



**Universidade do Estado do Rio de Janeiro**

Centro de Tecnologia e Ciências

Faculdade de Geologia

Thaís Gualandi Faria

**Idades U-Pb e Lu-Hf das Rochas do Complexo Caparaó, porção Meridional  
do Orógeno Araçuaí, Espírito Santo-Minas Gerais, Brasil**

Rio de Janeiro

2016

Thaís Gualandi Faria

**Idades U-Pb e Lu-Hf das Rochas do Complexo Caparaó, porção Meridional do Orógeno  
Araçuaí, Espírito Santo-Minas Gerais, Brasil.**

Dissertação apresentada, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre, ao Programa de Pós-Graduação em Análise de Bacias e Faixas Móveis, da Universidade do Estado do Rio de Janeiro. Área de concentração: Tectônica, petrologia e Recursos Minerais.

Orientador: Prof. Dr. Sérgio Wilians de Oliveira Rodrigues

Coorientador: Prof. Dr. Mauro Cesar Geraldes

Rio de Janeiro

2016

CATALOGAÇÃO NA FONTE  
UERJ / REDE SIRIUS / BIBLIOTECA CTC/C

F224 Faria, Thaís Gualandi.  
Idades U-Pb e Lu-Hf das Rochas do Complexo Caparaó,  
porção Meridional do Orógeno Araçuaí, Espírito Santo-Minas  
Gerais, Brasil / Thaís Gualandi Faria. – 2016.  
172 f. : il.

Orientador: Sérgio Wilians de Oliveira Rodrigues.  
Coorientador: Mauro Cesar Geraldles.  
Dissertação (Mestrado) - Universidade do Estado do Rio de  
Janeiro, Faculdade de Geologia.  
Bibliografia.

1. Geologia isotópica – Teses. 2. Geoquímica – Teses. 3.  
Tempo Geológico – Teses. 4. Petrologia – Caparaó, Serra do  
(MG) – Teses. 5. Caparaó, Serra do (MG) – Teses. I.  
Rodrigues, Sérgio Wilians de Oliveira. II. Geraldles, Mauro  
Cesar. III. Universidade do Estado do Rio de Janeiro.  
Faculdade de Geologia. IV. Título.

CDU 550.42:551(815.1)

Autorizo, apenas para fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta  
dissertação, desde que citada a fonte.

---

Assinatura

---

Data

Thaís Gualandi Faria

**Idades U-Pb e Lu-Hf das Rochas do Complexo Caparaó, porção Meridional do Orógeno  
Araçuaí, Espírito Santo-Minas Gerais, Brasil**

Dissertação apresentada, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre, ao Programa de Pós-Graduação em Análise de Bacias e Faixas Móveis, da Universidade do Estado do Rio de Janeiro. Área de concentração: Tectônica, petrologia e Recursos Minerais.

Aprovada em 06 de Maio de 2016.

Banca Examinadora:

---

Prof. Dr. Sérgio Wilians de Oliveira Rodrigues (Orientador (a))  
Faculdade de Geologia – UERJ

---

Prof. Dr. Maro Cesar Geraldês (Coorientador (a))  
Faculdade de Geologia – UERJ

---

Prof. Dra. Renata da Silva Schmitt  
Universidade Federal do Rio de Janeiro

Rio de Janeiro

2016

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho a minha mãe, amiga, Maria José Gualandi Faria pela máxima confiança, apoio e amor incondicional nas horas mais difíceis deste trabalho. Nada seria sem você mãe.

## AGRADECIMENTOS

Expresso meus sinceros agradecimentos a todas as pessoas que, direta ou indiretamente, me influenciaram de forma positiva durante esses anos de mestrado. Primeiramente a Deus pelo discernimento, oportunidade e por se fazer tão presente em minha vida, me mostrando sempre o melhor caminho a seguir.

A minha família, em especial minha mãe Maria José Gualandi Faria, minha avó Margarida Pereira Faria e meu irmão Felipe Gualandi Faria, por toda paciência que me transmitiu nos momentos mais difíceis. Em especial também aos meus tios Cátia e Manoel pelo acolhimento em sua casa e família nesses dois últimos anos.

Agradeço também aos meus verdadeiros amigos, que me propiciaram vivenciar o valor da verdadeira amizade durante esse período, tanto nas horas de diversão e tranquilidade, como nas horas mais difíceis. Em especial aos companheiros de mestrado Monique, Priscila, Gabriella, Guilherme, Leandro e Aimée e aos amigos para toda a vida Bruna, Rafael, Beatriz, Beatris Lucas, Larissa Bodart, Larissa Salvador, Caio, Eliza e Rodrigo.

Não poderia me esquecer de agradecer a meus orientadores, professores e amigos Mauro, Sérgio e Motoki (*in Memoriam*) pela compreensão de minhas limitações quando necessário, auxílio e disponibilidade em todos os momentos que precisei. Profissionais como vocês é que inspiram estudantes como nós. Muito Obrigada pelo conhecimento adquirido e a oportunidade de trabalhar com vocês!

Agradeço a FAPERJ pelo auxílio da bolsa de mestrado e também aos funcionários do multilab e LGPA, em especial Bruna Saar, Gabriella, Raimundo e aos demais que não foram citados, obrigada pela disponibilidade e paciência para me auxiliar na preparação e análise das minhas amostras. Aos funcionários da secretaria da pós-graduação da UERJ, Mariane e Juçara, que sempre nos tratam de forma mais educada possível e estão de prontidão para resolver nossos problemas. Muito obrigada meninas!

Por fim a todos os professores da UERJ que de alguma forma influenciaram na minha formação Mônica Heibron, Beatriz Paschoal, Anderson Costa, Julio Almeida, Koji Kawashita.

Meus sinceros agradecimentos a todos!

Todos os nossos sonhos podem se realizar, se tivermos a coragem de persegui-los.

*Walt Disney*

## RESUMO

GUALANDI, Thaís Faria. **Idades U-Pb e Lu-Hf das Rochas do Complexo Caparaó, porção Meridional do Orógeno Araçuai, Espírito Santo-Minas Gerais, Brasil.** 2016. 172f. Dissertação (Mestrado em Geologia) – Faculdade de Geologia, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016.

O presente trabalho foi realizado na região da Serra do Caparaó, situada na divisa dos estados de Minas Gerais e Espírito Santo. As associações litológicas presente na área foram correlacionadas ao Complexo Juiz de Fora e representariam uma parte do embasamento ortoderivado, de idade Riacciana (ca. 2,19 Ga), ocorrendo como lascas tectônicas nos paragneisses das margens passivas, na porção oriental do Orógeno Araçuai. Logo o estudo sistemático das idades isotópicas U-Pb e Lu-Hf pelo método LA-ICP-MS em zircões visam fomentar implicações tectônicas quanto à natureza das rochas granulíticas do Complexo Caparaó, de modo a objetivar o entendimento e caracterização da evolução paleoproterozoica do sul do Cráton do São Francisco. Logo, foram realizadas as análises isotópicas U-Pb e Lu-Hf de quatorze amostras das diferentes unidades estratigráficas do Complexo e uma da rocha encaixante representada pelos granitóides neoproterozoico-cambrianos (suíte Galileia). Para as análises isotópicas utilizou-se a técnica de imageamento dos zircões a partir da catodoluminescência (CL), onde foi possível a observação da estrutura interna e externa desses grãos, assim como as variações nas taxas de luminescência. O método CL também permitiu a identificação dos padrões de zonação que podem tanto ser magmáticos como metamórficos, possibilitando a seleção das áreas específicas para a datação U-Pb e com isso realizar a distinção entre idades de cristalização magmática e metamorfismo. As idades U-Pb encontradas na maior parte das amostras, evidenciaram a existência de pelo menos dois eventos termais, o primeiro e mais antigo relacionado à idade do magmatismo Paleoproterozoico do evento Transamazônico e outro ligado a rehomogeneização isotópica dos protólitos magmáticos dessas rochas no Brasileiro. A idade de cristalização mais antiga dessas rochas foi de  $2.209 \pm 22$  Ga é encontra-se na Unidade Ortognaisse Granulítico do complexo. Já a idade de  $1.775 \pm 13$  encontrada no intercepto superior de uma das amostras da Unidade Ortognaisse Migmatítico indicou que o período de cristalização perdurou até esse período. Nas amostras que registraram uma série de idades neoproterozoicas o intervalo geocronológico encontrado foi de  $633 \pm 22$  a  $584 \pm 29$  Ma. Por fim os dados Lu-Hf sugeriram valores de  $\epsilon_{\text{Hf}}^{\text{que indicam}}$  magmatismo juvenil (mantélico) com envolvimento de crosta continental na gênese dessas rochas, logo ocorrerá alguma contaminação o que explicaria a variabilidades dos valores desse parâmetro. A partir de todos os resultados adquiridos tornou-se possível correlacionar o Complexo Caparaó ao Terreno Juiz de Fora e determinar quatro estágios evolutivos para a área em questão.

**Palavras-chave:** Complexo Caparaó. LA-ICP-MS. Orógeno Araçuai.



## ABSTRACT

GUALANDI, Thaís Faria. **U-Pb and Lu-Hf ages of the Rocks of the Caparaó Complex, Southern portion of the Araçuaí Orogen, Espírito Santo-Minas Gerais, Brazil.** 2016. 172f. Dissertation (Master in Geology) - Faculty of Geology, Rio de Janeiro State University of Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016, **Rio de Janeiro State University**, Rio de Janeiro, 2016.

The study was carried at the Serra do Caparaó region, located between the border of Minas Gerais and Espírito Santo states. The lithological associations found in this area were correlated to the Juiz de Fora Complex and may represent part of the Rhyacian (ca 2.19 Ga) ortho-derived basement, occurring as a inlier tectonic in the passive-margin-derived paragneiss, in the eastern portion of the Araçuaí Orogen. Therefore, the systematic study of U-Pb and Lu-Hf (LA-ICP-MS) isotopic ages in Zircons aim to investigate the tectonic implications related to the nature of Caparaó Complex granulitic rocks focusing on the better understanding and characterization of the southern Paleoproterozoic evolution of the São Francisco Craton. U-Pb and Lu-Hf isotopic analysis were carried in fourteen samples from different stratigraphic units of the Serra do Caparaó and one from the enclosing rocks which is represented by the Neoproterozoic-Cambrian granitoids (Galileia Pluton). The Zircon Imaging Technique from cathodoluminescence was used for the U-Pb isotopic analysis in order to observe the grains internal and external structure, as well as variations in the rates of luminescence. This method allowed the identification of zoning patterns, which are both magmatic and metamorphic, and enabled for the select specific areas for U-Pb dating and thus realize the distinction between magmatic crystallization ages and metamorphism. The ages found in the majority samples indicates that at least two thermal events occurred in the area. The former and oldest is related to the Transamazônico Paleoproterozoic magmatism whereas the second event age may represent the isotopic homogenization of the magmatic protoliths during the Brasiliano event. The age of the oldest crystallization of these rocks was  $2,209 \pm 22$  Ga and is found within the Granulitic Ortognaiss Unit of the Complex. Since the age of  $1.775 \pm 13$  found in the upper intercept of a sample of Unit Orthogneiss migmatitic indicated that the crystallization period lasted until this period. In the samples that registered a number of ages Neoproterozoic the geochronological interval was  $633 \pm 22$  to  $584 \pm 29$  Ma. Finally the Lu-Hf data suggested  $\epsilon_{\text{Hf}}$  values indicating juvenile magmatism (mantle) with involvement of continental crust in the genesis of these rocks, soon occur any contamination which would explain the variability of the values of this parameter. From all acquired results became possible to correlate the Caparaó Complex to Land Juiz de Fora and determine four evolutionary stages for the area in question

**Key-words:** Caparaó Complex. LA-ICP-MS. Araçuaí Orogen.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.3-1	Localização da área de estudo.....	18
Figura 2.3-1	Mapa de pontos e geológico.....	21
Figura 2.4-1	Etapas da preparação das amostras.....	23
Figura 2.4-2	Frascos de amostra nas frações utilizadas do Frantz.....	24
Figura 2.5-1	Amostras separadas pra preparação do epóxi.....	25
Figura 2.5-2	Família de zircões em luz refletida e luz transmitida.....	25
Figura 2.5-3	Etapas de confecção do epóxi.....	26
Figura 2.5-4	Microscópio Eletrônico de Varredura e banho metálico realizado.....	26
Figura 2.6-1	Imagem no MEV do tipo elétrons retro espalhados em amostras.....	27
Figura 2.6-2	Imagens do MEV tipo catodoluminescência.....	28
Figura 2.7-1	Sequência de procedimento de um espectrômetro de massa.....	29
Figura 2.7-2	Esquema de um Espectrômetro de Massa com indução por plasma.....	30
Figura 2.7-3	Espectrômetro de Massa ICP-MS e Laser do Multilab UERJ.....	31
Figura 2.9-1	Esquema do funcionamento do procedimento Branket análises U-Pb.....	34
Figura 2.9-2	Esquema do funcionamento do procedimento Branket análises Lu-Hf.....	35
Figura 2.10.1-1	Zonação oscilatória.....	36
Figura 2.10.1-2	Zonação Convoluta.....	36
Figura 2.10.1-3	Formatos comuns em zircões de rochas metamórficas de alto grau.....	37
Figura 2.10.2-1	Diagrama da concórdia.....	39
Figura 2.10.3-1	Isótopos de Interesse do Sistema Lu-Hf.....	40
Figura 2.10.3-2	Evolução Isotópica do Hf em um reservatório condrítico.....	41
Figura 3.2-1	Mapa Geológico da região onde afloram as rochas do Complexo Juíz de Fora e Caparaó nos estados de Minas Gerais e Espírito Santo.....	46
Figura 3.3-1	Mapa Geológico do Complexo Caparaó.....	48
Figura 3.3-2	Rochas da Suíte Caparaó.....	49
Figura 3.3-3	Leucossoma migmatítico de composição granítica e granulação grossa.....	49
Figura 3.2.4	Afloramento típico de paragneisse associado ao Grupo Andrelândia.....	51
Figura 3.5.1	Tipos de dobras encontradas na área de estudo.....	54
Figura 3.6.1-1	Geologia do extremo sudeste do Cráton São Francisco.....	56
Figura 3.6.1-2	<i>Cartoon</i> mostrando a evolução do Cinturão Mineiro.....	57

Figura 4.2.1-1	Aspectos petrográficos e de ocorrência do Ortognaisse Granulítico.....	62
Figura 4.2.1-2	Enclaves do ortopiroxênio gnaisse máfico na Unidade ortognaises migmatizado.....	63
Figura 4.2.1-3	Fotomicrografias das rochas da unidade Ortognaisse Granulítico.....	66
Figura 4.2.1-4	Fotomicrografias de alguns pontos onde a variação opx-cpx-hbr gnaisse.....	67
Figura 4.2.1-5	Fotomicrografias da variação da unidade gnaisse granulítico.....	68
Figura 4.2.2-1	Aspectos morfológicos dos Ortognaises Migmatizados do Complexo Caparaó.....	69
Figura 4.2.2-2	Aspecto de campo do Ortognaisse Migmatizado.....	71
Figura 4.2.2-3	Aspectos petrográficos do Ortognaisse Migmatizado.....	74
Figura 4.3.1-1	Imagem de catodoluminescência mostra a morfologia dos zircões.....	77
Figura 4.3.1-2	Diagrama discórdia-concórdia U/Pb LA-ICP-MS obtido na amostra CPR 03.	79
Figura 4.3.1-3	Diagrama com valores de épsilon Hf vs. Tempo da amostra CPR 03.....	81
Figura 4.3.1-4	Diagrama com valores de $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$ inicial vs. Tempo da amostra CPR 03...	81
Figura 4.3.2-1	Zircões presentes na amostra CPR 04.....	82
Figura 4.3.2-2	Diagrama discórdia-concórdia U/Pb LA-ICP-MS obtido na amostra CPR 04.	84
Figura 4.3.2-3	Diagrama com valores de épsilon Hf vs. Tempo da amostra CPR 04.....	86
Figura 4.3.2-4	Diagrama com valores de $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$ inicial vs. Tempo da amostra CPR 04...	86
Figura 4.3.3-1	Catodoluminescência mostrando a morfologia dos zircões amostra CPR 10...	87
Figura 4.3.3-2	Diagrama discórdia-concórdia U/Pb LA-ICP-MS obtido na amostra CPR 10.	90
Figura 4.3.3-3	Diagrama com valores de épsilon Hf vs. tempo da amostra CPR 10.....	92
Figura 4.3.3-4	Diagrama com valores de $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$ inicial vs. Tempo da amostra CPR 10...	92
Figura 4.3.4-1	Catodoluminescência mostrando zonação oscilatória com sobrecrecimento metamórfico.....	93
Figura 4.3.4-2	Diagrama discórdia-concórdia U/Pb LA-ICP-MS obtido na amostra CPR 08.	96
Figura 4.3.4-3	Diagrama com valores de épsilon Hf vs. tempo da amostra CPR 08.....	98
Figura 4.3.4-4	Diagrama com valores de $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$ inicial vs. Tempo da amostra CPR 08...	98
Figura 4.3.5-1	Imagem de catodoluminescência com destaque para os grãos com evidências de fluidização.....	99
Figura 4.3.5-2	Diagrama discórdia-concórdia U/Pb LA-ICP-MS obtido na amostra CPR 13.	102
Figura 4.3.5-3	Diagrama com valores de épsilon Hf vs. Tempo da amostra CPR 13.....	103
Figura 4.3.5-4	Diagrama com valores de $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$ inicial vs. tempo da amostra CPR 13....	104
Figura 4.2.6-1	Imagem de catodoluminescência mostra a morfologia dos zircões com	

	núcleos convolutos.....	105
Figura 4.3.6-2	Diagrama discórdia-concórdia U/Pb LA-ICP-MS obtido na amostra CPR 20.	107
Figura 4.3.6-3	Diagrama com valores de épsilon Hf vs. tempo da amostra CPR 20.....	108
Figura 4.3.6-4	Diagrama com valores de $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$ inicial vs. tempo da amostra CPR 20....	109
Figura 4.3.7-1	Catodoluminescência mostra zircões com zonação oscilatória e convoluta.....	110
Figura 4.3.7-2	Diagrama discórdia-concórdia U/Pb LA-ICP-MS obtido na amostra CPR 18.	113
Figura 4.3.7-3	Diagrama com valores de épsilon Hf vs. Tempo da amostra CPR 18.....	115
Figura 4.3.7-4	Diagrama com valores de $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$ inicial vs. Tempo da amostra CPR 18...	115
Figura 4.3.8-1	Imagem de CL ilustrando os padrões que ocorrem na amostra CPR 05.....	116
Figura 4.3.8-2	Diagrama discórdia-concórdia U/Pb LA-ICP-MS obtido na amostra CPR 05.	119
Figura 4.3.8-3	Diagrama com valores de épsilon Hf vs. tempo da amostra CPR 05.....	121
Figura 4.3.8-4	Diagrama com valores de $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$ inicial vs. Tempo da amostra CPR 05...	122
Figura 4.3.9-1	A imagem de CL mostrando grãos alongados e arredondados e suas respectivas texturas.....	123
Figura 4.3.9-2	Diagrama discórdia-concórdia U/Pb LA-ICP-MS obtido na amostra CPR 02.	125
Figura 4.3.9-3	Diagrama com valores de épsilon Hf vs. Tempo da amostra CPR 02.....	127
Figura 4.3.9-4	Diagrama com valores de $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$ inicial vs. Tempo da amostra CPR 02...	127
Figura 4.3.10-1	Imagem de CL mostram zonação oscilatório.....	128
Figura 4.3.10-2	Diagrama discórdia-concórdia U/Pb LA-ICP-MS obtido na amostra CPR 09.	131
Figura 4.3.10-3	Diagrama com valores de épsilon Hf vs. Tempo da amostra CPR 09.....	132
Figura 4.3.10-4	Diagrama com valores de $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$ inicial vs. Tempo da amostra CPR 09...	133
Figura 4.3.11-1	Padrão convoluto de textura de zircões e poucos grãos com padrão oscilatório.....	134
Figura 4.3.11-2	Diagrama discórdia-concórdia U/Pb LA-ICP-MS obtido na amostra CPR 12.	137
Figura 4.3.11-3	Diagrama com valores de épsilon Hf vs. Tempo da amostra CPR 12.....	138
Figura 4.3.11-4	Diagrama com valores de $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$ inicial vs. Tempo da amostra CPR 12...	139
Figura 4.3.12-1	Nesta amostra os grãos de zircão ocorrem com texturas de zonação mais complexas.....	140
Figura 4.3.12-2	Diagrama discórdia-concórdia U/Pb LA-ICP-MS obtido na amostra CPR 14.	142
Figura 4.3.12-3	Diagrama com valores de épsilon Hf vs. Tempo da amostra CPR 14.....	143
Figura 4.3.12-4	Diagrama com valores de $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$ inicial vs. Tempo da amostra CPR 14...	144
Figura 4.3.13	A imagem de CL mostra os padrões de zonação dos zircões presente na amostra CPR 13.....	145

Figura 4.3.13-2	Resultados das análises Hf nos grãos de zircão da CPR 22.....	148
Figura 4.3.13-3	Diagrama com valores de épsilon Hf vs. Tempo da amostra CPR 22.....	149
Figura 4.3.13-4	Diagrama com valores de $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$ inicial vs. Tempo da amostra CPR 22...	150
Figura 4.3.14-1	Imagem de CL mostra a morfologia dos zircões que poucas vezes ocorrem bem formados.....	151
Figura 4.3.14-2	Diagrama discórdia-concórdia U/Pb LA-ICP-MS obtido na amostra CPR 15.	154
Figura 4.3.14-3	Diagrama com valores de épsilon Hf vs. Tempo da amostra CPR 15.....	155
Figura 4.3.14-4	Diagrama com valores de $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$ inicial vs. Tempo da amostra CPR 15...	156

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.4-1	Relação de amostras coletadas e análises que foram realizadas.....	22
Tabela 2.4-2	Separação dos minerais no Frantz Inicial.....	24
Tabela 2.8-1	Configuração dos coletores Faraday e CDDs para as análises isotópicas de U-Pb.....	32
Tabela 2.8-2	Configuração dos coletores Faraday utilizados para as análises de Lu-Hf.....	33
Tabela 2.10.2-1	Os isótopos de Interesse e suas características.....	38
Tabela 4.3.1-1	Dados isotópicos U-Pb LA-ICP-MS da amostra CPR 03.....	78
Tabela 4.3.1-2	Resultados das análises Hf nos grãos de zircão da CPR 03.....	80
Tabela 4.3.2-1	Dados isotópicos U-Pb LA-ICP-MS da amostra CPR 04.....	83
Tabela 4.3.2-2	Resultados das análises Hf nos grãos de zircão da CPR 04.....	85
Tabela 4.3.3-1	Dados isotópicos U-Pb LA-ICP-MS da amostra CPR 10.....	88
Tabela 4.3.3-2	Resultados das análises Hf nos grãos de zircão da CPR 10.....	91
Tabela 4.3.4-1	Dados isotópicos U-Pb LA-ICP-MS da amostra CPR 08.....	95
Tabela 4.3.4-2	Resultados das análises Hf nos grãos de zircão da CPR 08.....	97
Tabela 4.3.5-1	Dados isotópicos U-Pb LA-ICP-MS da amostra CPR 13.....	101
Tabela 4.3.5-2	Resultados das análises Hf nos grãos de zircão da CPR 13.....	103
Tabela 4.3.6-1	Dados isotópicos U-Pb LA-ICP-MS da amostra CPR 20.....	106
Tabela 4.3.6-2	Resultados das análises Hf nos grãos de zircão da CPR 20.....	108
Tabela 4.3.7-1	Dados isotópicos U-Pb LA-ICP-MS da amostra CPR 18.....	111
Tabela 4.3.7-2	Resultados das análises Hf nos grãos de zircão da CPR 18.....	114
Tabela 4.3.8-1	Dados isotópicos U-Pb LA-ICP-MS da amostra CPR 05.....	117
Tabela 4.3.8-2	Resultados das análises Hf nos grãos de zircão da CPR 05.....	120
Tabela 4.3.9-1	Dados isotópicos U-Pb LA-ICP-MS da amostra CPR 02.....	124
Tabela 4.3.9-2	Resultados das análises Hf nos grãos de zircão da CPR 02.....	126
Tabela 4.3.10-1	Dados isotópicos U-Pb LA-ICP-MS da amostra CPR 09.....	130
Tabela 4.3.10-2	Resultados das análises Hf nos grãos de zircão da CPR 09.....	132
Tabela 4.3.11-1	Dados isotópicos U-Pb LA-ICP-MS da amostra CPR 12.....	135
Tabela 4.3.11-2	Resultados das análises Hf nos grãos de zircão da CPR 12.....	138
Tabela 4.3.12-1	Dados isotópicos U-Pb LA-ICP-MS da amostra CPR 14.....	141

Tabela 4.3.12-2	Resultados das análises Hf nos grãos de zircão da CPR 14.....	143
Tabela 4.3.13-1	Dados isotópicos U-Pb LA-ICP-MS da amostra CPR 22.....	146
Figura 4.3.13-2	Diagrama discórdia-concórdia U/Pb LA-ICP-MS obtido na amostra CPR 22.....	149
Tabela 4.3.14-1	Dados isotópicos U-Pb LA-ICP-MS da amostra CPR 15.....	153
Tabela 4.3.14-2	Resultados das análises Hf nos grãos de zircão da CPR 15.....	155

## SUMÁRIO

	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	16
1	<b>OBJETIVOS E JUSTIFICATIVA</b> .....	17
1.1	<b>Objetivos</b> .....	17
1.1.1	<u>Objetivos Gerais</u> .....	17
1.1.2	<u>Objetivos Específicos</u> .....	17
1.2	<b>Justificativa</b> .....	17
1.3	<b>Localização e Vias de Acesso</b> .....	18
2	<b>MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	20
2.1	<b>Introdução</b> .....	20
2.2	<b>Levantamento Bibliográfico</b> .....	20
2.3	<b>Etapas de Campo</b> .....	20
2.4	<b>Preparação das Amostras</b> .....	21
2.5	<b>Confecção do Epóxi</b> .....	24
2.6	<b>Imageamento dos Cristais de Zircão por MEV</b> .....	27
2.7	<b>Técnica Analítica ICP-MS-LA</b> .....	29
2.8	<b>Configurações do LA-ICP-MS e Aquisição de Dados</b> .....	31
2.9	<b>Tratamento de Dados</b> .....	33
2.10	<b>Datação de Rochas granulíticas pelo Método U-Pb e Lu-Hf</b> .....	35
2.10.1	<u>Morfologia e Textura dos Grãos de Zircões</u> .....	35
2.10.2	<u>O Sistema Isotópico U-Pb</u> .....	37
2.10.3	<u>O Sistema Isotópico Lu-Hf</u> .....	39
3	<b>GEOLOGIA REGIONAL</b> .....	43
3.1	<b>Introdução</b> .....	43
3.2	<b>Complexo Juíz de Fora</b> .....	43
3.3	<b>Complexo Caparaó</b> .....	46
3.4	<b>Encaixantes regionais</b> .....	49
3.4.1	<u>Grupo Andrelândia</u> .....	49
3.4.2	<u>Granitóides Foliados a Gnaissificados Neoproterozoicos</u> .....	50
3.4.3	<u>Granitoides Cambrianos</u> .....	51
3.5	<b>Metamorfismo/deformação do Complexo Caparaó</b> .....	51



3.6	<b>Intervalos Geocronológicos Importantes a esta Dissertação.....</b>	54
3.6.1	<u>Período de 2121 ±7 Ga a 2255 ±6 Ga: O Cinturão Mineiro O SE do Cráton São Francisco.....</u>	54
3.6.2	<u>Período de 1595±10 a 1729±14: Suíte Borrachudos.....</u>	56
3.6.3	<u>Período de 640 a 620 Ma: Evento Magmático Neoproterozoico na Faixa Ribeira - O Arco Magmático Rio Negro.....</u>	57
4	<b>RESULTADOS .....</b>	58
4.1	<b>Introdução.....</b>	58
4.2	<b>Aspectos de Campo e Petrografia.....</b>	58
4.2.1	<u>Unidade Ortognaisse Granulítico.....</u>	58
4.2.2	<u>Unidade Ortognaisse Migmatizado.....</u>	66
4.3	<b>Geocronologia U=Pb e Lu-Hf.....</b>	71
4.3.1	<u>Amostra CPR 03.....</u>	71
4.3.2	<u>Amostra CPR 04.....</u>	78
4.3.3	<u>Amostra CPR 10.....</u>	83
4.3.4	<u>Amostra CPR 08.....</u>	89
4.3.5	<u>Amostra CPR 13.....</u>	95
4.3.6	<u>Amostra CPR 20.....</u>	100
4.3.7	<u>Amostra CPR 18.....</u>	105
4.3.8	<u>Amostra CPR 05.....</u>	112
4.3.9	<u>Amostra CPR 02.....</u>	118
4.3.10	<u>Amostra CPR 09.....</u>	124
4.3.11	<u>Amostra CPR 12.....</u>	129
4.3.12	<u>Amostra CPR 14.....</u>	135
4.3.13	<u>Amostra CPR 22.....</u>	140
4.3.14	<u>Amostra CPR 15.....</u>	147
	<b>DISCUSSÕES E CONCLUSÕES .....</b>	152
	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	157
	<b>ANEXO -- Zircões Utilizados nas análises U-Pb e Lu-Hf.....</b>	163

## INTRODUÇÃO

Os estudos geocronológicos tornaram-se nas últimas décadas uma ferramenta analítica indispensável para os estudos nas geociências. No Brasil, essas técnicas estão gradativamente mais aprimoradas, possibilitando assim o avanço no conhecimento dos diversos processos geológicos que ocorrem na dinâmica terrestre.

No âmbito dessa temática, a área escolhida para esta dissertação foi a Serra do Caparaó, situada na divisa dos estados de Minas Gerais e Espírito Santo, na região meridional do Orógeno Araçuai, constituindo o setor norte da Província Mantiqueira (Pedrosa-Soares *et al.* 2001). Tais associações litológicas foram correlacionadas na literatura ao Complexo Juiz de Fora e representariam uma parte do embasamento ortoderivado, de idade Riacciana (ca. 2,19 Ga), do Orógeno Araçuai (Campos-Neto & Figueiredo, 1990). Logo o estudo sistemático das idades U-Pb e Lu-Hf (LA-ICP-MS) dessas rochas visam fomentar implicações tectônicas quanto a natureza deste terreno. A utilização dos métodos U-Pb e Lu-Hf em conjunto apresentam dados robustos para a reconstrução geotectônica dos terrenos geológicos. Sendo o primeiro método responsável por fornecer a idade de cristalização e metamorfismo da rocha (se houver) e o segundo fornecer a idade de residência crustal, mais rápida e precisa que o Sm-Nd.

O mineral utilizado nessas análises foi o zircão, devido a suas características isotópicas em concentração dos elementos Pb e Hf, por estes elementos apresentarem comportamento geoquímico equivalentes devido as semelhanças de raio iônico e da valência e por suas temperaturas de bloqueio serem bastantes alta, aproximadamente 1.110° C para o Pb e para o Hf cerca de 200°C mais alta que o Pb.

A presente dissertação irá não só contribuir com dados analíticos de Lu-Hf que ainda não existe sobre o Complexo Caparaó, como irá fornecer com uma gama de idades U-Pb deste terreno que ainda não era vista na literatura. Além disso, as realizações destas metodologias refletem os avanços nos estudos geotectônicos e para quantidade/qualidade dos trabalhos científicos de geocronologia no país, tendo em vista que os métodos representam um avanço na linha de pesquisa da área.

## 1 OBJETIVOS E JUSTIFICATIVA

### 1.1 Objetivos

#### 1.1.1 Objetivos Gerais

A presente dissertação tem como objetivo identificar e caracterizar assinaturas e idades isotópicas (U-Pb e Lu-Hf) de zircões do Complexo Caparaó, fornecendo dados substanciosos para possíveis correlações com outras unidades geológicas do sul do Cráton do São Francisco, no setor meridional do domínio tectônico interno do Orógeno Araçuaí.

#### 1.1.2 Objetivos específicos

Como objetivos específicos buscou-se a identificação e descrição de todas as litofácies que compõem o Complexo Caparaó, bem como de suas relações de contato com as rochas encaixantes.

A realização uma análise mineralógica e microestrutural refinada de modo a caracterizar os principais aspectos metamórficos e sua influência na cristalização/recristalização dos zircões analisados.

A determinação com o método U-Pb das idades de cristalização e metamorfismo das unidades e com o método Lu-Hf os parâmetros petrogenéticos, como  $\epsilon_{\text{Hf}}$ , que irá permitir interpretações quanto a origem mantélica ou crustal do terreno, idades  $T_{\text{DM}}$  e propor um modelo evolutivo para a área em questão.

### 1.2 Justificativa

O projeto visa a utilização do método Lu-Hf na caracterização petrológica e geocronológica nas unidades paleoproterozoicas do Craton São Francisco/Orogémo Araçuaí. A aplicação do método Lu-Hf combinado com a idade de cristalização dos zircões (método U-Pb), define a fonte do material de sua formação (crustal, mantélica ou mista) e também fornecem assinaturas isotópicas que podem ser comparadas com outras unidades regionais.

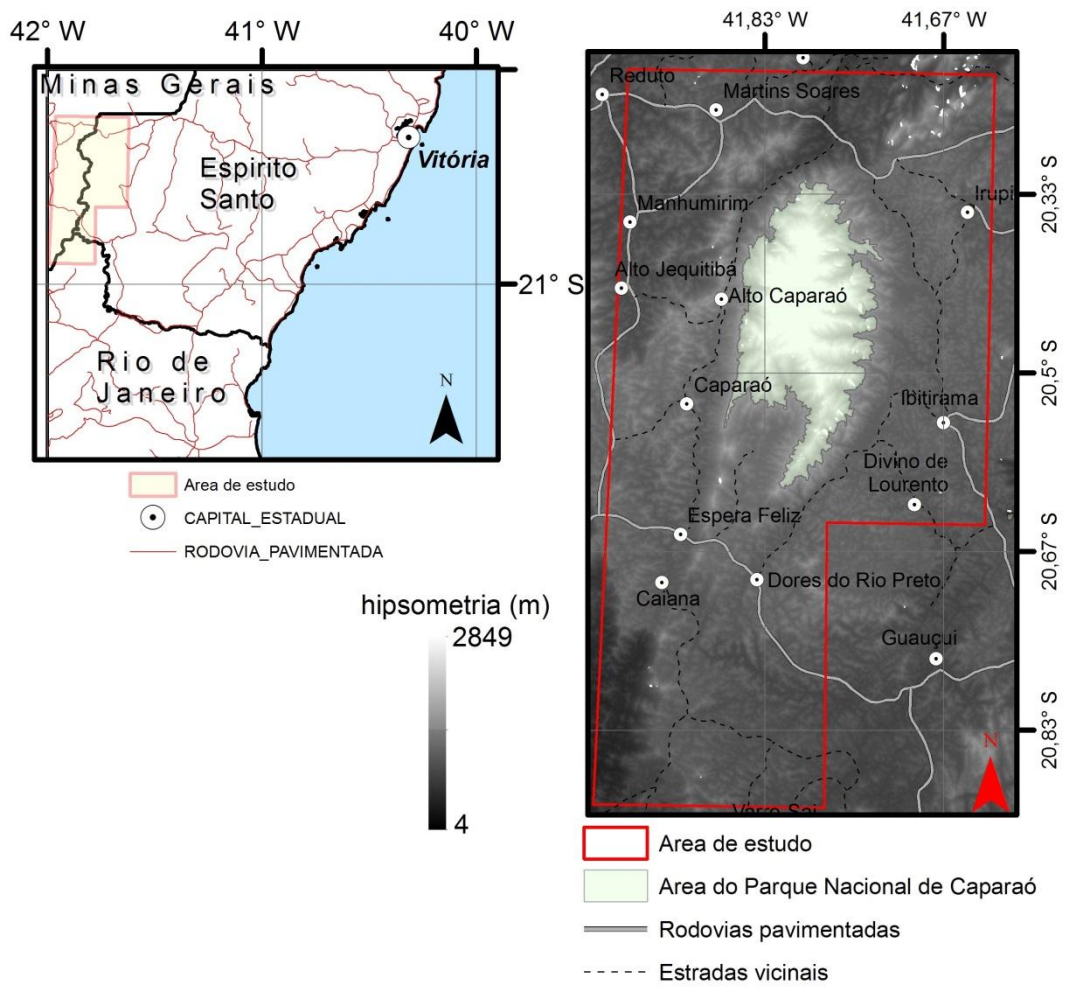
### 1.3 Localização e Vias de Acesso

A área de estudo está localizada na divisa dos estados de Minas Gerais e Espírito Santo, região Sudeste do Brasil, no Parque Nacional do Caparaó, uma Unidade de Conservação (UC) criada pelo decreto N° 50.646, de 24 de maio de 1961. O parque é um dos ícones do montanhismo no Brasil, pois abriga o terceiro ponto mais alto do país, o Pico da Bandeira, com aproximadamente 2.892 metros de altitude. Além dele, estão na Unidade de Conservação cinco dos dez picos mais altos de todo o território nacional.

A área delimitada para estudo abrange todo o Parque do Caparaó, como pode ser observado na Figura 1.3-1, sendo delimitada pelo polígono cujos vértices possuem as seguintes coordenadas em projeção UTM (datum WGS84): Vértice Noroeste: 194644 mE; 7753436 mN; Vértice sudeste: 218128 mE; 7712860 mN. Abrangem os municípios de Dolores do Rio Preto, Divino de São Lourenço, Ibitirama, no Espírito Santo, e Espera Feliz, Caparaó e Alto Caparaó, em Minas Gerais.

O acesso ao Parque Nacional do Caparaó pode ser feito por duas portarias, uma no ES, na localidade de Pedra Menina, município de Dolores do Rio Preto, e outra em MG, no município de Alto Caparaó, onde funciona a sede administrativa da UC. O Acesso ao parque pela portaria de Pedra Menina se dá pela rodovia ES 482 ou Br-482 até Dolores do Rio Preto, depois segue-se na ES-190 até o distrito de Pedra Menina e por fim, toma-se a ES-495 que dá acesso a portaria do parque. O Segundo Acesso é pela cidade de Alto Caparaó, na rodovia MG-111.

Figura 1.3-1- Localização da área de estudo



Fonte: A autora, 2016.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Introdução

A seguir apresenta-se uma descrição das diferentes etapas de trabalho, relacionadas com o desenvolvimento do presente estudo. A maior parte das etapas foi executada nos laboratórios do Departamento de Geologia Regional e Geotectônica (DGRG) e da Universidade do Estado do Rio de Janeiro (UERJ).

### 2.2 Levantamento Bibliográfico

A etapa pré-campo consistiu na realização de um levantamento bibliográfico dos principais trabalhos realizados na região estudada, como teses, dissertações, artigos científicos publicados, livros, relatórios e mapas geológicos sobre a região alvo do estudo.

Além, disso, foram adquiridos materiais básicos para a realização do trabalho, tais como cartas topográficas do IBGE na escala de 1:100.000 e mapas geológicos pré-existentes, na escala 1:100.000 e 1:1.000.000.

Decorreram-se ainda nesta fase, a interpretação e confecção de uma base cartográfica e geológica em ambiente de SIG com o auxílio do software *Arcgis* a partir de dados cartográficos e de sensoriamento remoto, além da interpretação de mapas pré-existentes na literatura.

### 2.3 Etapas de Campo

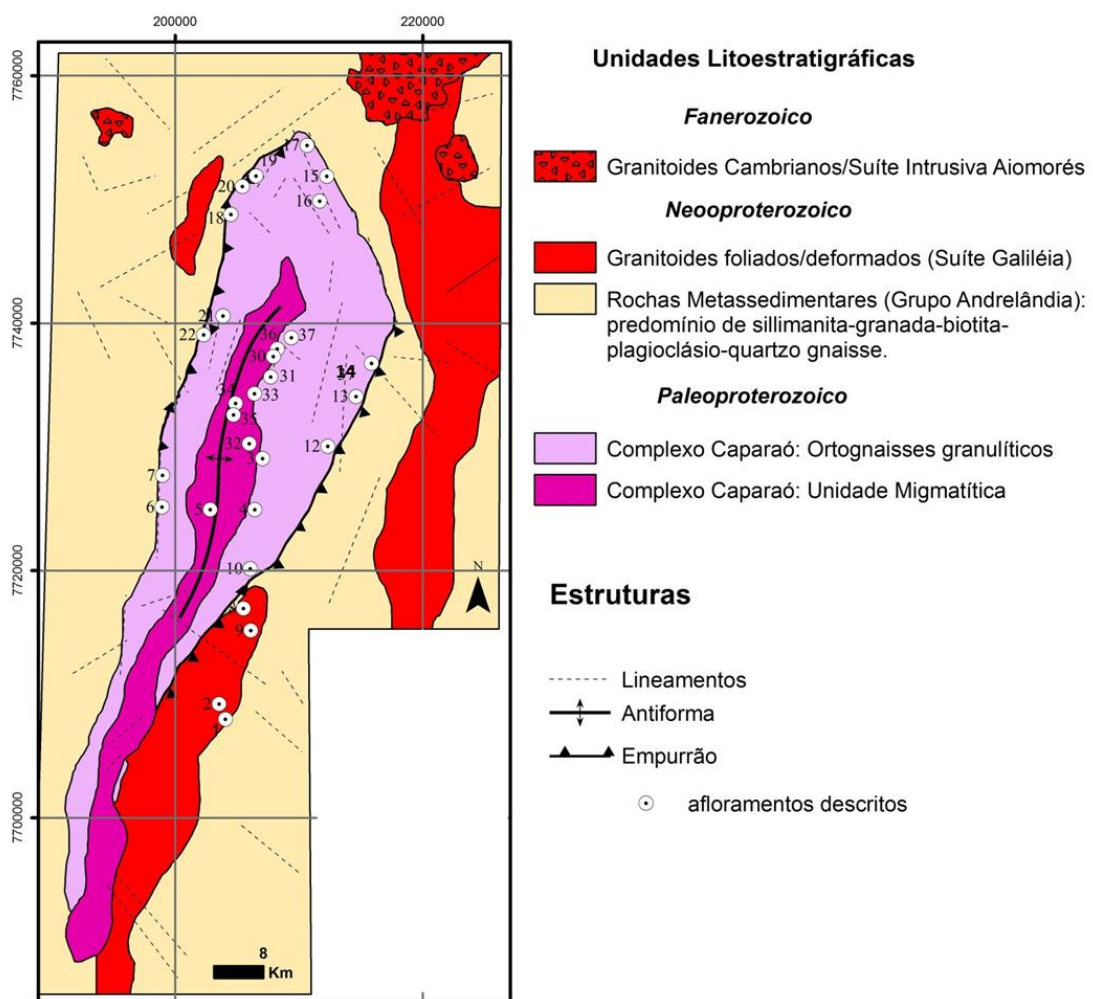
As etapas de campo consistiram na realização da coleta sistemática de material para análises geoquímicas, geocronológicas e microscópicas de lâminas delgadas, com base na cartografia já consolidada das unidades litoestratigráficas. Sendo efetuadas duas campanhas ao longo do ano de 2014, uma no mês de fevereiro (entre os dias 08 a 11) e outra no mês de novembro (entre os dias 1º a 3).

O primeiro campo visou o reconhecimento das unidades da Complexo Caparaó, de forma a obter-se uma distribuição de amostragem ao longo do corpo. Já a segunda atividade teve foco na coleta sistemática de amostras no percurso entre a portaria do parque em Pedra Menina - ES até o Pico da Bandeira, elucidando algumas questões importantes,

principalmente as relações de contato entre os litotipos e a amostragem da porção central da Serra.

As vinte e cinco estações geológicas levantadas são observadas no mapa de pontos da Figura 2.3-1. Utilizou-se como base de campo o mapa na escala 1:100.000 referente as folhas Espera Feliz (IBGE 1979, SF-24-V-A-IV, Carta do Brasil, escala 1:100.000) e Manhumirim (IBGE 1979, SF-24-X-A-I, Carta do Brasil, escala 1:100.000).

Figura 2.3-1 - Mapa de pontos e geológico.



Fonte: Adaptada de Novo (2011).

## 2.4 Preparação das Amostras

A etapa de preparação das amostras teve início com a catalogação no Laboratório Geológico de Processamento de Amostras (LGPA) da Universidade do Estado do Rio do

Janeiro, onde as mesmas foram preparadas para posteriormente serem analisadas isotopicamente e também para a preparação das lâminas delgadas (Figura 2.4-1). A tabela 2.4-1 abaixo mostra a relação de amostras coletadas e análises a serem realizadas.

Tabela 2.4-1 - Relação de amostras coletadas e análises que foram realizadas.

Amostra			
	U-Pb LA-ICP-MS	Lu-Hf LA-ICP-MS	Petrográfica
CPR 01	X	X	X
CPR 02	X	X	X
CPR 03	X	X	X
CPR 04	X	X	X
CPR 05	X	X	X
CPR 08	X	X	X
CPR 09	X	X	X
CPR 10	X	X	X
CPR12	X	X	X
CPR 13	X	X	X
CPR 14	X	X	X
CPR 15	X	X	X
CPR 16	X	X	X
CPR 17	X	X	X
CPR 18	X	X	X
CPR 20	X	X	X
CPR 22	X	X	X
CPR 29			X
CPR 30			X
CPR 31			X
CPR 32			X
CPR 33			X
CPR 34			X
CPR 35			X
CPR 36			X
CPR 37 A			X
CPR 37 B			X

Fonte: A autora, 2016.



Inicialmente todas as amostras foram lavadas e secas em estufas para evitar qualquer contaminação com materiais que possam estar na superfície das mesmas, tanto as destinadas a geocronologia e para confecção de lâminas delgadas. No caso das lâminas delgadas, toda preparação e metodologia seguida é realizada por um técnico no próprio LGPA.

Figura 2.4-1- Etapas da preparação das amostras



Legenda: (A) amostras já lavadas e secas. (B) Trituramento no moinho. (C) Separação Inicial com ímã de mão. (D) Separação magnética com Frantz.

Fonte: A autora, 2016.

A separação eletromagnética no Frantz deve possuir a seguinte configuração de posicionamento: ângulo de inclinação lateral de  $15^\circ$  e inclinação frontal de  $10^\circ$ . A amperagem inicial de 0,2 A e vibração de alimentação (régua) em torno de 5, variando conforme a granulometria da amostra. Todo o processo no Frantz também é realizado por um técnico do próprio laboratório. Com isso tem-se no Frantz inicial a seguinte separação de minerais, como pode ser observado na tabela 2.4-2 abaixo.

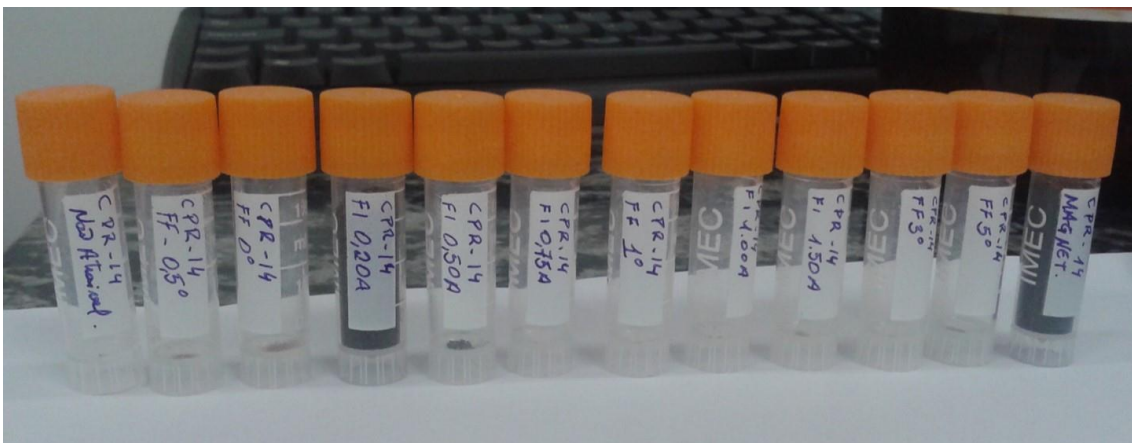
Tabela 2.4-2 - Separação dos minerais no Frantz Inicial

AMPERAGEM	MINERAL
0,20	Ilmenita e granadas
0,50	Titanita e monazita
0,75	Titanita e monazita
1,00	Rutilo e titanita
1,50	Rutilo

Fonte: A autora, 2016.

Após a separação inicial, os materiais de cada fração são armazenados nos seus respectivos frascos, já identificados. A fração não magnética seguirá para o Frantz final (Figura 2.4-2). No Frantz final a amperagem deverá ser constante (máxima) chegando a 1,5 A e as inclinações frontal e lateral variam de 5° até -0,5°. Como produto desta etapa esperasse encontrar maior quantidades de zircões mais e menos magnético. Todo o material assim como no Frantz inicial é separado em cada fração nos seus respectivos frascos já identificados.

Figura 2.4-2 - Frascos de amostra nas frações utilizadas do Frantz



Legenda: Amostra CPR14 indo do Frantz inicial até o Frantz final e não atraível.

Fonte: A autora, 2016.

## 2.5 Confeção do Epóxi

Após a separação das diferentes frações, as amostras foram encaminhadas para o Laboratório Multi-Usuário de Análises Químicas e Isotópicas (Multilab) na própria UERJ para dar início a preparação dos epox. Nessa etapa é iniciada a catação de zircões para as

frações não atraível e Frantz Final. Em média, entre 30 a 40 zircões são catados para cada fração (Figura 2.5-1).

Figura 2.5-1- Amostras separadas pra preparação do epóxi

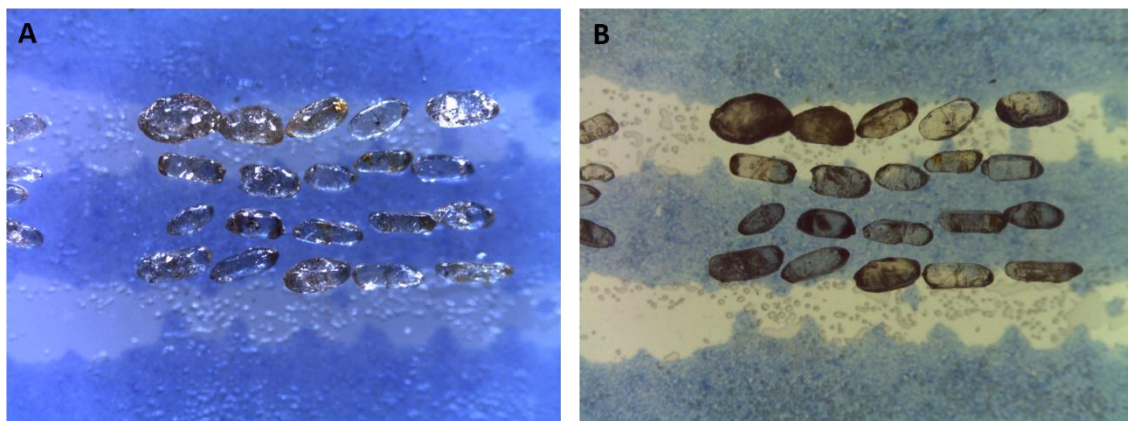


Legenda: (A) Amostras já preparadas e prestes a serem observadas ao microscópio para catação dos zircões. (B) Lupa utilizada para a catação e montagem do epóxi.

Fonte: A autora, 2016.

A preparação dos moldes se inicia pela montagem das amostras em grupos de 20 zircões que são separados pelas famílias geradas no Frantz Final ( $5^\circ$ ,  $3^\circ$ ,  $1^\circ$ ,  $0^\circ$  e  $-0,5^\circ$ ) e a não atraível (Figura 2.5-2).

Figura 2.5-2 - Família de zircões em luz refletida e luz transmitida



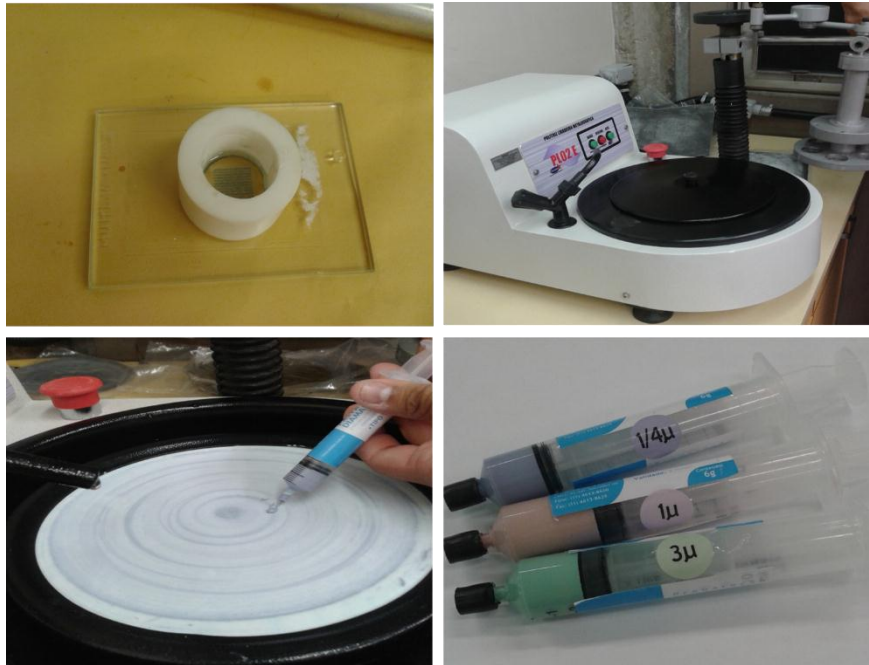
Legenda: zircões da fração  $-0,5$  da amostra CPR08. Em A imagens da luz refletida e em B a de luz transmitida.  
Fonte: A autora, 2016.

O próximo passo consistiu na utilização de moldes de silicone que possui a forma de um cubo. Os grãos de zircões são fixados no fundo desses moldes e posteriormente preenchidos com resina epóxi (Figura 2.5-3). Após a secagem das resinas as amostras são



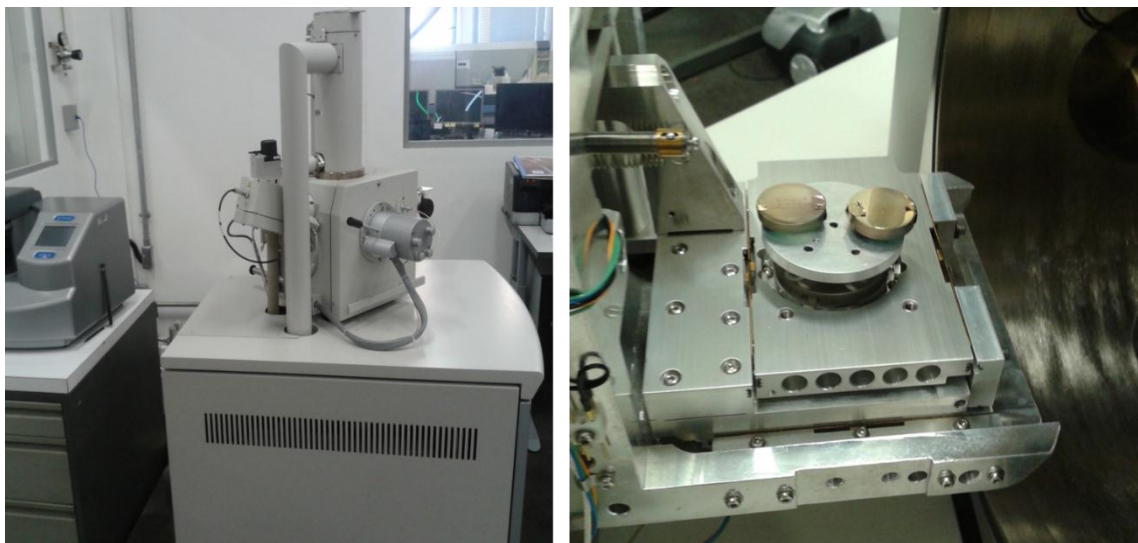
encaminhadas ao polimento em partes de diamante e depois para imageamento no MEV (figura 2.5-4).

Figura 2.5-3 - Etapas de confecção do epóxi



Legenda: (A) molde com a resina epóxi. (B) Aparelho usado para o polimento. (C) Aplicação da pasta de diamante. (D) Variações da pasta de diamante que são utilizadas no processo.  
Fonte: A autora, 2016.

Figura 2.5-4 - Microscópio Eletrônico de Varredura e banho metálico realizado

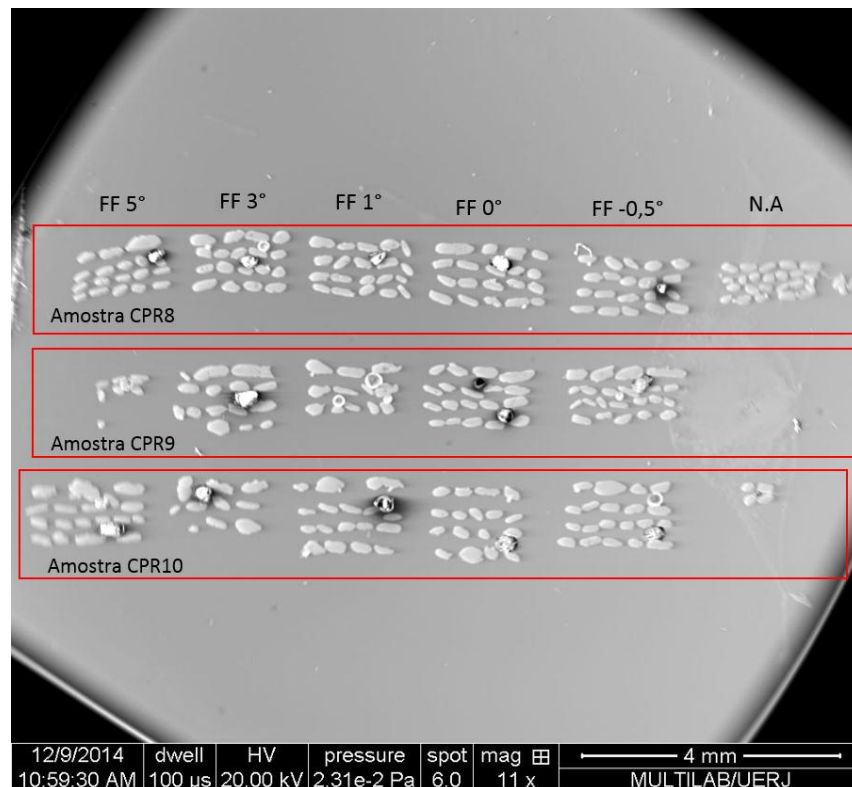


Legenda: Microscópio Eletrônico de Varredura a esquerda e a direita o banho metálico realizado no epóxi.  
Fonte: A autora, 2016.

## 2.6 Imageamento dos Cristais de Zircão por MEV

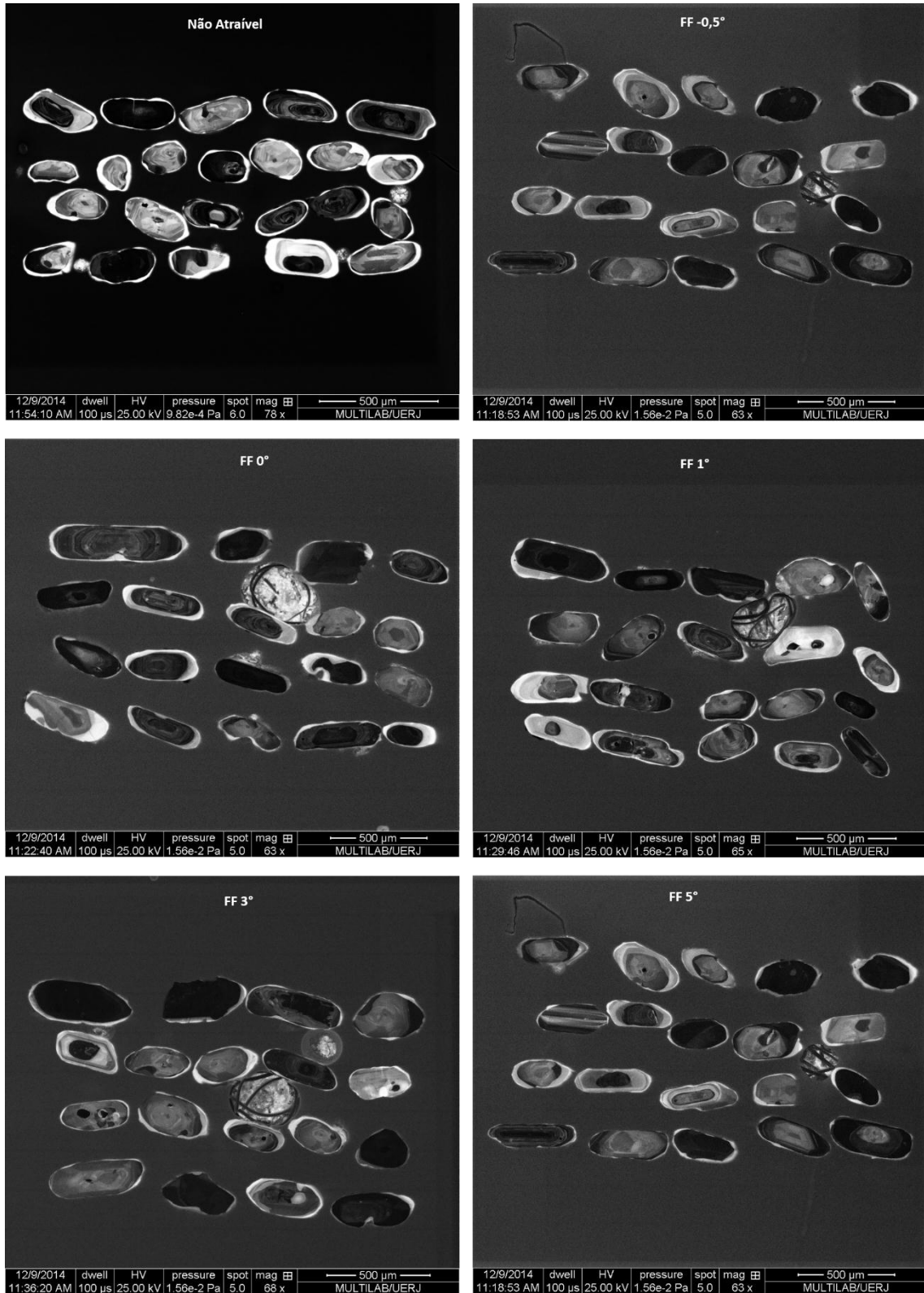
O imageamento dos zircões em MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura), foi realizado no laboratório Multilab, possibilitando a observação da estrutura interna mineral e evidenciar núcleos herdados, áreas de reabsorção, zoneamento magmático para guiar a locação posterior da análise isotópica, que é pontua. A Figura 2.6-1 mostra uma imagem no MEV do tipo elétrons retro espalhados das amostras das amostras CPR8, CPR9 e CPR10. Já a Figura 2.6-2, mostra Imagens do MEV tipo catodoluminescência da amostra CPR8, nas frações do Frantz Final e não atraível.

Figura 2.6-1 - Imagem no MEV do tipo elétrons retro espalhados em amostras



Fonte: A autora, 2016.

Figura 2.6-2 - Imagens do MEV tipo catodoluminescência



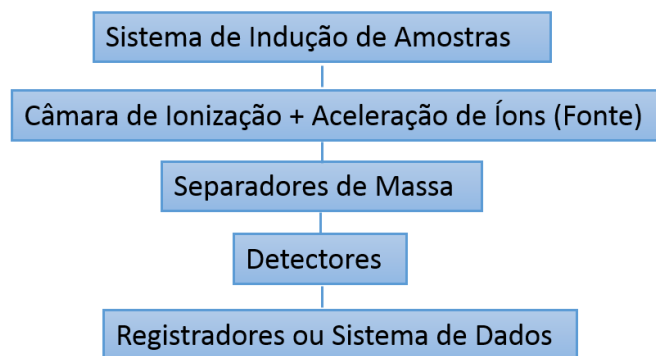
Legenda: Amostra CPR8, nas frações do Frantz Final e não atraível.

Fonte: A autora, 2016.

## 2.7 Técnica Analítica ICP-MS-LA

Na técnica de ablação a laser (LA - Laser Ablation), um feixe laser de alta potência é utilizado na vaporização de material superficial. Quando acoplado ao ICP-MS, este vapor é transportado por um fluxo de argônio até o plasma, onde os átomos são ionizados e a medida das razões isotópicas é dada pelo espectrômetro (SHIBUYA,1999). Logo, o espectrômetro (ICP-MS - Ion Coupled Plasma – Mass Spectrometer) irá atuar na separação das partículas conforme suas massas e cargas e nas medidas de suas abundâncias, como sintetizado na Figura 2.7-1.

Figura 2.7-1- Sequência de procedimento de um espectrômetro de massa



Fonte: Geraldes, 2013

As principais partes constituintes de um espectrômetro de massa podem ser descritas em fonte, separador, detector e registrador (Geraldes, 2010). A Figura 2.6-2 mostra o processo esquemático das partes do espectrômetro.

O ICP-MS utiliza uma fonte gasosa para o procedimento, sendo a volatilização das amostras a partir do plasma de gás inerte normalmente argônio (Ar). Essas amostras são ionizadas, os íons carregados positivamente são acelerados por um campo de alta voltagem e são dirigidos a janelas para formarem um feixe.

Assim que atingem os separadores, o feixe de íons atravessa o campo magnético gerado por um elétron imã posicionado de forma perpendicular a direção da trajetória dos íons. Logo o campo magnético afeta a trajetória das partículas, resultando na separação dos íons de acordo com suas respectivas massas.

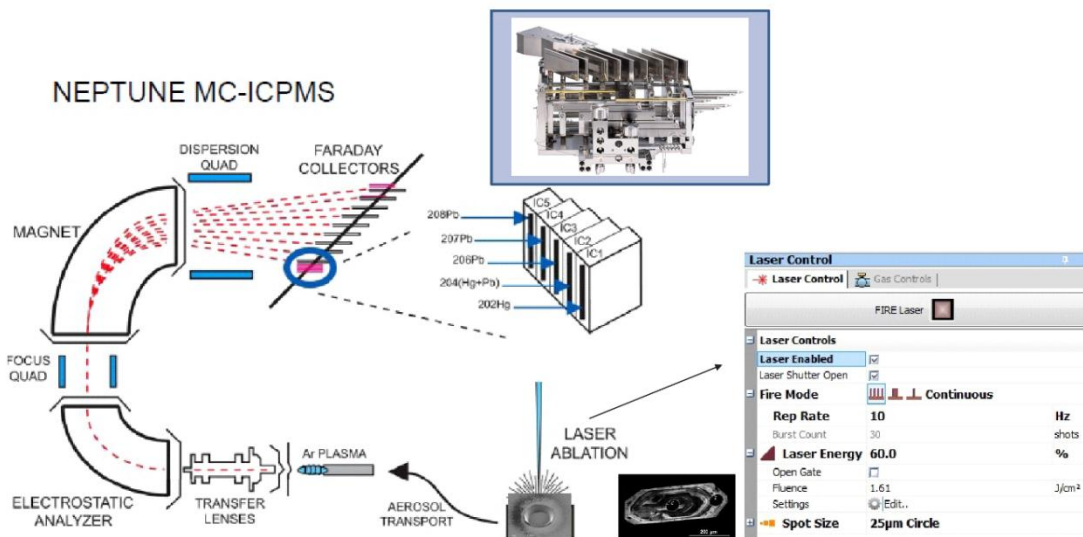
Depois de separadas as partículas são captadas por copos metálicos separados do tubo analisador por pequenas janelas, chamados de detectores. Os detectores utilizados no processo da presente dissertação são os *Faraday cops*, que permitem a passagem em cada janela de

partículas de diferentes massas, podendo assim ser obtida as respectivas abundâncias dos elementos químicos.

Outros detectores ainda podem ser utilizados no ICP-MS com os do tipo Daly ou multiplicador de elétrons, que estará relacionado a qualidade do dado obtido. Alguns equipamentos podem utilizar mais de um tipo de coletor e obter assim uma melhor resolução das análises, sendo estes espectrômetros definidos como Multi-coletor.

Registradores, por sua vez são responsáveis por armazenar e processar as correntes obtidas por um voltímetro digital.

Figura 2.7-2 - Esquema de um Espectrômetro de Massa com indução por plasma



Autor: Gerald, 2014

O espectrômetro utilizado para as quantificações isotópicas do presente trabalho foi o Thermo (Neptune plus) acoplado ao *Laser ablation* Photo Machines InC, 193 mm. Trata-se de um aparelho multicoletor de alta resolução para medidas de razões isotópicas, com uma configuração especial para detectar simultaneamente uma ampla gama de núclídeos de elementos, utilizando 9 coletores Faraday e 6 contadores de íons, que podem ser combinados em uma única configuração (Figura 2.7-3).

O *Laser ablation* possui câmera de alta precisão e apresenta capacidade de emitir alta densidade de energia, através de um feixe de laser com ArF, podendo pulverizar o material em vários tamanhos de crateras (4 $\mu$ m - 110 $\mu$ m) com taxas de frequência variando de 3-10Hz e energia variando de 10-100%.



Figura 2.7-3 - Espectrômetro de Massa ICP-MS e Laser do Multilab UERJ



Fonte: A autora, 2016.

## 2.8 Configurações do LA-ICP-MS e Aquisição de Dados

O processo inicia-se pela escolha da configuração dos detectores Faraday, definições das condições do laser e a rotina de coleta de resultados com as correções de interferentes isobáricos.

O próximo passo consiste na introdução do epóxi com as amostras dentro do compartimento do Laser ablation Photn Machines. O epóxi com os padrões a serem utilizadas também é introduzido, no caso, os padrões GJ-1 e 91500 para o método U-Pb e quando realizada a rotina do método Lu-Hf são utilizados além do GJ-1 e 91500 o padrão Mud Tank.

A etapa de aquisição de dados para ambos os métodos geocronológicos foi realizada com o auxílio das imagens de catodo luminescência, que mostraram os locais mais apropriados para serem realizados tiros (disparos) de laser nos zircões. O laser promoveu uma pequena cratera na superfície do mineral zircão para a retirada de material. Alguns segundos são necessários para que se estabilize o sinal e em sequência é iniciada a aquisição dos dados isto feito em 40 ciclos

Nas análises do método U-Pb, para cada amostra cerca de 27 grãos de zircão foram selecionados. Assim, em todos esses minerais foi realizado um *spot* (tiro de laser) que gerou material pulverizado a partir de um feixe de cerca de 40  $\mu\text{m}$  de tamanho. A frequência variou de 9 a 10 Hz, energia entre 35 e 40%. O fluxo de Hélio utilizado para o carreamento das amostras no laser ablation foi de 0.750  $\text{m}^3/\text{l}$ , enquanto o fluxo de Argônio utilizado no ICP-MS foi de 0.800  $\text{m}^3/\text{l}$ .

O aerossol formado é carregado até o ICP-MS, onde ocorre a ionização por plasma de He. As partículas ionizadas geradas são posteriormente individualizadas por um separador eletromagnético, sendo desviada da trajetória retilínea devida a ação de um campo magnético. Depois de separadas as partículas são captadas por corpos metálicos, detectores do tipo Faraday, que determinam as abundâncias dos isótopos. A configuração dos coletores Faraday e CDDs utilizada por ser observada na tabela 2.8-1.

Tabela 2.8-1 - Configuração dos coletores Faraday e CDDs para as análises isotópicas de U-Pb.

IC	IC	L1	L2	L3	L4	C	H3	H4	H2	H1	IC	IC	IC	IC	IC
		<sup>206</sup> Pb	<sup>202</sup> Ti	<sup>204</sup> Pb	<sup>203</sup> Ti	<sup>207</sup> Pb	<sup>232</sup> Th	<sup>238</sup> U		<sup>208</sup> Pb					
											<sup>206</sup> Pb	<sup>207</sup> Pb	<sup>206</sup> Pb	<sup>204</sup> Pb	<sup>202</sup> Hg

A sequência analisada no espectrômetro iniciou-se com a leitura do branco, que é a medição dos dados realizada apenas com a passagem do gás, sendo este medido como *background*. Em seguida foi feita a medição de um spot no zircão do padrão GJ-1 que deve apresentar dados analíticos compatíveis com o que se espera deste padrão. Assim, após a leitura do padrão iniciou-se a sequência da análise de nove grãos zircão de idade desconhecida da amostra do Complexo Caparaó. Por fim é feita a aquisição de dados de outro padrão (91500), finalizando a planilha com a leitura de um segundo GJ-1 e um branco. O tratamento de dados será discutido no próximo tópico, 2.9.

As análises do método Lu-Hf, se deram a partir dos grãos de zircão já utilizados para a obtenção das idades U-Pb, sendo selecionados dentro destes grupos grãos que apresentaram valores de discordância inferiores a 10% e que mostravam a perda de chumbo ao longo da curva da concórdia.

A partir das crateras preexistentes da análise U-Pb foi possível realizar as análises do Lu-Hf, com spots de 40 a 45 µm de tamanho. O fluxo de Hélio utilizado para o carregamento das amostras no laser ablation foi de 0.800 m/l, enquanto que o fluxo do gás Argônio utilizado no ICP-MS foi de 0,989 m/l. Para este método são utilizados apenas os *faradays*, e a aquisição das massas de interesse são feita da seguinte forma:

Tabela 2.8-2 - Configuração dos coletores Faraday utilizados para as análises de Lu-Hf.

	L4	L3	L2	L1	C	H1	H2	H3
Isótopos	$^{171}\text{Yb}$	$^{173}\text{Yb}$	$^{174}\text{Hf}$	$^{175}\text{Lu}$	$^{176}\text{Hf}$	$^{177}\text{Hf}$	$^{178}\text{Hf}$	$^{179}\text{Hf}$
Interferentes			$^{174}\text{Yb}$		$^{176}(\text{Yb} + \text{Lu})$			

A sequência analisada no espectrômetro iniciou-se com a leitura do branco, seguido pelas análises dos padrões GJ-1 e Mud Tank, respectivamente. Após estas leituras são analisados 10 grãos de idade desconhecida da amostra, finalizando com a análise dos padrões 91500, GJ-1 e do branco, respectivamente.

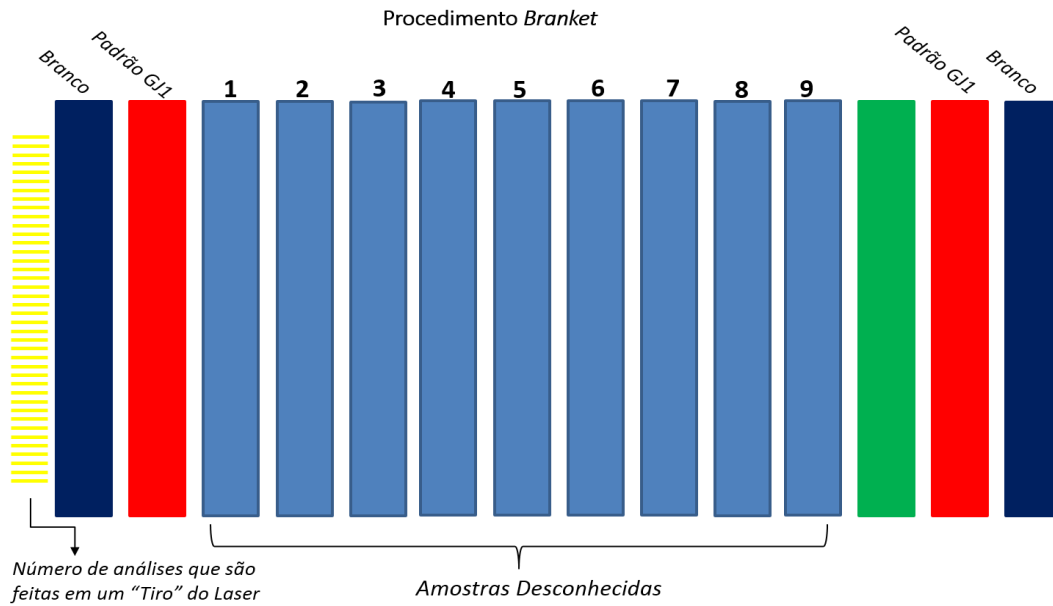
## 2.9 Tratamento de Dados

Nesta etapa, os dados analíticos foram registrados e arquivos do software do Neptune e após são transferidos para outro computador, utilizando planilhas *off line* criadas no programa Excel para tratamento dos dados U-Pb e Lu-Hf.

As planilhas foram elaboradas pela Dra. Anelise Bertoli e instalada nos computadores do MultiLab pelo Prof. Dr. Farid Chemale. O funcionamento das planilhas se dá pelo método de blanket onde os dados analíticos das amostras desconhecidas foram corrigidas pelo branco e por padrões de zircão com razões de Hf e Pb conhecidas e publicadas na literatura internacional (Almeida, 2015).

No método U-Pb, foi analisada a seguinte sequência de correções para o procedimento blanket: branco, padrão GJ1, as nove análises desconhecidas, o padrão 91500, o padrão GJ1 e o novamente branco (Figura 2.9-1). A Planilha funciona de modo a fazer a correção da média do branco final pelo inicial. Além disso, os valores do GJ1 foram comparados com os valores verdadeiros (da literatura), de forma a calcular um fator de conversão que é aplicado a todas as nove amostras desconhecidas. Por fim, os dados foram tratados no programa ISOPLOT versão 4.1.5 de Ludwig (2000), para a confecção dos diagramas da concórdia e obtenção das idades modelos.

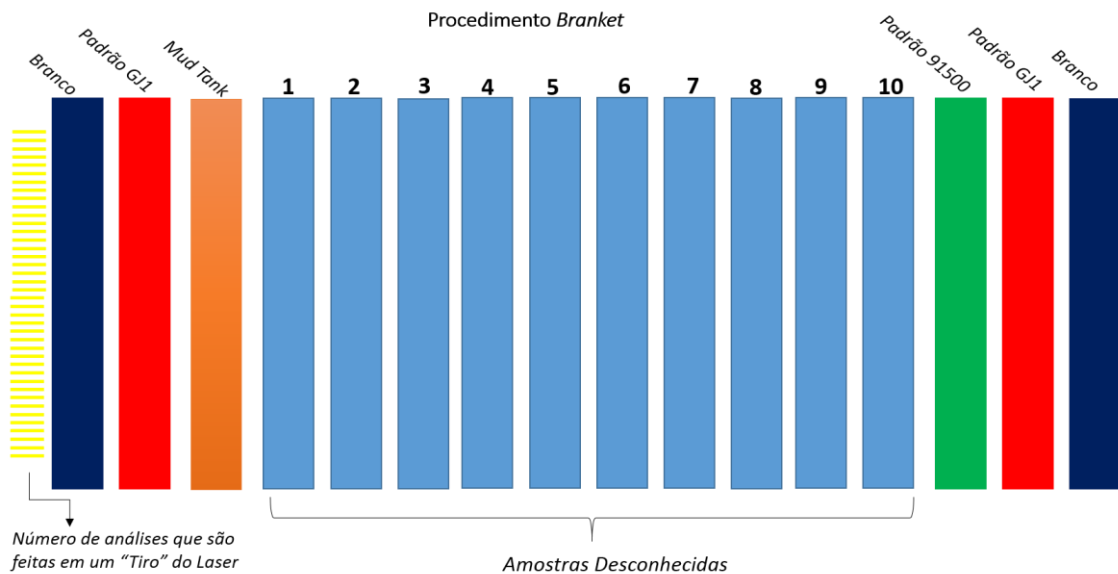
Figura 2.9-1: Esquema do funcionamento do procedimento Branket análises U-Pb



Fonte: A autora, 2016.

Já o método Lu-Hf, as mesmas correções utilizadas no método U-Pb foram realizadas, entretanto algumas variações no número de amostra e nos padrões são observadas. A sequência análise realizada consiste em: branco, padrão GJ1 e Mud Tank, as dez análises desconhecidas, o padrão 91500, o padrão GJ1 e novamente branco. A Planilha funcionou de modo a fazer a correção da média do branco final pelo inicial (Figura 2.9-2). Além disso, os valores do Mud Tank foram comparados com os valores verdadeiros já estabelecidos, de forma a calcular um fator de conversão que é aplicado a todas dez amostras desconhecidas.

Figura 2.9-2 - Esquema do funcionamento do procedimento Branket análises Lu-Hf.



Fonte: A autora, 2016.

O objetivo do tratamento realizado consistiu na correção de fracionamentos isotópicos resultantes da instabilidade do espectrômetro de massa e interferências isobáricas. Os dados finais para o método U-Pb compreenderam as idades de metamorfismo e cristalização das rochas e os resultados do método Lu-Hf resultou nas idades modelos, os valores de  $\epsilon_{\text{Hf}}$ , além dos erros respectivos.

Por fim, terminada esta etapa de tratamento dos dados analíticos U-Pb e Lu-Hf, a etapa seguinte do trabalho consistiu nas discussões dessas análises e integração destas com os dados petrográficos e das informações tectônicas da área de estudo.

## 2.10 Datação de Rochas granulíticas pelo Método U-Pb e Lu-Hf a partir de zircões

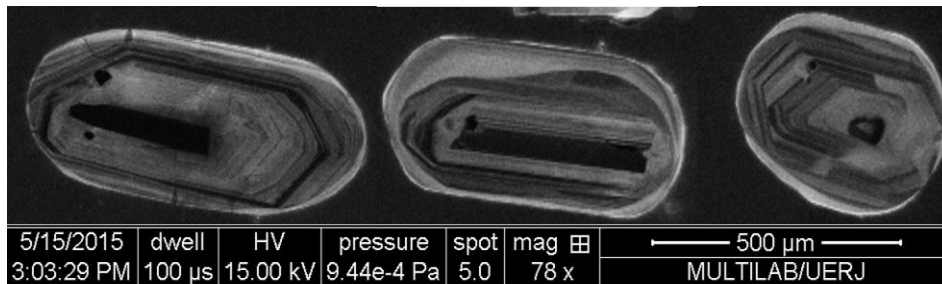
### 2.10.1 Morfologia e Textura dos Zircões

O estudo da morfologia e texturas do zircão fornece informações importantes sobre a geoquímica e a petrogênese das rochas, além de ajudar a compreender melhor os resultados obtidos nas datações geocronológicas efetuadas neste mineral. Logo, para a correta interpretação das idades U-Pb é importante entender da dinâmica de cristalização e recristalização deste mineral (Lenz, 2010).

Os zircões podem se cristalizar tanto por associação a um fluido (magmático ou metamórfico) ou no estado sólido. Entretanto, alguns processos podem modifica-los, dentre eles está a dissolução, recristalização (em cristais com ou sem evidência de metamictização), re-precipitação e difusão ou perda de Pb (Moller *et al.*, 2003)

Na cristalização associada a um fluido morfologia e texturas são relativamente simples, de forma euédrica e dependendo da velocidade de cristalização pode adquirir alta razão largura-comprimento. Quando observada a catodoluminescência desses minerais, a textura clássica vai ser zonação oscilatória (Figura 2.10.1-1), caracterizada pela alternância de bandas claras e escuras (Hoskin, 2000).

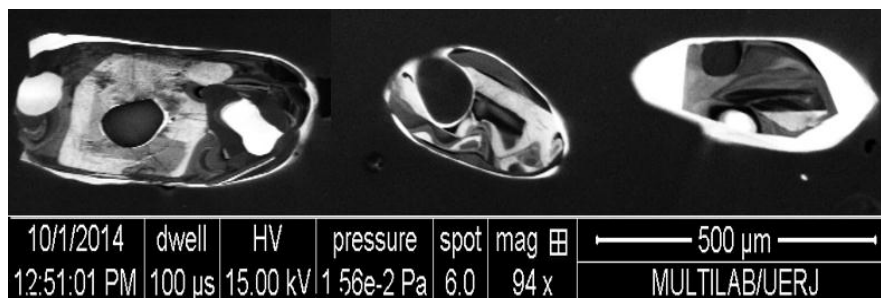
Figura 2.10.1-1 Zonação oscilatória



Legenda: Zonação oscilatória em zircões com alta frequência de espaçamento de bandas.  
Fonte: Hoskin, 2000.

Fluidos metamórficos podem causar grandes distúrbios na distribuição dos elementos traços dentro do zircão, sem necessariamente afetar a idade da rocha. A zonação convoluta (Figura 2.10.1-2) é um exemplo de zonação interna na qual houve redistribuição dos elementos traços, resultando em uma textura caótica (Lenz, 2010).

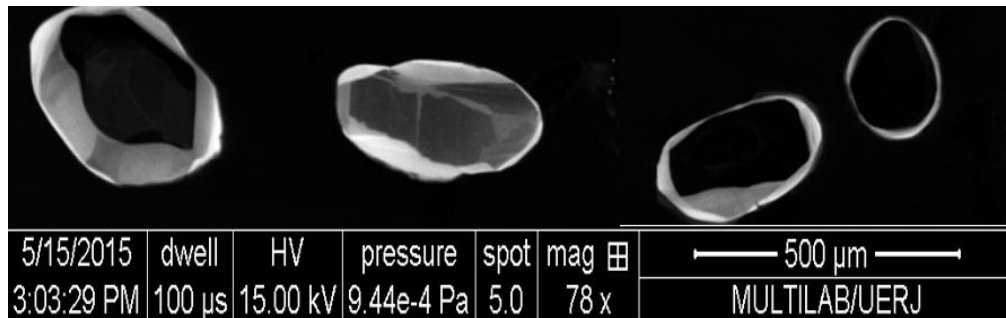
Figura 2.10.1-2 – Zonação Convoluta



Legenda: Zircão com distribuição de elementos traços, típico de zonação convoluta.  
Fonte: A autora, 2016.

Quando a cristalização ocorre no estado sólido, associado ao metamorfismo de alto grau, as morfologias mais comuns são a oval e arredondada (Figura 2.10.1-3). Tal forma está diretamente relacionada ao fato desses minerais se cristalizarem nos interstícios de minerais maiores na maioria das vezes. Nesses casos as texturas homogênea e setorial são as mais comuns. A zonação setorial pode ser explicada por um lento crescimento dos cristais (lenta difusão), associado a superfícies com enriquecimento de certos elementos, gerando assim os setores com diferentes concentrações de elementos traços (Watson & Liang, 1995).

Figura 2.10.1-3 - Formatos comuns em zircões de rochas metamórficas de alto grau.



Fonte: A autora, 2016.

As idades obtidas em zircões de alto grau metamórfico, entretanto nem sempre refletem a idade do pico metamórfico. Muitas vezes eles estão relacionados ao evento de decompressão ou ao evento de fusão parcial (Roberts e Finger, 1997). Isso está relacionada a baixa disponibilidade de Zr nos minerais envolvidos nas reações metamórficas e ao fato de o zircão ser praticamente insolúvel em ambientes subsolidos, mesmo com a presença de fluidos.

Na maioria das situações um grande volume de zircão é formado apenas quando há um evento de fusão parcial e posterior cristalização magmática. Esse evento de fusão está muitas vezes associado à exumação do terreno metamórfico (eventos de decompressão), portanto se essa exumação for rápida, a idade obtida será próxima a idade de pico metamórfico. Entretanto, quando o evento de exumação for lento a idade obtida pode ser mais jovem do que a real idade do pico metamórfico do terreno (Roberts e Finger, 1997).

### 2.10.2 O Sistema Isotópico U-Pb

O princípio do método baseia-se no decaimento do U e do Th para isótopos estáveis de Pb, com isso são geradas três séries independentes de decaimento, que funcionam como métodos individuais para datação. A primeira e a segunda estão relacionadas ao decaimento do  $^{238}\text{U}$  e  $^{235}\text{U}$ , já a terceira ao decaimento do  $^{232}\text{Th}$ .

Tabela 2.10.2-1: Os isótopos de Interesse e suas características

Isótopos	Abundância	Meia Vida	$\lambda$ (constante decaimento)
$^{238}\text{U}$	99.2743	$4.468 \times 10^9$	$1.55125 \times 10^{-10}$
$^{235}\text{U}$	0.720	$0.703 \times 10^9$	$9.8485 \times 10^{-10}$
$^{232}\text{Th}$	100.00	$14.01 \times 10^9$	$4.9475 \times 10^{-10}$

Fonte: Geraldes, 2010.

No decaimento do  $^{238}\text{U}$ , tem-se a geração de isótopos intermediários de curta meia-vida até a geração final do  $^{206}\text{Pb}$ , onde a produção de átomos gerados desses elementos é um para um a partir da emissão de 8 partículas  $\alpha$  e de 6 partículas  $\beta$ .

O decaimento do  $^{235}\text{U}$  também apresenta isótopos intermediários de curta meia-vida que geram ao final isótopo estável  $^{207}\text{Pb}$  pela emissão de 7 partículas  $\alpha$  e de 4 partículas  $\beta$ . Por fim o decaimento do  $^{232}\text{Th}$  produzirá o átomo de  $^{208}\text{Pb}$  pela emissão de 6 partículas  $\alpha$  e de 4 partículas  $\beta$ .

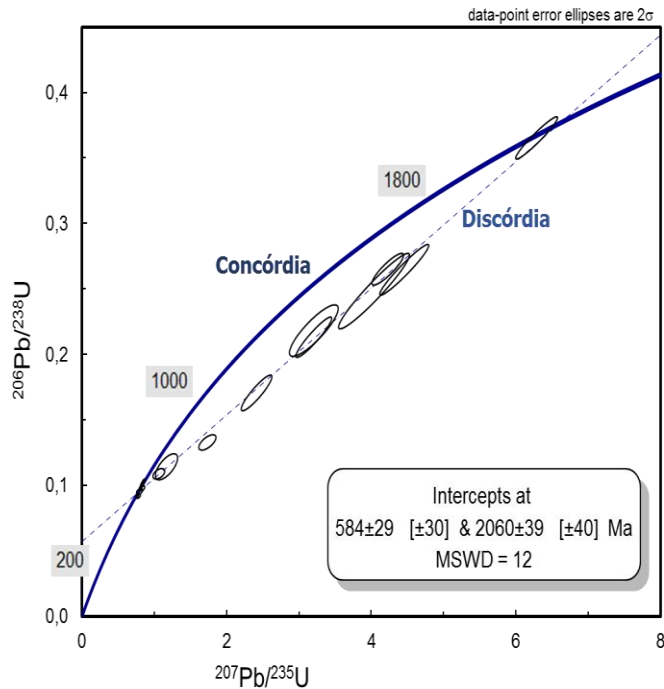
Logo, se o mineral ou rocha se comporta como um sistema fechado, a taxa de produção de isótopos estáveis no final de cada serie é a igual a taxa de decaimento do isótopo radioativo do início da série de decaimento.

A partir do entendimento do decaimento da série desses isótopos, os pesquisadores Ahrens e Wetherill desenvolveram o método de datação que se baseia no conceito de curva da concórdia (Geraldes, 2010). A curva representa o lugar geométrico dos pontos de idades concordantes obtidas pelos geocronômetros  $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$  e  $^{235}\text{U}/^{207}\text{Pb}$ , nesse caso não ocorre a perda de Pb.

No caso que ocorre a perda da Pb os pontos analíticos quando lançados no diagrama não coincidem com a concórdia e materializam uma linha conhecida como discórdia. Construída a partir dos valores analíticos de diversos grãos que perderam Pb. O intercepto superior da discórdia é tido como a idade de cristalização da rocha e o intercepto inferior como a idade de metamorfismo (Figura 2.10.2-1).



Figura 2.10.2-1- Diagrama da concórdia



Fonte: Adaptada de ISOPLOT ,2014.

### 2.10.3 O Sistema Isotópico Lu-Hf

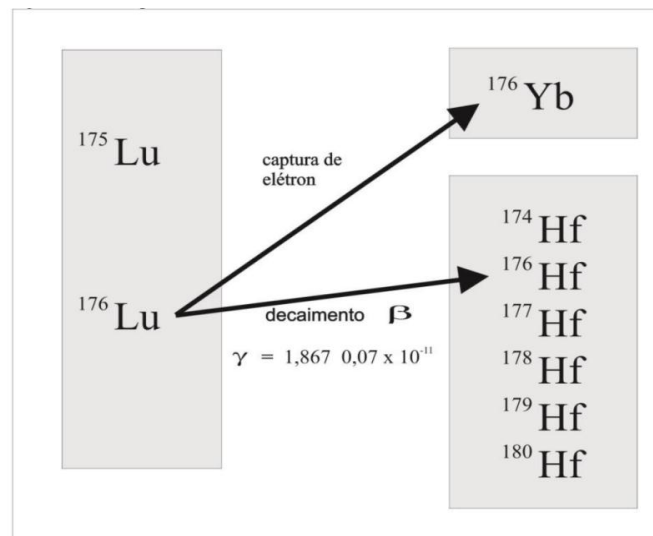
O método Lu-Hf é uma das técnicas mais inovadoras e poderosas na geocronologia envolvendo zircões, e vem sendo amplamente utilizado como marcador para entender a evolução crustal e a diferenciação do manto.

O elemento Lu é largamente distribuído em rochas ígneas, sedimentares e metamórficas em concentrações que raramente excedem 0,5 ppm (Geraldes, 2010). Sua ampla abundância em zircões, cerca de 10.000 ppm, ocorre por este substituir facilmente o Zr na sua estrutura (Hoskin & Schaltegger, 2003).

O Lu é o último elemento na faixa dos Terras Raras Pesados (ETRP), trivalente, insere-se no grupo dos lantanídeos e é o elemento que apresenta o menor raio atômico neste grupo (0,93 Å). Logo pertence ao grupo IVB (valência +4), constitui elemento de elevado potencial iônico (HFSE - *High Field Strength Element*), possui raio iônico de 0,81 Å e propriedades químicas similares ao do zircônio (Zr+74, 0,80 Å). Além do zircão, o Hf pode ser também encontrado em alta concentração na badeleíta, em torno de 1,33 % (Faure, 2005).

O Hf possui seis isótopos naturais:  $^{174}\text{Hf}$  (0,16 %),  $^{176}\text{Hf}$  (5,2 %),  $^{177}\text{Hf}$  (18,6 %),  $^{178}\text{Hf}$  (27,1 %),  $^{179}\text{Hf}$  (13,63 %) e  $^{180}\text{Hf}$  (35,1 %). Já o Lutécio possui somente dois isótopos, o  $^{175}\text{Lu}$  (97,4 %) e o  $^{176}\text{Lu}$  (2,59 %). Sendo que o isótopo  $^{176}\text{Lu}$  é um radionuclídeo que decai espontaneamente para o  $^{176}\text{Hf}$  liberando uma partícula beta (Figura 2.10.3-1).

Figura 2.10.3-1 - Isótopos de Interesse do Sistema Lu-Hf



Fonte: Geraldès, 2010.

Segundo Bertotti (2013), devido a este decaimento do  $^{176}\text{Lu}$ , o  $^{176}\text{Hf}$  aumenta com o tempo nas rochas e nos minerais e a idade Lu-Hf de rochas e minerais pode ser calculada a partir da equação 1, onde o  $t$  é representado o tempo decorrido desde a formação da rocha ou do mineral e o  $\lambda$  é a constante de decaimento de  $^{176}\text{Lu}$ :

$$\frac{{}^{176}\text{Hf}}{{}^{177}\text{Hf}} = \left( \frac{{}^{176}\text{Hf}}{{}^{177}\text{Hf}} \right)_I + \frac{{}^{176}\text{Lu}}{{}^{177}\text{Hf}} (e^{\lambda t} - 1) \quad (1)$$

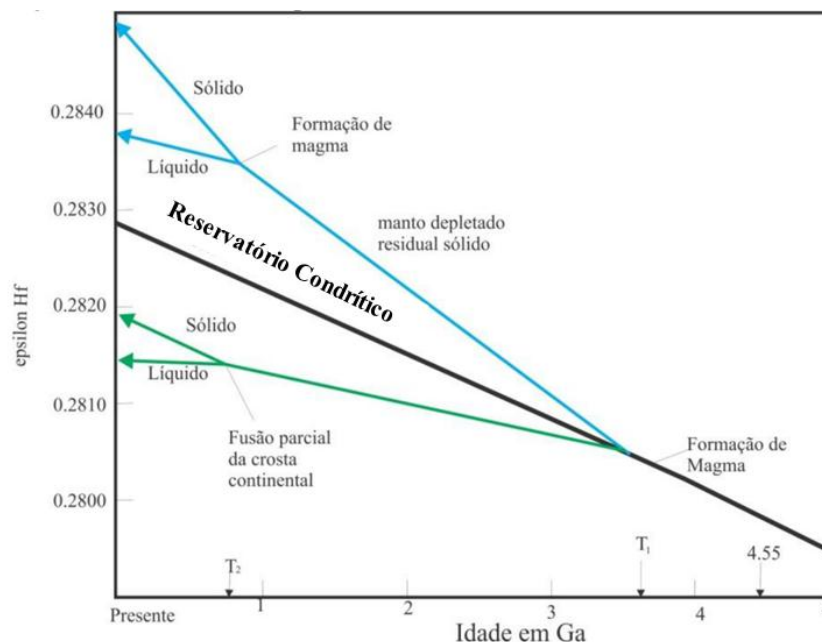
Atualmente, ainda se tem incerteza referente ao valor adequado a ser assumido para a constante de decaimento, sendo o trabalho mais recente assumir o valor mais preciso de  $1,867 \times 10^{-11} \text{ a}^{-1}$  (Bertotti, 2013).

Devido a estas características, a metodologia Lu-Hf possibilita, além da determinação da idade de diferenciação, estabelecer um indicador petrogenético denominado de  $\epsilon\text{Hf}$ . O parâmetro  $\epsilon\text{Hf}$  consiste basicamente na comparação da razão  $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$  da amostra estudada

para a época de sua formação ou de seu valor atual, relacionado ao reservatório condrítico uniforme padrão (CHUR).

Partindo do pressuposto que na época de cristalização da rocha seu magma progenitor tiver uma razão  $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$  mais elevada que o condrito, então o  $\epsilon\text{Hf}$  será positivo. Isso significa que a fonte deste magma possuía uma razão Lu/Hf mais elevada que a do condrito, ou seja, a fonte é o manto. Por outro lado, caso na formação da rocha, seu magma progenitor possuísse uma razão  $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$  menor que a do condrito, o valor de  $\epsilon\text{Hf}$  seria negativo e, portanto, a fonte destas rochas teria uma razão Lu/Hf menor que a do condrito, como é o caso dos magmas de origem crustal (Figura 2.10.3-2).

Figura 2.10.3-2 - Evolução Isotópica do Hf em um reservatório condrítico



Autor: Gerald, 2010.

Portanto, quando o parâmetro  $\epsilon\text{Hf}$  apresenta valores positivos a fonte em geral é de origem mantélica, e quanto maior for este valor positivo mais empobrecido geoquimicamente em Hf é este manto do qual o material se derivou (Bertotti, 2013). Este fator auxilia na identificação das fontes de magmas e de processos de formação de rochas e mineralizações e é expresso conforme a equação

$$\epsilon_{\text{Hf}} = \left[ \frac{\left( ^{176}\text{Hf} / ^{177}\text{Hf} \right)_{\text{am}}}{\left( ^{176}\text{Hf} / ^{177}\text{Hf} \right)_{\text{CHUR}}} - 1 \right] \times 10^4 \quad (2)$$

Com o método também é possível o cálculo de idades modelo do manto empobrecido ( $T_{DM}$  - Depleted Mantle) devido à baixa razão Lu-Hf no zircão, fazendo com que a razão  $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$  seja modificada de forma desprezível no tempo. A idade modelo do manto empobrecido pode ser calculada pela equação 3:

$$T_{DM} = \frac{t_{(U/Pb)}}{1000} + \frac{1}{0.01867} \times \ln \left( 1 + \frac{\left( \frac{^{176}\text{Hf}}{^{177}\text{Hf}} \right)_{am}^t - \left( \frac{^{176}\text{Hf}}{^{177}\text{Hf}} \right)_{DM}^t}{\left( \frac{^{176}\text{Lu}}{^{177}\text{Hf}} \right)_{crosta} - \left( \frac{^{176}\text{Lu}}{^{177}\text{Hf}} \right)_{DM}^0} \right) \quad (3)$$

A idade TDM é calculada a partir da composição isotópica inicial de Hf do momento em que o zircão cristalizou e da razão Lu/Hf da crosta precursora, seja ela de composição máfica ou félsica (Pietranik *et al.*, 2008). Os valores atuais assumidos para o manto empobrecido para as razões  $^{176}\text{Hf}/^{177}\text{Hf}$  e  $^{176}\text{Lu}/^{177}\text{Hf}$  são iguais a 0,28325 e 0,0388, respectivamente (Andersen *et al.*, 2009). Portanto, é importante que as análises de U-Pb e Lu-Hf sejam efetuadas sobre a mesma porção de um grão de zircão, a fim de recalculer o  $\epsilon\text{Hf}$  e a idade TDM do momento de sua cristalização.

Dessa forma a composição isotópica inicial do Hf no momento da cristalização do zircão a partir da fonte magmática original é preservada. Assim, os métodos U-Pb e Lu-Hf passaram a ser utilizados em conjunto, pois fornece a idade de cristalização e o segundo a de residência crustal mais precisa que o Sm-Nd (Geraldes, 2010).

Um aspecto importante do zircão é sua geoquímica potencial, que faz com que ele seja facilmente datável por vários métodos radiométricos. Além do mais, o zircão apresenta alta resistência para eventos termiais posteriores a sua cristalização, a temperatura de fechamento do Hf no zircão é de 200° C, mais alta do que a do Pb, mostrando que o Hf permanece isotopicamente fechado durante a maioria dos eventos termiais (Bertotti, 2012).