

Datación U-Pb de columbita-tantalita mediante LA-Q-ICP-MS. Ejemplo: granito/aplopegmatitas de Tres Arroyos (Zona Centro-Ibérica)

Sonia García de Madinabeitia (1), Idoia Garate-Olave (1), Encarnación Roda-Robles (1), Pedro Pablo Gil-Crespo (1), José Ignacio Gil Ibarguchi (1,2*)

(1) Departamento de Mineralogía y Petrología, Facultad de Ciencia y Tecnología, Universidad del País Vasco UPV/EHU, 48940 Leioa (España)

(2) Servicio de Geocronología y Geoquímica Isotópica-SGIker, Facultad de Ciencia y Tecnología, Universidad del País Vasco UPV/EHU, 48940 Leioa (España)

* corresponding author: josei.gil@ehu.es

Palabras Clave: Columbita-Tantalita, Ablación Láser, Q-ICP-MS, Granito/Pegmatita. | **Key Words:** Columbite-Tantalite, Laser Ablation, Q-ICP-MS, Granite/Pegmatite.

INTRODUCCIÓN

La datación de minerales del grupo de la columbita-tantalita $(\text{Fe,Mn})(\text{Nb,Ta})_2\text{O}_6$ presenta un indudable interés tanto científico como económico. Dado su contenido de uranio en el rango % y bajos contenidos de Pb común, en principio el método U-Pb debería permitir la datación de estos minerales con una precisión y exactitud razonables. Sin embargo, estos minerales a menudo presentan características problemáticas (en particular inclusiones de otras fases) para su análisis mediante espectrometría de masas por ionización térmica y dilución isotópica (ID-TIMS). Esto se traduce en la obtención de edades difícilmente interpretables, discordancias inversas, dispersión de resultados, etc. La alternativa consiste en la datación *in situ* que permite evitar hasta cierto punto las perturbaciones debidas a inclusiones, alteraciones, etc. Para ello se utilizan equipos de ablación láser (LA) acoplados a espectrómetros con fuente de plasma (ICP-MS) o bien equipos del tipo microsonda iónica (SIMS). La disponibilidad de estos últimos es limitada y los problemas inherentes al método han sido recientemente revisados por Legros et al. (2019) quienes han subrayado la necesidad de utilizar patrones de la misma naturaleza para obtener dataciones fiables. En cuanto a las dataciones mediante LA e ICP-MS, se han realizado análisis tanto con espectrómetros de sector magnético, de tipo simple o multicolección, incluyendo en algún caso columbitas procedentes del Macizo Ibérico (e.g., Van Lichtervelde et al., 2017), como con equipos cuadrupolares (e.g., Che et al., 2015), habiéndose demostrado que el uso de patrones de la misma naturaleza no constituye un requisito indispensable. En este trabajo se describe el método puesto a punto en el Servicio de Geocronología y Geoquímica Isotópica-SGIker de la Universidad del País Vasco UPV/EHU para la realización de dataciones U-Pb en columbita-

tantalita mediante LA e ICP-MS cuadrupolar y su aplicación a ferro-columbitas del campo aplopegmatítico de Tres Arroyos, tanto en lámina delgada como en probetas metalográficas.

Los cuerpos aplopegmatíticos mineralizados de Tres Arroyos se encuentran al SO del sector más oriental del batolito de Nisa-Alburquerque, en el límite entre las zonas Centro-ibérica y Ossa-Morena del Macizo Ibérico. Las dataciones previas Rb-Sr y K-Ar han dado edades entre 286 y 312 Ma para el batolito mientras que las más recientes de circones (SHRIMP U-Pb) oscilan entre 307 ± 4 y 309 ± 5 Ma (Solá et al., 2009). En base a sus características petrográficas y geoquímicas se han distinguido tres tipos de cuerpos aplopegmatíticos (cf. Garate-Olave, 2018) en todos los cuales aparecen como accesorios minerales del grupo de la columbita. Los cristales de Fe-columbita estudiados son tabulares y de pequeño tamaño (< 1 mm), anhedrales a subhedrales, con zonado concéntrico y frecuentes golfos de corrosión. Localmente presentan zonas irregulares relacionadas posiblemente con cambios subsolidus de la composición química (cf. Garate-Olave, 2018).

ANÁLISIS, RESULTADOS Y CONCLUSIONES

Los análisis se han realizado acoplado un equipo de ablación láser (New Wave Nd:YAG 213 nm) a un ICP-MS cuadrupolar (iCAP Qc, Thermo Scientific). Los análisis se han obtenido realizando puntos de $55 \mu\text{m}$ de diámetro nominal tanto sobre los patrones empleados para la corrección de la fraccionación (circón GJ-1, Jackson et al., 2004) como sobre las muestras. Para el tratamiento de los resultados se ha empleado el programa Iolite v. 3.32 (Paton et al., 2011).

Para la datación se han seleccionado dos muestras de columbita de tamaño suficiente para el análisis, pertenecientes a los grupos de pegmatitas estériles e intermedias. Se han realizado 17 análisis de U-Pb sobre diferentes granos de columbitas (Fig. 1) observándose una cantidad variable de Pb común. La regresión para los datos obtenidos define una edad de 305 ± 9 Ma. La existencia de alineación permite aplicar la corrección ^{207}Pb (cf. Chew et al., 2014) lo que mejora el grado de concordancia pero produce una dispersión excesiva de los resultados (Fig. 1; 275 a 372 Ma). Descartando los resultados que sin corrección presenten una discordancia $< 10\%$, la edad corregida promedio de 301 ± 10 Ma ($n=8$) no mejora el resultado de la regresión sin corregir.

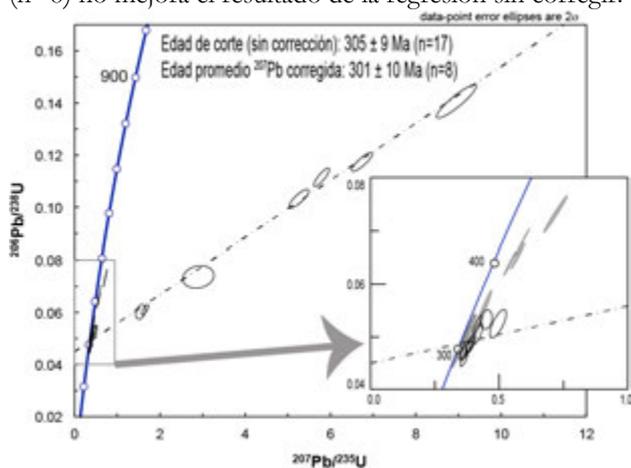


Fig 1. Resultados obtenidos del análisis de U-Pb en columbitas mediante LA-Q-ICP-MS. Elipses grises rellenas: resultados corregidos para la contribución del Pb común. Elipses vacías: resultados sin corregir.

En conclusión, la aplicación del método descrito a la datación U-Pb de cristales de columbita-tantalita en aplopegmatitas de Tres Arroyos permite obtener una edad de 305 ± 9 Ma (Fig. 1), en el rango de las obtenidas previamente para circones del monzogranito de Nisa-Albuquerque (307 ± 4 Ma, Solá et al., 2009). La edad obtenida es asimismo coherente con los datos geocronológicos para aplopegmatitas de la Zona Centro Ibérica e incluso con la existencia de un posible diazonismo de norte a sur dentro de dicha Zona (cf., Melleton et al., 2014; Roda-Robles et al., 2018). Todo ello confirma la viabilidad de la utilización de la metodología implementada de ablación láser y Q-ICP-MS para la datación de columbita-tantalita, con resultados adecuados y comparables tanto aplicando las correcciones inherentes a la presencia de Pb común, uno de los principales hándicaps del análisis de este tipo de minerales, como mediante la regresión definida por los diferentes análisis realizados.

AGRADECIMIENTOS

El apoyo técnico y humano de los SGIker (UPV/EHU/FEDER, EU), y la financiación del Ministerio Español de Economía y Competitividad (proyecto CGL2015-63530-P), y la Universidad del País Vasco UPV/EHU (Grupo Consolidado GIU15/05).

REFERENCIAS

- Chew, D.M., Petrus, J.A., Kamber, B.S. (2014): U-Pb LA-ICPMS dating using accessory mineral standards with variable common Pb. *Chem. Geol.* **363**, 185–199. DOI: [10.1016/j.chemgeo.2013.11.006](https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2013.11.006)
- Che, X. D., Wu, F. Y., Wang, R. C., Gerdes, A., Ji, W. Q., Zhao, Z. H., Yang, J. H., Zhu, Z. Y. (2015): In situ U–Pb isotopic dating of columbite–tantalite by LA–ICP–MS. *Ore Geology Reviews*, **65**, 4, 979–989. DOI: [10.1016/j.oregeorev.2014.07.008](https://doi.org/10.1016/j.oregeorev.2014.07.008).
- Garate-Olave, I. (2018) Petrography, mineralogy and origin of the rare element granitic aplopegmatites from Tres Arroyos (Badajoz, Spain). PhD Thesis, Universidad del País Vasco UPV/EHU. 309 pp.
- Jackson, S.E., Pearson, N.J., Griffin, W.L., Belousova, E.A. (2004): The application of laser ablation-inductively coupled plasma-mass spectrometry to in situ U–Pb zircon geochronology. *Chem. Geol.* **211**, 47–69. DOI: [10.1016/j.chemgeo.2004.06.017](https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2004.06.017)
- Legros, H., Mercadier, J., Villeneuve, J., Romer, R. L., Deloule, E., Van Lichtervelde, M., Dewaele, S., Lach, P., Che, X. D., Wang, R. H., Zhu, Z. Y., Gloaguen, E., Melleton, J. (2019): U–Pb isotopic dating of columbite-tantalite minerals: Development of reference materials and in situ applications by ion microprobe. *Chemical Geology*, **512**, 69–84. DOI: [10.1016/j.chemgeo.2019.03.001](https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2019.03.001)
- Melleton, J., Gloaguen, E., Frei, D. (2014): Polyphased rare-element magmatism during late orogenic evolution: geochronological constraints from the NW Variscan Iberia. 21 st meeting of the International Mineralogical Association, Sep 2014, Johannesburg, South Africa. pp.288.
- Paton, C., Hellstrom, J., Paul, B., Woodhead, J., Hergt, J. (2011): Iolite: Freeware for the visualisation and processing of mass spectrometric data. *J. Anal. At. Spectrom.* **26**, 2508–2518. DOI: [10.1039/c1ja10172b](https://doi.org/10.1039/c1ja10172b).
- Roda-Robles, E., Villaseca, C., Pesquera, A., Gil-Crespo, P.P., Vieira, R., Lima, A. and Garate-Olave, I. (2018): Petrogenetic relationships between Variscan granitoids and Li-(F-P)-rich aplite-pegmatites in the Central Iberian Zone: Geological and geochemical constraints and implications for other regions from the European Variscides. *Ore Geology Reviews*, **95**, 408–430.
- Solá, A.R., Williams, I.S., Neiva, A.M.R., Ribeiro, M.L. (2009): U–Th–Pb SHRIMP ages and oxygen isotope composition of zircon from two contrasting late Variscan granitoids, Nisa-Albuquerque batholith, SW Iberian Massif: Petrologic and regional implications. *Lithos* **111** (3–4), 156–167. DOI: [10.1016/j.lithos.2009.03.045](https://doi.org/10.1016/j.lithos.2009.03.045)
- Van Lichtervelde, M., Grand’Homme, A., de Saint-Blanquat, M., Olivier, P., Gerdes, A., Paquette, J. L., Melgarejo, J.C., Druguet, E., Alfonso, P. (2017): U–Pb geochronology on zircon and columbite-group minerals of the Cap de Creus pegmatites, NE Spain. *Miner. Petrol.*, **111**, 1–21. DOI [10.1007/s00710-016-0455-1](https://doi.org/10.1007/s00710-016-0455-1)