

## RELACJE METODYCZNE I WIEKOWE POMIĘDZY ANALIZĄ TRAKOWĄ A POTASOWO-ARGONOWĄ NA PRZYKŁADZIE MASYWU KARKONOSZY I JEGO OSŁONY

### METHODOLOGY AND AGE RELATIONS OF THE FISSION TRACK AND K-Ar METHODS THE CASE OF THE KARKONOSZE MASSIF AND ITS ENVELOPE

KATARZYNA JARMOŁOWICZ-SZULC<sup>1</sup>

**Abstrakt.** W kontekście coraz większego znaczenia metod izotopowych w Polsce i zrozumienia ich możliwości interpretacyjnych, przedstawiono porównanie metodyczne i wiekowe analizy trakowej i oznaczeń metodą potasowo-argonową (K-Ar) w odniesieniu do minerałów budujących skały masywu Karkonoszy oraz jego północnej osłony. Prezentowane wyniki stanowią kompilację wcześniejszych oznaczeń trakowych z obszaru karkonosko-izerskiego (Jarmołowicz-Szulc, 1984), oznaczeń K-Ar z tego samego obszaru (Jarmołowicz-Szulc i in., 2009) oraz nowszych metodycznie danych literaturowych z masywu Karkonoszy (Danišik i in., 2010). Wykazano zaletę metody trakowej, którą są przede wszystkim możliwości interpretacyjne związane z datowaniem wypiętrzenia i/lub pogrzebania w historii geologicznej skał. Pokazano również walory metody K-Ar, umożliwiające m.in. uzyskanie wartości wieku oziębienia np. po wypiętrzeniu plutonu.

**Słowa kluczowe:** traki, apatyt, cyrkon, metoda K-Ar, procedury analityczne.

**Abstract.** Isotopic methods have been gaining their importance in Poland in last decades. The understanding on the interpretation potential of isotopic determinations of minerals has been growing up as well. In that context, age relations and methodology of the fission track and K-Ar methods have been presented based on the case of minerals forming rocks of the Karkonosze Massif and its northern metamorphic envelope. The presented results are the compilation of earlier fission track determinations from the Karkonosze-Izera Block (Jarmołowicz-Szulc, 1984), K-Ar data from the same area (Jarmołowicz-Szulc *et al.*, 2009) and newer methodological data from the Karkonosze granitoid (Danišik *et al.*, 2010). Advantages of the fission track method have been shown, i.e., interpretation possibilities of burial and exhumation in geological history of rocks. Importance of the K-Ar method has been presented, in that determination of a cooling age after the pluton uplift.

**Key words:** fission tracks, apatite, zircon, K-Ar method, analytical procedures.

---

<sup>1</sup> Państwowy Instytut Geologiczny – Państwowy Instytut Badawczy, ul. Rakowiecka 4, 00-975 Warszawa;  
e-mail: katarzyna.jarmolowicz-szulc@pgi.gov.pl

## WSTĘP

Na obszarze Polski wzrost zainteresowania metodami izotopowymi (w tym metodą trakową) i świadomości znaczenia oznaczeń izotopowych spowodował, że podjęto kroki w celu przeprowadzenia porównania metodycznego oraz relacji wiekowych metody trakowej i oznaczeń metodą potasowo-argonową (K-Ar). W tym ujęciu praca ma być krótkim, praktycznym przewodnikiem metodycznym dla badaczy, którzy chcą zastosować te metody (zwłaszcza metodę trakową) do rozwiązywania konkretnych problemów geologicznych. Możliwości interpretacyjne metod przedstawiono na przykładzie próbek skał z masywu Karkonoszy oraz jego północnej

osłony, z których badano następujące minerały: apatyt, tytanit i cyrkon oraz biotyt i biotyt–amfibol. Prezentowane w pracy wyniki badań wieku izotopowego stanowią połączenie wcześniejszych oznaczeń trakowych z obszaru karkonosko-izerskiego (Jarmołowicz-Szulc, 1984), późniejszych oznaczeń K-Ar z tego samego obszaru (Jarmołowicz-Szulc i in., 2009) oraz nowszych metodycznie danych literaturowych z południowej części masywu Karkonoszy (Danišik i in., 2010). W rozważaniach metodycznych, dotyczących badań trakowych, sięgnięto również do pracy związanej z innym rejonem badawczym (Góry Sowie – Aramowicz i in., 2006).

## METODYKA PRAC BADAWCZYCH

Metodyka prac badawczych w obu metodach obejmuje następujące stadia:

- etap prac przygotowawczych do głównych badań izotopowych – separacja minerałów i przygotowanie preparatów (metoda trakowa) lub koncentratów mineralnych (metoda K-Ar);
- etap prac pomocniczych (naświetlanie w reaktorze lub oznaczenia chemiczne);
- zasadnicze badania (zliczanie zagęszczenia śladów naturalnych i indukowanych, pomiar zawartości argonu).

Dla próbek, będących dalej przedmiotem dyskusji, badania przeprowadzono zgodnie z opisem podanym poniżej. Wybrane skały poddano kruszeniu i przesiewaniu. W określonym przedziale wielkości przeprowadzono separację minerałów pod kątem frakcji (magnetyczna/niemagnetyczna), gęstościowym (lekka/ciężka), a następnie na drodze chemicznej i wybierania ręcznego uzyskano odpowiednie koncentraty mineralne. Minerale badane metodą trakową następnie poddawano dalszej obróbce preparatorskiej. Koncentraty wytypowane do oznaczeń K-Ar w dalszych stadiach prac miały postać proszkową. Obróbka techniczna jest zbliżona dla obu metod na etapie kruszenia skał i separacji koncentratów mineralnych. Zróżnicowanie następuje w stadium przygotowania rozdziału faz mineralnych (inne frakcje – magnetyczna i niemagnetyczna, różne ciecze ciężkie). Szczegółowe opisy metodyczne są zawarte w pracach różnych autorów (np. Mochacka, 1971; Burchart, 1972; Skowroński, 1976; Jarmołowicz-Szulc, 1984; Crowley i in., 1989; Donelick i in., 2005; Aramowicz i in., 2006).

W metodzie trakowej do badań przygotowywano preparaty z kryształów zatopionych w żywicy epoksydowej lub teflonie, podczas gdy w metodzie K-Ar badano koncentraty mineralne (biotyt, biotyt–amfibol) lub całą skałę. Metodykę i procedury standardowe, jak też stałe dla metody K-Ar opisują Hałas (1995) oraz Turniak i in. (2007). Z uwagi na cel pracy jako krótkiego przewodnika metodycznego, metodykę przedstawiono w formie ogólnych sformułowań, podkreślając zarazem podobieństwa i różnice.

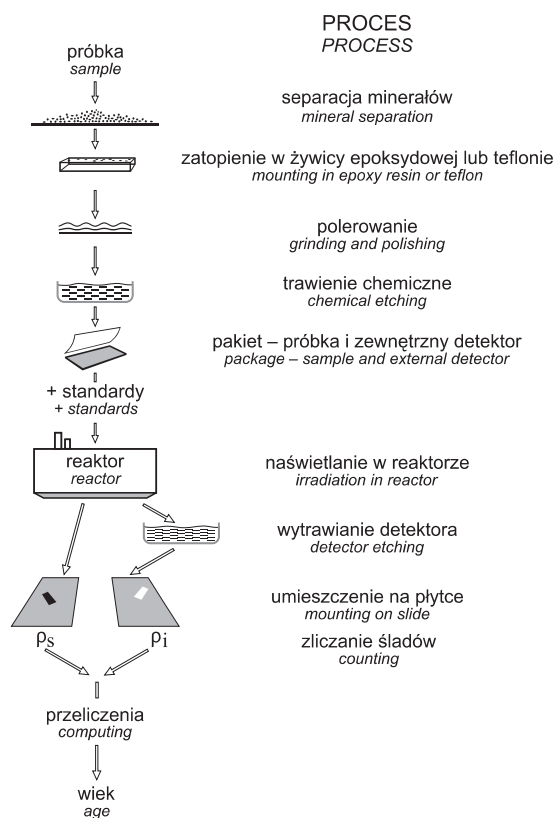
### Opis metod

Po skruszeniu skały, rozdrabnia się ją do frakcji odpowiedniej dla separowanych minerałów. Określenie frakcji następuje na podstawie obserwacji przeprowadzonych w płytkach cienkich lub zgładach prospekcyjnych (0,088–0,12; 0,12–0,25; 0,25–35 mm). Po przemyciu wodą i wysuszeniu próbki następuje rozdział faz magnetycznych przy pomocy separatora elektromagnetycznego Frantza. Oddzielenie minerałów ciężkich od lekkich jest przeprowadzane z użyciem cieczy ciężkich – bromoform i bijodek potasu (Jarmołowicz-Szulc, 1984), poliwolframian sodu (Aramowicz i in., 2006). Ziarna apatyty (cyrkonu, tytanitu) separuje się z poszczególnych próbek skały i przygotowuje do analizy trakowej, stosując standardowe procedury ogólne prezentowane w literaturze (np. Crowley i in., 1989; Donelick i in., 2005). Końcowy etap separacji ziaren stanowi na ogół ich ręczne wybieranie pod binokulem. Są one następnie zatapiane w żywicy lub innym medium klejącym (teflon) i polerowane w celu odsłonięcia wnętrza kryształów. Odsłonięte powierzchnie są trawione chemicznie (rodzaj medium trawiącego – odczynnik zależy od rodzaju kryształu) w celu wytrawienia śladów naturalnych, których liczenie na jednostkę powierzchni będzie prowadzić w kolejnym etapie prac do uzyskania wartości zagęszczenia traków naturalnych powstałych w wyniku spontanicznego rozpadu. Wartość tę oznacza się jako  $\rho_s$ . Schemat kroków proceduralnych zaprezentowano na [figurze 1](#).

Dla poszczególnych ziaren apatyty pomiaru zagęszczenia śladów naturalnych są przeprowadzane w kryształach, natomiast zagęszczenie śladów indukowanych jest mierzone z użyciem metody zewnętrznego detektora (Naeser, McKee, 1970). Pakiet (wytrawiona próbka i zewnętrzny detektor) jest naświetlany w reaktorze jądrowym w celu wzbudzenia rozpadu uranu 235. Kalibrację dawki neutronów wykonuje się przy użyciu standardowych szkiełek (Burchart, 1972) i/lub standardów apatyty Durango i Fish Canyon (Donelick i in., 2005).

Jako detektor zewnętrzny dla traków można stosować folię lub łyszczyk, co implikuje dalsze zróżnicowanie metody wytrawiania śladów indukowanych.

Ślady naturalne w apatycie trawi się w kwasie – 5,5 M kwas azotowy, w czasie 20 sekund w temperaturze 21°C (Donelick i in., 2005) lub 1% HNO<sub>3</sub> w czasie 4,5 min (Burchart, 1972). Liczenie śladów naturalnych w poszczególnych ziarnach mineralnych oraz indukowanych w detektorze zewnętrznym prowadzi do uzyskania wartości zagęszczenia traków na jednostkę powierzchni (wartości zagęszczenia traków oznaczane odpowiednio jako  $\rho_s$ ,  $\rho_i$ ), a w wyniku zastosowania odpowiednich wzorów przeliczeniowych i stałych uzyskuje się wiek w latach (np. Fleischer i in., 1975). W stosunku do metody manualnej zliczeń śladów i przeliczeń matematycznych (Jarmołowicz-Szulc, 1984), są obecnie stosowane urządzenia automatyczne sprzężone z komputerem – stolik Kinetek, tablet digitalizujący, specjalistyczne oprogramowanie (Danišik i in., 2010). Ogólnie pierwszym krokiem pomiarowym w metodzie trakowej dla apatytu jest ocena wartości, tzw. Dpar, czyli pomiar długości śladów w kryształach o pokroju słupowym na powierzchni równoległej do osi z. Ponadto duże znaczenie ma obecnie analiza długości śladów w poszczególnych datowanych kryształach i kalibracja współczynnika zeta (Fleischer i in., 1975; Hurford, Green, 1983; Donelick i in., 2005; Tagami, 2005; Danišik i in., 2010). Pary bliźniacze (preparat i detektor) są umieszczane pod mikroskopem optycznym o dużym powiększeniu ( $\times 1250$ , np. Nikon E600 Eclipse), wyposażonym w stolik Kinetek i kontrolowanym przez oprogramowanie (TREVOR DUMITRU, np. Aramowicz i in., 2006; Danišik i in., 2010).



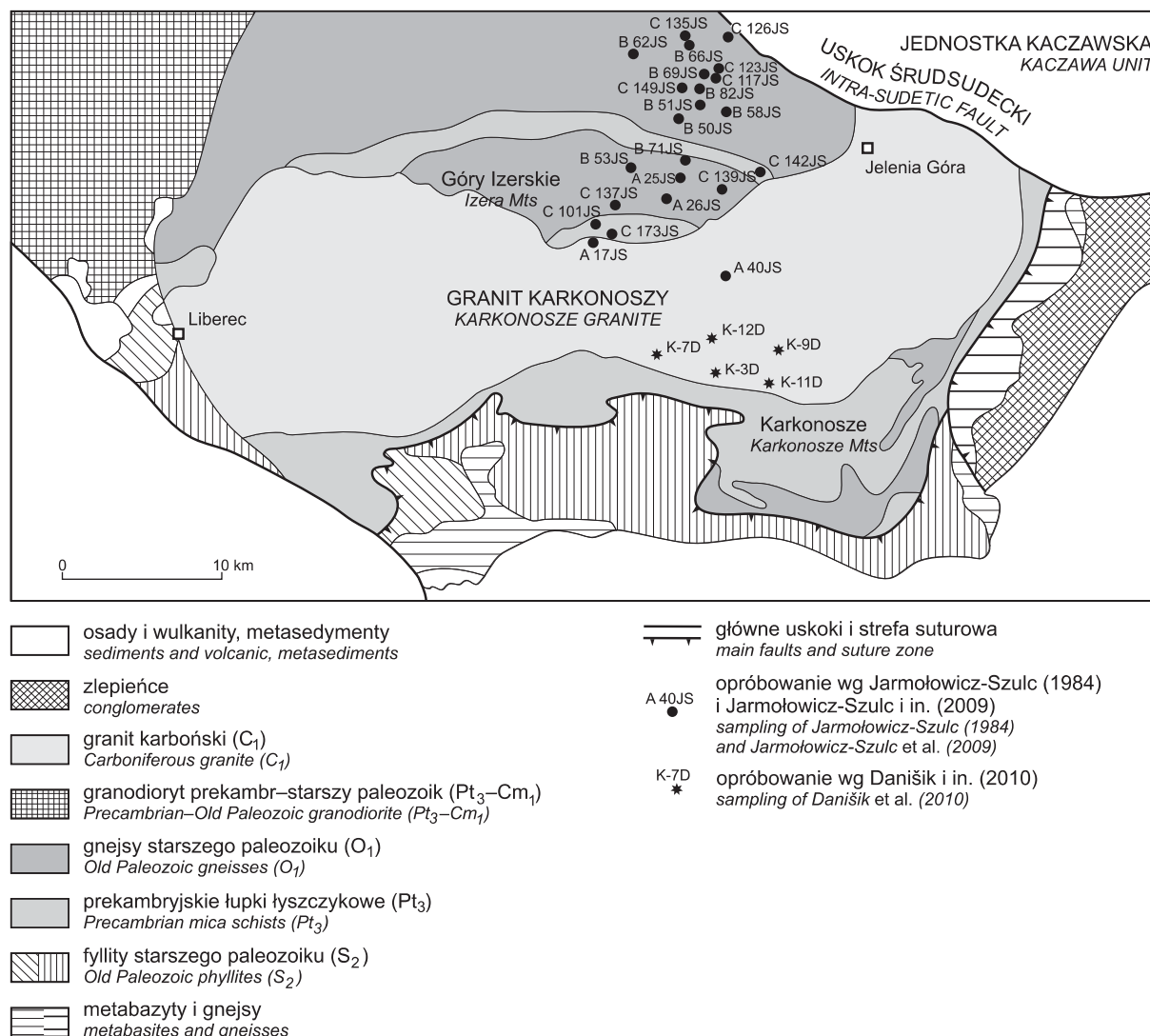
**Fig. 1. Schemat kroków proceduralnych dla metody trakowej (na podstawie Tagami, 2005)**

Scheme of procedural steps in the fission-track method (based on Tagami, 2005)

## REGION BADAWCZY

Badany region znajduje się w południowo-zachodniej Polsce (fig. 2). Obejmuje część południowo-wschodnią granitoidu Karkonoszy (Danišik i in., 2010) oraz północny fragment masywu w rejonie Szklarskiej Poręby, jak też obszar izerski na północ od granitoidów, odsłaniających się na powierzchni (Jarmołowicz-Szulc, 1984; Jarmołowicz-Szulc i in., 2009). Granitoidowy górski masyw Karkonoszy wraz z północną osłoną należy do aureoli Masywu Czeskiego w jego północno-wschodniej części (Aleksandrowski, Mazur, 2002).

Skały tego regionu to: granit Karkonoszy, zgnejsowane granitoidy izerskie i skały metamorficzne oraz granodioryty łuzyckie i szarogłazy (Żelaźniewicz i in., 2003). Charakterystyka petrograficzna tych skał jest przedstawiona szczegółowo w literaturze (np. Jarmołowicz-Szulc, 1984; Oberc-Dziedzic, 1988; Oberc-Dziedzic i in., 2005; Jarmołowicz-Szulc i in., 2009). Minerale akcesoryczne występujące w tych skałach to: apatyt, cyrkon, tytanit, niekiedy epidot, także opisane w literaturze (np. Jarmołowicz-Szulc, 1984; Jarmołowicz-Szulc i in., 2009).



**Fig. 2. Opróbowanie na tle ogólnej budowy geologicznej masywu karkonosko-izerskiego (wg Aleksandrowskiego, Mazura, 2002; Jarmołowicz-Szulc i in., 2009, zmodyfikowany)**

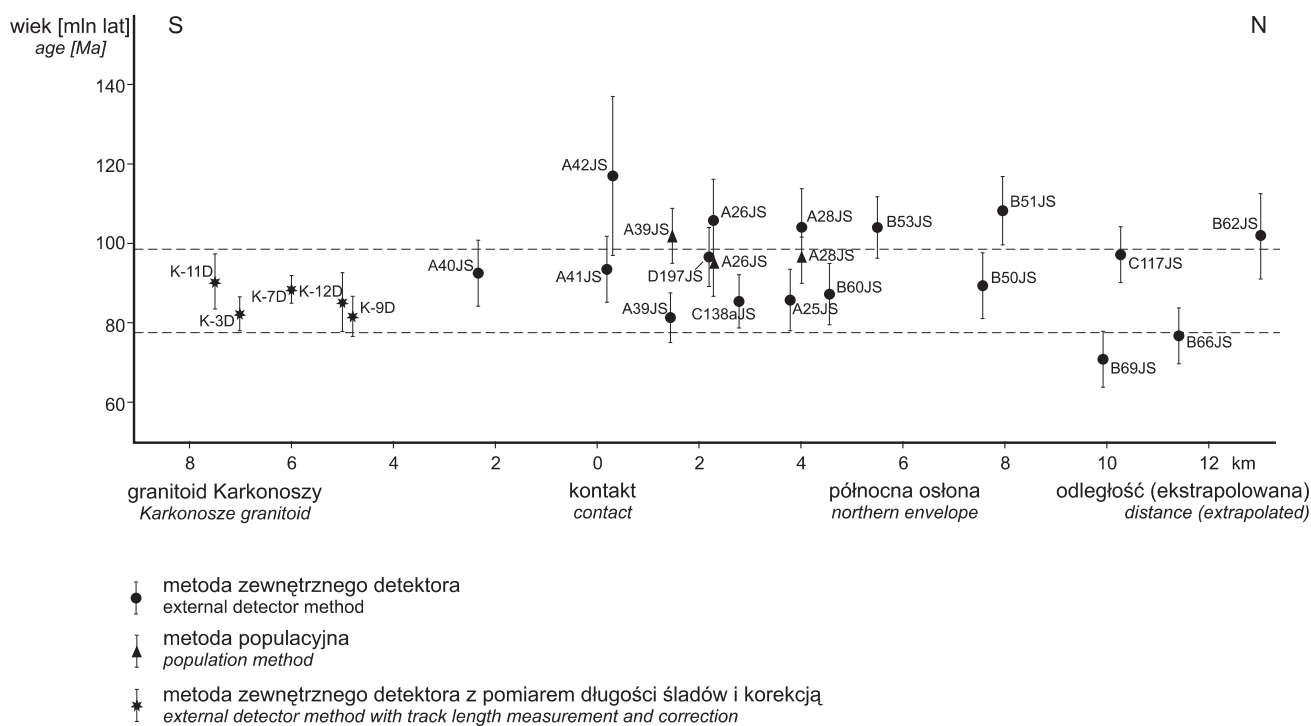
Sampling at the background of the general geological structure of the Karkonosze-Izera Block (after Aleksandrowski, Mazur, 2002; Jarmołowicz-Szulc *et al.*, 2009, modified)

## WYNIKI

Datowaniem objęto minerały i skały zróżnicowane zarówno pod względem rodzaju, jak i pozycji w historii geologicznej polskich Sudetów. W obrębie masywu karkonosko-izerskiego wartości wieku trakowego dla apatyty uzyskano zarówno dla waryscyjskich granitoidów Karkonoszy, jak i skał położonych bardziej na północ – w obrębie kaledońskiej osłony metamorficznej. W granitoidach karkonoskich w południowej części plutonu Danišik i współautorzy podają wyniki dla apatyty w zakresie od  $82 \pm 5$  do  $90 \pm 8$  Ma (Danišik i in., 2010).

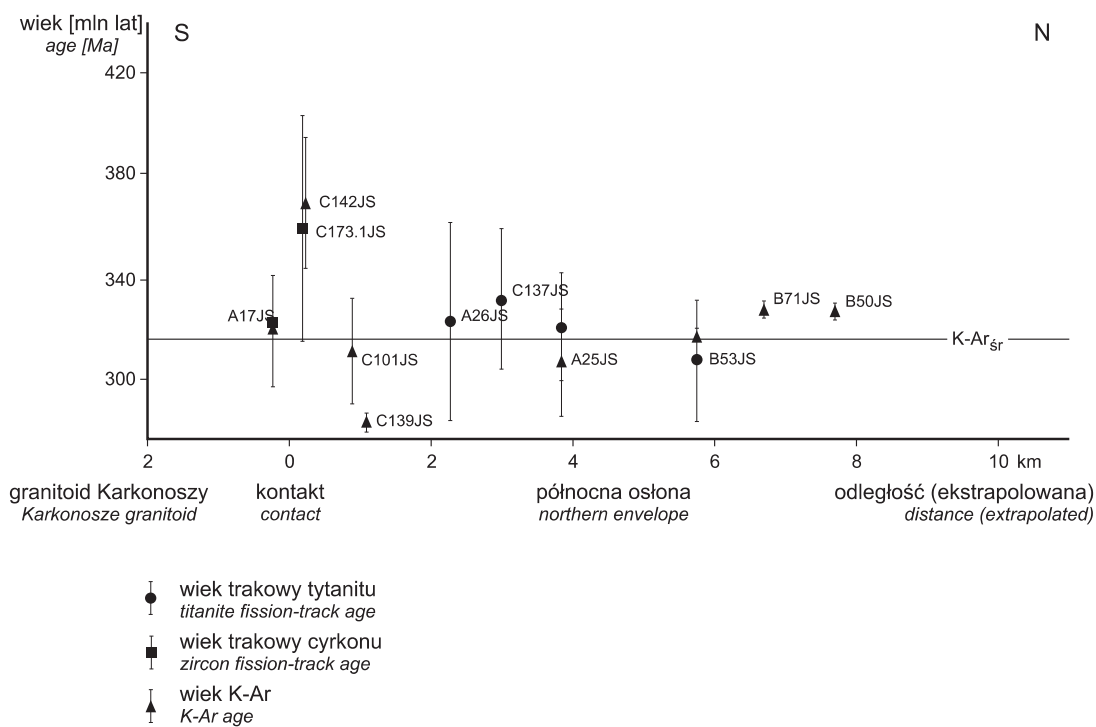
Wartości wieku granitoidu w rejonie Szklarskiej Poręby wynoszą  $90 \pm 10$  i  $91 \pm 10$  Ma (Jarmołowicz-Szulc, 1984). Natomiast daty uzyskane metodą trakową dla granitoidów i gnejsów w obrębie osłony metamorficznej ciała granitoido-

wego wahają się dla apatyty pomiędzy  $63 \pm 9$  a  $121 \pm 10$  Ma (fig. 3). Jak widać na figurze większość oznaczeń dla apatyty mieści się w granicach błędów (niepewności analitycznej) pomiędzy  $82 \pm 5$  a  $90 \pm 8$  Ma. Dla tych samych skał osłony tytanit wykazuje wiek od  $328 \pm 32$  do  $489 \pm 43$  Ma, a cyrkon – od  $311 \pm 19$  do  $469 \pm 51$  Ma (Jarmołowicz-Szulc, 1984). Z kolei wyniki oznaczeń K-Ar przeprowadzonych w odniesieniu do wcześniejszych i bieżących danych radiometrycznych we wschodniej części północnej osłony masywu granitowego karkonosko-izerskiego obejmują szeroki zakres – od  $226,0 \pm 6,7$  do  $386,1 \pm 3,0$  Ma (Jarmołowicz-Szulc i in., 2009). Natomiast wartość średnia K-Ar dla granitognejsów kompleksu izerskiego wynosi natomiast  $316,1 \pm 3,3$  Ma (fig. 4).



**Fig. 3. Wiek trakovy apatytu z granitoidu Karkonoszy i północnej osłony metamorficznej**

Fission-track age for apatite from the Karkonosze granitoid and the northern metamorphic envelope



**Fig. 4. Porównanie wieku trakowego tytanitu i cyrkonu z wiekiem oznaczonym metodą K-Ar**

K-Ar<sub>sr</sub> – wiek średni dla granitoidu Karkonoszy (316,1 ± 3,3 Ma)

Fission-track age for titanite and zircon in relation to K-Ar data

K-Ar<sub>sr</sub> – mean age for the Karkonosze granitoid (316.1 ± 3.3 Ma)



## WNIOSKI I PODSUMOWANIE

Przedstawione wartości wieku trakowego i wieku K-Ar dla tych samych skał pokazują, jak ciekawie metodycznie i interpretacyjnie jest prowadzenie badań geochronologicznych. Uzyskane daty nie mają w sobie nic bezwzględnego, jak to często błędnie określa się w literaturze. Różne minerały mają różne temperatury zamknięcia, czyli retencji śladów. Dla apatyty przedział 60–120°C jest uważany za APAZ – strefę wieku pozornego. Wartości wieku uzyskane metodą trakową dla apatyty mogą być interpretowane jako wiek oziębiania od czasu przejścia tego minerału przez izotermę 110 ±10°C, poniżej której utajone ślady rozpadu zachowują się w kryształach.

Z porównań wartości wieku pozornego uzyskanego tymi metodami i dla różnych minerałów wynika, że niezależnie od metody wyniki uzyskane dla apatyty, czy to z waryscyjskiego granitoidu karkonoskiego, czy też z północnej osłony metamorficznej ciała granitoidowego mają podobne wartości i mieszczą się w granicach błędu w przedziale między

82 ±5 a 90 ±8 mln lat (fig. 3). Inwersja strukturalna basenu permskiego i wyniesienie w polskiej części Centralnego Europejskiego Systemu Basenowego między ok. 85 a ok. 65 mln lat jest dobrze udokumentowana (Krzywiec, 2006; Resak i in., 2008). Oznaczenia trakowe dla apatyty wskazują właśnie tę kredową ekshumację. W interpretacji wyników oznaczeń trakowych i K-Ar jest istotne zrozumienie znaczenia temperatury zamknięcia poszczególnych systemów izotopowych w różnych minerałach. Stwarza to różne implikacje interpretacyjne (Thomson, 2000). Jednak złożona historia geologiczna obszaru może prowadzić do uzyskania wartości całkowicie odmłodzonego wieku lub tzw. wieku mieszanego (Gleadow, Brown, 2000), jak to ma miejsce w przypadku wartości uzyskanych dla cyrkonu i tytanitu z gnejsów izerskich (Jarmolowicz-Szulc, 1984). Granitognejsy kompleksu izerskiego wykazują wartość średnią K-Ar równą 316,1 ±3,3 mln lat, co odpowiada wiekowi oziębiania plutonu Karkonoszy (fig. 4).

## LITERATURA

- ALEKSANDROWSKI P., MAZUR S., 2002 — Collage tectonics in the northernmost part of the Variscan Belt: the Sudetes, Bohemian Massif. *W: Amalgamation of central Europe* (red. J.A. Winchester i in.). *Geol. Soc. Spec. Publ.*, **201**: 237–277.
- ARAMOWICZ A., ANCKIEWICZ A., MAZUR S., 2006 — Fission-track dating of apatite from the Góry Sowie Massif, Polish Sudetes, NE Bohemian Massif: implications for post-Variscan denudation and uplift. *Neues Jahrb. Miner.*, **182**, 3: 221–229.
- BURCHART J., 1972 — Fission track age determination of accessory apatite from the Tatra Mts., Poland. *Earth and Planetary Science Letters*, **11**: 15–21.
- CROWLEY K.D., NAESER C.W., NAESER N.D., 1989 — Fission track analysis: theory and applications: Short Course Manual. Geological Society of America, St. Louis.
- DANIŠIK M., MIGOŃ P., KUHLEMANN J., EVANS N.J., DUNKL I., FRISCH W., 2010 — Thermological constraints on the long-term erosional history of the Karkonosze Mts., Central Europe. *Geomorphology*, **117**: 78–89.
- DONELICK R.A., O’SULLIVAN P.B., KETCHAM R.A., 2005 — Apatite fission-track analysis. *Rev. Miner.*, **58**: 49–94.
- FLEISCHER R.L., PRICE P.B., WALKER R.M., 1975 — Nuclear tracks in solids. University of California Press, Berkeley.
- GLEADOW A.J.W., BROWN R.W., 2000 — Fission-track thermochronology and the long-term response to tectonics. *W: Geomorphology and Global Tectonics: 57–75*. John Wiley & Sons.
- HAŁAS S., 1995 — Geochronologia izotopowa oparta na rozpadzie promieniotwórczym potasu – 40. *Prz. Geol.*, **43**, 12: 993–998.
- HURFORD A.J., GREEN P.F., 1983 — The zeta age calibration of fission-track dating. *Chem. Geol.*, **1**: 285–317.
- JARMOŁOWICZ-SZULC K., 1984 — Geochronologiczne studium fragmentu północnej osłony granitu Karkonoszy przy pomocy metod trakowych. *Arch. Miner.*, **39**: 139–183.
- JARMOŁOWICZ-SZULC K., HAŁAS S., WÓJTOWICZ A., 2009 — Radiometric age analyses of rocks from the northern envelope of the Karkonosze massif, the Sudetes, Poland: a comparative geochronological study. *Geochronometria*, **34**: 33–39.
- KRZYWIEC P., 2006 — Structural inversion of the Pomeranian and Kuiavian segments of the Mid-Polish Trough – lateral variations in timing and structural style. *Geol. Quart.*, **50**, 1: 151–167.
- MOCHNACKA K., 1971 — Próba oznaczenia wieku bezwzględnego granitu Kudowej metodą śladów rozpadu uranu. *Spraw. z Pos. Komis. Nauk. PAN*, **14**: 304–307.
- NAESER C.W., MCKEE E.H., 1970 — Fission-track and K-Ar ages from Tertiary ash-flow tuffs, north-central Nevada. *Geol. Soc. Am. Bull.*, **81**: 3375–3384.
- OBERC-DZIEDZIC T., 1988 — Rozwój granitów i gnejsów wschodniej części krystaliniku izerskiego w świetle badań strukturalnych. *Acta Univ. Wratisl. Pr. Geol.-Miner.*, **13**: 1–184.
- OBERC-DZIEDZIC T., PIN C., KRYZA R., 2005 — Early Palaeozoic crystal melting in an extensional setting: petrological and Sm-Nd evidence from the Izera granite-gneisses, Polish Sudetes. *Inter. J. Earth Sci.*, **94**: 354–368.
- RESAK M., NARKIEWICZ M., LITTKER R., 2008 — New basin model results from the Polish part of the Central European Basin system: implications for the Cretaceous–Early Paleogene structural inversion. *Inter. J. Earth Sci.*, **97**: 955–972.
- SKOWROŃSKI A., 1976 — Efekty rozszczepienia jader atomów uranu w minerałach. Studium metodyczne i przykłady zastosowań w geochemii. *Pr. Miner.*, **46**: 1–73.
- TAGAMI T., 2005 — Zircon fission-track thermochronology and applications to fault studies. *Rev. Miner.*, **58**: 95–122.
- THOMSON S.N., 2000 — Using fission-track thermochronology of the Ruhla Crystalline Complex: New constraints on the post-Variscan thermal evolution of the NW Saxo-Bohemian Massif. *Tectonophysics*, **324**: 17–35.
- TURNIAK K., HAŁAS S., WÓJTOWICZ A., 2007 — New K-Ar ages from the Strzegom – Sobótka Massif, western Poland. *Geochronology*, **27**: 5–9.

ŻELAŻNIEWICZ A., NOWAK I., ACHRAMOWICZ S., CZAPLIŃSKI W., 2003 — Północna część bloku karkonosko-izerzkiego – pasywny brzeg teranu saksoturyńskiego. *W*: Sudety

zachodnie od wendu do czwartorzędu (red. W. Ciężkowicki, J. Wojewoda): 17–32. WIND, Wrocław.

## SUMMARY

This paper is a presentation of current state of knowledge on fission track age determinations and K-Ar method. Isotopic methods have been gaining their importance in Poland in last decades. The understanding on the interpretation potential of isotopic determinations of minerals has been growing up as well. In that context, methodology and age relations of the fission track and K-Ar methods have been presented based on the case of minerals forming rocks of the Karkonosze Massif and its northern metamorphic envelope. The presented results, being the background to detailed presentation of practical, methodological details, in that a recipe for scientists who want to apply these geochronological tools in their research are the compilation of earlier fission track determinations from the Karkonosze-Izera Block (Jarmołowicz-

-Szulc, 1984), K-Ar data from the same area (Jarmołowicz-Szulc *et al.*, 2009) and newer methodological data from the Karkonosze granitoid (Danišik *et al.*, 2010). Despite the method used, the apatite (AFT) results obtained for the Karkonosze granitoids as well as within the northern metamorphic cover are of the same character and lie in the interval between  $82 \pm 5$  and  $90 \pm 8$  Ma pointing to a Cretaceous uplift and exhumation of the Variscan granitic body. Zircon FT age values from the northern rim of the massif are evidently mostly mixed values, reset to a different degree by the pluton, while those K-Ar both from the granitoid itself and from its northern envelope are in average cooling ages for the granitoid.