

Capítulo 4

Geocronologia U-Pb SHRIMP do Complexo Mantiqueira

4 GEOCRONOLOGIA U-PB POR SHRIMP DO COMPLEXO MANTIQUEIRA

As rochas arqueanas a paleoproterozóicas do Complexo Mantiqueira tiveram evolução complexa, tendo sido submetidas a processos pós-magmáticos extensivos, o que inclui o envolvimento em, pelo menos, dois eventos orogenéticos (Transamazônico e Brasileiro). Dessa forma, dados geocronológicos baseados em metodologias de precisão e sistemas mais retentivos são fundamentais para a definição da evolução dessas rochas desde o Arqueano até o Neoproterozóico, impondo restrições na elaboração de modelos evolutivos para estes períodos e para o Orógeno Ribeira.

4.1 Revisão Bibliográfica sobre a Geocronologia do Complexo Mantiqueira

É consenso dentre a maioria dos pesquisadores (Hasui & Oliveira (1984); Trouw et al. (1986); Brandalise (1991); Figueiredo *et al.* (1992); Heilbron (1993, 1995); Duarte (1998); Nogueira & Choudhuri (2000); Heilbron (2001); Silva *et al.* (2002); Noce *et al.* (2007); entre outros) que o Complexo Mantiqueira é constituído de ortognaisses bandados, tonalíticos a graníticos, com rochas metabásicas associadas (tabela 3). Contudo, dada à grande complexidade e abrangência dessa unidade, verifica-se que há poucos dados geocronológicos disponíveis, o que dificulta a definição de modelos evolutivos mais robustos.

Diversos trabalhos com este intuito foram publicados ao longo das últimas décadas (tabela 3) (Heilbron, 2001; Silva *et al.*, 2002; Noce *et al.*, 2007). Diversas metodologias foram utilizadas e forneceram os seguintes resultados: a) idade paleoproterozóica, com sugestão de porções mais antigas Arqueanas, com migmatização paleoproterozóica e rejuvenescimento neoproterozóico (Cordani et al., 1976; Figueiredo & Teixeira, 1996); b) idade modelo Sm/Nd arqueana (3,26 - 3,02 G) e neoarqueanas (2,64-2,53) (Fischel, 1998; Fischel *et al.*, 1998); c) idades de cristalização de 2,2 Ga (gnaisses bandados cálcioalcalinos) e 2,15 (granitóide colisional) (Heilbron *et al.*, 2001, por ablação a laser); e d) idades de cristalização de 2137 ± 19 a 2041 ± 7 Ma (Noce *et al.*, 2007; U-Pb SHRIMP em zircão). Esses

resultados indicam que o Complexo Mantiqueira é formado por rochas de idade paleoproterozóica, com sugestão de herança Arqueana.

4.2 Análise e Datação U-Pb em Zircão por SHRIMP

A Microsonda Iônica de Alta Resolução é um equipamento utilizado na geocronologia U-Pb de zircão ($ZrSiO_4$), monazita ($CePO_4$), titanita ($CaTiSiO_5$), peroviskita ($CaTiO_3$), rutilo (TiO_2), e badeleíta (ZrO_2). É também usado na análise isotópica de S e Pb e na análise de elementos maiores e traços, incluindo de elementos terras raras (<http://rses.anu.edu.au/prise/SHRIMP.htm>).

O mineral mais utilizado para datar rochas por este método é o zircão ($ZrSiO_4$), o que é função das seguintes propriedades (Basei *et al.*, 1995):

- a) excepcional resistência do retículo cristalino aos eventos externos, o que leva a uma grande capacidade de guardar a memória da história evolutiva de uma rocha;
- b) ocorrência comum em quase todas as rochas, desde ácidas até básicas; e
- c) riqueza relativa em urânio e incompatibilidade geoquímica deste com o chumbo, o que faz com que o chumbo presente na estrutura do zircão seja, quase em sua totalidade, de origem radiogênica.

O zircão ($ZrSiO_4$) é um mineral acessório encontrado praticamente em todas as rochas ígneas, metamórficas e também nas sedimentares detríticas. Suas cores variam entre os tons de laranja, rosa, marrom e marrom escuro. Sua granulometria varia de alguns micrômetros a centímetros. A presença de núcleos de idades mais antigas do que aquelas encontradas nas bordas do grão mostram o caráter retentivo do mineral. Estes núcleos representam relíquias de cristais de zircão mais antigos preservados, mesmo depois da rocha hospedeira ter sofrido metamorfismo, fusão parcial e/ou intemperismo.

4.2.1 Princípio Químico

A base teórica da sistemática isotópica U-Th-Pb foi descrita por diversos autores (p.ex. Faure, 1986 e Dickin, 1997). Os elementos U e Th são membros da chamada

série dos actinídeos. Por causa de configurações eletrônicas similares, Th ($Z = 90$) e U ($Z = 92$) têm propriedades químicas também similares. Ambos os elementos ocorrem na natureza no estado de oxidação tetravalente e seus raios iônicos são similares ($U^{+4} = 1,05 \text{ \AA}$; $Th^{+4} = 1,10 \text{ \AA}$). Conseqüentemente, os dois elementos podem substituir-se extensivamente nos retículos cristalinos e tendem a se concentrar nas fases líquidas residuais de magmas silicosos (Faure, 1986). Entretanto, sob condições oxidantes, o U forma o íon uranila (UO_2^{+2}), no qual o U tem a valência +6. O íon uranila forma compostos que são solúveis em água, o que promove grande mobilidade ao U em ambientes crustais, notadamente os superficiais. Por outro lado, o Th existe apenas na forma tetravalente e seus compostos são geralmente insolúveis em água.

As abundâncias de U e Th nos condritos são 1×10^{-2} e 4×10^{-2} ppm, respectivamente. Esses valores podem ser utilizados como indicadores da baixa abundância desses elementos no manto e na crosta terrestre. Contudo, durante processos de fusão parcial e cristalização fracionada do magma, o U e o Th são concentrados na fase líquida e são incorporados nos produtos enriquecidos em sílica. Por esta razão, as rochas ígneas de composição granítica são fortemente enriquecidas em U e Th, quando comparadas às rochas de composição básica a ultrabásica. Uma contínua diferenciação geoquímica do manto superior também resulta na concentração de U e Th nas rochas da crosta continental.

O Sistema U-Th-Pb baseia-se no decaimento isotópico, sob taxas diferentes, de três isótopos-pai (^{235}U , ^{238}U e ^{232}Th) para três isótopos-filhos (^{207}Pb , ^{206}Pb e ^{208}Pb , respectivamente) (Figura 38, 39 e 40).

A meia vida dos isótopos de U (U^{238} , U^{235}) (Tabela 17) é longa o suficiente para cobrir toda a história da Terra. Os dois isótopos de U decaem para dois isótopos de Pb e, sendo os dois isótopos pai e os dois isótopos filho quimicamente idênticos, dois sistemas de decaimento ocorrem na mesma amostra, o que fornece uma poderosa ferramenta para a datação de rochas.

No decaimento dessa série são formados 43 isótopos de 12 elementos como filhos intermediários, sendo que nenhum é membro de mais de uma série, ou seja, cada corrente de decaimento leva à geração de um isótopo de Pb específico. O decaimento

do ^{238}U produz o ^{206}Pb (Figura 38), de ^{235}U produz o ^{207}Pb (Figura 39) e de ^{232}Th produz o ^{208}Pb (Figura 40).

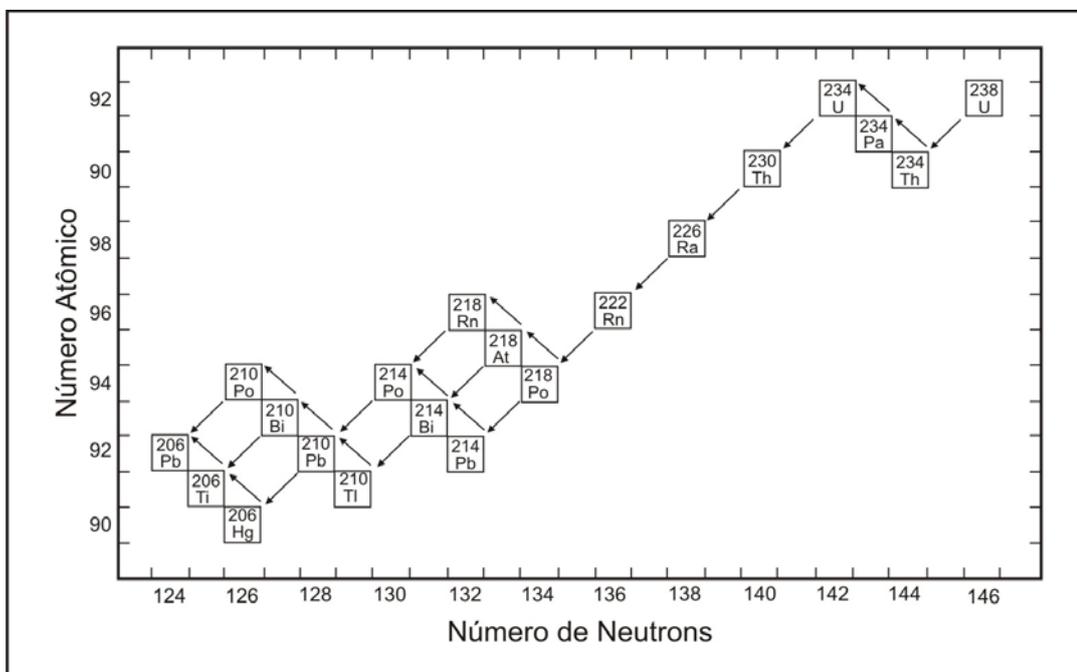


Figura 38 – Decaimento do U^{238} para o Pb^{206} (Faure, 1986).

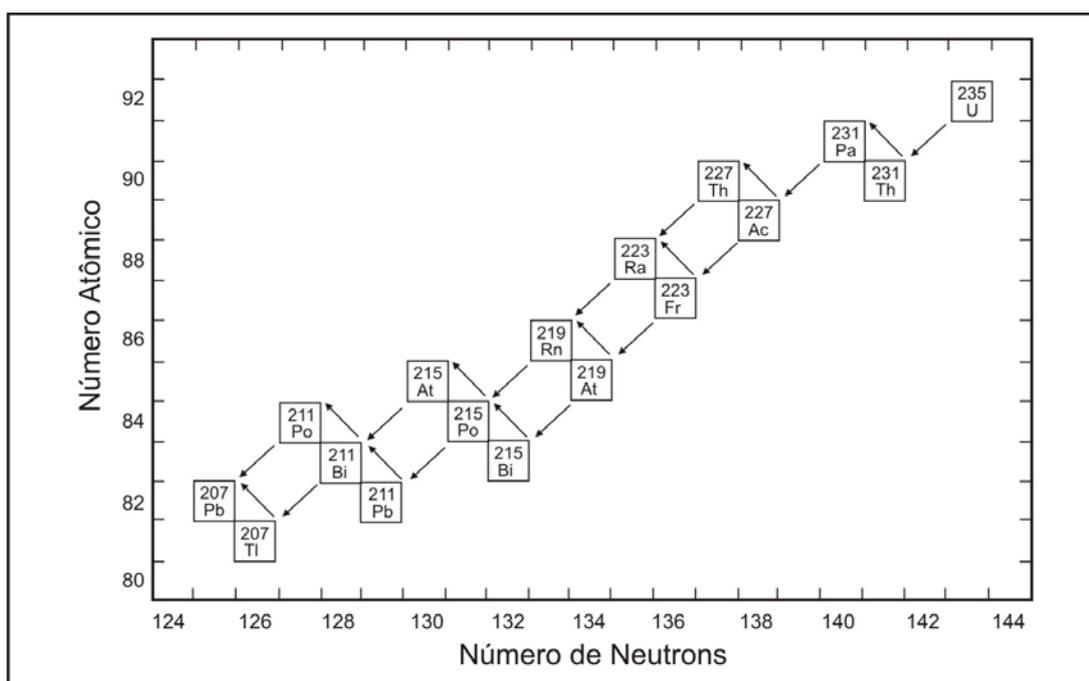


Figura 39 – Decaimento do U^{235} para o Pb^{207} . (Faure, 1986).

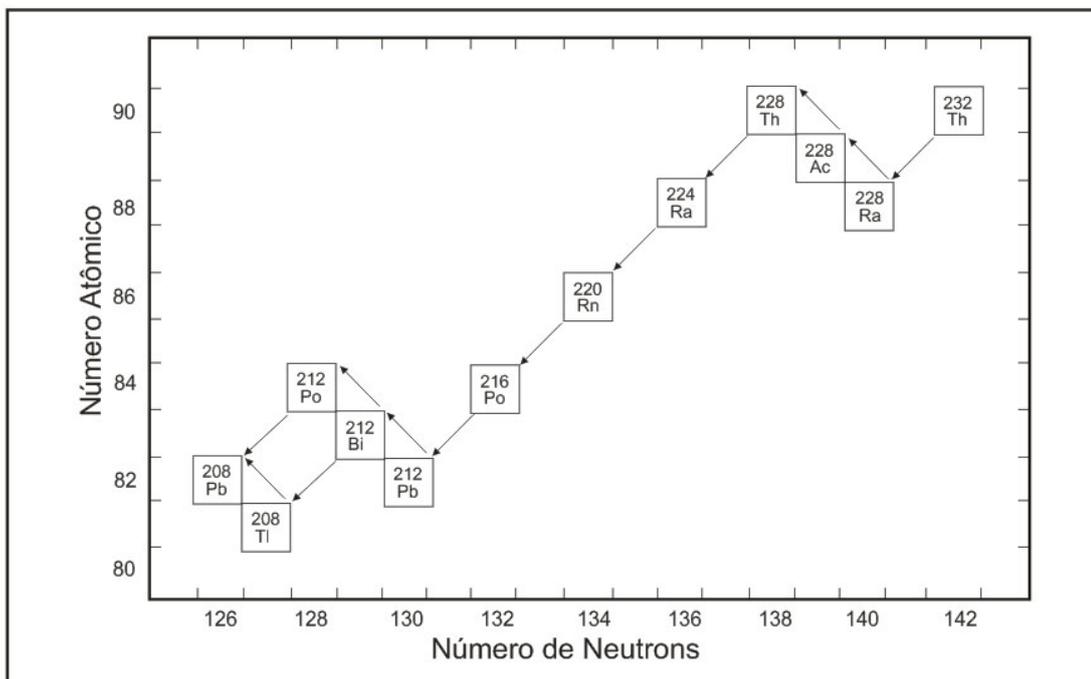


Figura 40 – Decaimento do Th^{232} para o Pb^{208} (Faure, 1986)

Tabela 17 - Abundância isotópica, meia-vida e constante de decaimento dos principais isótopos de U e Th.

Isótopo	Abundância (%)	Meia Vida (anos)	Constante de Decaimento (y^{-1})	Referência
^{238}U	99.2743	4.468×10^9	1.55125×10^{-10}	1
^{235}U	0.7200	0.7038×10^9	9.8485×10^{-10}	1
^{234}U	0.0057	2.47×10^9	2.806×10^{-6}	2
^{232}Th	100.00	14.010×10^9	4.9475×10^{-11}	1

1 – Steiger and Jäger (1977)

2 – Lederer *et al.* (1967)

Como nos demais métodos baseados em elementos radioativos, este é representado matematicamente por uma equação (Faure, 1986) fundamental, que é dada por:

$$D = D_0 + N (e^{\lambda t} - 1), \quad (1)$$

onde D expressa o número de átomos radioativos (átomos radiogênicos/isótopo pai) que existem em algum tempo t e cujo número inicial é dado por D₀ (átomos radioativos/isótopo filho), ou seja, os átomos pais que existiam quando t = 0; λ expressa a constante de decaimento do isótopo em questão; e t seria o tempo decorrido desde o fechamento do sistema isotópico.

Aplicando a equação fundamental de geocronologia (1) para isótopos envolvidos em cada um dos esquemas de decaimento e utilizando ²⁰⁴Pb como isótopo estável de referência, temos (Faure, 1986):

$$\frac{{}^{206}\text{Pb}^*}{{}^{204}\text{Pb}} = \frac{{}^{206}\text{Pb}_i}{{}^{204}\text{Pb}} + \frac{{}^{238}\text{U}}{{}^{204}\text{Pb}} (e^{\lambda_8 t} - 1) \quad (2)$$

$$\frac{{}^{207}\text{Pb}^*}{{}^{204}\text{Pb}} = \frac{{}^{207}\text{Pb}_i}{{}^{204}\text{Pb}} + \frac{{}^{235}\text{U}}{{}^{204}\text{Pb}} (e^{\lambda_5 t} - 1) \quad (3)$$

$$\frac{{}^{208}\text{Pb}^*}{{}^{204}\text{Pb}} = \frac{{}^{208}\text{Pb}_i}{{}^{204}\text{Pb}} + \frac{{}^{232}\text{Th}}{{}^{204}\text{Pb}} (e^{\lambda_2 t} - 1) \quad (4)$$

onde:

²⁰⁶Pb, ²⁰⁷Pb, ²⁰⁸Pb = abundâncias atuais desses isótopos (medidas no laboratório) = Pb inicial (D₀) + Pb radiogênico [N(e^{λt} - 1)]

²⁰⁶Pb_i, ²⁰⁷Pb_i, ²⁰⁸Pb_i = Pb inicial ou comum incorporado ao sistema no momento da cristalização

²³⁵U, ²³⁸U, ²³²Th = abundância do isótopo pai (N, medida no laboratório)

λ₈, λ₅, λ₂ = constantes de decaimento

T = tempo transcorrido desde o fechamento do mineral a Th, U, Pb e todos os isótopos filhos intermediários

O decaimento dos isótopos de U para os de Pb sugere a existência de dois geocronômetros nas seguintes condições: quando o mineral datado permanece fechado para o U e todos os seus isótopos filhos; e quando correções apropriadas são feitas ao Pb incorporado ao mineral na hora de sua formação. Esses dois geocronômetros geram idades concordantes.

As equações 2 e 3 são as equações parâmetros da curva que representa todo o sistema U-Pb concordante. Wetherill (1956) denominou essa curva de concórdia (Figura 41). As análises que plotam na curva indicam que o sistema se manteve fechado, ou seja, não houve perda de Pb, e são assim descritas como concordantes. Por outro lado, aquelas que não plotam na curva são discordantes (sistema aberto) (Figura 41).

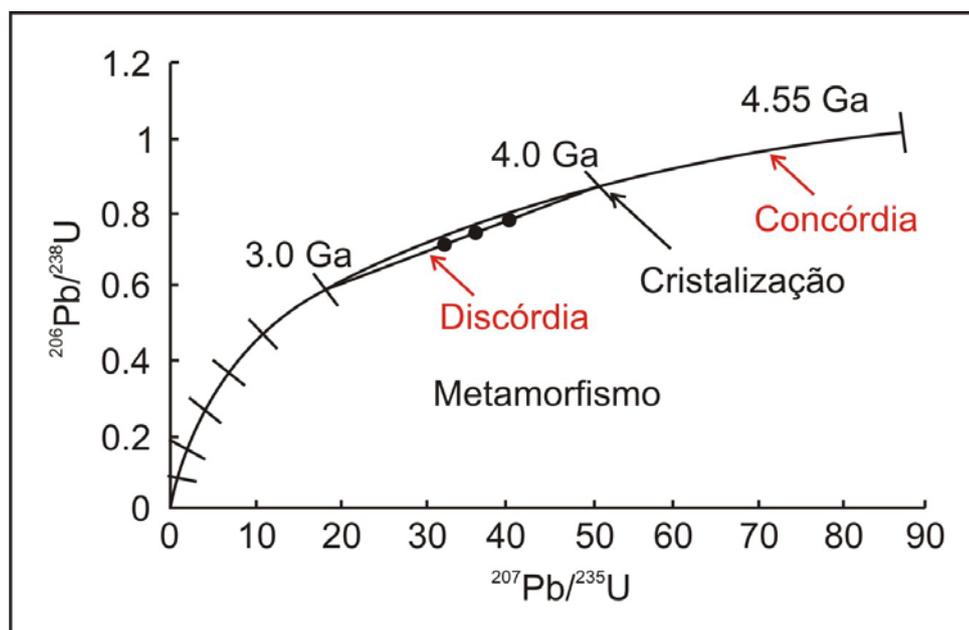


Figura 41 – Diagrama concórdia com três zircões plotados em um intervalo de 3Ga a 4Ga (discórdia): o sistema cristalizou em 4Ga e o sistema abriu devido a um evento metamórfico, em 3Ga gerando perda de Pb.

4.2.2 Utilização do Zircão

A datação de zircão é complexa, pois, embora este mineral seja encontrado em vários tipos de rocha, um mesmo grão pode apresentar várias idades. O zircão é tão resistente que mesmo quando uma rocha se forma a partir da remobilização de material de rochas mais antigas ou sofre processos de fusão parcial, este mineral apresenta comportamento refratária, não sofrendo alterações e agregando mais uma camada ao grão (Figura 42).

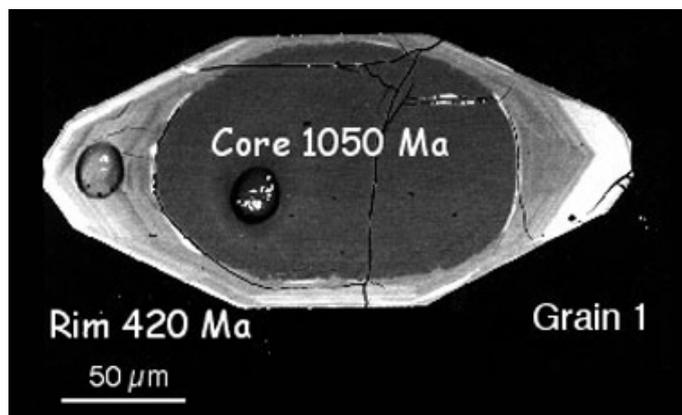


Figura 42 – Zircão mostrando várias zonas de diferentes idades.

O surgimento da metodologia SHRIMP veio facilitar a datação das diversas camadas que podem ser encontradas nos grãos de zircão e de outros minerais de características semelhantes. Este tipo de análise permite fazer medições da ordem de 10 micrômetros (1000 mm).

O SHRIMP ataca o grão de zircão através de um feixe de íons de oxigênio (átomos de oxigênio eletricamente carregados) que, quando incide no grão, libera os íons presentes neste, inclusive aqueles de urânio e chumbo. Estes íons são transportados por forças elétricas e separados em seus diferentes isótopos por forças magnéticas (processo este chamado de espectrometria de massa). Cada um dos isótopos de urânio e chumbo é contado e, assim, a idade do grão de zircão naquele *spot* pode ser calculada.

4.2.3 A Técnica Analítica SIMS

O SIMS (*Secondary Ion Mass Spectrometer*), espectrômetro de massa por ionização secundária, é o equipamento para a análise química e isotópica de pequenas áreas na superfície polida de um grão mineral de diâmetro entre 20 e 30 micrômetros.

A microsonda iônica SHRIMP é um equipamento SIMS de grande porte que utiliza uma fonte primária, constituída por um feixe de elétrons de alta energia (comumente O^{2-}).

O zircão, mineral adequado à geocronologia U-Th-Pb por SIMS, é um mineral que, durante a cristalização, incorpora traços de U e Th, mas pouco ou nada de Pb. Sua alta resistência aos eventos intempéricos e termais é registrada pela presença de zoneamento, cujas diferentes zonas podem revelar a idade de diferentes eventos. Este zoneamento é revelado por catodo-luminescência e pela observação, por meio de microscópio eletrônico de varredura, de seção polida de grãos de zircão (Figura 43) (Ireland & Willians, 2003).

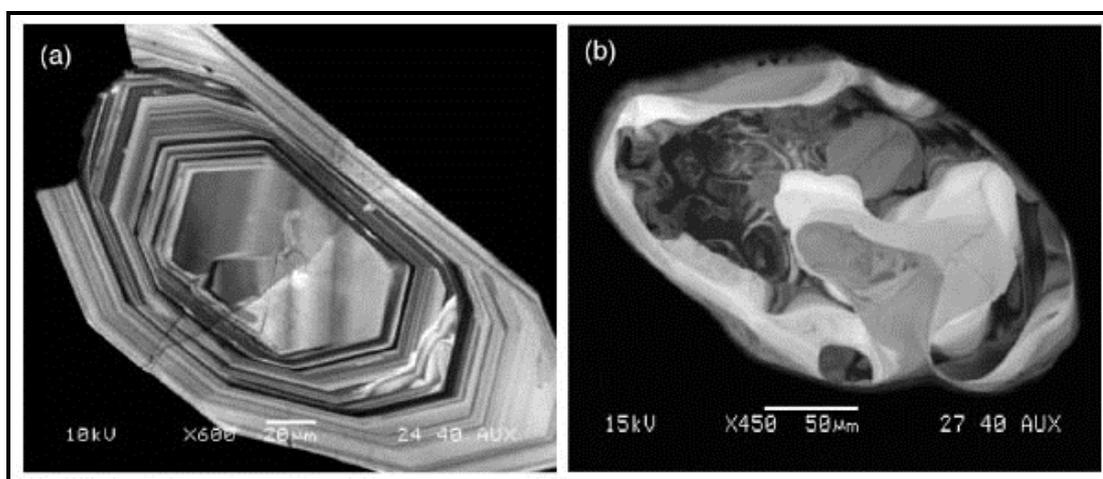


Figura 43 – Imagens de catodo-luminescência de zircões internamente heterogêneos: a) zircão ígneo com zoneamento simples; e b) zircão metamórfico de estrutura interna complexa. Sob o microscópio eletrônico (luz transmitida) ambos os zircões mostram-se homogêneos.

A ionização é realizada por meio do ataque de um feixe de íons de oxigênio (10-30 µm de diâmetro) que bombardeia e erode átomos e moléculas da superfície da amostra (processo denominado *sputtering*, Figura 44), produzindo partículas secundárias ionizadas que são detectadas pelo espectrômetro de massa. Portanto, é possível obter análises de elementos ultra-traços e as razões isotópicas de uma pequena parte do grão mineral. A operação, similar àquela de microsonda eletrônica, procede sem a destruição total das amostras. Entretanto, não há precisão comparável com o ID-TIMS (*Isotope Dilution Thermal Ionization Mass Spectrometry* = Espectrômetro de Massa por Diluição Isotópica e Ionização Térmica) e, além disso, um padrão é necessário. O SIMS fabricado e calibrado exclusivamente para datações U-Pb

é denominado de SHRIMP e permite a realização de, aproximadamente, 50 datações U-Pb por dia.

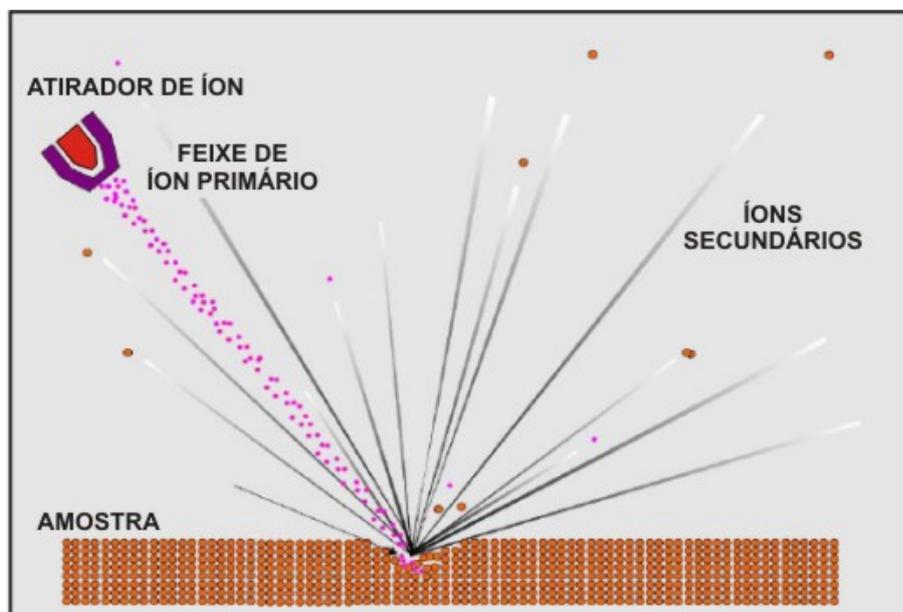


Figura 44 – Esquema mostrando o processo de ionização da amostra.

As análises SIMS não possuem a precisão alcançada pelo ID-TIMS devido ao pequeno volume de material amostrado (Tabela 18). Contudo, este tipo de análise tem relevância em função de sua precisão e acurácia na datação U-Th-Pb em escala intracristalina.

Tabela 18 - Comparação entre as técnicas SHRIMP e ID-TIMS (extraído de Stern, 1997)

Amostra	SHRIMP	ID-TIMS
Massa de zircão analisada	1-10 ng por <i>pit</i>	> 1000 ng por fração
Massa de Pb analisada	~0.1 pg por <i>pit</i>	> 100 pg por fração
Pontos datados por ano	12000 = 40 <i>spot</i> /dia, em 300 dias	1200 (estatística de laboratórios canadenses)
Custo aproximado por amostra	US\$1.000,00 a 2.000,00, dependendo da complexidade do zircão	US\$ 1.500,00 a 2.000,00
Possibilidade de determinação precisa (< 0.1%, 2 σ) de idades (agrupadas) de eventos geológicos	É possível em alguns casos, mas com trabalho muito intensivo e custos muito altos	É rotineiramente possível em muitos casos, mas difícil em zircões complexos
Facilidade para resolver problemas complexos de datação (herança, perda de U-Pb, sobrecrecimentos, etc.)	Alto grau de facilidade, caso exista contraste suficiente de idades entre os eventos	Possível em alguns casos, porém com trabalho intensivo e custos muito altos; pode gerar incertezas na interpretação das idades
Possibilidade de execução de estudos de fontes detríticas	Rotineiramente possível para levantamentos rápidos; menos preciso para determinação de fontes mais jovens (< 1500 Ma)	Pequena, exigindo trabalho intensivo e conseqüentemente a custos muito altos; excelente para determinação de idades mais jovens
Possibilidade de desenvolvimento de estudos <i>in situ</i> (contextuais)	Excelente, tanto em seções polidas quanto em seção de rocha	Impossível
Destino do material analisado	Preservado, método essencialmente não destrutivo	Amostra destruída
Efeito de matriz	Depende do emprego de padrões para neutralização do efeito de matriz	Independente de efeito matriz, não necessitando de padrões

4.2.4 Justificativa da Opção por SIMS

Embora forneça resultados de menor precisão do que a geocronologia convencional (Diluição Isotópica - ID-TIMS), a metodologia SHRIMP é extremamente vantajosa na datação de zircões complexos, como aqueles com herança complexa (talvez de mais de uma fonte) ou perda de Pb ou nos casos em que o zircão deve ser analisado *in situ*, devido à facilidade de obtenção de dados em múltiplas populações e em distintas áreas de um mesmo grão. A metodologia SHRIMP é também vantajosa em termos de tempo, pois consiste em uma técnica que gera resultados rápidos com uma precisão horizontal e vertical (profundidade) que não encontram precedentes. Como os resultados são obtidos em tempo real, é possível testar, modificar, rejeitar ou confirmar hipóteses em um período curto de algumas horas.

Por outro lado, a diluição isotópica ainda é o método mais adequado para a obtenção de resultados de alta precisão em zircões homogêneos.

Dada a complexidade evolutiva, registrada em literatura e também no presente trabalho, das rochas do Complexo Mantiqueira, considera-se que a metodologia SHRIMP seja a mais adequada, uma vez que o conhecimento de sua história envolve a elucidação de processos relacionados a sua origem, evolução magmática e retrabalhamentos pós-magmáticos. Assim, fez parte da presente tese uma estada de quatro meses na Australian National University (ANU), em Canberra, para a obtenção de dados U-Pb por SHRIMP em zircão. O Grupo *Prise* (grupo de pesquisa do *Reserach School of Earth Science* da ANU) foi pioneiro no desenvolvimento da microsonda iônica de alta resolução, implementada no final da década de 70, e esta instituição é hoje o maior centro de referência na área.

As análises realizadas (U-Pb em zircão) visam a obtenção de dados petrológicos e geocronológicos (idades de cristalização, herança e metamorfismo), a fim de definir a evolução geológica dessas rochas.

4.2.5 A Microsonda Iônica de Alta Resolução

Dentre os diversos sistemas isotópicos conhecidos, o mais apropriado para este tipo de análise é o sistema U-Pb. A principal vantagem se deve ao fato deste ser um sistema par, ou seja, ele possui dois isótopos de U (^{235}U e ^{238}U) que decaem para dois isótopos de Pb (^{207}Pb e ^{206}Pb , respectivamente).

a) Descrição

O *Shrimp* é um espectrômetro de massa de ionização secundária (SIMS) de grande diâmetro e duplo foco. Ele pode medir, com rapidez, o teor isotópico e a abundância de elementos em quantidade tão baixa quanto 5 μm . Portanto, ele é muito utilizado em análises de minerais de estrutura e química complexas, comumente encontrados em terrenos metamórficos, algumas rochas ígneas e em minerais detríticos em rochas sedimentares (Williams, 1998).

b) Função

A espectrometria de massa (MS) utiliza o movimento de íons em campos elétricos e magnéticos para classificá-los de acordo com sua relação massa-carga. Este equipamento opera sob o princípio de que os íons podem ser desviados por campos elétricos e magnéticos. Desta maneira, a espectrometria de massa é uma técnica analítica por meio da qual as substâncias químicas são identificadas através da separação dos íons gasosos em campos elétricos e magnéticos.

Os espectrômetros de massas constam de quatro partes básicas: um sistema de manipulação para introduzir a amostra no equipamento; uma fonte de íon, na qual é produzido um feixe de partículas que incide sobre as amostras, ionizando-as; um analisador que separa os íons de acordo com sua massa-carga; e um detector, no qual os íons separados são recolhidos e identificados.

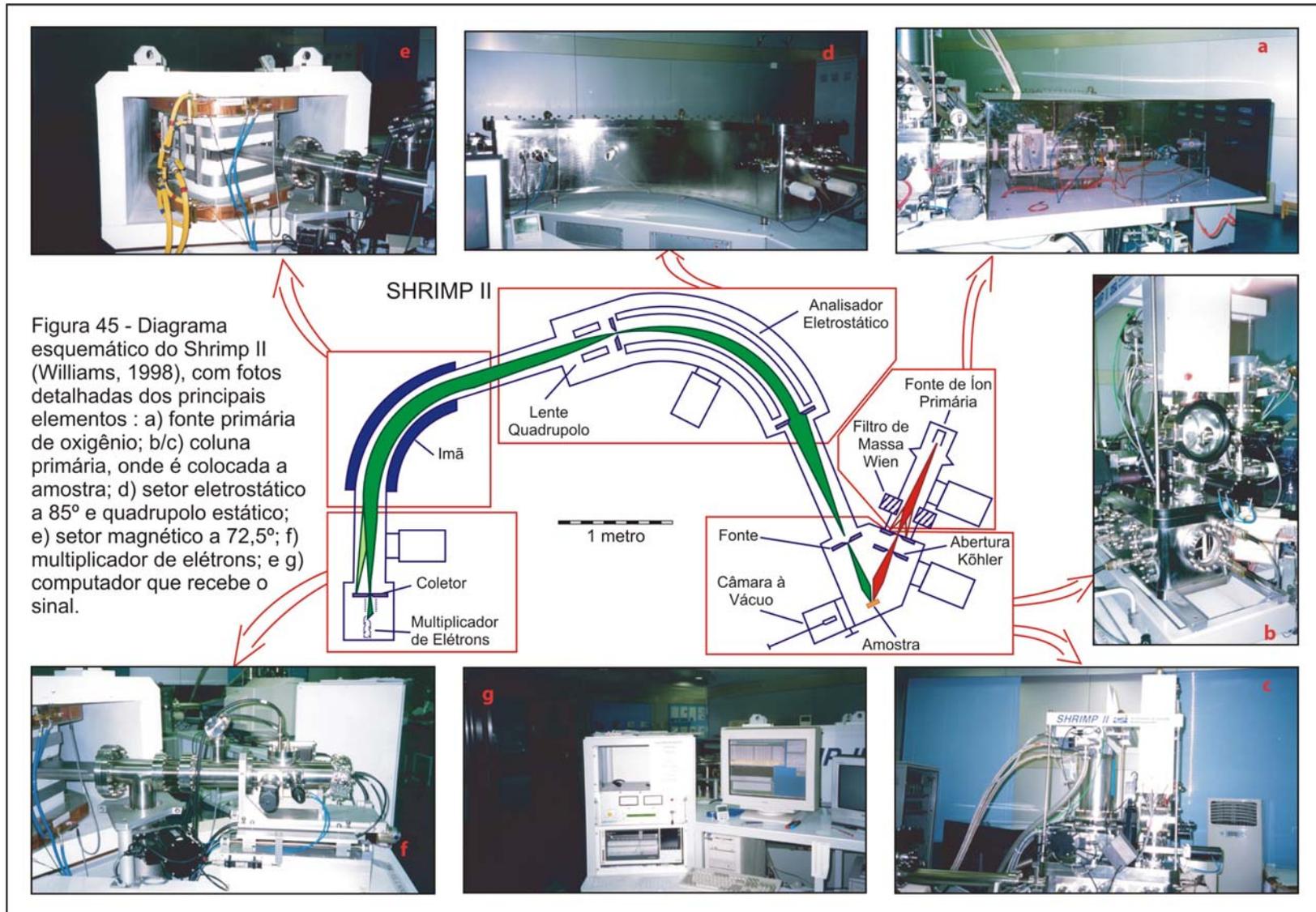
c) Geometria

O oxigênio é o íon primário preferido para as análises U-Pb Shrimp por causar menos danos aos componentes óticos, quando comparado aos danos causados por qualquer outro gás eletronegativo como, por exemplo, o Cl e o F. Um catodo frio de duoplasma é a primeira fonte de íons de oxigênio (Figura 45a) que passa através de um filtro de massa Wein, a fim de selecionar as espécies de íon primário desejadas (usualmente O^{2-}).

Entre o duoplasma e a coluna primária, existe uma diferença potencial de aproximadamente 10kV. Por isso, os íons de oxigênio aceleram em direção à coluna primária, onde é colocada a amostra (Figura 45b/c). Na coluna, a abertura Köller modifica o íon O^{2-} para alcançar um foco preciso e uma densidade uniforme do íon primário na superfície alvo. Na coluna primária, existe também um sistema ótico que gera uma imagem de alta qualidade, refletida ou transmitida, da superfície da amostra.

O íon primário acerta a amostra na câmara a vácuo e vaporiza uma pequena parte do cristal. Os íons secundários produzidos são extraídos a -10kV da amostra. Esses íons são focados no analisador de massa secundário por um sistema de lentes, ajustadas para coincidir com o mesmo. O analisador de massa consiste em três elementos principais: um setor eletrostático a 85° (Figura 45d); um quadrupolo estático (figura 45e); e um setor magnético a $72,5^\circ$.

Os íons defletidos pelo analisador de massa são contados por um ou mais multiplicadores de elétrons (Figura 45f). Nas análises de zircões os íons são normalmente contados por um único multiplicador de elétrons. Os sinais coletados são transportados para o computador (Figura 45g) que mostra os dados adquiridos e a idade medida (Figura 45).



4.3 Procedimentos e Métodos de Análise e Datação U-Pb em Zircão por SHRIMP para as rochas do Complexo Mantiqueira

A metodologia utilizada nessa etapa da pesquisa consistiu de diversas etapas e procedimentos, como apresentado a seguir.

4.3.1 Seleção de Litotipos para a Geocronologia U-Pb (SHRIMP)

Com base na caracterização litológica-petrográfica do Complexo Mantiqueira apresentada no Capítulo III, decidiu-se pela análise de cerca de 16 amostras, distribuídas dentre as várias suítes/grupos que constituem essa unidade (Tabela 19).

Tabela 19 – Características Químicas das suítes/grupos do Complexo Mantiqueira

Série	Suíte	SiO ₂	MgO	(La/Yb) _N	Litotipos
Transicional	1	47,11 – 50,84	4,63 – 6,97	2,13 – 4,78	Anfibolitos
	2	47,66 – 51,50	3,31 – 6,87	1,11 – 22,78	Anfibolitos
Calcioalcalina	1	58,51 – 65,02	1,74 – 4,48	11,37 – 38,26	Gnaiss cinza ora bandado ora homogêneo
	2	58,89 – 72,60	0,29 – 3,42	4,35 – 9,28	Gnaiss cinza levemente foliado e leucognaisses
	3	64,27 – 76,63	0,10 – 2,25	16,57 – 38,79	Hornblenda Leucognaiss
	4	69,24 – 76,99	0,18 – 1,02	46,69 – 65,06	Granito róseo
	5	60,62 – 77,02	0,18 – 2,47	72,89 – 468,19	Leucogranito

4.3.2 Coleta de Amostras

Tendo sido selecionados os litotipos a serem datados, foram realizadas três campanhas de coleta de amostras em pedreiras, ativas e abandonadas, da região de Juiz de Fora (Figuras 46). Foram coletadas 16 amostras de diferentes litotipos do Complexo Mantiqueira, sendo 5 de rochas intermediárias a ácidas e 11 de rochas básicas (Tabela 20).



Figura 46 – Coleta de amostras (30 kg para rochas ácidas e 50 kg para rochas básicas).

Os afloramentos amostrados foram detalhadamente descritos, visando refinar e trazer mais informações para a caracterização petrográfica e estrutural dos litotipos e suas relações.

Tabela 20 – Amostras coletadas para geocronologia U-Pb por SHRIMP

Ponto Amostrado	Coordenadas UTM	Tipo de Afloramento	Litotipo Amostrado	Quantidade de amostra
JF-CM-29I	6.624.817.747 76.047.840.731	Pedreira abandonada	Anfibolito	± 500g
JF-CM-29II	6.624.817.747 76.047.840.731	Pedreira abandonada	Ortognaisse	30 kg
JF-CM-190E	6.636.790.137 75.971.886.179	Pedreira abandonada	Ortognaisse	30 kg
JF-CM-564II	6.626.622.425 75.977.875.799	Pedreira abandonada	Ortognaisse	30 kg
JF-CM-564IV	6.626.622.425 75.977.875.799	Pedreira abandonada	Leucognaisse	30 kg
JF-CM-577G	6.732.825.638 75.945.959.909	Pedreira ativa	Ortognaisse	30 kg
JF-CM-577H	6.732.825.638 75.945.959.909	Pedreira ativa	Anfibolito	50 kg
JF-CM-585I	6.753.791.216 76.000.179.763	Pedreira ativa	Ortognaisse	30 kg
JF-CM-585II	6.753.791.216 76.000.179.763	Pedreira ativa	Anfibolito	50 kg
JF-CM-516III	6.753.791.216 76.000.179.763	Pedreira ativa	Anfibolito	± 1 kg
JF-CM-516IV	6.753.791.216 76.000.179.763	Pedreira ativa	Leucognaisse	± 1 kg
JF-CM-30A	6.615.019.742 76.026.581.011	Afloramento de Rodovia	Ortognaisse	± 500g
JF-CM-30B	6.615.019.742 76.026.581.011	Afloramento de Rodovia	Ortognaisse	± 500g
JF-CM-58A	6.739.353.026 76.074.640.536	Pedreira abandonada	Ortognaisse	± 500g

4.3.3 Preparação de Amostras e Separação Mineral

Esta etapa de preparação de amostra e separação mineral foi realizada no Laboratório Geológico de Processamento de Amostras, da Faculdade de Geologia da UERJ.

Primeiramente, com o auxílio de um martelo, as amostras coletadas no campo passaram por uma redução de tamanho, para fragmentos de, aproximadamente, 5 a 10 cm³. Estes fragmentos foram britados em um britador de mandíbulas e moídos em um moinho de discos até obter-se uma granulação entre 10 e 300 micra (Figuras 47). Entre a preparação de uma amostra e outra, o britador de mandíbulas e o moinho de discos foram desmontados e cuidadosamente limpos com detergente, escova de aço, água, álcool e ar comprimido.

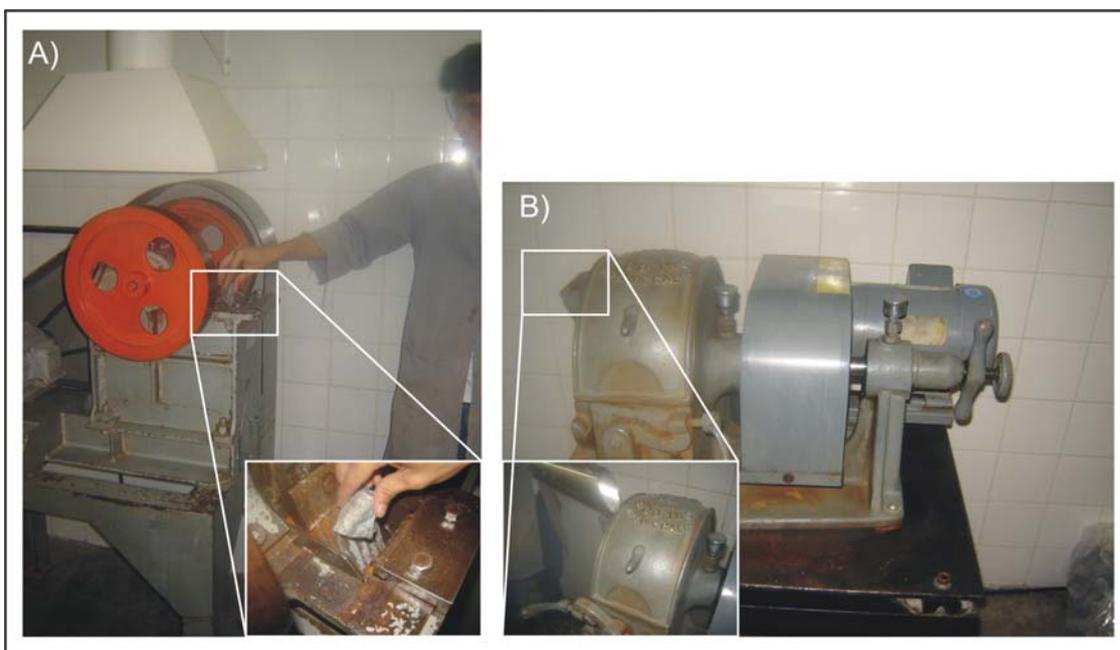


Figura 47 – Redução no tamanho da amostra através de: A) Britador de mandíbulas; e B) Moinho de discos.

Essas amostras, depois de moídas, passaram por bateamento manual, quando, então, minerais leves são separados dos pesados, fornecendo, assim, um concentrado de minerais pesados (de densidade relativamente alta), no qual os minerais de interesse ficam retidos. Após este processo, os concentrados foram levados a estufas para secagem e posterior imersão no bromofórmio, a fim de se obter um concentrado o mais homogêneo possível (Figura 48).

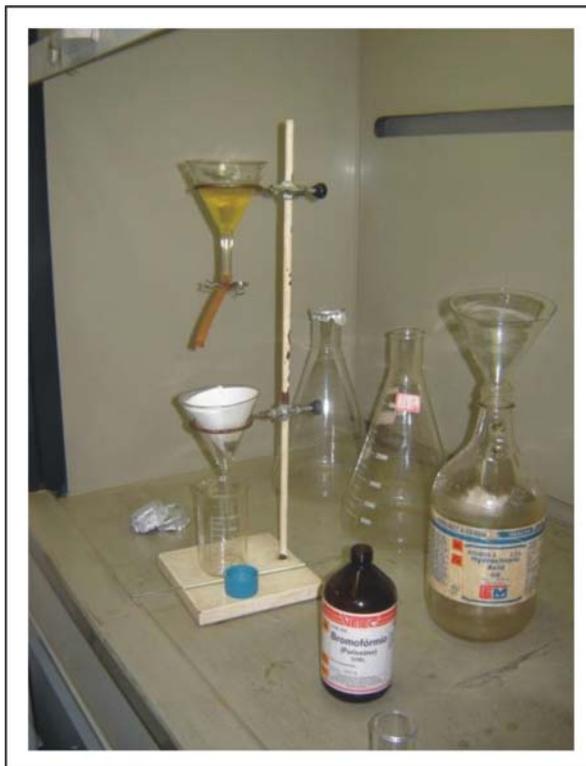


Figura 48 – Imersão do concentrado em bromofórmio.

Uma segunda etapa da separação mineral consistiu, com o auxílio de um imã de mão, em eliminar os minerais magnéticos, como a magnetita e a ilmenita, bem como possíveis partículas de metal das placas dos pulverizadores.

Após a retirada dos minerais magnéticos, o concentrado foi processado no separador magnético Frantz e exposto a 6 diferentes correntes magnéticas (0,2A, 0,50A, 0,75A, 1,0A, 1,5A atraível e 1,5A não atraível), gerando 6 diferentes frações (Figura 49). A inclinação da canaleta foi ajustada para 10° para todas as amostras, a fim de separar os minerais a partir de suas propriedades magnéticas (paramagnetismo e diamagnetismo) e obter um concentrado o mais homogêneo possível.

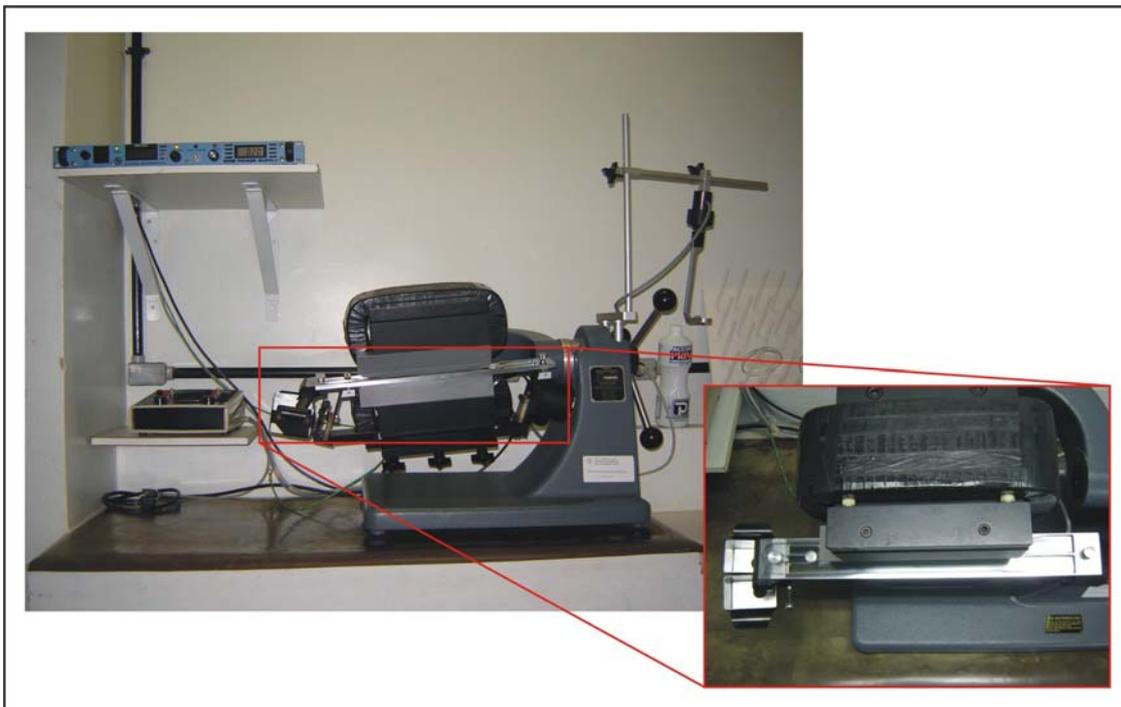


Figura 49 – Separador Magnético Frantz.

Após o processamento de cada amostra no separador magnético Frantz, este era desmontado e cada peça era lavada com água, detergente e álcool e seca com o auxílio de ar comprimido. Estas medidas são adotadas no sentido de se evitar qualquer tipo de contaminação.

4.3.4 Seleção e Montagem dos Grãos de Zircão

De posse do concentrado, partiu-se para a escolha dos melhores grãos de zircão em lupa binocular com aumento de até 50 vezes e uma pinça não magnética. A escolha baseou-se na morfologia, cor e tamanho dos zircões. Utilizando-se a fração menos magnética, devido a pureza do mineral, ou seja, mineral sem inclusões ou fraturas, foi escolhida, em cada amostra, uma média de 100 a 150 grãos de zircão.

As amostras de rochas básicas não apresentaram zircão na fração 1,5A não atraível, tendo, então, sido necessário partir para a seleção de grãos das frações paramagnéticas.

Os minerais escolhidos eram selecionados e preparados em uma montagem que consistia de 4 amostras alvo e 1 amostra de zircões padrão (Figura 50). Foram utilizados como zircões padrão o FC1 (Paces & Miller, 1993) e o SL13 (Claoué-Long *et al.*, 1995). A montagem consistia de resina epox de 26 mm de diâmetro. Uma vez resfriada, a resina passava por um processo de corte e polimento até mais ou menos metade da espessura dos grãos, para que houvesse a exposição da sua estrutura interna, e posterior revestimento das mesmas com uma fina camada de ouro, sob vácuo.

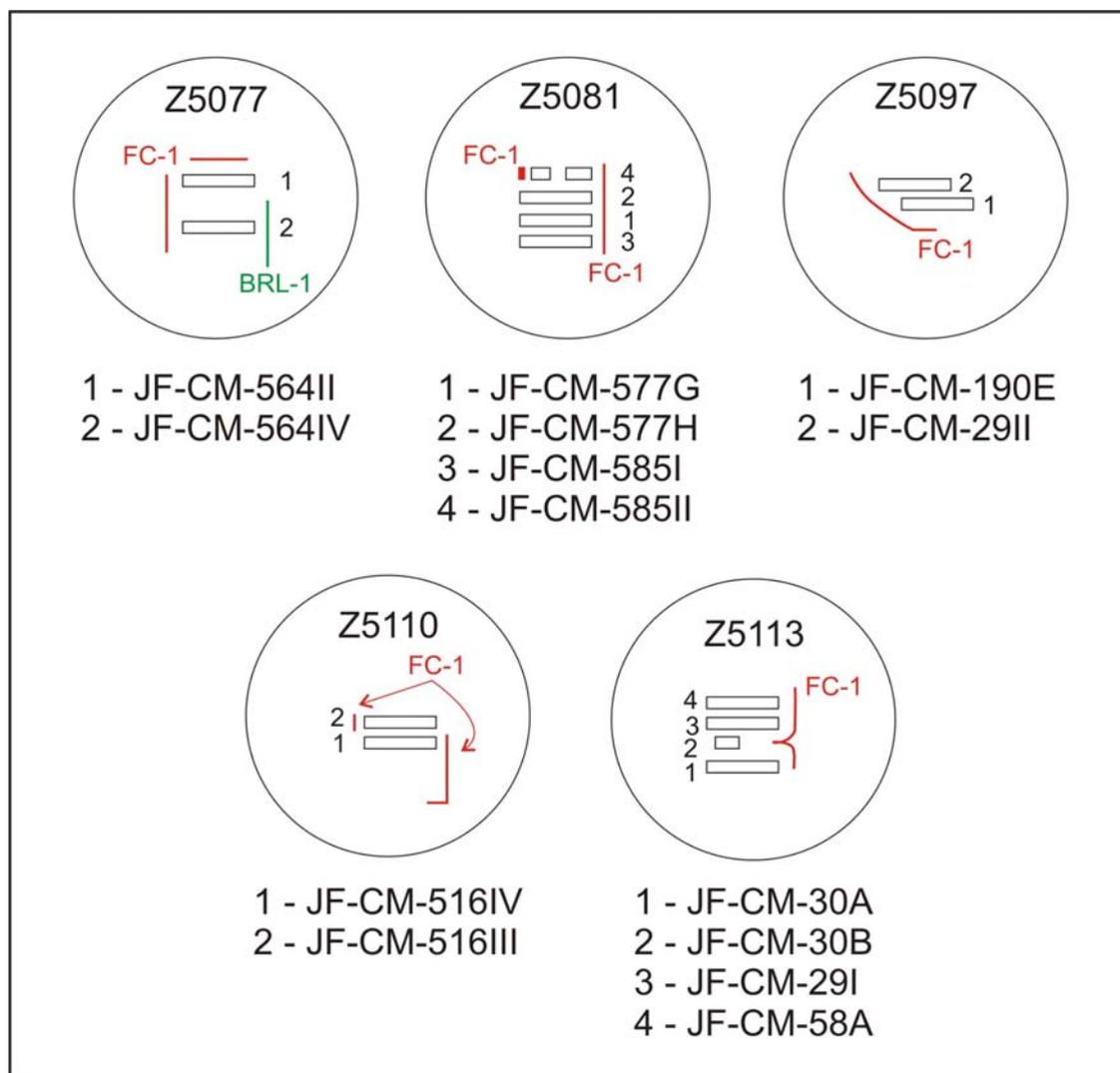


Figura 50 – Desenho esquemático das montagens.

4.3.5 Imageamento da montagem

De posse da montagem, esta passou por uma sessão de fotos, obtidas com o auxílio de uma câmera fotográfica acoplada a um microscópio de luz refletida e transmitida, com aumento de até 50 vezes (Figura). Posteriormente, foi realizado um imageamento da montagem, utilizando fotos de catodo-luminescência (CL) e elétrons retro-espalhados (BSE), tiradas em microscópio eletrônico de varredura (MEV) (Figura 51).

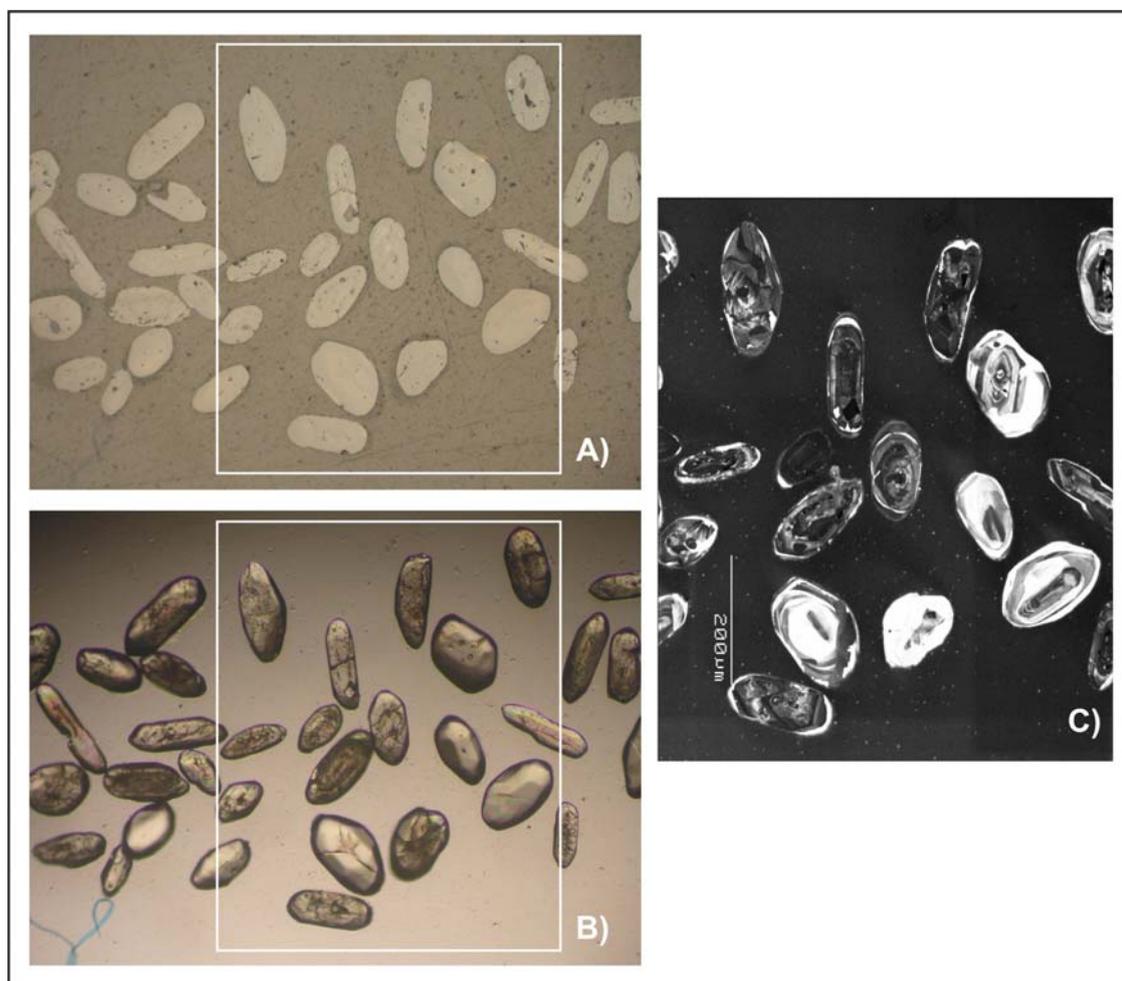


Figura 51 – Imagens da amostra JF-CM-564II, na montagem Z5077, em: A) Luz transmitida, B) Luz refletida; e C) Catodo-luminescência.

Tanto as fotos em luz transmitida e refletida quanto aquelas de catodoluminescência, foram utilizadas somente para melhor orientar a escolha dos grãos a serem atacados no SHRIMP, uma vez que essas fotos auxiliavam na identificação de inclusões ou falhas na estrutura interna do mineral. As fotos em luz transmitidas foram também utilizadas na confecção de um mapa de zircão, de cada montagem (Figura 52), com o intuito de ajudar na localização do grão mineral, no momento da análise no SHRIMP.



Figura 52 – Mapa da montagem Z5081, utilizado na localização dos grãos de zircão.

4.3.6 Análise U,Th-Pb das amostras no SHRIMP

4.3.6.1 A Microsonda Iônica de Alta Resolução (*Sensitive High-Resolution Ionic Microprobe – SHRIMP*) da *Australian National University*

As análises U-Pb, realizadas nas dependências do *Research School of Earth Science/ANU/ Canberra-Austrália*, consistiu na preparação de 14 amostras divididas em 5 montagens. Foram utilizadas para tanto duas microsondas iônicas, o SHRIMP II e o SHRIMP RG (Figura 53).

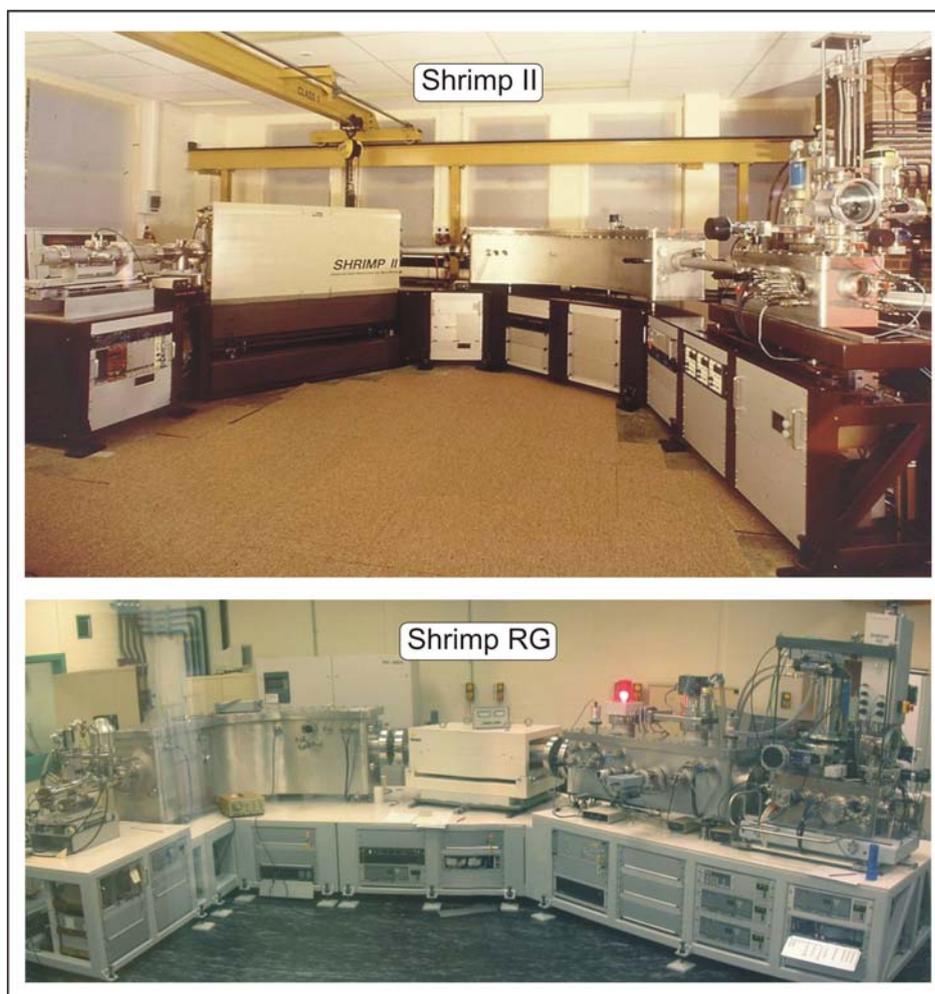


Figura 53 – Microsonda Iônica de Alta Resolução (SHRIMP – *Sensitive High Resolution Ion MicroProbe*) do *Research School of Earth Science/ANU/ Canberra-Austrália*

4.3.6.2 O Parâmetro Estatístico MSWD

O parâmetro estatístico MSWD (*Mean Squares of the Weighted Deviated*) permite caracterizar a consistência analítica em qualquer sistemática que utilize tratamento de regressão isocrônica (Rb-Sr, Sm-Nd, U-Pb) e razões iniciais, como nos métodos Sm-Nd e Rb-Sr (Silva, 2006). O MSWD é a soma dos quadrados da dispersão de cada ponto analítico, dividido pelo grau de liberdade (número de razões – 2). É uma medida do ajuste linear (dispersão) dos dados relativamente aos limites do erro analítico, e reflete o grau de probabilidade de um grupo de idades fazer ou não parte de uma única população. Para ter coerência geológica, idealmente falando, o MSWD (= dispersão das idades medidas) deve ser menor ou igual ao valor do erro analítico. Entretanto, para se ter alto grau de confiabilidade sobre se os dados representam uma concórdia verdadeira e que as razões medidas fazem parte de uma única população geologicamente coerente, o valor de MSWD deve ser próximo a 1, embora rotineiramente tolere-se valores de até 2.5.

Discórdias/isócronas com MSWD superiores a 2.5 devem ser encaradas com cautela, porque o excesso de dispersão dos pontos analisados não pode ser atribuído unicamente ao erro analítico, passando a ser considerado indicativo de erro geológico. Significa que mais de uma população de idades podem fazer parte do mesmo grupo, isto é, o resultado pode representar uma mistura de idades e, na maioria dos casos, pode não ter significado geológico (Silva, 2006).

4.3.6.3 Condições Analíticas e Tratamento dos Dados

Para se obter uma calibração U/Pb acurada, realiza-se a análise de 3 grãos de zircão de idade desconhecida para cada zircão FC1 padrão. Cada uma dessas análises consiste em seis leituras das massas $^{196}\text{Zr}_2\text{O}$ (duração de 2s), ^{204}Pb (10 segundos), massa 204,1 (*background*, 10 segundos), ^{206}Pb (10 segundos), ^{207}Pb (30 segundos), ^{208}Pb (5 segundos), ^{238}U (5 segundos), ^{248}ThO (5 segundos), e ^{254}UO (2 segundos). As idades são reduzidos de maneira similar a descrita por Williams (1998) usando a macro do SQUID Excel, formulada por Ludwig (2000). A calibração para a razão U/Pb dos

grãos é feita pela normalização do valor de 0,1859 para as razões de $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ dos zircões padrões FC1, equivalentes à idade de 1099Ma (Paces & Miller, 1993).

Incertezas na calibração U/Pb das diversas sessões analíticas são incluídas nas idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ computadas ou idade da concórdia (Ludwig, 1998), mas não são incluídas nas análises individuais como visto nas tabelas de dados. As correções para o Pb comum são feitas utilizando-se o modelo de valores apropriado de Stacey & Kramers (1975). As concentrações de U e Th são determinadas relativamente àquelas medidas no padrão SL13 (Claoué-Long *et al.*, 1995).

Projeções de concórdia, regressões e qualquer cálculo de idade são feitos utilizando-se o Isoplot 3.00 (Ludwig, 2003).

4.4 Dados Geocronológicos U-Pb SHRIMP do Complexo Mantiqueira

4.4.1 Introdução

Os dados geocronológicos U-Pb obtidos para as rochas do Complexo Mantiqueira serão expostos neste capítulo.

Foram selecionadas 15 amostras do Complexo Mantiqueira para datação U-Pb SHRIMP em zircão, que abrangeu praticamente todas as suítes/grupos, definidas neste trabalho, com exceção da suíte 2 da série transicional, no intuito de se obter informações referentes à época de cristalização do magma, metamorfismo, e idades de herança.

Durante o processo de seleção e montagem dos grãos, procurou-se abranger as diversas variedades de zircão quanto às formas, tamanhos e cores, sendo priorizados grãos diamagnéticos em busca de resultados mais concordantes e procurou-se evitar as áreas com fraturas, metamictização, inclusões fluídas e minerais. Algumas populações paramagnéticas, referentes as rochas básicas, também foram selecionadas devido a ausência de zircão na fração diamagnética. O Anexo 3 apresenta uma tabela contendo as características dos grãos analisados, bem como o posicionamento dos *spots* e as respectivas idades $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ obtidas.

A seguir será apresentada uma descrição dos litotipos amostrados (Tabela 21), as características dos zircões selecionados e as idades U-Pb SHRIMP obtidas.

Tabela 21 – Correlação entre as amostras utilizadas na análise U-Pb SHRIMP neste trabalho e no trabalho de Duarte (1998) e suas respectivas séries e suítes

Série	Suíte	Amostras deste trabalho	Amostras de Duarte (1998)
Transicional	Suíte 1	JF-CM-577H	JF-CM-577B
	Suíte 1	JF-CM-585II	---
	Suíte 1	JF-CM-516III	---
	Suíte 1	JF-CM-29I	JF-CM-29Q
Calcioalcalina	Suíte 1	JF-CM-29II	JF-CM-29T
	Suíte 1	JF-CM-30A	JF-CM-30A
	Suíte 2	JF-CM-30B	JF-CM-30B
	Suíte 2	JF-CM-564IV	JF-CM-564I
	Suíte 3	JF-CM-58A	---
	Suíte 3	JF-CM-516IV	---
	Suíte 4	JF-CM-585I	---
	Suíte 5	JF-CM-190E	JF-CM-190D
	Suíte 5	JF-CM-564II	JF-CM-564A e B
	Suíte 5	JF-CM-577G	JF-CM-577C

4.4.2 Petrografia e Geocronologia U-Pb SHRIMP do Complexo Mantiqueira

A seguir serão apresentados os dados geocronológicos U-Pb SHRIMP em zircão obtidos para as rochas do Complexo Mantiqueira. Visando uma melhor compreensão, será, primeiramente, apresentada uma descrição detalhada dos litotipos amostrados para geocronologia. Essa apresentação será feita segundo as séries/suítes/grupos definidos no capítulo III e um sumário é apresentado na tabela 21.