76	5.82
15			31		8.65
16			promedio	1.72±1.86	7.55±5.12

Tabla 9.2 Mapa de composición (barrido de área).

Mapa	K(% wt)	Ca(% wt)
Campo visual	1.56±0.02	7.66±0.02

Muestra LL071216-1

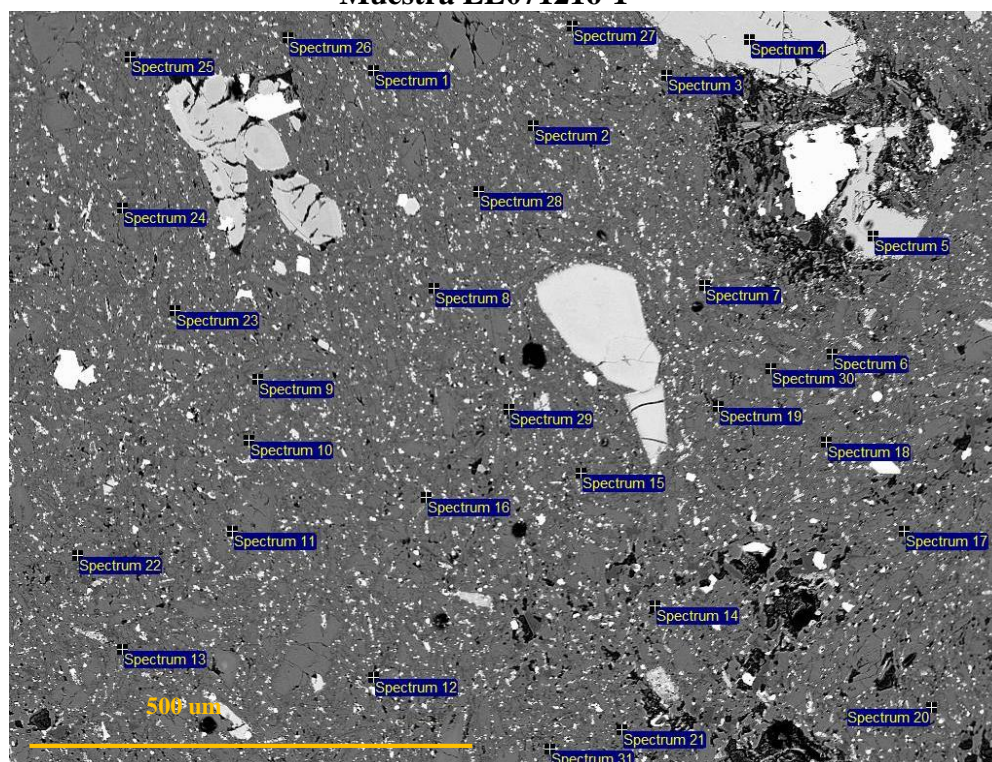


Figura 9.2: Esquema de corte pulido con ubicación de Spectrum(punto) para estadística.

Tabla 9.3: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.

Spectrum	K (% wt)	Ca (% wt)	Spectrum	K (% wt)	Ca (% wt)
1	2.12	0.37	17	1.56	3.1
2	2.83	0.84	18	2.79	0.35
3	0.49	4.18	19	1.3	0.93
4		13.55	20	1.29	1.93
5		13.62	21	0.81	0.74
6	1.41	1.61	22	2.14	3.57
7	1.38	1.5	23	3.58	
8	2.25	1.65	24	4.02	0.58
9	0.5	4.99	25	2.55	1.34
10	1.6	1.79	26	3.46	0.75
11	0.33	2.48	27	3.47	0.86
12	1.02	3.14	28	4.04	0.75
13	3.49	0.68	29	1.48	0.42
14	2.22	1.94	30	1.57	1.15
15		1.96	31		0.84
16	1.34	1.62	promedio	2.03±1.10	2.44±3.24

Tabla 9.4: Mapa de composición (barrido de área).

Mapa	K (% wt)	Ca (% wt)
Campo visual	2.13±0.02	2.30±0.02

Muestra LL071216-9

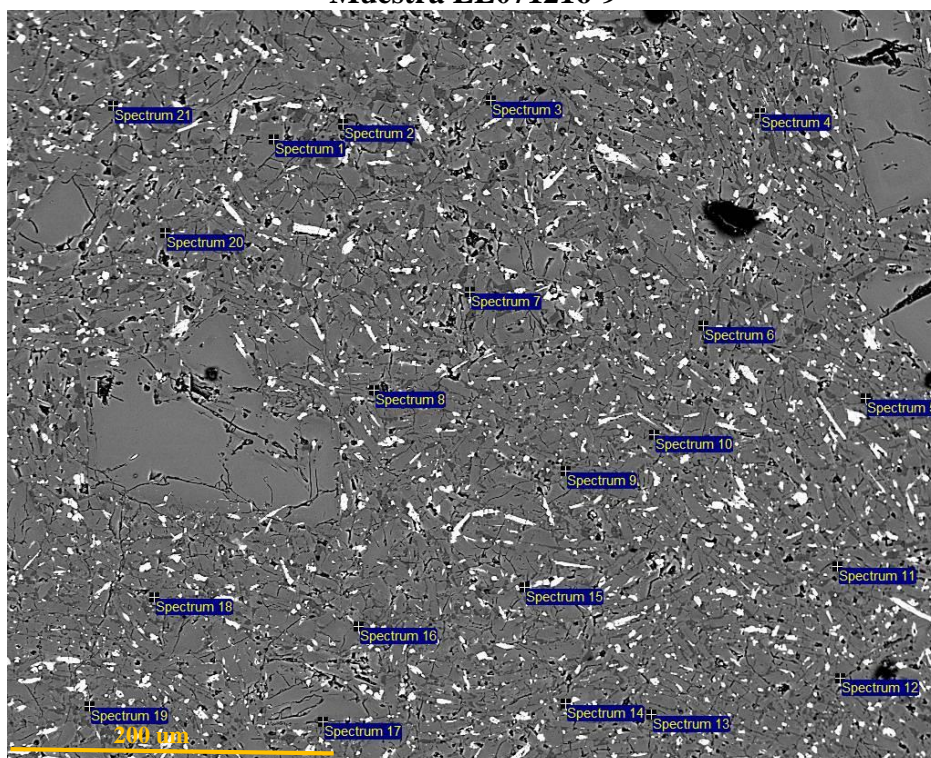


Figura 9.3: Esquema de corte pulido con ubicación de Spectrum (punto) para estadística.

Tabla 9.5 Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.

Spectrum	K (% wt)	Ca (% wt)	Spectrum	K (% wt)	Ca (% wt)
1	1.4	3.42	12	3.3	0.2
2	0.92	3.13	13	3.27	1.05
3	3.2	1.21	14	0.52	0.57
4	1.26	2.56	15	3.4	0.29
5	1.79	2.25	16	1.2	2.05
6	1.3		17		2.98
7	1.42	0.79	18	3.63	0.32
8	3.45	1.78	19	1.13	3.02
9	1.91	1.3	20	0.83	3.45
10	0.41	2.93	21	4.42	0.37
11	2.11	2.16	Promedio	2.04±1.2	1.79±1.14

Tabla 9.6: Mapa de composición (barrido de área)

Mapa	K (% wt)	Ca (% wt)
Campo visual	2.05±0.02	1.94±0.02

Muestra LL071216-12

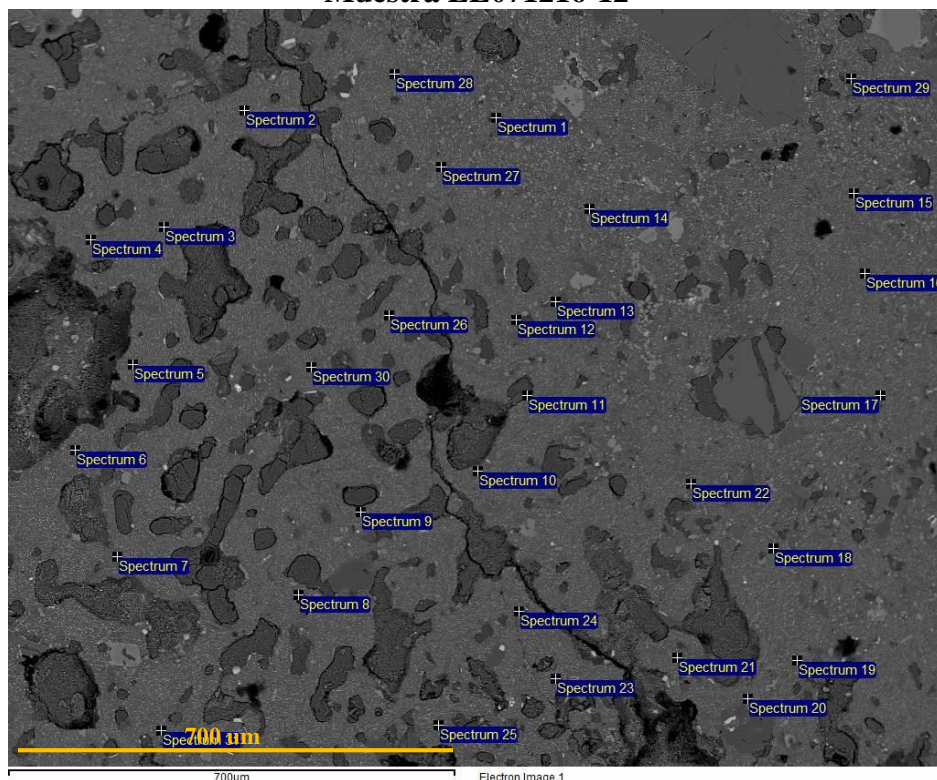


Figura 9.4: Esquema de corte pulido con ubicación de Spectrum (punto) para estadística.

Tabla 9.7: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.

Spectrum	K (% wt)	Ca (% wt)	Spectrum	K (% wt)	Ca (% wt)
1	0.8	4.97	17	1.15	3.62
2	1	4.38	18	6.42	1.46
3	1.09	5.46	19	1.59	3.26
4	1.1	4.42	20	1.54	3.79
5	1.07	3.81	21	0.92	3.9
6	0.35	4.51	22	1.04	3.64
7	2.24	2.44	23	1.67	2.87
8	5.95	1.33	24	0.94	3.91
9	1.64	3.61	25	1.57	3.06
10	1.07	4.37	26	1.77	3.39
11		2.99	27	0.78	5.09
12	1.24	2.93	28	0.75	5.98
13	2.41	1.59	29	2.65	4.13
14	3.27	2.62	30	1.14	4.22
15	3.01	2.22	31	0.9	4.25
16	1.18	4.05	Promedio	1.74±1.38	3.62±1.11

Tabla 9.8: Mapa de composición (barrido de área).

Mapa	K (% wt)	Ca (% wt)
Campo visual	1.03±0.01	3.54±0.01

Muestra LL190517-1

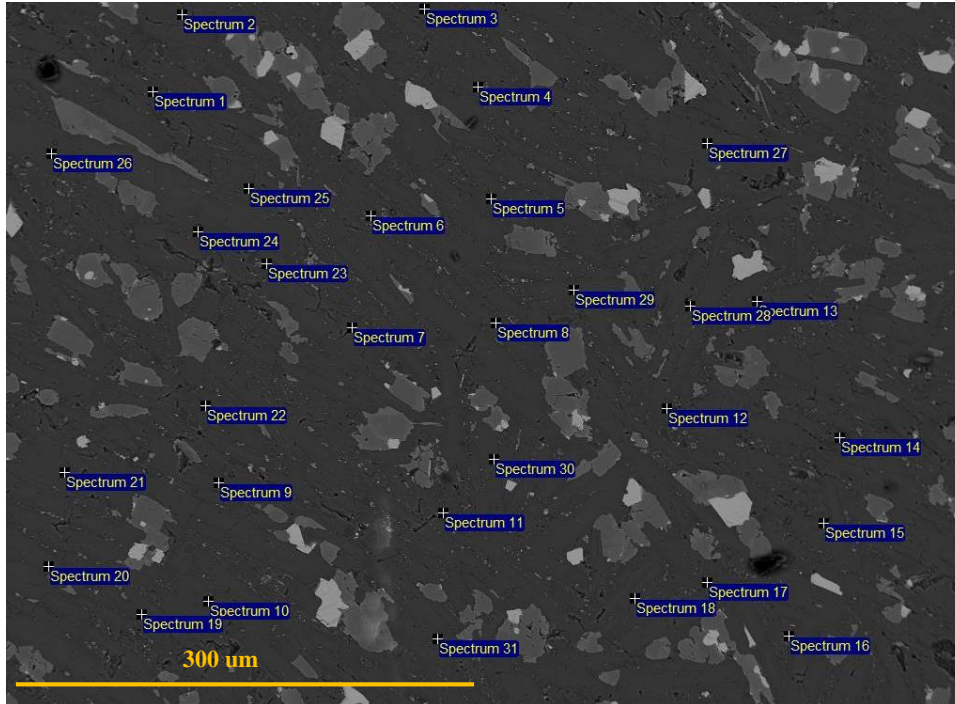


Figura 9.5: Esquema de corte pulido con ubicación de Spectrum (punto) para estadística.

Tabla 9.9: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.

Spectrum	K (% wt)	Ca (% wt)	Spectrum	K (% wt)	Ca (% wt)
1	0.3	6.47	17	0.54	4.49
2	0.23	6.53	18	0.57	3.41
3	0.25	6.06	19	0.29	5.72
4	0.39	4.89	20	0.27	6.59
5	0.38	5.05	21	0.23	7.03
6	0.67	4.03	22	4.15	0.6
7		6.45	23	3.58	0.59
8	0.21	6.8	24	4.94	4.17
9	0.32	5.76	25	2.73	0.36
10	1.21	2.52	26	0.37	5.78
11	0.65	0.29	27	0.28	6
12	1.37	1.95	28	2.37	3.61
13	3.16	0.61	29	0.21	7.12
14	0.15	6.29	30	0.24	5.55
15	0.42	5.52	31	0.4	5.35
16	0.64	7.02	Promedio	1.05±1.3	4.57±2.2

Tabla 9.10: Mapa de composición (barrido de área)

Mapa	K(% wt)	Ca(% wt)
Campo visual	1.23±0.01	3.81±0.01

Muestra PP1705

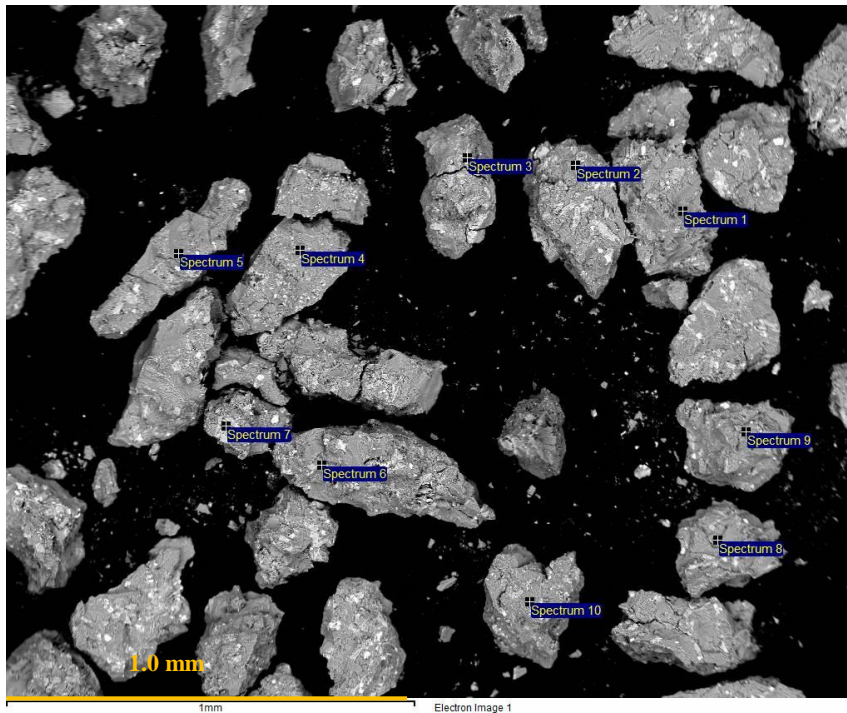


Figura 9.6: Esquema de granos con ubicación de Spectrum para estadística.

Tabla 9.11: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.

Spectrum	K (% wt)	Ca (% wt)
1	0.76	1.37
2	0.64	2.14
3	2.98	1.57
4	8.89	3.22
5	0.25	6.64
6	4.3	-
7	0.23	4.99
8	0.39	7.09
9	3.41	-
10	2.05	1.56
Promedio	2.39±2.57	3.57±2.2

Muestra PP1716

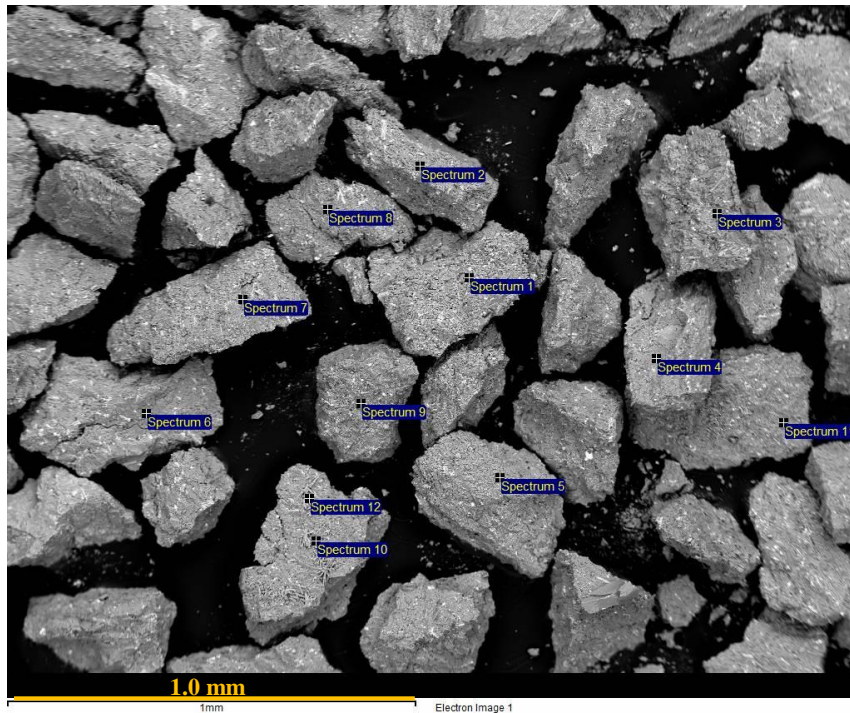


Figura 9.7: Esquema de granos con ubicación de Spectrum para estadística.

Tabla 9.12: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.

Spectrum	K (% wt)	Ca (% wt)
1	2.97	
2	0.59	2.07
3	1.26	2.79
4	1.01	2.93
5	1.8	1.72
6	6.08	2.37
7	0.87	3.37
8	0.56	4.01
9	2.47	2.94
10	3.15	10.82
Promedio	2.07±1.69	3.66±2.7

Muestra PP1723

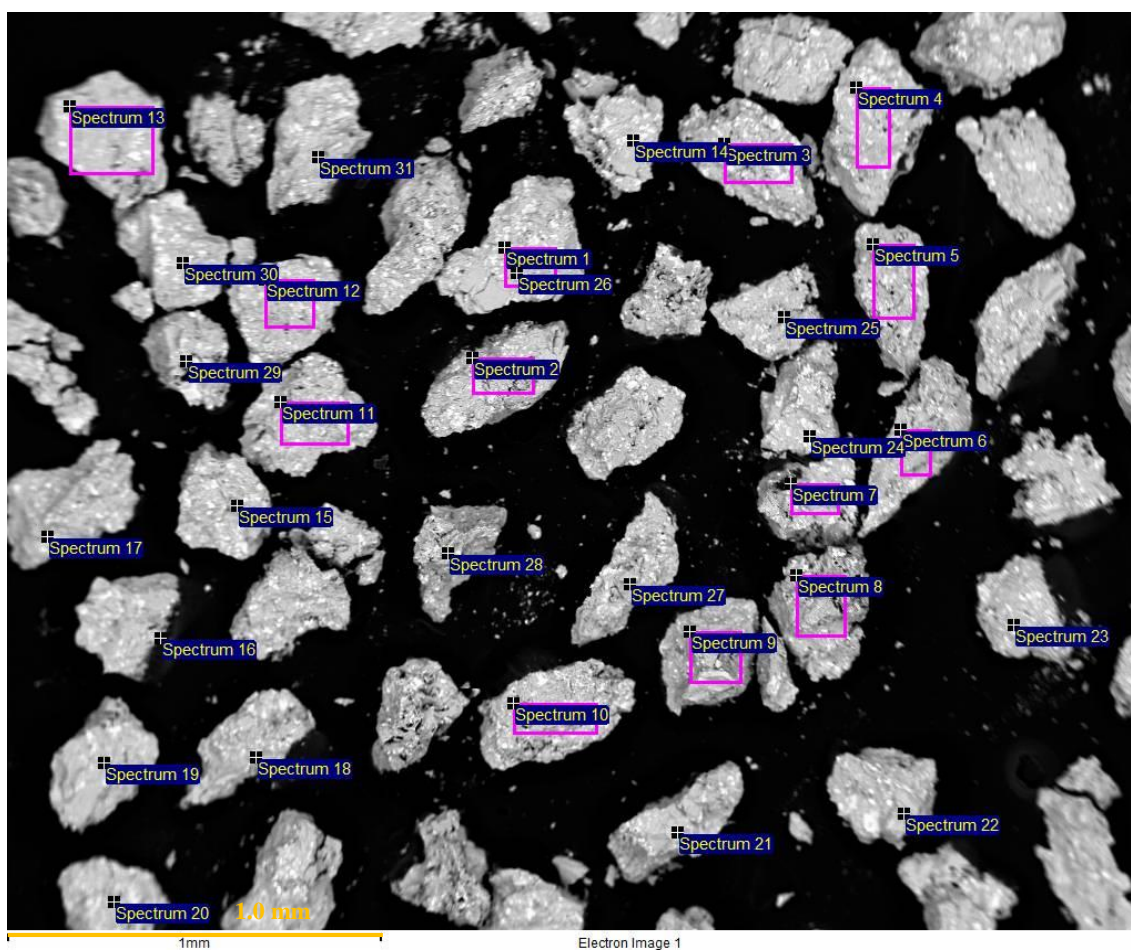


Figura 9.8: Esquema de granos con ubicación de Spectrum para estadística.

Tabla 9.13: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.

Spectrum	K (% wt)	Ca (% wt)	Spectrum	K (% wt)	Ca (% wt)
1	0.68	2.81	17	1.18	1.84
2	0.77	2.78	18	1.18	1.84
3	0.6	2.22	19	1.23	2.72
4	0.72	2.98	20	0.77	3.19
5	0.77	2.61	21	0.4	3.42
6	0.63	2.49	22	0.4	3.13
7	1.02	3.28	23	0.15	4.54
8	0.55	2.7	24	0.69	2.71
9	0.5	1.95	25	0.66	2.61
10	0.83	2.49	26	0.17	6.44
11	0.85	2.73	27		4.56
12	0.68	2.98	28	6.38	21.03
13	0.85	2.47	29	0.99	1.83
14	1.09	2.13	30	1.19	1.93
15	0.16	4.06	31	0.5	4.43
16	0.21	0.37	Promedio	0.89±1.08	3.46±3.43

Muestra PP1725

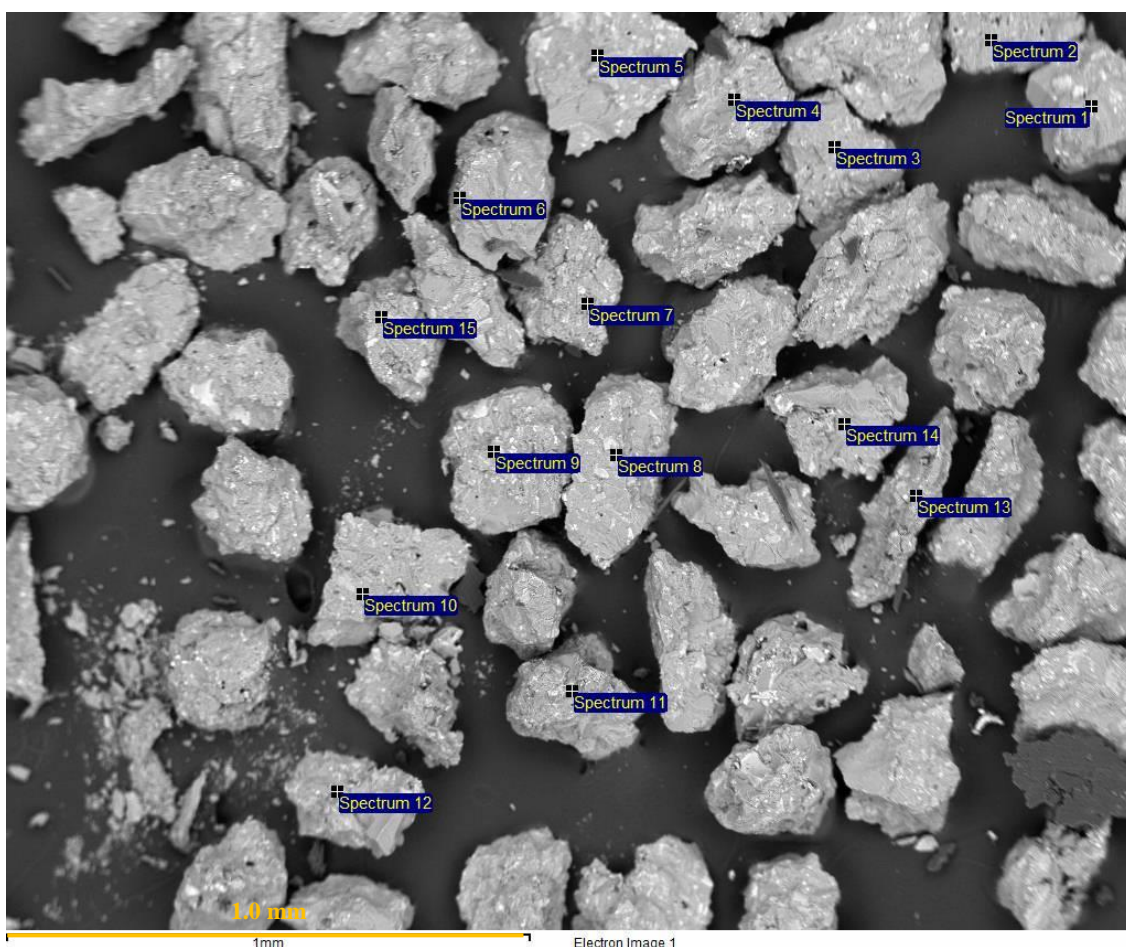


Figura 9.9: Esquema de granos con ubicación de Spectrum para estadística.

Tabla 9.14: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.

Spectrum	K (% wt)	Ca (% wt)
1	1.41	0.61
2	0.15	3.29
3	0.6	1.79
4	0.17	3.39
5	0.1	2.82
6	1.05	0.56
7	1.29	0.24
8	0.74	0.9
9	3.2	1.27
10	1.02	3.83
11	0.09	2.5
12	1.82	0.55
13	1.46	0.71
14	0.45	1.24
15	2.29	0.73
Promedio	1.05±0.89	1.62±1.21

Muestra PP1727

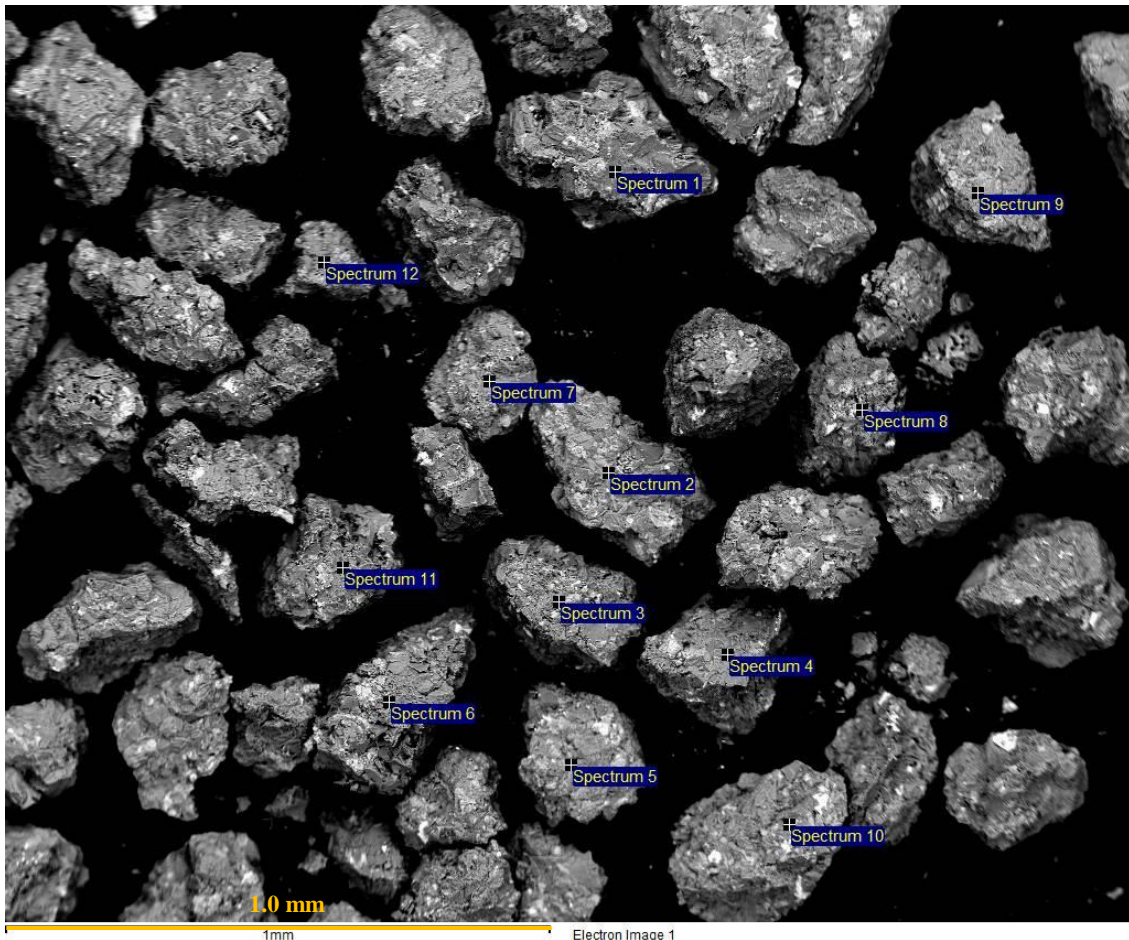


Figura 9.10: Esquema de granos con ubicación de Spectrum para estadística.

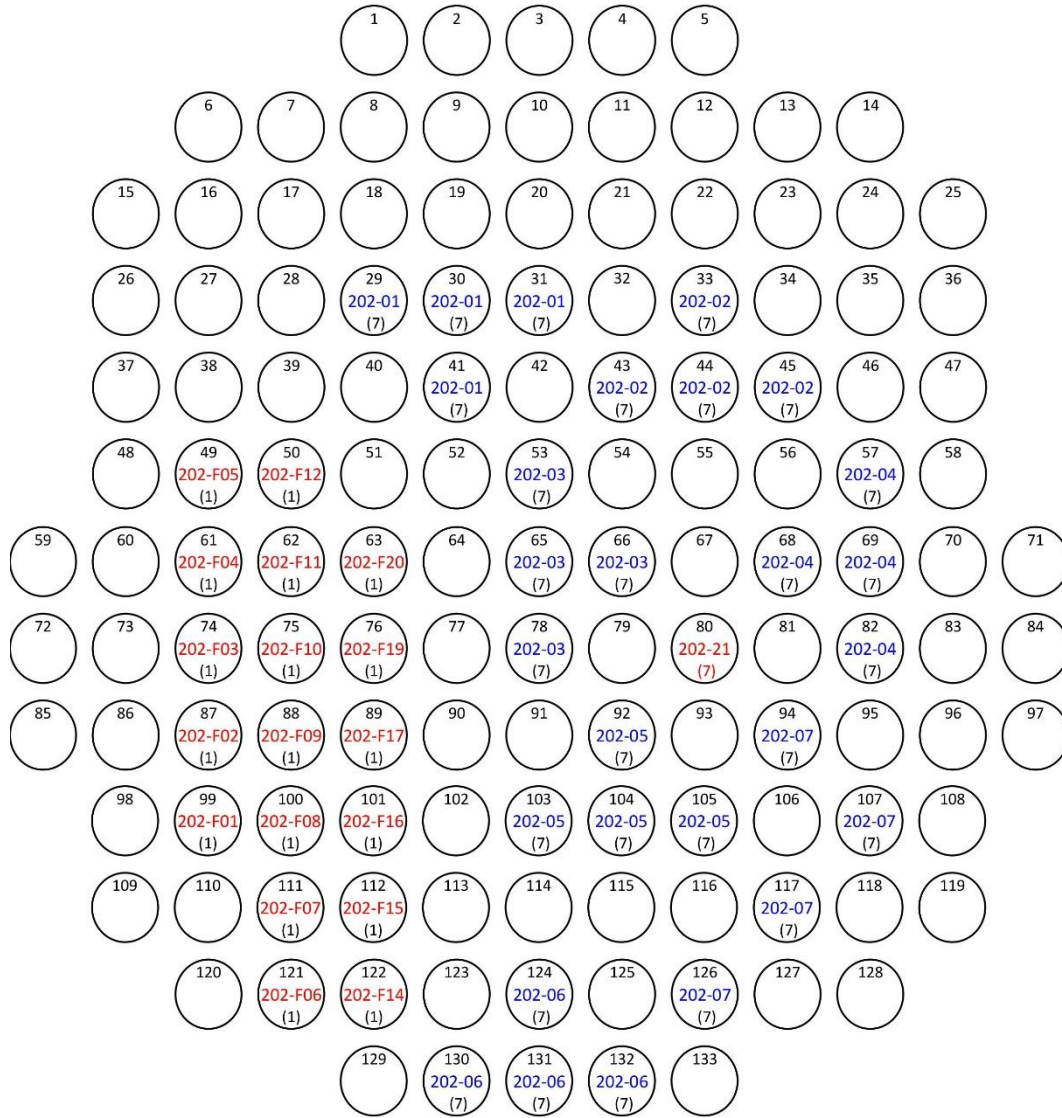
Tabla 9.15: Valores de calcio y potasio para cada Spectrum.

Spectrum	K (%wt)	Ca (%wt)
1	0.29	7.73
2	0.9	9.55
3	5.23	1.98
4	1.36	13.19
5	0.41	4.22
6	6.59	1.01
7	0.34	6.12
8	1.32	5.02
9	6.8	1.1
10	0.26	6.62
Promedio	2.35±2.72	5.65±3.88

9.5 Mapa discos de fusión

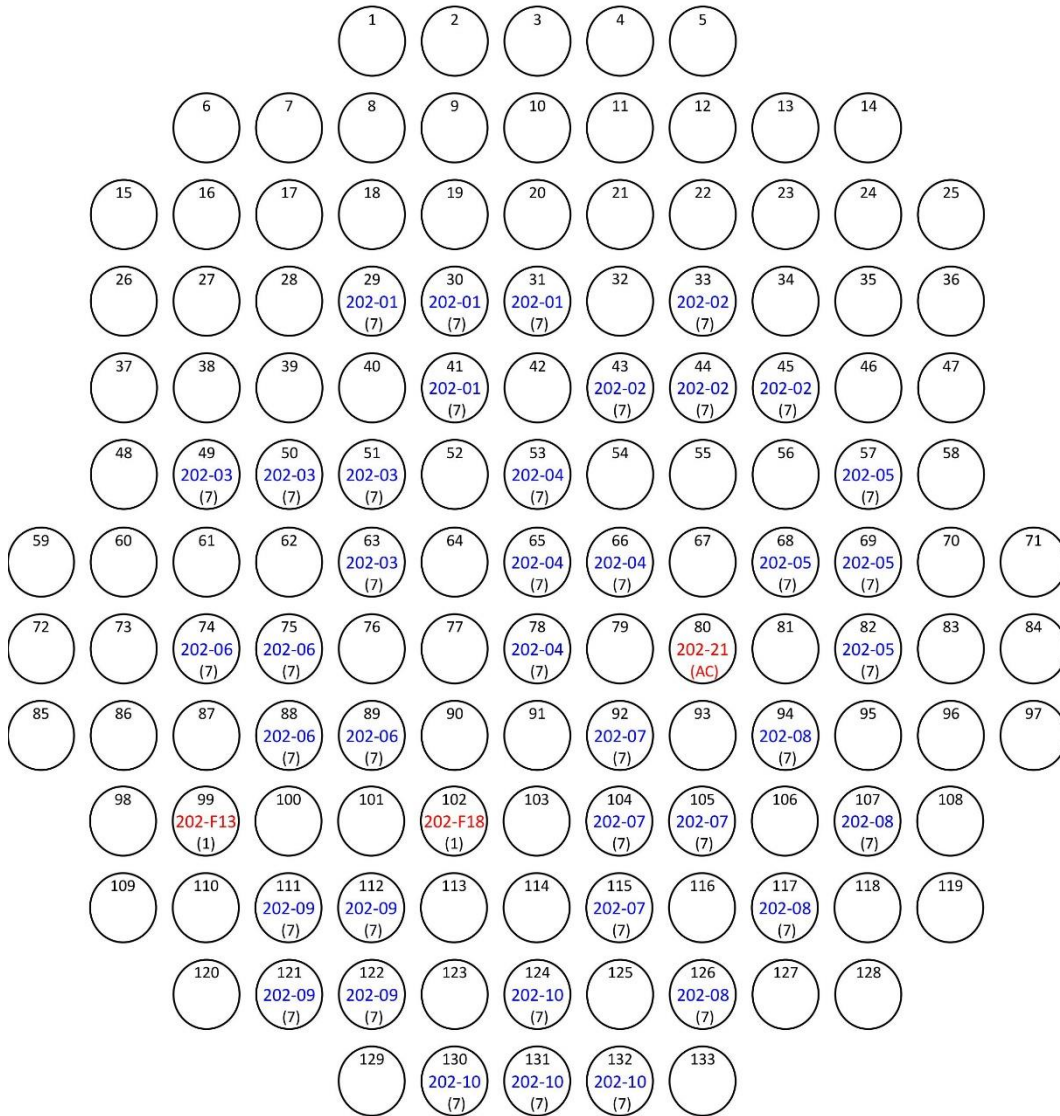
Nº	031
Fecha Carga	09/01/18
Fecha Montaje	10/01/18

Disco Argus VI



Nº	032
Fecha Carga	24/01/18
Fecha Montaje	25/01/18

Disco Argus VI



9.6 Análisis de separación magnética

9.6.1 Fracción 250-180 μm sin separación magnética

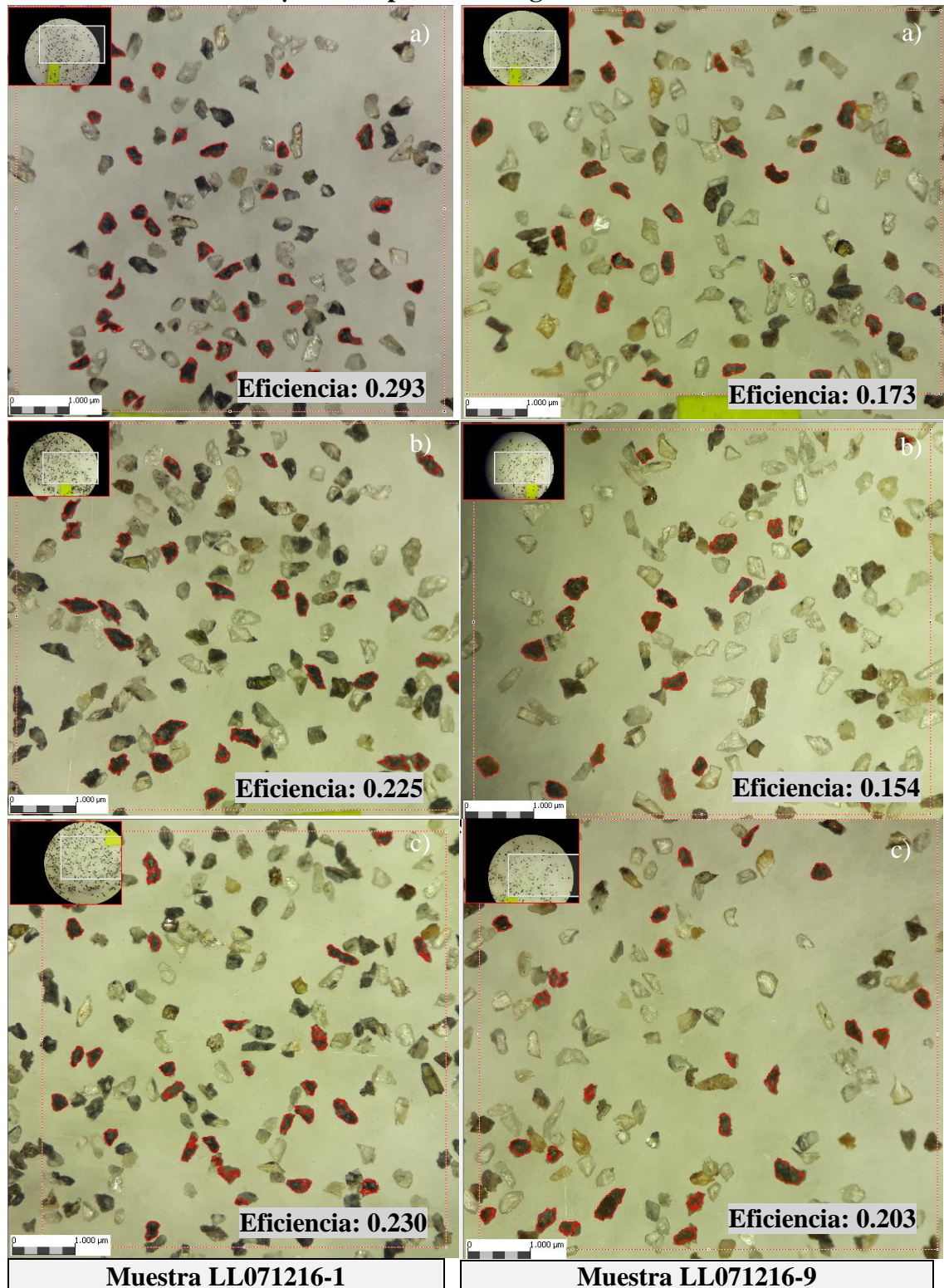


Ilustración 9.6.1: a, b y c subconjuntos representativos de LL071216-12. En rojo granos factibles para datación y sección de estudio. Eficiencia total 0.24 ± 0.03 .

Ilustración 9.6.2: a, b y c subconjuntos representativos de LL071216-9. En rojo granos factibles para datación y sección de estudio. Eficiencia total 0.17 ± 0.02 .

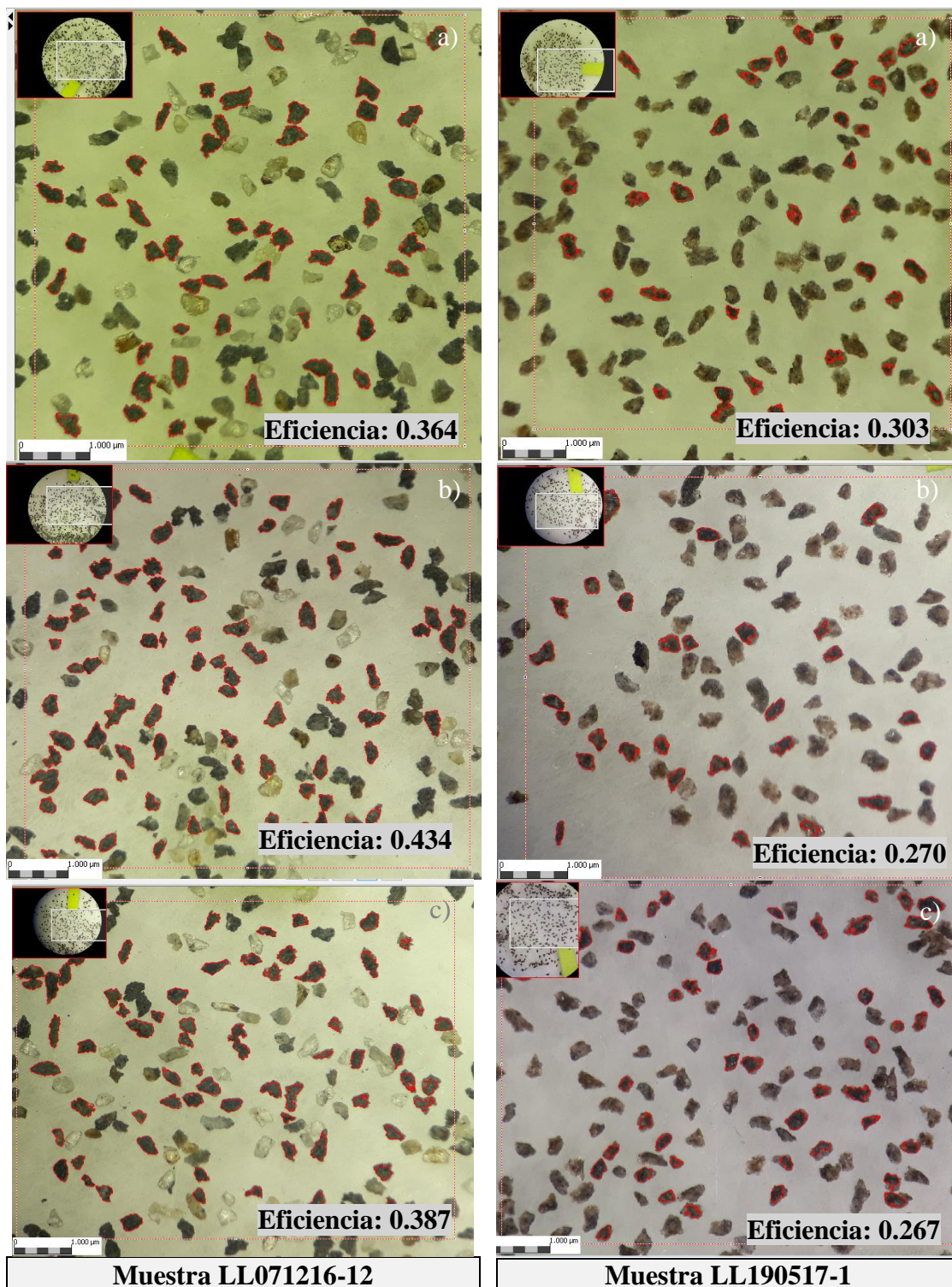


Ilustración 9.6.3: a, b y c subconjuntos representativos de LL071216-12. En rojo granos factibles para datación y sección de estudio. Eficiencia total 0.39 ± 0.03

Ilustración 9.6.4: a, b y c subconjuntos representativos de LL190517-1. En rojo granos factibles para datación y sección de estudio. Eficiencia total 0.27 ± 0.02

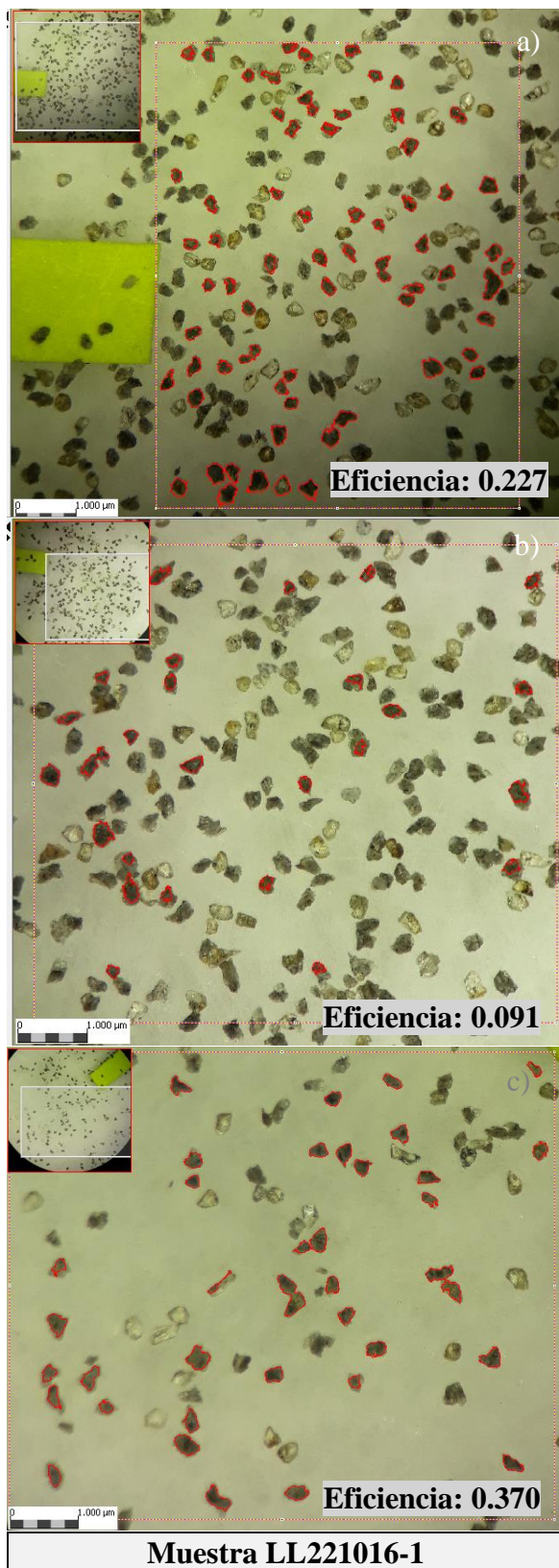


Ilustración 9.6.5: a, b y c subconjuntos representativos de LL221016-1. En rojo granos factibles para datación y sección de estudio. Eficiencia total 0.22 ± 0.13

9.6.2 Fracción 250-180 μm magnética

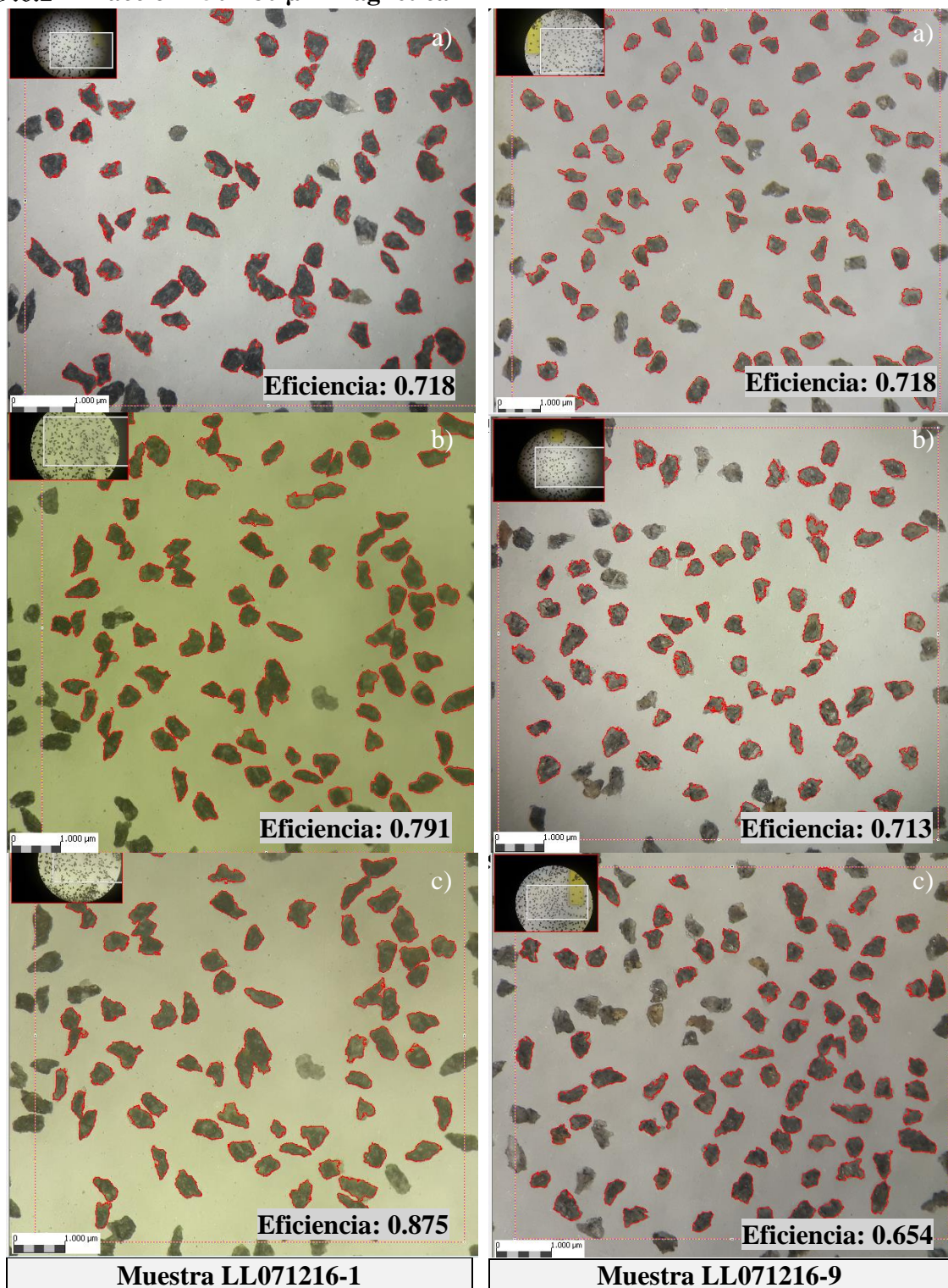


Ilustración 9.6.6: a, b y c subconjuntos representativos de LL071216-1. En rojo granos factibles para datación y sección de estudio. Eficiencia total 0.79 ± 0.07 .

Ilustración 9.6.7: a, b y c subconjuntos representativos de LL071216-9. En rojo granos factibles para datación y sección de estudio. Eficiencia total 0.69 ± 0.03 .

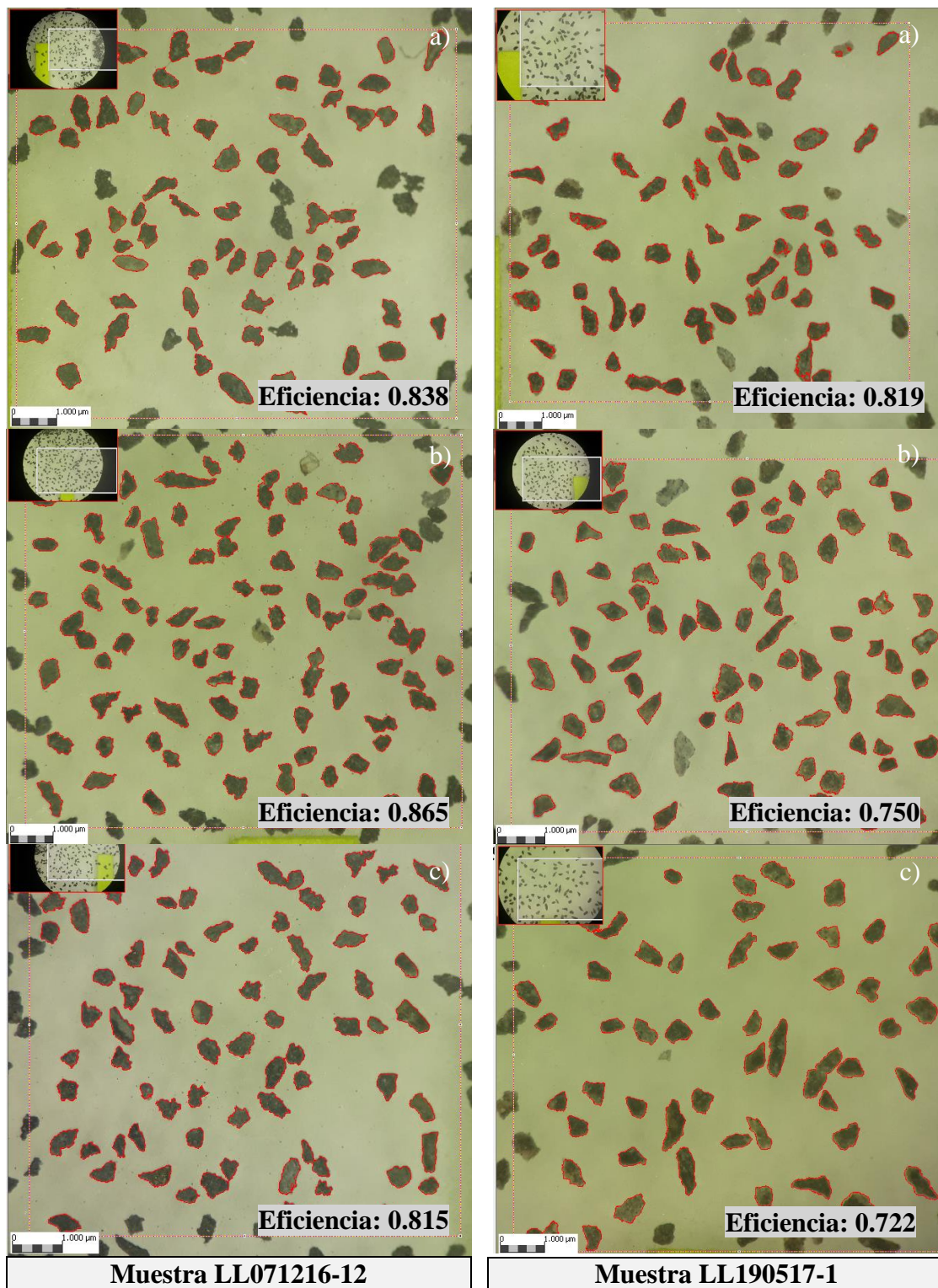


Ilustración 9.6.8: a, b y c subconjuntos representativos de LL071216-12. En rojo granos factibles para datación y sección de estudio. Eficiencia total 0.83 ± 0.02

Ilustración 9.6.9: a, b y c subconjuntos representativos de LL190517-1. En rojo granos factibles para datación y sección de estudio. Eficiencia total 0.76 ± 0.05 .

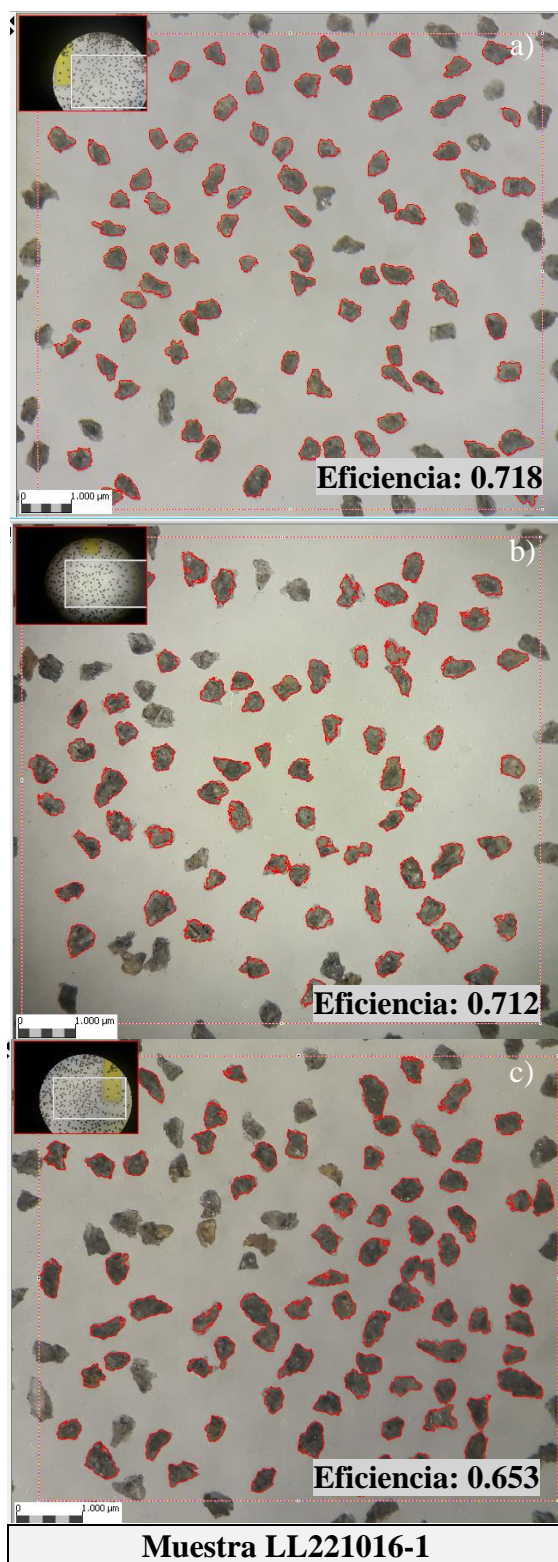


Ilustración 9.6.10: a, b y c subconjuntos representativos de LL221016-1. En rojo granos factibles para datación y sección de estudio. Eficiencia total 0.69 ± 0.03

9.6.3 Fracción 500-250 μm sin separación

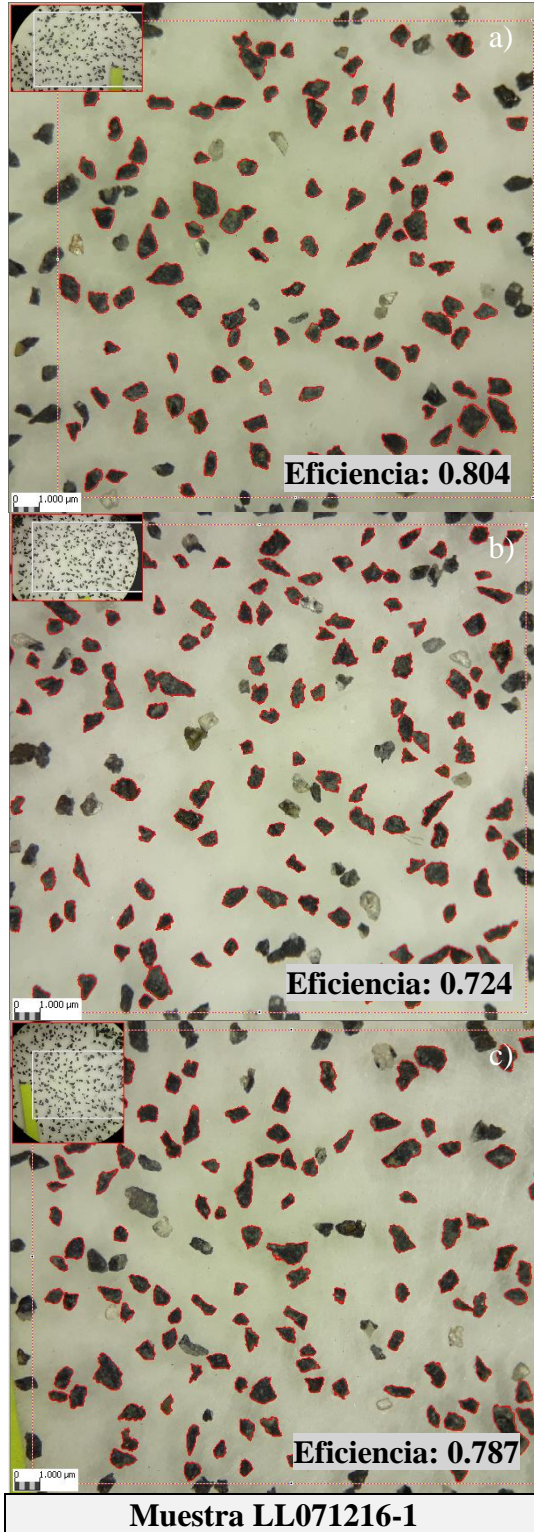


Ilustración 9.6.11: a, b y c subconjuntos representativos de LL071216-12 En rojo granos factibles para datación y sección de estudio. Eficiencia total 0.77 ± 0.04 .

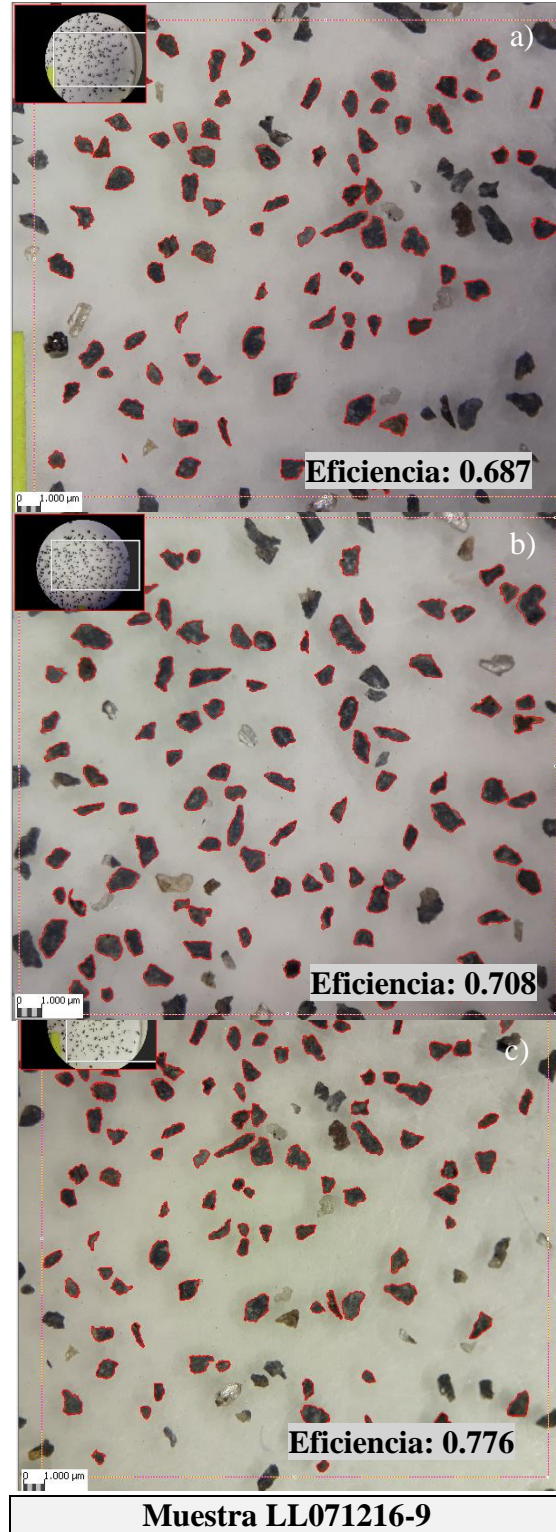
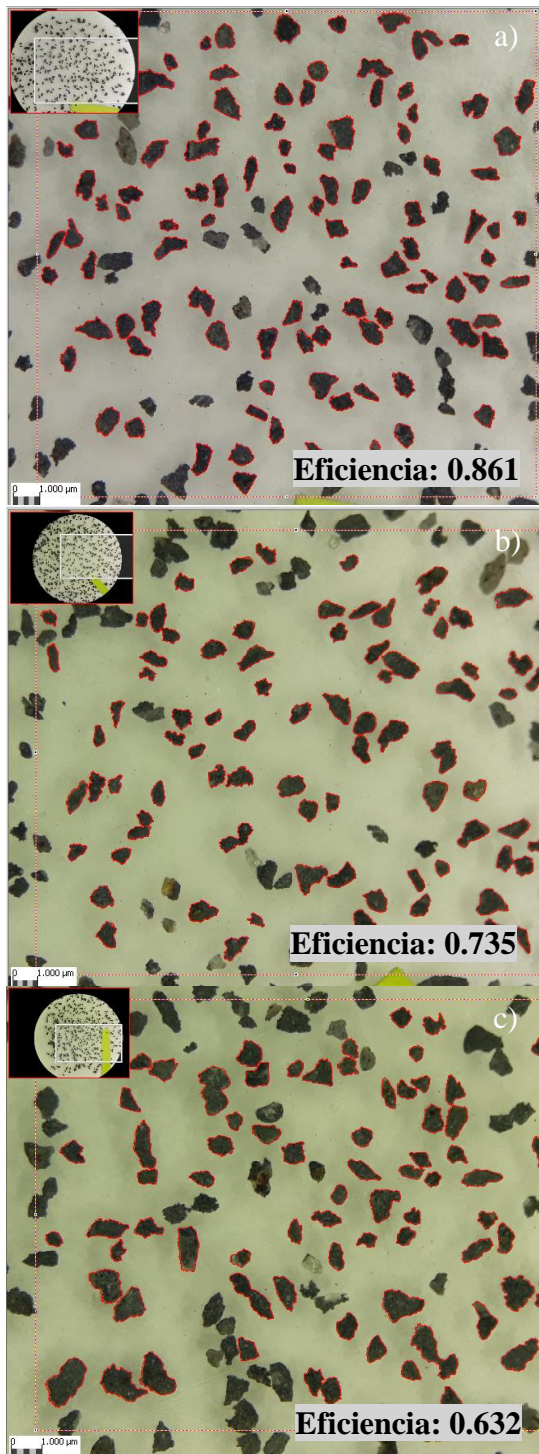
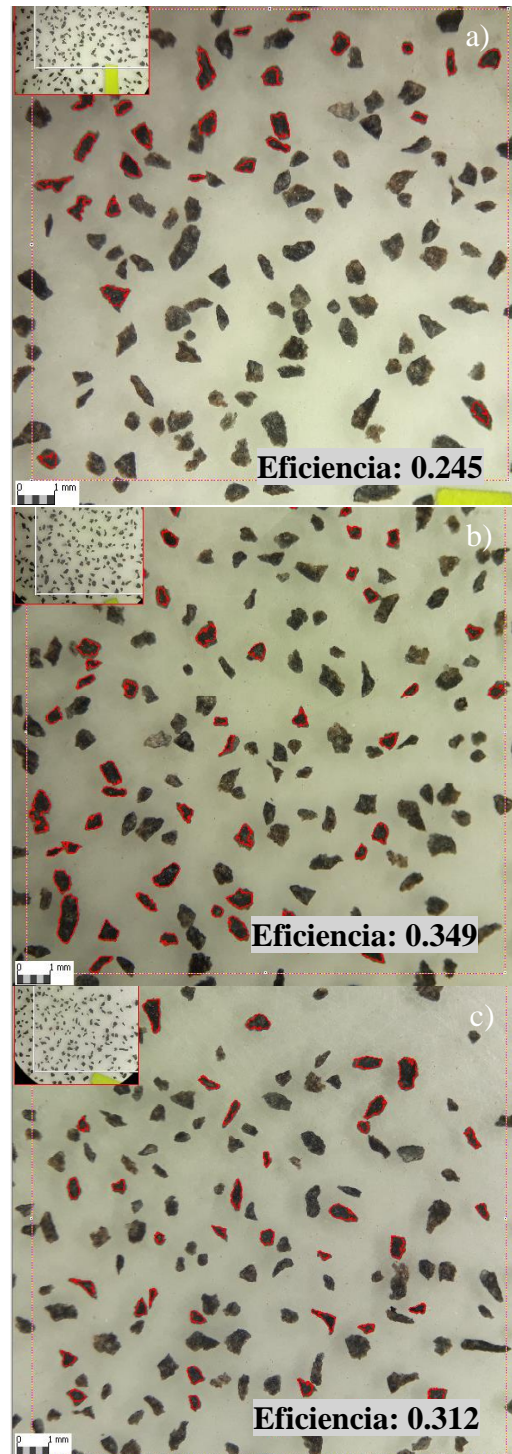


Ilustración 9.6.12: a, b y c subconjuntos representativos de LL071216-9 En rojo granos factibles para datación y sección de estudio. Eficiencia total 0.72 ± 0.04



Muestra LL071216-12

Ilustración 9.6.13: a, b y c subconjuntos representativo de LL071216-12 En rojo granos factibles para datación y sección de estudio. Eficiencia 0.74 ± 0.11 .



Muestra LL190517-1

Ilustración 9.6.14: a, b y c subconjuntos representativo de LL190517-1 En rojo granos factibles para datación y sección de estudio. Eficiencia 0.3 ± 0.05

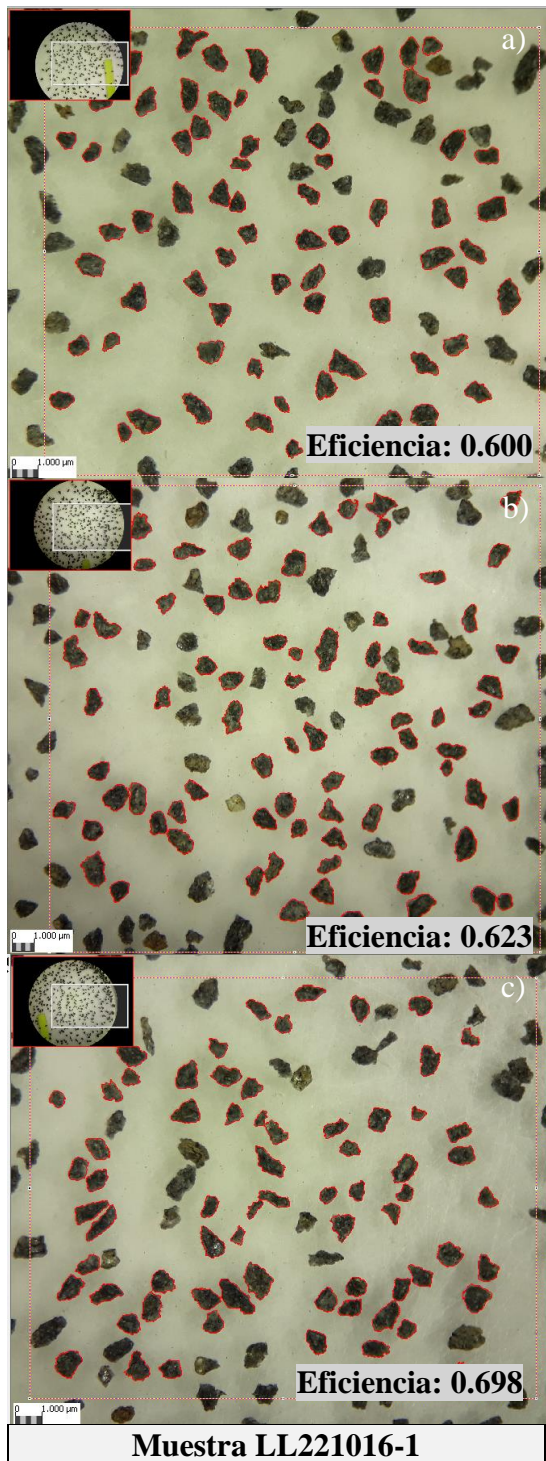


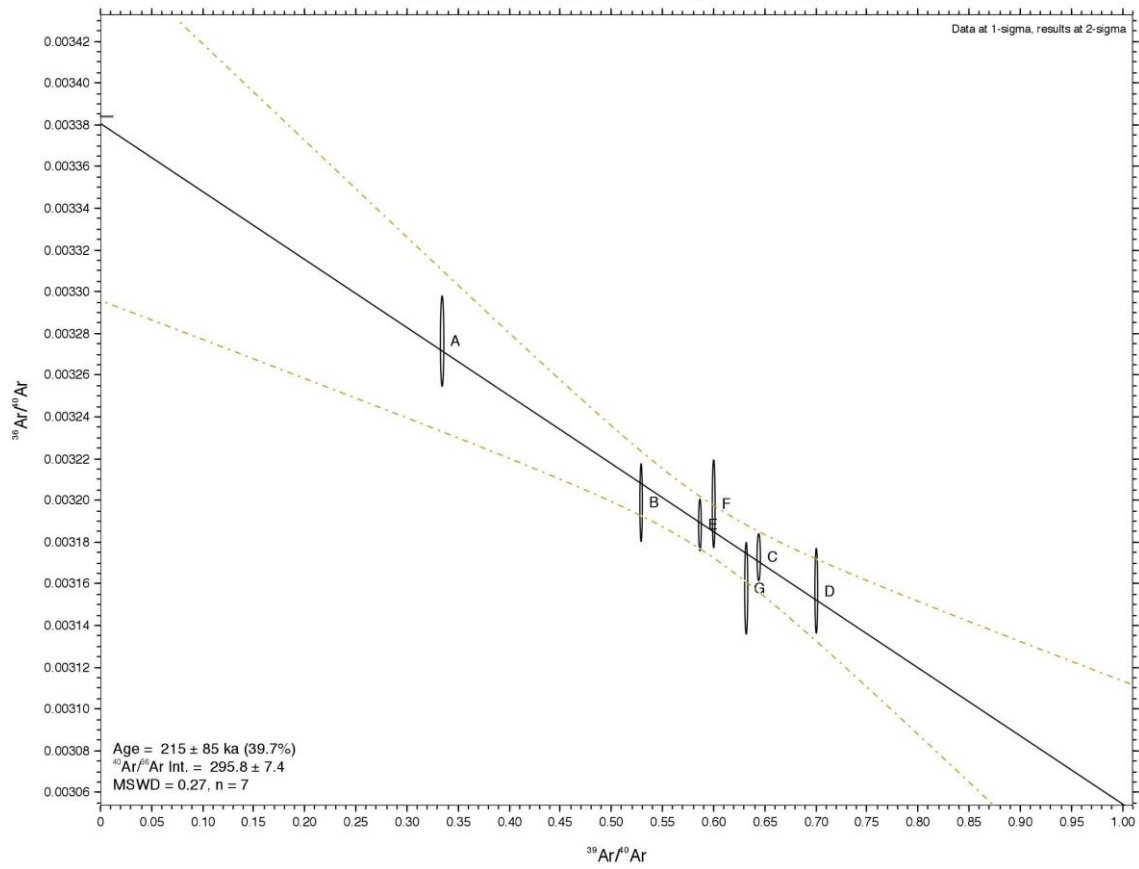
Ilustración 9.6.15: a, b y c subconjuntos representativo de LL071216-12 En rojo granos factibles para datación y sección de estudio. Eficiencia 0.64 ± 0.05 .

9.7 Análisis estadístico de pasos de plateau en muestras PP

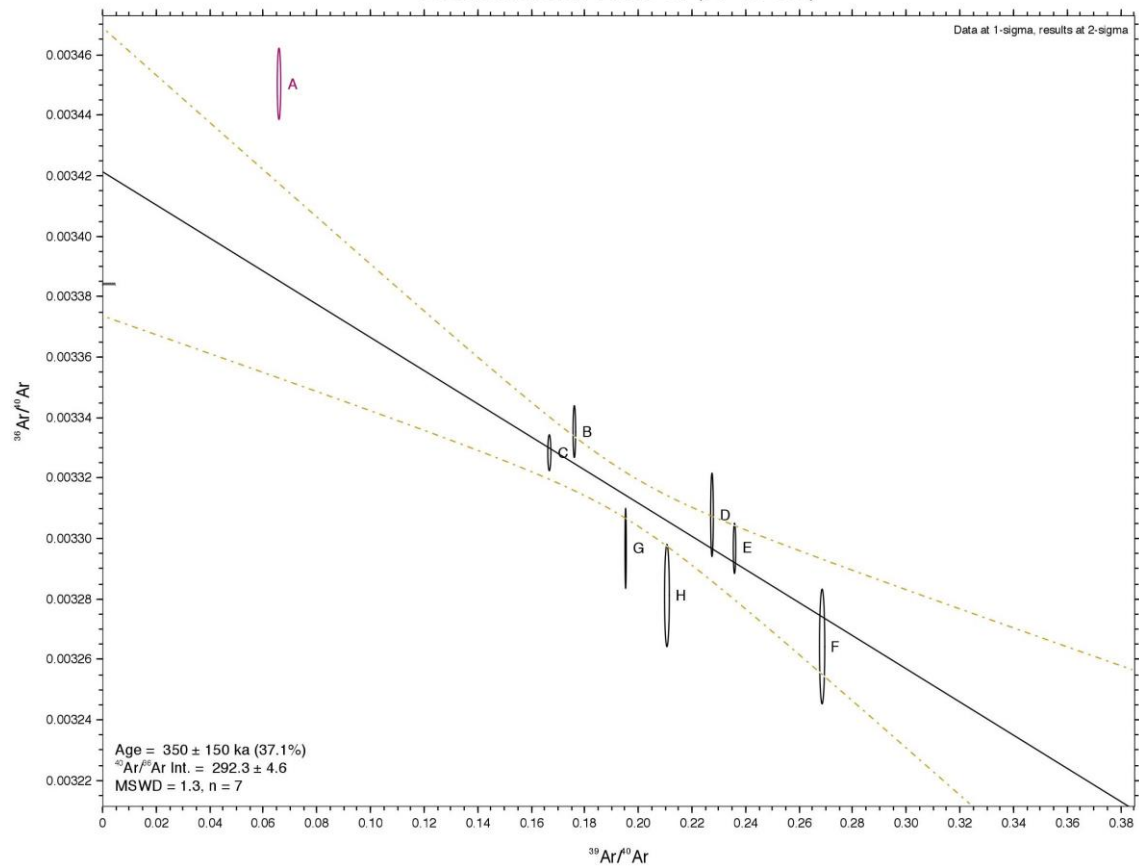
Factor	PP1705	PP1705	PP1716	PP1716	PP1723	PP1723	PP1725	PP1725	PP1727	PP1727
	w	s	w	s	w	s	w	s	w	s
$^{40}\text{Ar}(\text{moles})$	2.3586 E-15	4.9114 E-15	7.2467 E-15	8.588 E-16	2.1133 E-15	1.3734 E-15	1.5863 E-15	1.4519 E-15	1.835 E-15	2.756 E-15
^{40}Ar (fA)	62.824	130.894	193.056	22.862	56.350	36.580	42.302	38.707	48.913	73.450
$\pm \sigma^{40}\text{Ar}(\text{fA})$	0.050	0.051	0.058	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050
^{39}Ar (fA)	36.206	26.453	68.888	50.534	33.317	24.659	39.352	25.613	37.885	31.328
$\pm \sigma^{39}\text{Ar}(\text{fA})$	0.031	0.031	0.036	0.032	0.030	0.036	0.030	0.034	0.032	0.032
^{38}Ar (fA)	0.717	0.584	1.081	0.786	0.845	0.570	0.900	0.600	0.682	0.592
$\pm \sigma^{38}\text{Ar}(\text{fA})$	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020
^{37}Ar (fA)	2.231	3.330	0.822	1.178	3.035	4.909	3.113	5.239	3.735	4.812
$\pm \sigma^{37}\text{Ar}(\text{fA})$	0.027	0.030	0.024	0.028	0.030	0.029	0.028	0.030	0.027	0.028
^{36}Ar (fA)	0.216	0.447	0.149	0.068	0.207	0.141	0.159	0.149	0.188	0.266
$\pm \sigma^{36}\text{Ar}$ (fA)	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001
%Ar*	5.661	2.447	19.983	20.074	1.937	1.977	3.100	2.349	1.907	1.252
$^{40}\text{Ar}^*/^{39}\text{Ar}_k$	0.098	0.114	1.497	0.080	0.039	0.033	0.034	0.044	0.025	0.028
$\pm \sigma$	0.010	0.016	0.005	0.004	0.016	0.018	0.008	0.019	0.008	0.011
Age(ka)	219.000	252.429	161.245	178.800	88.167	72.286	74.833	96.286	56.167	61.200
$\pm \sigma(\text{ka})$	22.857	38.000	9.002	8.800	37.000	39.000	19.167	39.429	17.167	23.600
Ca/K	2.466	3.264	0.550	0.620	6.643	7.344	3.341	7.317	4.357	4.050
$\pm \sigma$	0.034	0.027	0.021	0.015	0.080	0.061	0.033	0.050	0.032	0.022
Cl/K	0.019	0.020	0.010	0.010	0.036	0.026	0.030	0.029	0.014	0.015
$\pm \sigma$	0.002	0.003	0.001	0.002	0.004	0.006	0.002	0.005	0.002	0.002

9.8 Isócronas Inversas

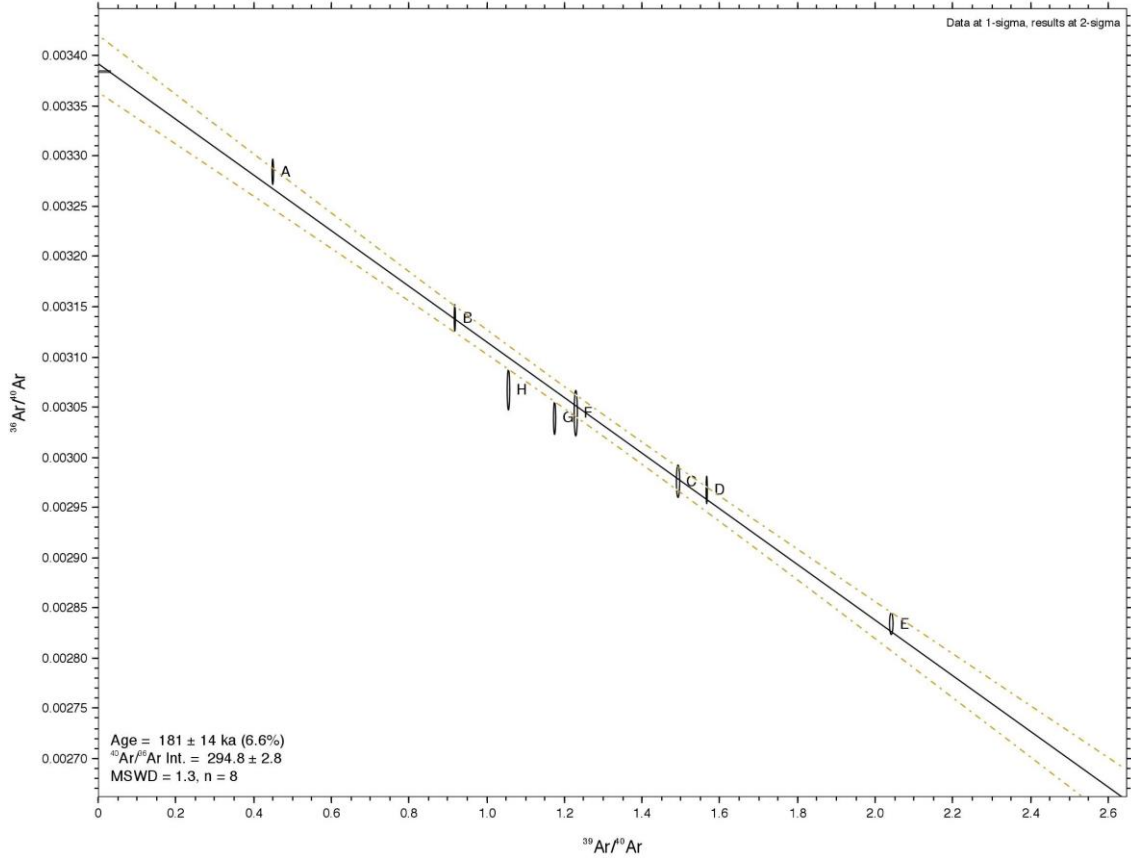
Isochron for Run 14144-02 (PP-17-05w)



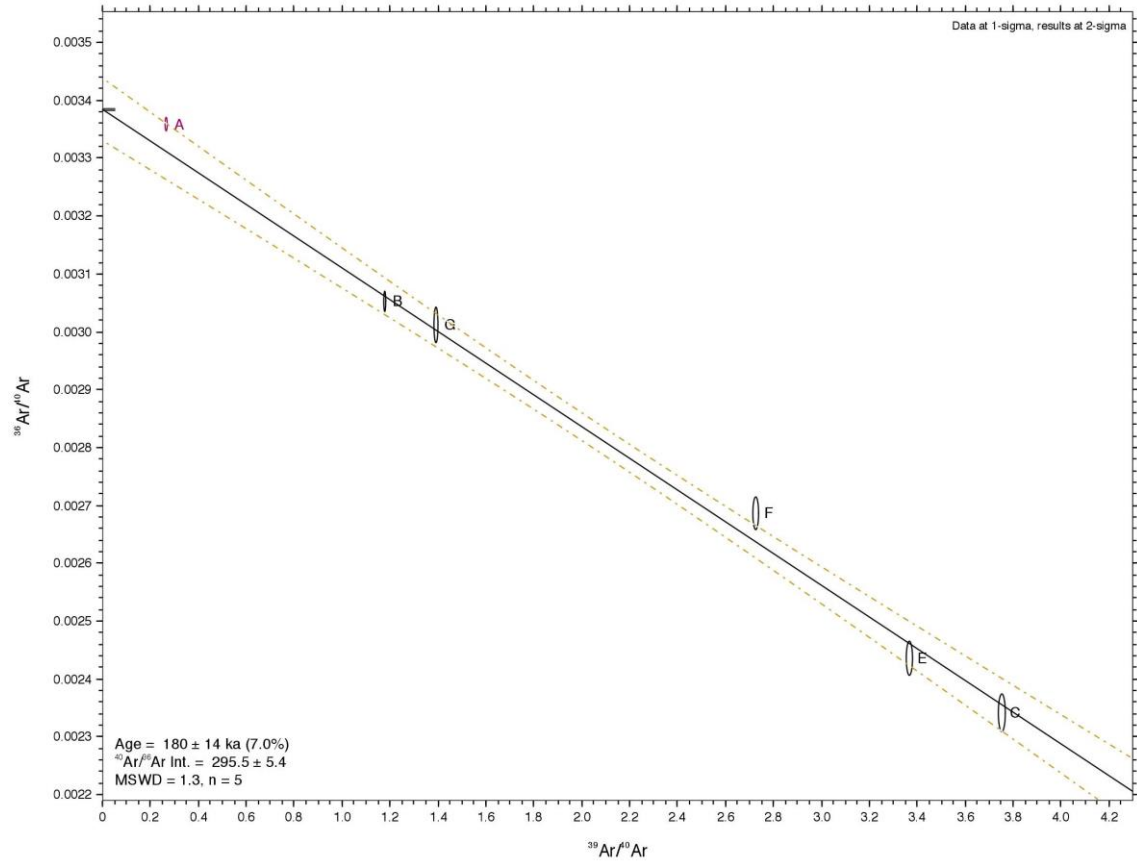
Isochron for Run 14149-01 (PP-17-05s)



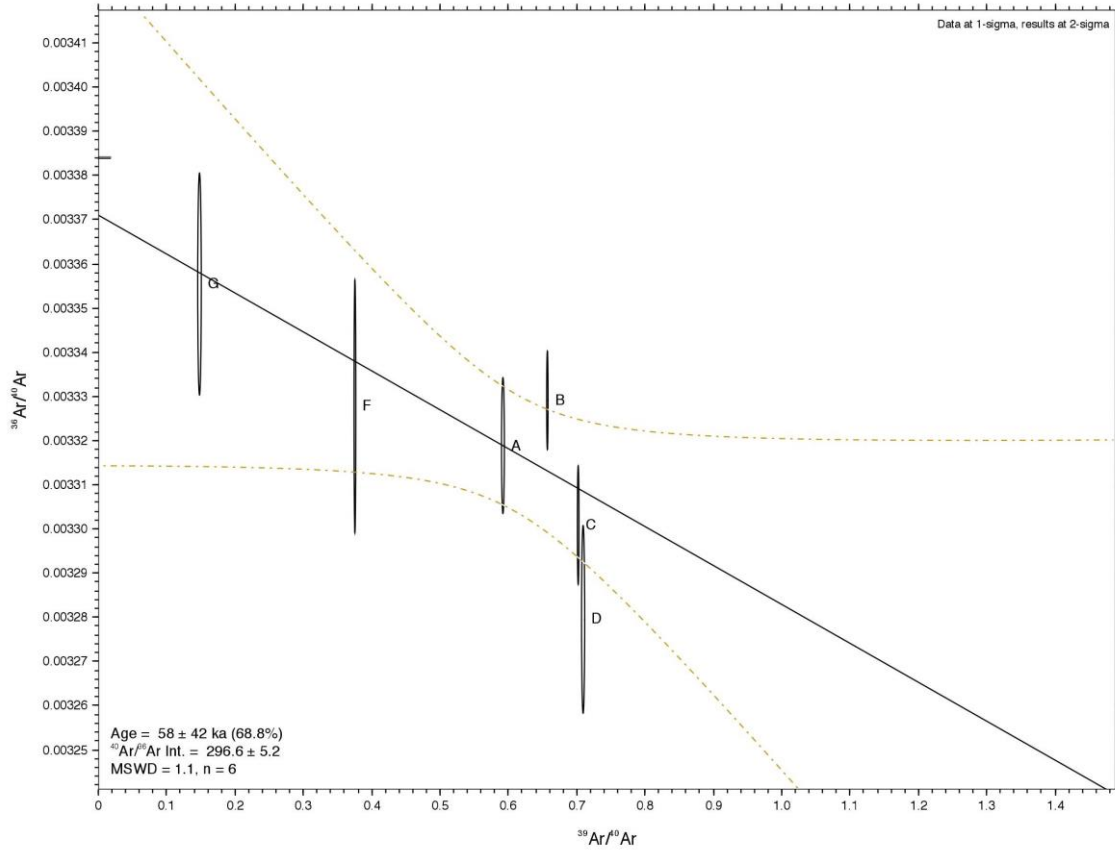
Isochron for Run 14146-02 (PP-17-16w)



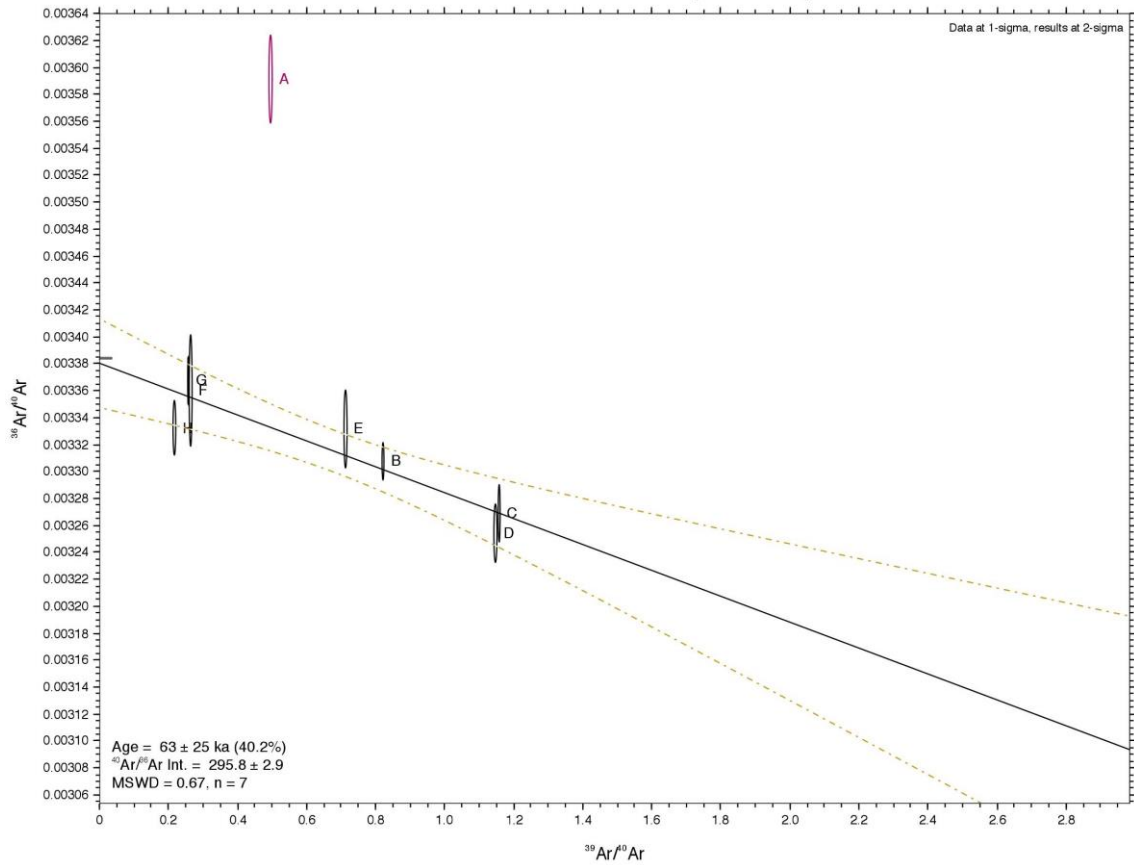
Isochron for Run 14151-01 (PP-17-16s)



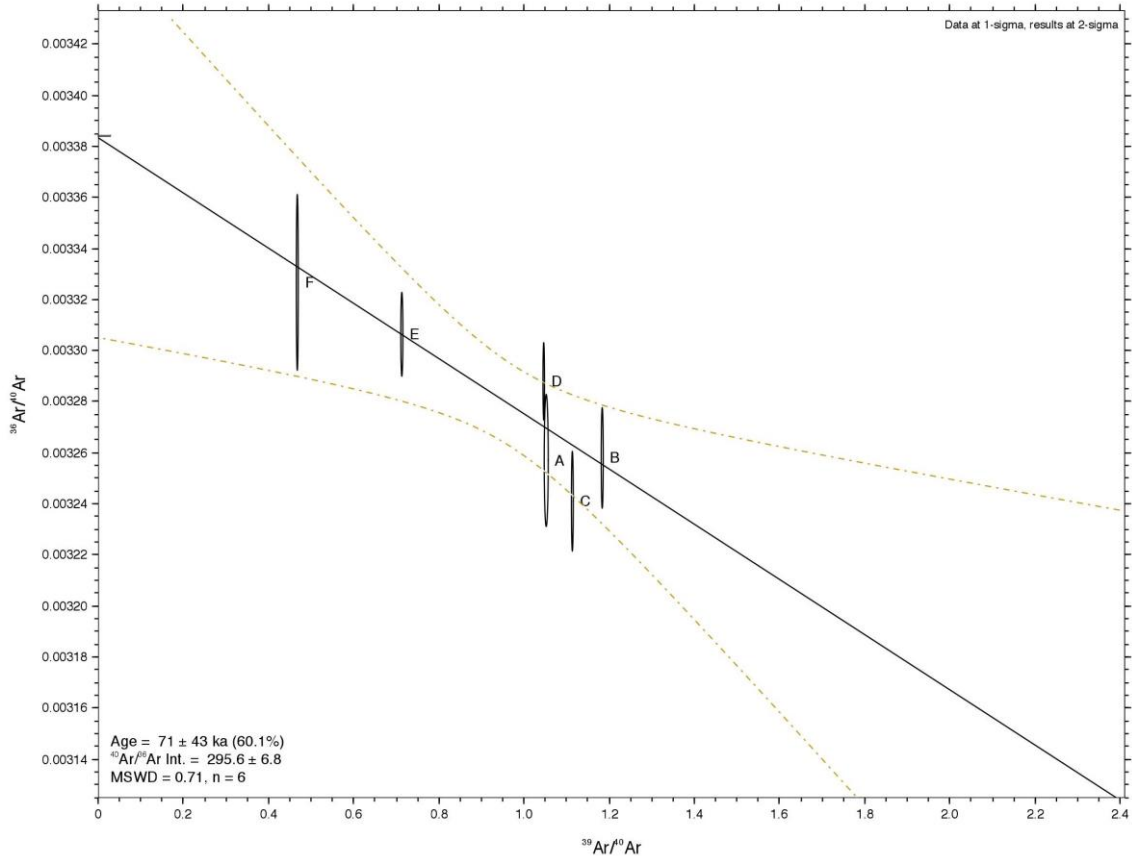
Isochron for Run 14142-02 (PP-17-23w)



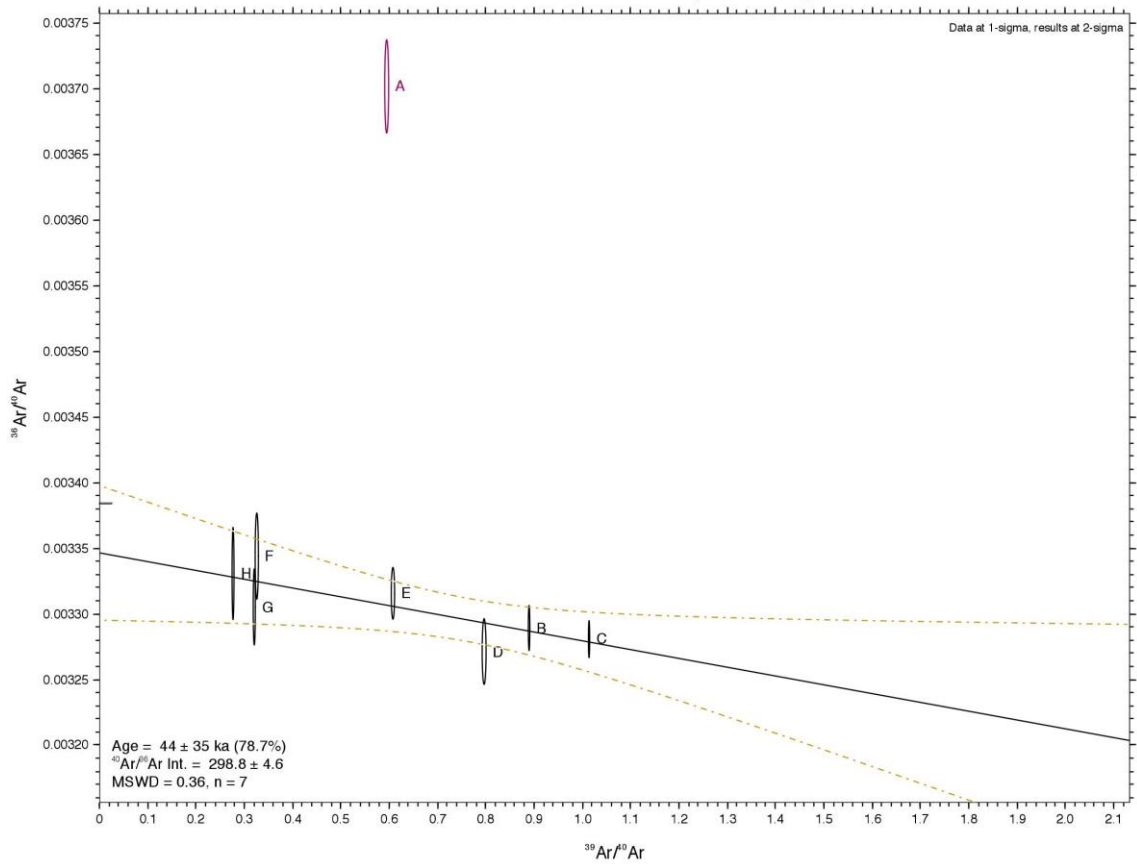
Isochron for Run 14147-01 (PP-17-23s)



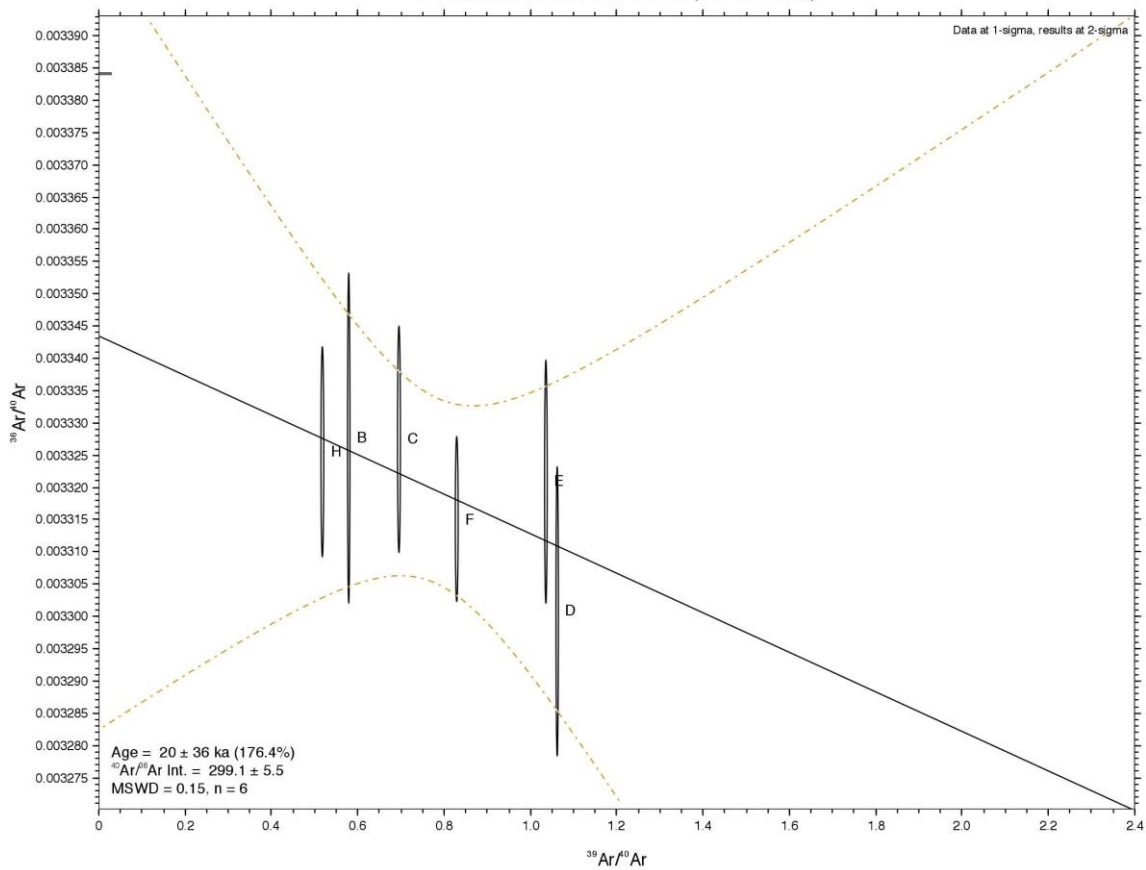
Isochron for Run 14143-03 (PP-17-25w)



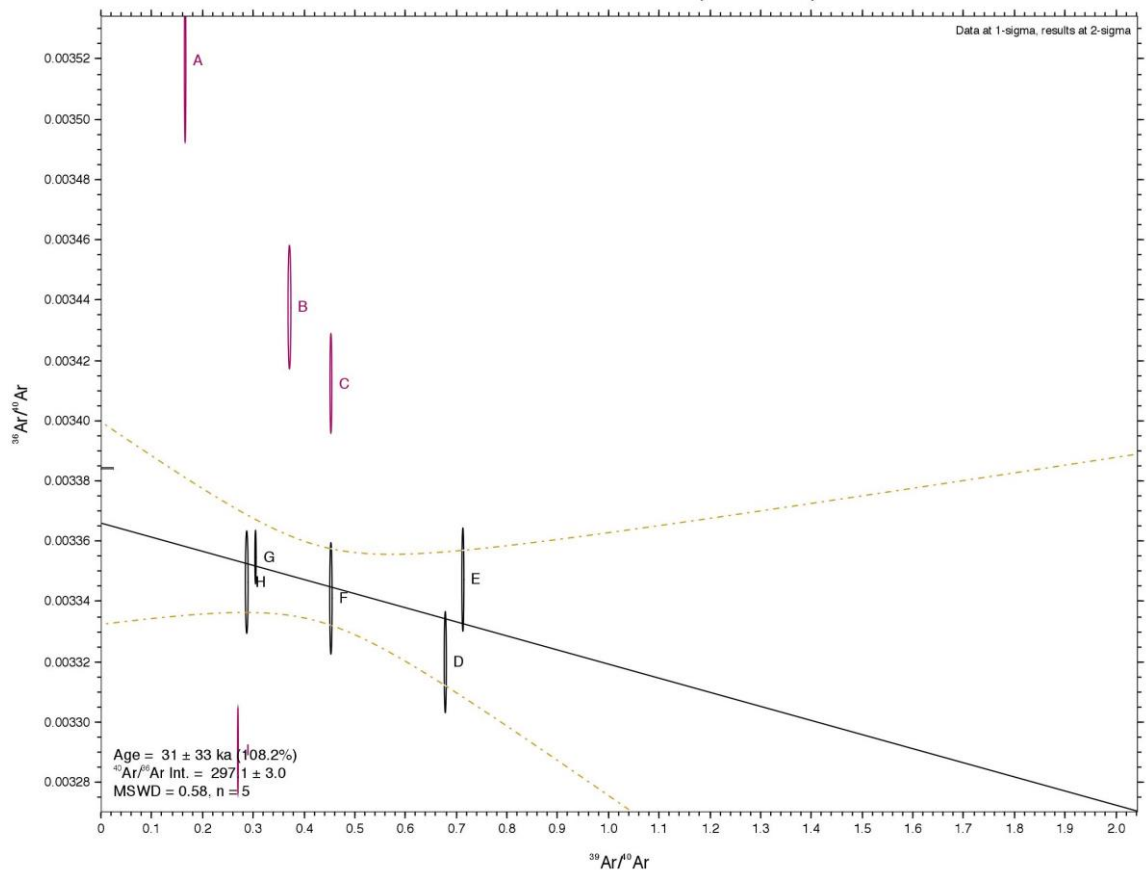
Isochron for Run 14148-01 (PP-17-25s)



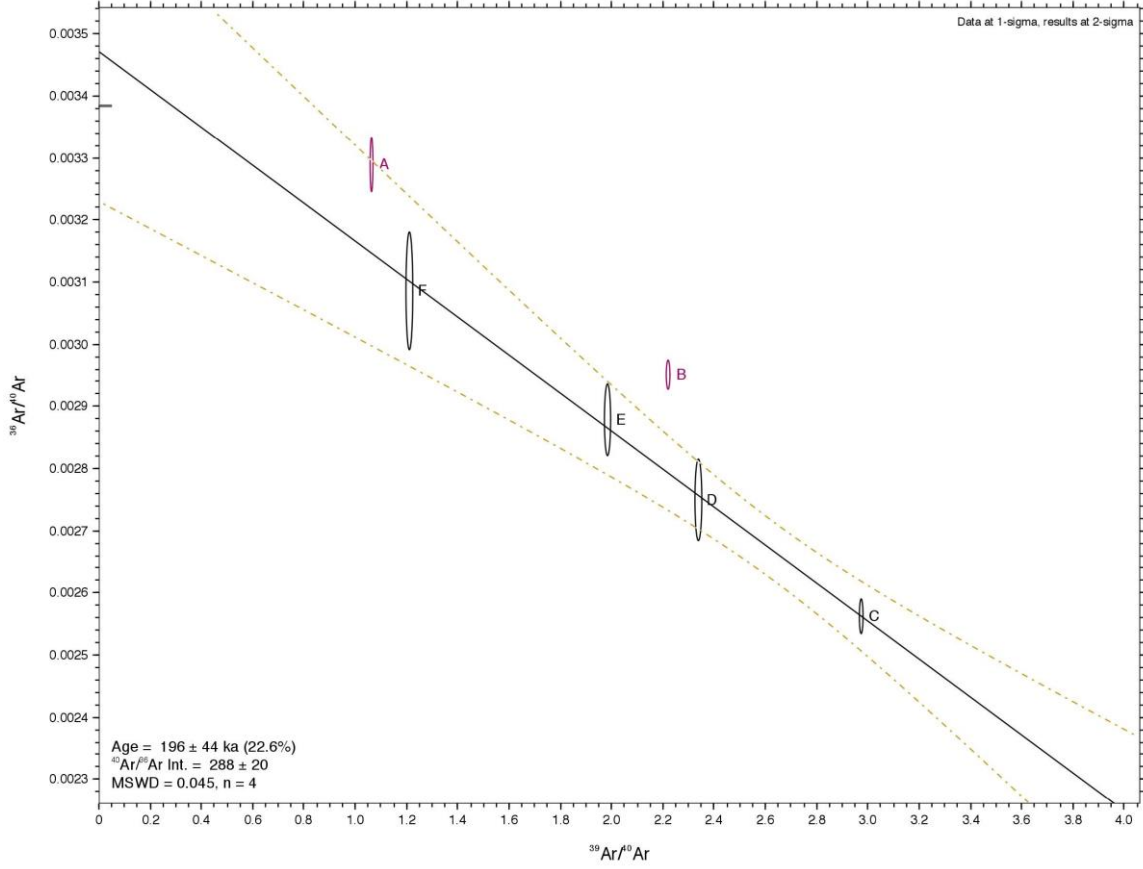
Isochron for Run 14145-02 (PP-17-27w)



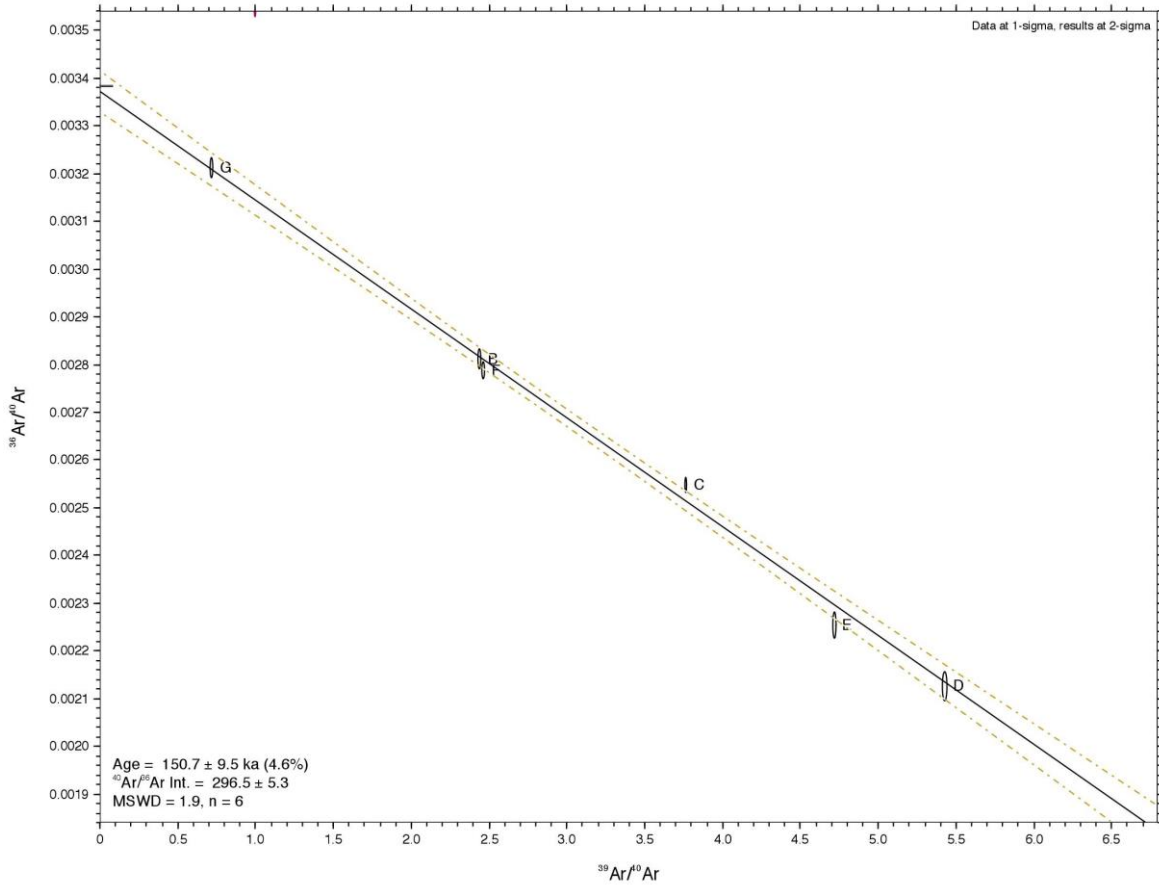
Isochron for Run 14150-01 (PP-17-27s)



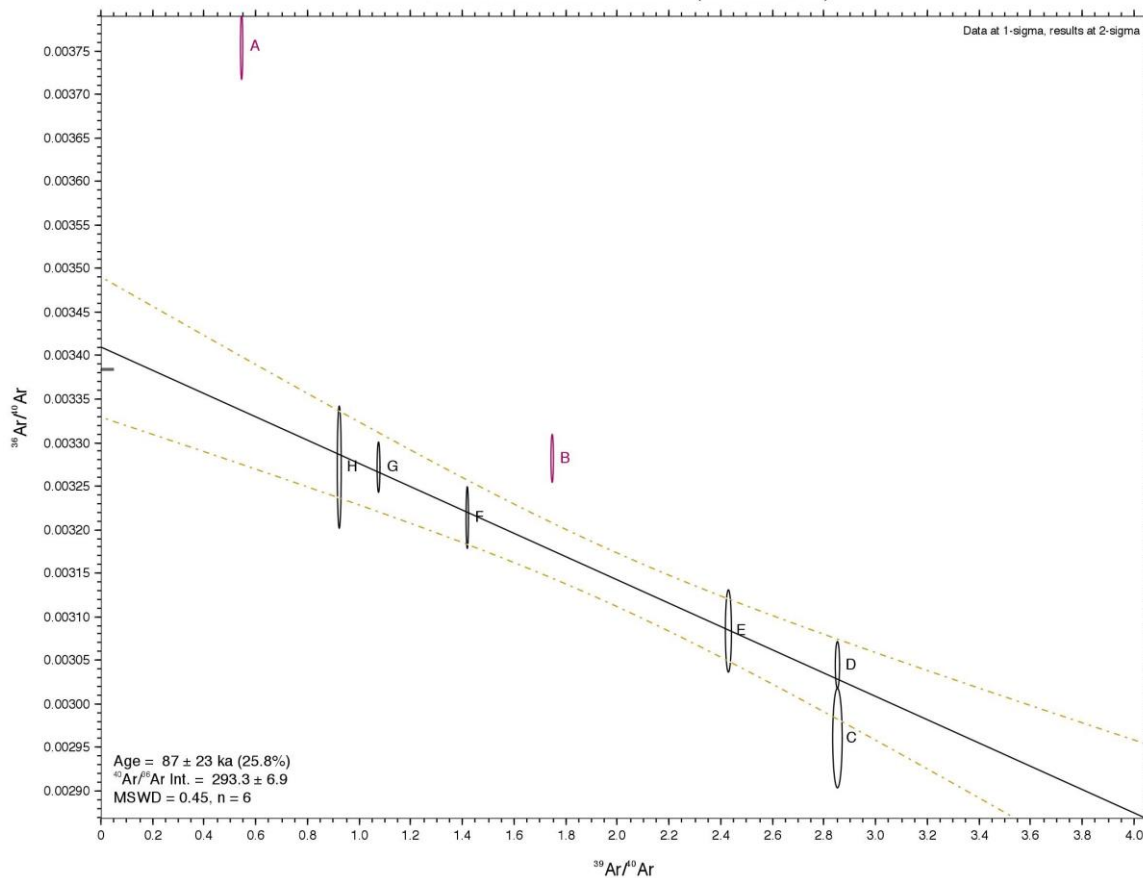
Isochron for Run 14155-01 (LL071216-12d)



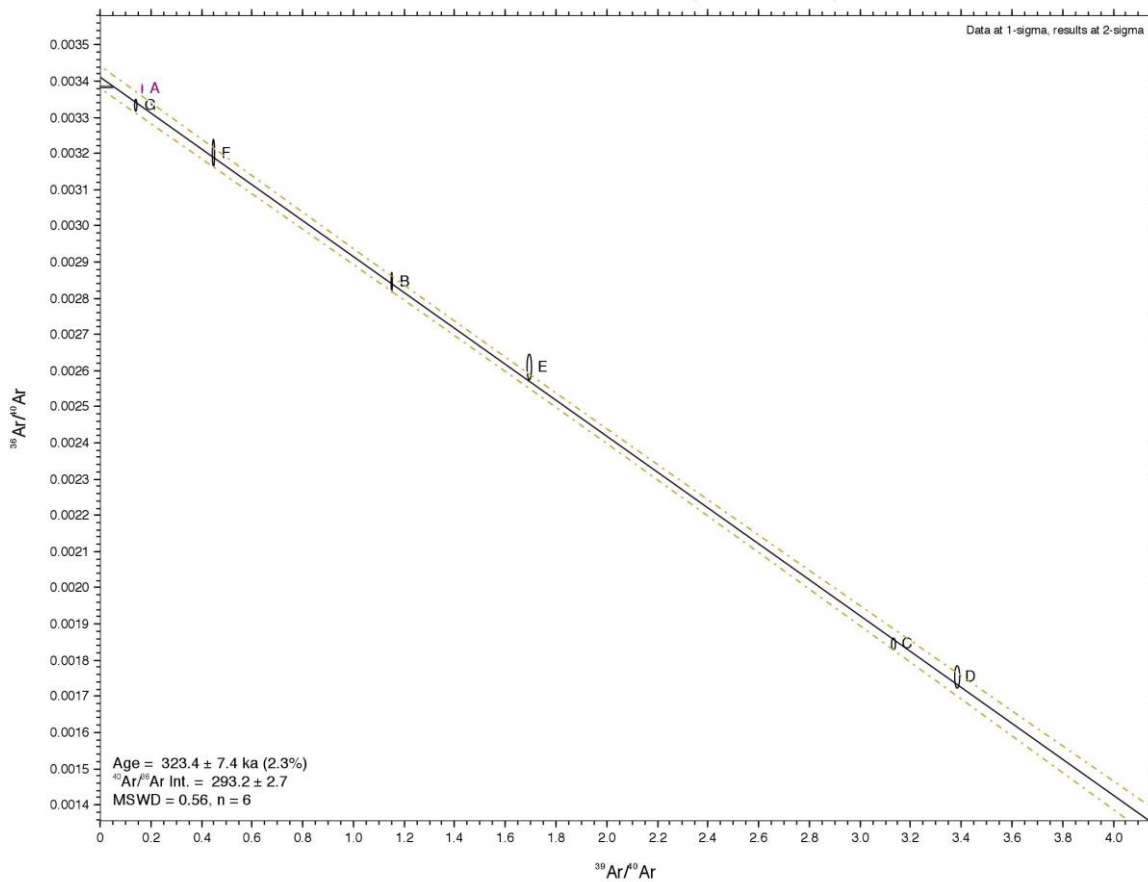
Isochron for Run 14154-01 (LL071216-9d)



Isochron for Run 14153-01 (LL190517-1)



Isochron for Run 14152-01 (LL091216-1d)



Isochron for Run 14156-01 (LL221016-1)

