

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA JÚLIO DE MESQUITA FILHO

Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais - POSMAT

Murilo Candido de Azevedo

**CARACTERIZAÇÃO CRISTALOGRÁFICA E ISOTÓPICA DO MINERAL ZIRCÃO
ATRAVÉS DO MÉTODO DE TRAÇOS DE FISSÃO, U-Pb E U-Th/He:
GEOCRONOLOGIA DA PROVÍNCIA BORBOREMA, RN, BRASIL**

PRESIDENTE PRUDENTE

2021

MURILO CANDIDO DE AZEVEDO

CARACTERIZAÇÃO CRISTALOGRÁFICA E ISOTÓPICA DO MINERAL
ZIRCÃO ATRAVÉS DO MÉTODO DE TRAÇOS DE FISSÃO, U-Pb E U-
Th/He: GEOCRONOLOGIA DA PROVÍNCIA BORBOREMA, RN, BRASIL

Dissertação apresentada como requisito para obtenção do
título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Materiais ao
Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de
Materiais (POSMAT) da Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”

Orientador: Prof. Dr. Carlos Alberto Tello Sáenz

Coorientador: Dr. Cleber José Soares

Presidente Prudente

2021

De Azevedo, Murilo Candido.

Caracterização Cristalográfica e Isotópica do Mineral Zircão Através do Método de Traços De Fissão, U-Pb e U-Th/He: Geocronologia da Província Borborema, RN, Brasil / Murilo Candido de Azevedo, 2021
123 f. : il.

Orientador: Carlos Alberto Tello Sáenz
Coorientador: Cleber José Soares

Dissertação (Mestrado)-Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Ciências e Tecnologia, Presidente Prudente, 2021

1. Caracterização do mineral zircão. 2. Método de Traços de Fissão. 3. Sistemática U-Pb. 4. Cronometria U-Th/He. I. Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Ciências e Tecnologia. II. Título.

ATA DA DEFESA PÚBLICA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE MURILO CANDIDO DE AZEVEDO, DISCENTE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS, DA FACULDADE DE CIÊNCIAS - CÂMPUS DE BAURU.

Aos 22 dias do mês de julho do ano de 2021, às 14:00 horas, por meio de Videoconferência, realizou-se a defesa de DISSERTAÇÃO DE MESTRADO de MURILO CANDIDO DE AZEVEDO, intitulada **Caracterização cristalográfica e isotópica do mineral zircão através do Método de Traços de Fissão, U-Pb e U-Th/He: Geocronologia da Província Borborema, RN, Brasil**. A Comissão Examinadora foi constituída pelos seguintes membros: Prof. Dr. CARLOS ALBERTO TELLO SAENZ (Orientador(a) - Participação Virtual) do(a) Departamento de Física / Faculdade de Ciências e Tecnologia de Presidente Prudente, Prof. Dr. JULIO CESAR HADLER NETO (Participação Virtual) do(a) Instituto de Física Gleb Wataghin - Universidade Estadual de Campinas, Profa. Dra. AGDA EUNICE DE SOUZA ALBAS (Participação Virtual) do(a) Departamento de Física / Faculdade de Ciências e Tecnologia de Presidente Prudente. Após a exposição pelo mestrando e arguição pelos membros da Comissão Examinadora que participaram do ato, de forma presencial e/ou virtual, o discente recebeu o conceito final Aprovado. Nada mais havendo, foi lavrada a presente ata, que após lida e aprovada, foi assinada pelo(a) Presidente(a) da Comissão Examinadora.



Prof. Dr. CARLOS ALBERTO TELLO SAENZ

AGRADECIMENTOS

Agradeço aos integrantes do grupo DETRAN que me deram apoio e também me ajudaram a seguir nesta área de pesquisa, especialmente ao João Victor da Silva Andrade, Bruno Vaz Santos, Luiz Augusto Stuari e ao meu orientador Carlos Alberto Tello Sáenz.

A todos os meus amigos e familiares que permaneceram perto nos tempos de quarentena.

Aos amigos distantes que ajudaram em minha formação intelectual.

Ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais (POSMAT).

Agradeço também à FAPESP pela bolsa concedida (2018/24203-1) e pelo grande incentivo a pesquisa com apoio financeiro ao grupo.

RESUMO

Este estudo analisa a geocronologia e cristalografia de amostras de zircão coletadas em diferentes domínios tectônicos na parte Norte da Província Borborema: São José do Campestre, Rio Piranhas-Seridó, Jaguaribeano, Ceará Central e Médio Coreau; localizados no estado do Rio Grande do Norte. Ao todo foram datadas 17 amostras por diferentes métodos: Método de Traços de Fissão por Detector Externo (MTF-MDE), MTF via LA-ICP-MS, cronometria U-Pb e cronometria U-Th/He. Na caracterização cristalográfica, técnicas como espectroscopia micro-Raman, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com Energy dispersive spectroscopy (EDS) e backscattering (BDS) e Microscopia Óptica (MO) foram realizadas em diferentes tipos de grãos de zircão para se estudar a anisotropia na revelação de traços, que pode apresentar várias causas. Estudos de espectrometria Raman e MEV foram feitos de forma a analisar o efeito de inclusões minerais na estrutura cristalina do zircão, que influenciam na revelação de traços e na intensidade dos picos de espectro Raman. A partir da análise por Microscopia Óptica (MO) de mais de 1000 grãos, uma nova classificação de grãos em relação à revelação de traços é proposta como complemento da clássica (homogêneo, heterogêneo, híbrido e anômalo), na qual se considera fatores como integridade e danificação da superfície, irregularidade de traços e camadas de crescimento do grão. Foi analisada a porcentagem de cada tipo de grão em amostras padrão em comparação com as amostras da Província Borborema. Os avanços metodológicos explicados acima foram utilizados para determinar as idades via MTF e U-Th/He. Esses dados junto com os dados de idades U-Pb e Ar-Ar da literatura foram utilizados para determinar a história térmica da Província Borborema. As idades obtidas via MTF indicam que em alguns domínios (mais enfaticamente, em algumas rochas plutônicas) da Província Borborema podem ter mais do que uma população de idades. Isso poderia ser explicado a partir do metamorfismo dessa região ou a partir da fusão de plutões com diferentes taxas de resfriamento após o choque dos microcontinentes. Os resultados tanto das idades como das histórias térmicas poderiam explicar a anomalia topográfica da Província Borborema.

Palavras-chave: Caracterização do Mineral Zircão. Método de Traços de Fissão. Sistemática U-Pb. Geocronologia. Província Borborema.

ABSTRACT

This study analyzes the geochronology and crystallography of zircon collected in different tectonic domains in the northern part of the Borborema Province: São José do Campestre, Rio Piranhas-Seridó, Jaguaribeano, Ceará Central and Médio Coreaú; located in the state of Rio Grande do Norte. Altogether, 17 samples were dated by different methods: Fission Track Method by External Detector (MTF-MDE), MTF via LA-ICP-MS, U-Pb chronometry and U-Th/He chronometry. In crystallographic characterization, techniques such as micro-Raman spectroscopy, Scanning Electron Microscopy (SEM) with energy dispersive spectroscopy (EDS) and backscattering (BDS) and Optical Microscopy (OM) were grouped into different types of zircon grains to study anisotropy in revealing of tracks, which can have several causes. Raman spectrometry and SEM studies were carried out in order to analyze the effect of mineral inclusions on the crystal structure of zircon, which influences the development of tracks and the intensity of the Raman spectrum peaks. From optical microscopy analysis of more than 1000 grains, a new classification of grains in relation to the revelation of tracks is proposed as a complement to the classic one (homogeneous, heterogeneous, hybrid and anomalous), which considers factors such as integrity and damage to the surface, irregularity of tracks and layers of grain growth. The percentage of each type of grain in standard samples was analyzed in comparison with that of Borborema Province. The methodological advances explained above were used to determine ages via MTF and U-Th/He. These data together with the U-Pb and Ar-Ar age data from the literature were used to determine the thermal history of Borborema Province. Ages defined via MTF indicate that in some domains (most emphatically, in some plutonic rocks) of Borborema Province may have more than one population of ages. This could be explained from the metamorphism of this region or from the fusion of plutons with different cooling rates after the impact of microcontinents. The results of both ages and thermal histories could explain the topographical anomaly of Borborema Province.

Keywords: Zircon Mineral Characterization. Fission Track Method. U-Pb systematics. Geochronology. Borborema Province.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - (A) Grão de zircão sem ataque químico observado no microscópio óptico; (B) catodoluminescência sem ataque, (C) com ataque; imagem obtida por elétrons secundários (D) sem ataque, (E) com ataque)	3
Figura 2 – Micrografias com luz transmitida e aumento nominal de 500x: (A) grão homogêneo, (B) heterogêneo, (C) híbrido, (D) anômalo.....	4
Figura 3 – Modelo clássico.....	4
Figura 4 – Modelo de dano radioativo e perda de chumbo em zircão.....	6
Figura 5 – Aparência física do zircão em função do seu grau de metamictização.....	8
Figura 6 – Grau de arredondamento zircão.....	8
Figura 7 – Grau de elongação de zircão.	9
Figura 8 – Configuração axial de sistema cristalográfico tetragonal–ditetragonal dipiramidal..	10
Figura 9 – Formas cristalográficas do zircão: (A) piramidal prismático, (B) pseudo-octaedral, (C) short stubby piramidal, (D) piramidal com centro arredondado, (E) terminated modified piramidal.....	10
Figura 10 – Estrutura cristalina do zircão. (A) perspectiva A. (B) perspectiva B. Oxigênio representando as bolas em vermelho, zircônio as bolas azuis e silício as bolas marrons.....	11
Figura 11 – Mapa da porção Norte da Província Borborema.....	13
Figura 12 – Brasil e África no contexto de Gondwana Ocidental, com a Província Borborema acima do cráton São Francisco.....	15
Figura 13 - Esquema de separação mineral.....	20
Figura 14 – Processos de separação: (A) rocha bruta; (B) britador de mandíbula Jaw Crusher; (C) peneiras granulométricas; (D) mesa vibratória; (E) Frantz; (F) funil de separação com bromofórmio; (G) separação manual de grãos de zircão.....	20
Figura 15 – Equipamentos de montagem do zircão: (A) chapa térmica, (B) politriz, (C) forno elétrico.....	22
Figura 16 - Fixação de uma amostra de zircão irradiada em lâmina de vidro para microscopia e sua respectiva réplica no detector externo (mica muscovita) em uma lâmina de vidro. As perfurações são feitas em um dos vértices e no meio de uma aresta oposta sobrepondo-se o teflon ao detector externo. Dessa forma, obtêm-se perfurações especularmente simétricas no detector externo.....	23
Figura 17 - Empilhamento de amostras e dosímetros para irradiação.....	23
Figura 18 – Microscópio óptico Leica MC170 HD.....	24
Figura 19 – Contagem de traços espontâneos em grão homogêneo.....	25
Figura 20 – Contagem de traços induzidos com luz transmitida e aumento nominal de 1000x.....	25
Figura 21 – Estágios de preparação do grão para contagem de traços.....	26
Figura 22 - Sistema LA-ICP-MS.....	30
Figura 23 – Micrografia de zircão com região delimitada para o laser com luz transmitida e aumento nominal de 500x.....	31
Figura 24 – Cadeia radioativa dos isótopos: (A) ^{238}U . (B) ^{235}U . (C) ^{232}Th	34
Figura 25 - Ilustração das diferentes meias-vidas de ^{232}Th , ^{238}U e ^{235}U por meio do decaimento do isótopo-pai e do crescimento interno do isótopo-filho.....	35
Figura 26 – Diagrama de concórdia.....	38
Figura 27 – Exemplo de gráfico de concórdia de idades U-Pb.....	40
Figura 28 - Element 2 HR-ICP-MS.....	41
Figura 29 – Espectro de dois grãos de zircão com diferentes graus em dano de radiação.....	44
Figura 30 - Espectrógrafo micro-Raman, Renishaw.....	45
Figura 31 – Microscópio Eletrônico de Varredura.....	47

Figura 32 - Sputtering Quorum.....	47
Figura 33 - Espectro padrão do zircão (ZrSiO ₄) com as atribuições das bandas mais intensas no intervalo de 100 a 1400 cm ⁻¹	49
Figura 34 - Micrografias com luz transmitida do grão 42.....	50
Figura 35 - Espectroscopia micro-Raman do grão 42 com numeração dos picos e sobrepostos (a), e em 3 dimensões (b Espectroscopia micro-Raman do grão 42: (A) com numeração dos picos e sobrepostos, (B) em 3 dimensões.....	51
Figura 36 - Micrografias do grão 65 com (A) luz transmitida e (B) refletida.....	52
Figura 37 - Espectroscopia micro-Raman do grão 65: (A) com numeração dos picos e sobrepostos, (B) em 3 dimensões.....	52
Figura 38 - Micrografias do grão 84: (A) com foco na superfície, (B) foco na inclusão.....	53
Figura 39 - Espectroscopia micro-Raman do grão 84: (A) com numeração dos picos e sobrepostos, (B) em 3 dimensões.....	54
Figura 40 - Micrografia do grão 84 através da técnica: (A) (BSD), (B) (EDS).....	56
Figura 41 - Distribuição de elementos pelo grão 84: (A) Si, (B) O, (C) Zr.....	56
Figura 42 - Análise composicional de área.....	57
Figura 43 - Distribuição de traços induzidos do grão 84 na mica.....	58
Figura 44 - Gráfico de proporção entre os tipos de grãos nas amostras analisadas para: (A) KG1, (B) Província Borborema.....	60
Figura 45 - Micrografias por luz transmitida e aumento nominal de 500x em: (A) grão anômalo com superfície destruída, (B) superfície intacta.....	60
Figura 46 - Micrografias por luz transmitida de grãos híbridos: (A) sem revelação de traços com aumento de 1000x, (B) com uniformidade de traços e aumento de 500x, (C) desuniformidade de traços com aumento de 1000x.....	61
Figura 47 - Micrografias de grãos heterogêneos por luz transmitida: (A) traços limitados por camadas de crescimento com aumento de 500x, (B) traços de maneira irregular com aumento de 1000x.....	62
Figura 48 - Grão homogêneo se tornando anômalo com luz transmitida e aumento de 500x.....	62
Figura 49 - Micrografia por luz transmitida de grão heterogêneo delimitado por camadas.....	63
Figura 50 - Nova proposta classificação de grãos de zircão.....	64
Figura 51 - Amostra KG1: (A) Distribuição de idades, (B) flutuação de idades.....	66
Figura 52 - Distribuição de idades e flutuação de idades: FT06 (A), (B); CEBP321 (C), (D); CEBP035 (E), (F)	66
Figura 53 - Distribuição de idades e flutuação de idades: CEBP317 (A), (B); CEBP314 (C), (D); FT02 (E), (F); FT04 (G), (H); CEBP112 (I), (J); FT03 (K), (L).....	69
Figura 54 - Distribuição de idades e flutuação de idades: W03 (A), (B); CEBP219 (C), (D).....	71
Figura 55 - Distribuição de idades e flutuação de idades individuais: CEBP285 (A), (B); CEBCEI175 (C), (D).....	72
Figura 56 - Distribuição de idades e flutuação de idades individuais: CEBCEI031 (A), (B).....	73
Figura 57 - MTF via LA-ICP-MS para a amostra KG1: (A) Distribuição de idades, (B) flutuação de idades individuais.....	74
Figura 58 - KG1: (A) Distribuição de idades U-Pb, (B) curva de concórdia.....	75
Figura 59 - História Térmica das Amostras da Província Borborema: (A) CEBP321, (B) CEBP035, (C) FT02, (D) FT04, (E) CEBP112, (F) CEBP219, (G) CEBP285, (H) CEBCEI010.....	80
Figura 60 - História Térmica das amostras da região Norte da Província Borborema em escala de eras geológicas.....	82

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades da célula unitária do zircão.....	11
Tabela 2 – Coordenadas das Amostras da Província Boborema, Natal – RN, Brasil.....	12
Tabela 3 – Subdivisão de domínios tectônicos da Província Borborema.....	14
Tabela 4 – Valores dos fatores da Equação de Idade para MTF.....	29
Tabela 5 - Abundâncias, meias-vidas e constantes de decaimento dos principais isótopos naturais de urânio e tório.....	34
Tabela 6 – Exemplo de razões isotópicas para obtenção de idades U-Pb através do IsoplotR (dados do IsoplotR).....	39
Tabela 7 – Tabela de Idades exemplo obtida através do IsoplotR.....	39
Tabela 8 – Metodologias e Análises aplicadas em cada amostra.....	47
Tabela 9 – Picos padronizados na literatura.....	48
Tabela 10 – Identificação dos picos do espectro micro-Raman.....	55
Tabela 11 - Composição química espacial no grão.....	57
Tabela 12 – Quantidade de grãos de cada amostra por classe.....	58
Tabela 13 – Idades da Província Borborema.....	65
Tabela 14 – Idades U-Th/He de grãos selecionados da Província Borborema.....	76
Tabela 15 – Idades por diferentes métodos radiométricos de amostras da Província Borborema.....	79

LISTA DE ABREVIACÕES E SIGLAS

a.u – Ausente de Unidade.
BDS – Detector Backscattering.
BSE – acrônimo de *Back-scattered electron*.
CL – catodoluminescência.
CN (*Corning*) – vidros dopados de urânio.
DCC – Domínio Ceará Central.
DETRAN – Detectores de Traços Nucleares.
DJ – Domínio Jaguaribeano.
DMC – Domínio Médio Coreaú.
DRPS – Domínio Rio Piranhas-Seridó.
DSJC – Domínio São José do Campestre.
E.U.A – Estados Unidos da América.
EDS – Detector Energy dispersive spectroscopy.
FCT – Fish Canyon Tuff.
FWHM – acrônimo de *Full Width at Half Maximum*.
HR-ICP-MS - espectrômetro de massa com fonte de plasma indutivamente acoplado de alta precisão.
IFGW - Instituto de Física "Gleb Wataghin".
IPEN – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.
IR – acrônimo de *Infrared light*.
IUGS - International Union of Geological Sciences.
LA-ICP-MS – espectrômetro de massa com fonte de plasma indutivamente acoplado com ablação a laser.
MDE – Método do Detector Externo.
MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura.

MO – Microscopia Óptica.
MTF – Método de Traços de Fissão.
ppm - Partes por milhão.
REE – Rare Earth Elements/Elementos de Terras Raras.
ZAP – Zona de Annealing Parcial.
ZAT – Zona de Annealing Total.

LISTA DE SÍMBOLOS

%a – porcentagem atômica.
%p – porcentagem em peso.
°C – graus Celsius.
³⁹Ar – isótopo de argônio com massa atômica de 39u.
⁴⁰Ar – isótopo de argônio com massa atômica de 40u.
¹⁴⁷Sm – isótopo de samário com massa atômica de 147u.
²⁰⁴Pb - isótopo de chumbo com massa atômica 204u.
²⁰⁶Pb - isótopo de chumbo com massa atômica 206u.
²⁰⁷Pb - isótopo de chumbo com massa atômica 207u.
²⁰⁸Pb – isótopo de chumbo com massa atômica 208u.
²³²Th - isótopo de tório com massa atômica de 232u.
²³⁵U - isótopo de urânio com massa atômica de 235u.
²³⁸U - isótopo mais abundante de urânio com massa atômica de 238u.
⁴He – isótopo de hélio com massa atômica 4u.
⁹¹Zr – isótopo de zircônio com massa atômica 91u.
A - Ampere
a⁻¹ – por ano.
E – energia.
eV – elétron-volt.
g/cm³ – gramas por centímetro cúbico.
Ga – bilhões de anos (10⁹ anos).
HCl – ácido clorídrico.
HF – ácido fluorídrico.
HfO₂ – óxido de Háfnio.
ka – milhares de anos (10³ anos).
KOH – hidróxido de potássio.
Ma – milhões de anos (10⁶ anos).
MeV – mega elétron-volts (10⁶ eV).
NaOH – hidróxido de sódio.
R_M – probabilidade por núcleo alvo da reação ²³⁵U ocorrer na amostra durante a irradiação.
SiO₂ – dióxido de silício.
UO₂ – dióxido de urânio.
U-Pb – cronometria de urânio-chumbo.
U-Th/He – cronometria de urânio-tório/hélio.
ZrO₂ – dióxido de zircônio.
α – emissão alfa.
β – emissão beta.
ζ – calibração Zeta.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
1.1 CLASSIFICAÇÃO DOS GRÃOS	3
1.2 METAMICTIZAÇÃO	6
1.3 CARACTERÍSTICAS GERAIS DO ZIRCÃO	8
2 OBJETIVOS E MOTIVAÇÕES	11
3 REVISÃO GEOLÓGICA DA PROVÍNCIA BORBOREMA	12
3.1 PORÇÃO NORTE DA PROVÍNCIA BORBOREMA	15
3.1.1 Domínio Rio Grande do Norte	16
3.1.1.1 Maciço São José do Campestre (DSJC)	16
3.1.1.2 Terreno Rio Piranhas (DRPS)	17
3.1.1.3 Cinturão Seridó (DRPS)	17
3.1.2 Domínio Jaguaribeano (Orós-Jaguaribeano) (DJ)	17
3.1.3 Domínio Ceará Central (DCC)	17
3.1.4 Domínio Médio Coreaú (DMC)	18
4 MATERIAIS E MÉTODOS	19
4.1 SEPARAÇÃO MINERAL	19
4.2 MONTAGEM DAS AMOSTRAS	21
4.3 MÉTODO DE TRAÇOS DE FISSÃO POR DETECTOR EXTERNO (MDE)	22
4.3.1 Empacotamento e Irradiação	22
4.3.2 Contagem de Traços de Fissão	24
4.3.4 Equação da Idade MTF-MDE	26
4.4 ESPECTROMETRIA DE MASSA (SISTEMA LA-ICP-MS)	30
4.4.1 Método de Traços de Fissão via LA-ICP-MS	31
4.4.1.1 Calibração Zeta (ζ)	32
4.4.2 Sistemática U-Pb	33
4.4.2.1 Equação da Idade U-Pb	36
4.4.2.2 Diagrama de Concórdia	38
4.4.2.3 Processamento de Dados	39
4.4.3 Termocronologia U-Th/He	40
4.4.3.1 Equações U-Th/He	42
4.5 ESPECTROSCOPIA MICRO-RAMAN	43
4.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	45
4.7 APLICAÇÃO DAS METODOLOGIAS	47
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	48
5.1 ESPECTROSCOPIA MICRO-RAMAN	48

5.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	55
5.3 CLASSIFICAÇÃO DOS GRÃOS	58
5.3.1 Novo Modelo de Classificação Proposto.....	60
5.4 RESULTADOS MTF-MDE.....	65
5.4.1 KG1 (Amostra Padrão).....	65
5.4.2 São José do Campestre	66
5.4.3 Rio Piranhas-Seridó.....	68
5.4.4 Jaguaribeano	70
5.4.5 Ceará Central	72
5.4.6 Médio Coreaú	73
5.5 DATAÇÃO MTF VIA LA-ICP-MS PARA KG1.....	74
5.6 DATAÇÃO EM U-Pb PARA KG1.....	74
5.7 IDADES DE U-Th/He PARA A PROVÍNCIA BORBOREMA	75
5.8 INTERPRETAÇÃO GLOBAL DE IDADES	78
6 CONCLUSÃO.....	83
PERSPECTIVAS FUTURAS.....	86
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	87
APÊNDICES	99

1 INTRODUÇÃO

O zircão é um mineral comum de ser encontrado na crosta terrestre, e sua alta concentração de elementos radioativos como urânio e tório, torna-o favorável a ser datado por diferentes métodos de datação, sendo indispensável para estudos de geocronologia.

Os isótopos podem se difundir pelos cristais dos minerais à alta temperatura, dessa forma, existe uma temperatura na qual os elementos radioativos e seus traços são retidos na estrutura cristalina de forma a permitir sua medição ao longo do tempo. Portanto, as idades calculadas representam a temperatura na qual o sistema se fechou, designada como temperatura de fechamento.

As idades radiométricas em minerais fornecem diversas informações, podendo indicar a idade de cristalização da rocha, ou o período de seu resfriamento, permitindo reconstruir sua trajetória térmica em tempos geológicos. Como as propriedades cristalográficas variam de mineral a mineral e são sensíveis à temperatura, da mesma forma a temperatura de fechamento varia de acordo com cada mineral e a cada método de datação. Dessa forma, um conjunto de idades obtidas por diferentes métodos radiométricos, permite um estudo mais completo para a análise de uma região geológica.

No método de traços de fissão (MTF), considera-se os registros da fissão do ^{238}U , isótopo mais abundante do urânio, o qual possui uma probabilidade de decair espontaneamente, evento que emite uma grande quantidade de energia e dois fragmentos em direções opostas (em relação ao centro de massa), que causarão um desarranjo na estrutura cristalina do mineral da ordem de até 20 μm no momento em que é produzido, designado como traço latente.

Esses traços podem ser recristalizados acima da chamada temperatura de annealing, que tem seu efeito nítido em furos de sondagem, nos quais a idade dos traços de fissão permanece igual até uma determinada profundidade, na qual a temperatura do local é alta o suficiente para reduzir o número e o tamanho dos traços. A esta região se dá o nome de Zona de Annealing Parcial (ZAP), abaixo da qual nenhum traço é mantido. Os grãos que se mantiveram por um período considerável dentro dessa região, possuem traços de fissão menores do que grãos que se mantiveram acima do ZAP.

Os traços que intersectam a superfície podem ser revelados através do ataque químico, uma solução corrosiva que aumenta as dimensões dos traços, tornando-os visíveis ao microscópio óptico. Traços que não cruzam a superfície, mas que podem ser revelados através de um ataque químico adequado e pelo contato com fissuras ou outros traços superficiais, são

chamados de traços confinados, e fornecem informações importantes por revelar o comprimento real do traço em seu estado atual.

Nesse método, conhecendo-se a meia-vida por fissão espontânea do ^{238}U , o conteúdo de urânio da amostra e a quantidade de decaimentos ocorridos, é possível obter a idade de retenção dos traços no mineral, cuja temperatura de fechamento para o zircão é de $205 \pm 18^\circ\text{C}$ (Bernet, 2009).

Já outros métodos de datação que utilizam de cálculo direto das razões isotópicas, como a cronologia U-Pb e U-Th/He, são realizados através de um espectrômetro de massa, que dissolve parte do material para determinar a quantidade de isótopos. Com isso, comparando-se a proporção isotópica atual com a concentração isotópica correspondente na natureza, é possível realizar o cálculo de idade. Esses métodos no zircão possuem a temperatura de fechamento de $\sim 900^\circ\text{C}$ para o U-Pb (Lee et al., 1997; Cherniak e Watson, 2001) e $\sim 200^\circ\text{C}$ para o U-Th/He (Cai et al., 2019).

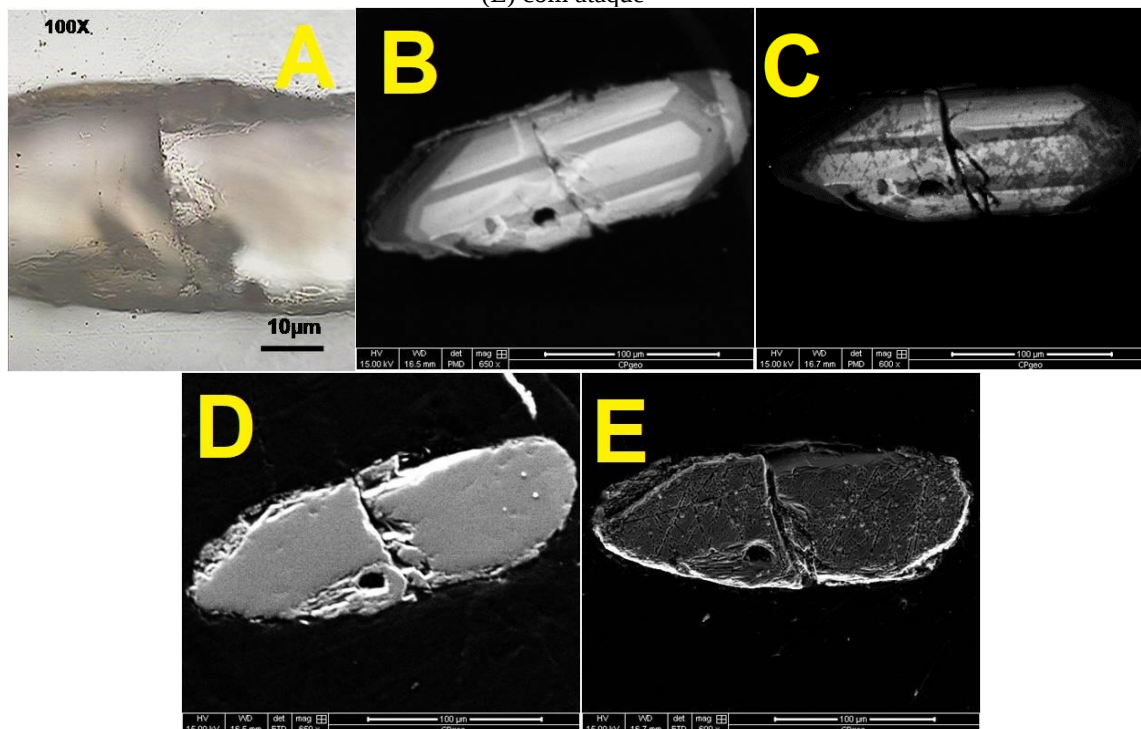
As aplicações na obtenção de idades incluem dados para o estudo de eventos térmicos como metamorfismo de rocha, vulcanismo, hidrotermalismo, impacto de meteoritos, entre outros, os quais descrevem formações geológicas como encontro de placas tectônicas, soerguimento de rochas, dados e análises cruciais para realizar a prospecção de minérios, além de que as idades ajudam a caracterizar o mineral e suas propriedades cristalográficas.

Este estudo visa estudar as propriedades cristalográficas do zircão, as implicações disso em diferentes métodos de datação e sua aplicação para o estudo geocronológico da Província Borborema, através da datação por MTF, U-Pb e U-Th/He de 14 amostras de zircão dessa região e de 3 amostras padrão para calibração: KG1 (Iwano et al., 2013), Durango (McDowell et al., 2005), FCT (Yu et al., 2019)

Estudos de caracterização cristalográfica podem fornecer informações importantes que afetam no processo de cada método de datação, para isso foi realizada a caracterização do zircão através de Microscopia Óptica (MO), espectroscopia micro-Raman e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

O ataque químico é um fenômeno interessante de se analisar através de técnicas de caracterização como MEV e espectroscopia micro-Raman. Na figura 1a, 1b e 1d temos um grão de zircão antes do ataque químico com sua superfície lisa através de MO, catodoluminescência (com detalhes internos de crescimento do grão) e MEV por elétrons secundários (SE) respectivamente, já nas figuras 1c e 1e temos o zircão pós-ataque químico por catodoluminescência e MEV-SE respectivamente, apresentando detalhes topográficos e fissuras mais nítidas do que quando se utiliza apenas MO.

Figura 1 - (A) Grão de zircão sem ataque químico observado no microscópio óptico; (B) catodoluminescência sem ataque, (C) com ataque; imagem obtida por elétrons secundários (D) sem ataque, (E) com ataque



Fonte: Resende (2011).

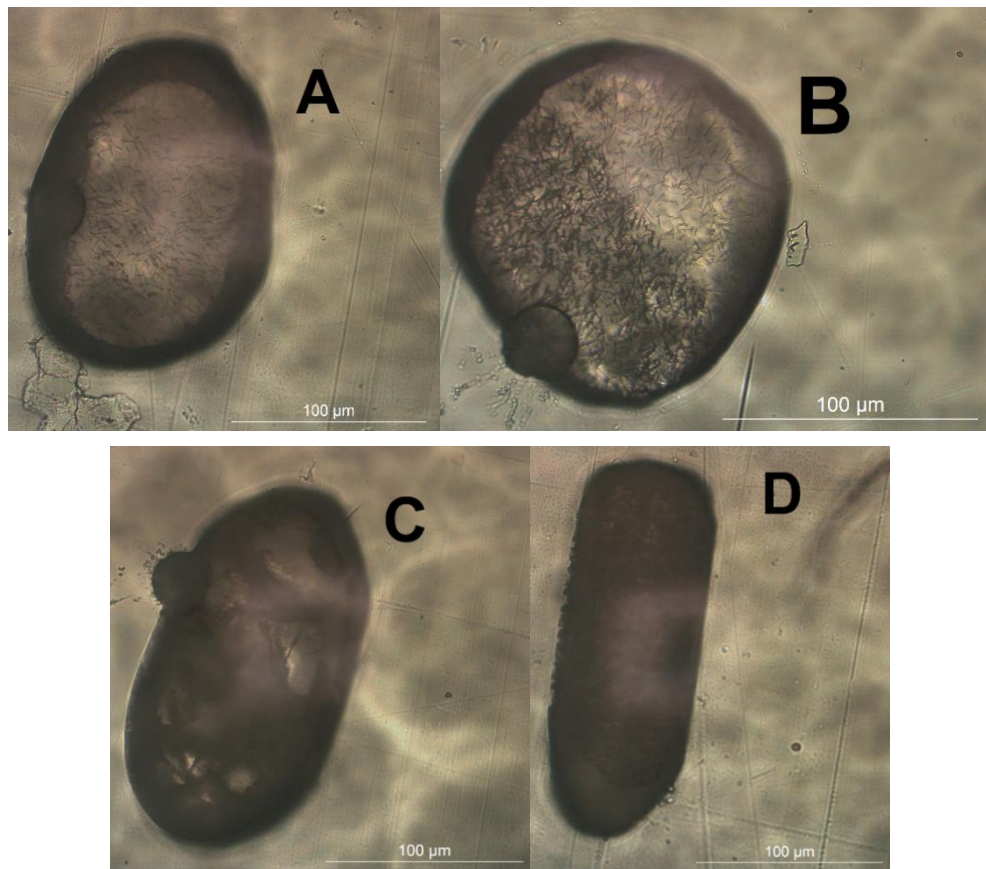
O ataque químico se mostra importante para outros métodos de datação ao indicar regiões que apresentam um sistema fechado, aumentando a concordância de idades U-Pb (Dias et al., 2011, Tello et al., 2012). Conforme apresentado em Tello et al., 2012, mesmo em áreas que aparentam ser homogêneas antes do ataque químico, pode haver alteração da estrutura cristalina após tal procedimento. O motivo pelo qual essa alteração ocorre é que esses grãos podem ter sofrido metamictização e/ou lixiviação (Resende et al., 2019). Outra hipótese é que teria ocorrido um crescimento cristalográfico não uniforme da rede cristalina nessas áreas. Além da possível explicação de uma pequena variação na estequiometria do grão de zircão em relação ao ZrO_2 e ao SiO_2 faz com que o zircão esteja em alguma face cristalográfica e/ou fase mineral diferente de tal forma que esta possa sofrer fenômenos de lixiviação ou metamictização com maior facilidade (Resende et al., 2019).

1.1 CLASSIFICAÇÃO DOS GRÃOS

Nosso grupo de pesquisa de Detectores de Traços Nucleares (DETRAN) possui uma nomenclatura para diferenciar os tipos de grão quanto à revelação de traços após o processo de ataque químico: *grãos homogêneos* (figura 2A), que apresentam uma distribuição de traços

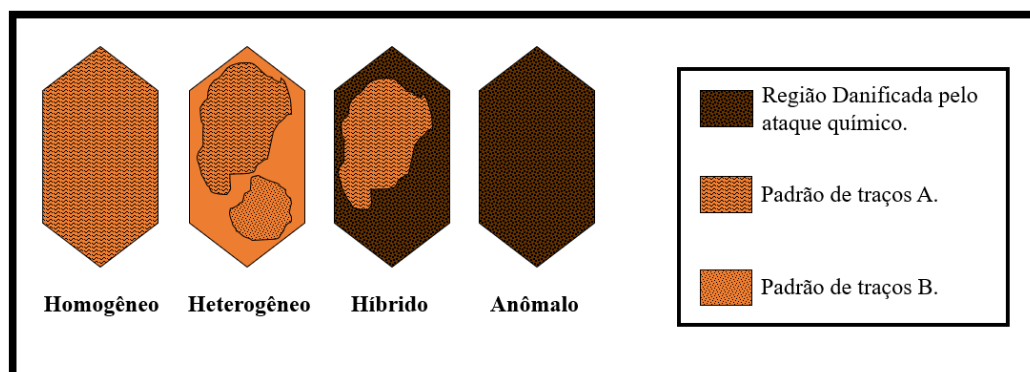
uniforme ao longo da superfície do grão; *grãos heterogêneos* (figura 2B), que apresentam uma distribuição não uniforme de traços ao longo de sua superfície; *grãos híbridos* (figura 2C) que apresentam parte de sua superfície destruída pelo ataque químico e *grãos anômalos* (figura 2D) que não revelaram traços ou foram completamente destruídos após a corrosão, essa classificação de grãos está representada no modelo da figura 3.

Figura 2 – Micrografias com luz transmitida e aumento nominal de 500x: (A) grão homogêneo, (B) heterogêneo, (C) híbrido, (D) anômalo



Fonte: O Autor.

Figura 3 – Modelo Clássico



Fonte: O Autor.

Vários estudos cristalográficos utilizando técnicas de micro-Raman, MEV e microsonda eletrônica foram feitos para descobrir as principais causas dessa anisotropia na revelação de traços (Dias, 2008; Dias et al, 2009; Resende, 2011; Tello et al., 2012; Resende, 2015; Resende et al., 2019).

Essa anisotropia não pode ser explicada devido a composição química de apenas um elemento e sim do conjunto tomando em conta a cristalografia e a composição química global do grão de zircão. Resende et al., 2019 mostraram que a concentração dos principais óxidos SiO_2 e ZrO_2 para zircão são compatíveis para todos os tipos de grãos antes do ataque químico, mas após, nas áreas danificadas pelo ataque, esses óxidos diminuem significativamente. Além do que a densidade de traços espontâneos de fissão é independente das pequenas variações de UO_2 . Um dos pioneiros na classificação, (Dias, 2008; Dias et al., 2009) também mostrou que não há diferença significativa de SiO_2 em uma região de traços homogênea para uma não-homogênea.

Os grãos denominados anômalos apresentam a superfície danificada após o ataque químico (pois pode corroer drasticamente a superfície do grão de zircão). Isso acontece devido ao grão ter sido seriamente danificado por fenômenos de metamictização ou lixiviação (Resende et al., 2019).

Em Tello et al., 2012 se sugere que o dano nos grãos pode se dar por razões físico-químicas multifatoriais, como incorporação de outros minerais ou diferentes fases minerais e faces cristalográficas, e não somente por metamictização. Em Resende et al., 2019 se constatou que o zircão pode ter regiões de fases polimórficas adquiridas durante a cristalização ou durante sua história geológica, que só são reveladas após o ataque químico.

Grãos anômalos não podem ser usados por MTF ou U-Pb (Tello et al., 2012; Resende et al., 2019). Já grãos homogêneos e heterogêneos apresentam idades concordantes em U-Pb e também podem ser usados para o MTF. Nos grãos híbridos, suas idades podem ser determinadas via MTF usando o método do detector externo (MDE), já que nesses grãos podemos ter uma ou duas áreas com densidade uniforme de traços (Dias et al., 2009; Tello et al., 2012; Resende et al 2014).

Em Dias et al., 2009 se mostra que os grãos ou áreas danificadas pelo ataque químico realmente indicam quimicamente a composição de um zircão e não de um outro mineral, assim como na técnica micro-Raman, as bandas apresentaram uma largura maior em áreas com maior densidade de traços, o que simboliza uma diminuição da cristalinidade da superfície do grão de zircão.

1.2 METAMICTIZAÇÃO

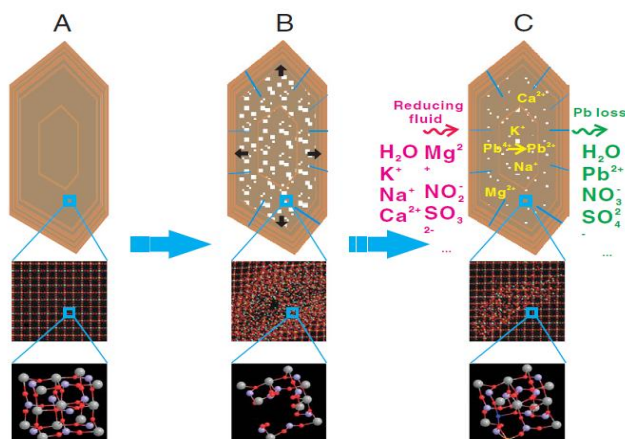
A metamictização é o processo de autoirradiação de um material com alta concentração de isótopos radioativos. Com o decorrer do tempo há uma acumulação de danos causados por núcleos de emissões alfa de tais isótopos, tornando o mineral parcialmente amorfo.

Esse dano estrutural pode ser anulado em minerais por recristalização à alta temperatura, portanto, a metamictização é uma função da concentração inicial de U e Th e da história térmica do mineral (Ault et al., 2018). A metamictização é considerada uma das hipóteses para a destruição do grão após o ataque químico. Assim como pode ser responsável por fissuras que possam abrir o sistema isotópico do mineral.

Um zircão metamítico se torna mais vulnerável por alteração de processos aquosos, o que pode aumentar significativamente a perda de Pb radiogênico e consequentemente diminuir as idades U-Pb (Geisler et al., 2003; Nasdala et al., 2004). Zircões com alta concentração de urânio geralmente possuem estrutura cristalina metamítica e com isso perdem chumbo em processos aquosos de maneira muito mais rápida do que grãos não metamíticos (Xu et al., 2012). Resultados de Lee et al., 1997 indicam que o chumbo se difunde mais rápido do que o urânio e tório nesses processos.

Grãos metamíticos também apresentam maior grau de infiltração de OH/H₂O em sua rede cristalina do que os não metamíticos (Woodhead et al., 1991a; Xu et al., 2012). O processo de lixiviação também pode causar infiltração de impurezas como Ca, Al, Na, K e Mg devido à baixa polimerização de tetraedros de SiO₄, que absorvem esses elementos em processos aquosos. Este processo está representado na figura 5 (Xu et al., 2012).

Figura 4 – Modelo de dano radioativo e perda de chumbo em zircão



Fonte: (Xu et al., 2012).

Nasdala et al., 1995 correlacionou o grau de metamictização através da espectroscopia micro-Raman, o que o torna uma ferramenta de medida da cristalinidade do zircão. Já Xu et al., 2012 mediu diferentes graus de metamictização no núcleo e nas bordas do grão através de diferenças no número de onda do espectro micro-Raman (deslocamento dos picos principais) (Xu et al., 2012). Isso pode ser causa da relação da metamictização com a quantidade de urânio, na qual o núcleo apresenta uma maior quantidade de U e consequentemente um maior grau de metamictização. Outra evidência de um núcleo mais metamítico são de fissuras/rachaduras radiadas do núcleo em direção às bordas do grão (Lee e Tromp, 1995), por outro lado, Nasdala et al., 1999 interpretam isso como a diferença de metamictização de uma região sobre a outra, na qual núcleos metamíticos apresentam uma maior expansão volumétrica (Chakoumakos et al., 1987; Lee e Tromp, 1995; Nasdala et al., 1996, Xu et al., 2012).

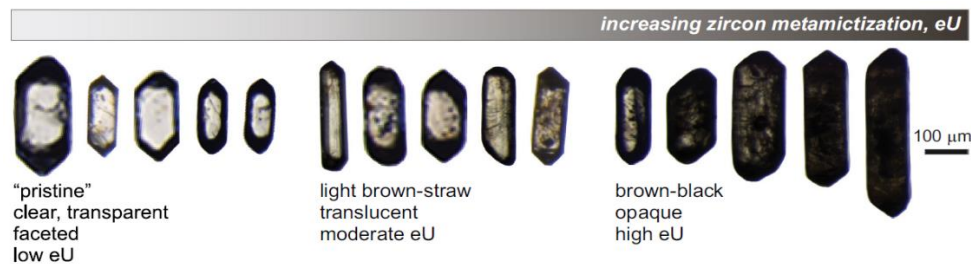
Medidas de espectrometria IR (Infravermelho) mostram que após a metamictização prevalecem bandas de ligação Si-O, enquanto desaparecem bandas relacionadas à ligação Zr-O, o que também pode alterar o espectro via micro-Raman. Isso indica que a composição estrutural de um zircão metamítico é feita de tetraedros de sílica isolados assim como cátions de Zr^{4+} (Woodhead et al., 1991b).

Em medidas radiométricas, datações por U-Pb constataam que a metamictização causa perda de chumbo (Pidgeon et al., 1998; Xu et al., 2012). Em datações por U-Th/He, os danos por radiação impactam a difusividade de He em zircão (por exemplo, Hurley, 1952; Reiners, 2005; Guenther et al., 2013). Este efeito é ampliado em idades de He em zircão por causa de seu alto conteúdo de U ($\sim 100\text{--}10.000$ ppm). Inicialmente se adotava a temperatura de fechamento de He no zircão como $\sim 200\text{--}160$ °C (Reiners et al., 2004), mas novos trabalhos indicam que a temperatura de fechamento de zircão para He pode variar de acordo com o dano radioativo por até $\sim 210 \pm 25$ °C (Guenther et al., 2013) devido à quebra dos caminhos de difusão paralelos ao eixo-c, diminuindo a difusão do He e aumentando a temperatura de fechamento (Ault et al., 2018). Na datação por U-Th/He há uma correlação entre os fatores concentração de urânio, dano de radiação, difusão e temperatura de fechamento. Uma baixa concentração de urânio em zircão resulta em pouco dano, diminuição da difusão, aumento da temperatura de fechamento e, portanto, idades maiores. Já zircões com alta concentração de urânio resultam em alto acúmulo de danos, maior difusividade, menor temperatura de fechamento e idades mais jovens (Ault et al., 2018).

O acúmulo deste fenômeno acarreta na perda de cristalinidade e brilho do mineral, como na figura 5. O fenômeno também afeta outras características físico-químicas do mineral, como densidade e índice de refração (Holland and Gottfried, 1955; Woodhead et al., 1991b). Em

questão de aparência, grãos íntegros apresentam uma forma clara e transparente, geralmente prismática e com terminações piramidais, já grãos metamíticos apresentam uma coloração amarronzada, roxeada e mais escura, translúcida próximo ao opaco e de aparência subédrica. O aumento da concentração de urânio corresponde a uma perda visível de transparência (Ault et al., 2018).

Figura 5 – Aparência física do zircão em função do seu grau de metamictização



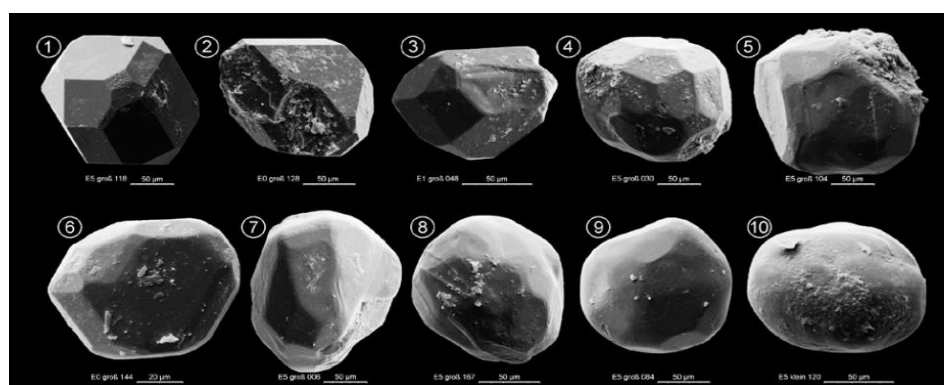
Fonte: (Ault et al., 2018).

1.3 CARACTERÍSTICAS GERAIS DO ZIRCÃO

O zircão é um mineral composto por silicato de zircônio (ZrSiO_4). Grupo dos nesossilicatos, apresenta um cátion de Zr^{4+} intersticial com tetraedros $[\text{SiO}_4]^{4-}$. Pode apresentar várias cores a depender de suas impurezas.

Com uma dureza de 7,5 na escala Mohs, o zircão adquire uma alta resistência mecânica, o que lhe dá a propriedade de sofrer poucas fraturas, dessa forma ele pode adquirir formatos regulares, apresentando uma gradação de uma forma perfeitamente cristalina até uma forma completamente arredondada (figura 6), esse arredondamento se dá por processos de abrasão (Gärtner et al., 2013).

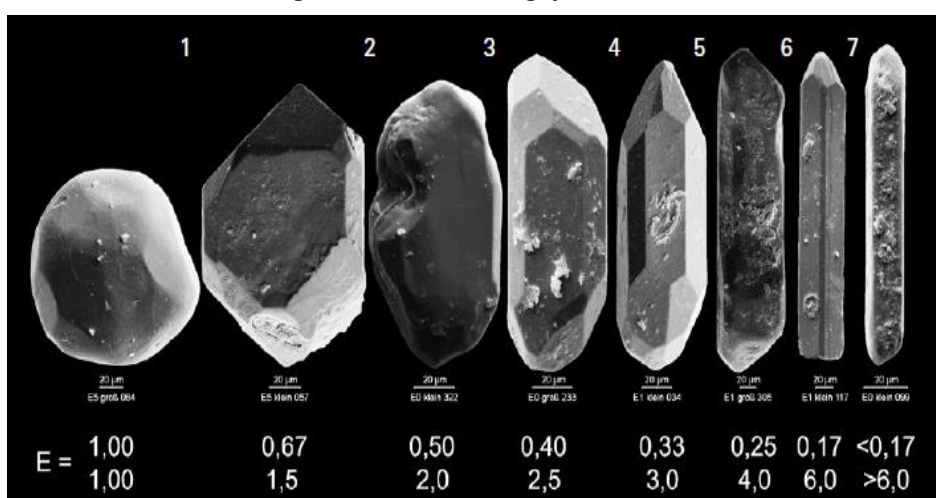
Figura 6 – Grau de arredondamento de zircão



Fonte: (Gärtner et al., 2013).

Outra característica de sua morfologia é a alongação, que se dá pela razão de seu eixo maior com a de seu eixo menor. As formas mais cristalinas possuem uma maior alongação, enquanto as arredondadas, uma menor (figura 7). O nível dessa alongação pode indicar de qual tipo de rocha o mineral veio, com grãos de rochas graníticas sendo mais alongados do que as rochas sedimentares. A taxa de resfriamento de uma rocha magmática também pode mudar a morfologia do zircão, quanto mais rápido o resfriamento, mais alongados serão os zircões (Gärtner et al., 2013).

Figura 7 – Grau de alongação de zircão



Fonte: (Gärtner et al., 2013).

Os grãos analisados da Província Borborema apresentam-se do grau 1 ao 5, devido a serem provenientes de plutões e não de rochas sedimentares, dificultando processos de abrasão, e com uma alongação média entre os níveis 3 e 4.

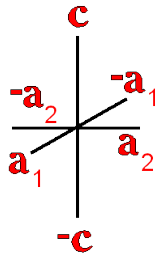
Em uma análise de sua composição, o mineral possui estequiometria de 58,27 % de ZrO_2 ; 31,57 % de SiO_2 ; 5,53% de HfO_2 e 4,41% REE_2O_3 . (webmineral.com).

Zircões possuem uma quantidade significativa de urânio em sua composição, com grãos detríticos naturais apresentando uma média de ~419 ppm de urânio (Marsellos e Garver, 2010). O mineral torna-se propício a ser utilizado como geocronômetro em datações radiométricas graças à sua alta concentração de urânio junto com a sua estabilidade em estado sólido até 1690 °C (Finch e Hanchar, 2003), assim como sua alta resistência mecânica e à processos químicos.

O mineral também apresenta traços de P, Y, Hf, U, Th, e lantanídeos, que podem variar de acordo com desarranjos estruturais causados por substituição de Zr e Si na rede cristalina. (Finch e Hanchar, 2003).

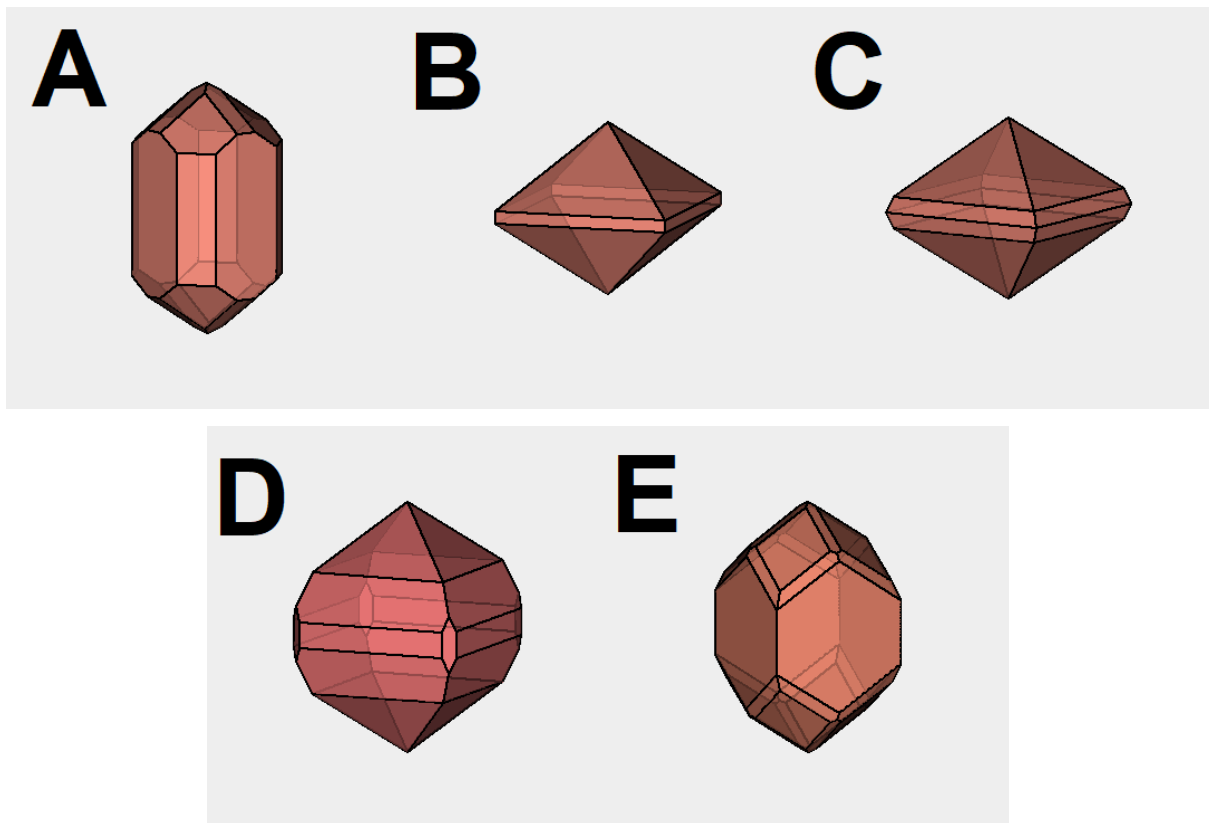
Quanto às suas propriedades cristalográficas, possui um sistema cristalino tetragonal de classe ditetragonal dipiramidal (figura 8), podendo apresentar mais de uma forma de cristal, como indicado na figura 9.

Figura 8 – Configuração axial de sistema cristalográfico tetragonal – ditetragonal dipiramidal



Fonte: (webmineral.com).

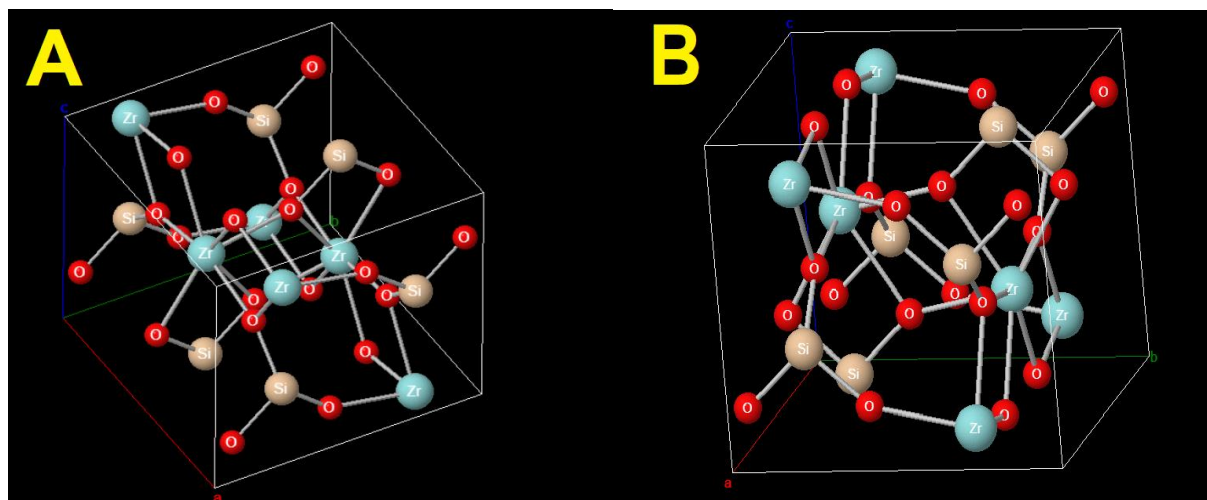
Figura 9 – Formas cristalográficas do zircão: (A) piramidal prismático, (B) pseudo-octaedral, (C) short stubby piramidal, (D) piramidal com centro arredondado, (E) terminated modified piramidal



Fonte: (minerals.net).

Na figura 10 podemos ver a disposição dos elementos constituintes do zircão em sua célula unitária, na qual há a propriedade dos nesossilicatos, com os átomos de zircônio sendo intersticiais aos silicatos.

Figura 10 – Estrutura cristalina do zircão. (A) perspectiva A. (B) perspectiva B. Oxigênio representando as bolas em vermelho, zircônio as bolas azuis e silício as bolas marrons



Fonte: (mindat.org)

Na tabela 1 temos as relações das disposições dos isótopos na célula unitária da rede cristalina do zircão:

Tabela 1 – Propriedades da célula unitária do zircão

a (Å)	b (Å)	c (Å)	α	β	γ
6,607	6,607	5,982	90°	90°	90°

Fonte: (mindat.org).

2 OBJETIVOS E MOTIVAÇÕES

O objetivo global é estudar os efeitos do ataque químico no mineral zircão, assim como suas implicações no Método de Traços de Fissão (MTF) e no método isotópico U-Pb através de diferentes técnicas de caracterização. Idades de U-Th/He serão obtidas em alguns grãos de zircão. Os aprimoramentos do MTF e do U-Pb adquiridos através desses estudos e o conjunto de idades com diferentes geocronômetros (MTF, U-Pb e U-Th/He), serão aplicados para estudar principalmente a termocronologia do norte da Província Borborema.

Dentre os objetivos específicos:

- Caracterizar o mineral zircão através do MTF, Espectroscopia micro-Raman, MEV e Microsonda Eletrônica;
- Reclassificar os grãos homogêneos, heterogêneos, híbridos e anômalos através dos diferentes equipamentos utilizados na caracterização do mineral zircão;

- Estudar os diferentes minerais incorporados durante a cristalização no zircão através das técnicas de micro-Raman, MEV e Microsonda Eletrônica;
- Realizar a caracterização isotópica no zircão através dos métodos U-Pb e U-Th/He, nos quais se utiliza a técnica de Espectrometria de Massa;
- Datar através do MTF e U-Pb os mesmos grãos de zircão em diferentes amostras coletadas na Província Borborema;
- Fazer interpretações geológicas com a integração de dados de idades (obtidas via MTF, U-Pb e U-Th/He) e dados geoquímicos com a finalidade de determinar a exumação dos plutões localizados ao norte da Província Borborema.

3 REVISÃO GEOLÓGICA DA PROVÍNCIA BORBOREMA

A área geológica analisada corresponde a uma parte da macroestrutura Província Borborema, que é um cinturão orogênico Pan-Africano-Brasiliano que cobre parte do nordeste brasileiro, possuindo uma extensão de cerca de 400.000 km² (Dantas et al., 2004).

Ela é cortada por várias zonas de cisalhamento na direção leste-oeste, dividida principalmente em 3 principais zonas tectônicas: A Norte (Setentrional), a Transversal (Central) e a Sul (Meridional), que são separados pelas falhas de Patos e de Pernambuco. Vários subdomínios são estudados dentro dessas regiões.

Várias divisões são propostas para a Província Borborema, a maioria utiliza de suas falhas geológicas para separar em domínios tectônicos, porém, as zonas de cisalhamento não necessariamente refletem uma divisão de regiões de composição geológica distinta (Dantas et al., 2004; Caxito et al., 2020).

A área de interesse corresponde à região Norte, com amostras coletadas pelo Prof. Dr. Jaziel Martins de Sá em plutões graníticos do neoproterozoico, cujas coordenadas e domínios podem ser vistos na tabela 2 e figura 11 respectivamente. A área de estudo está localizada entre os estados de Paraíba e Ceará, entre as regiões de João Pessoa e o município de Chaval localizado no extremo norte do estado de Ceará.

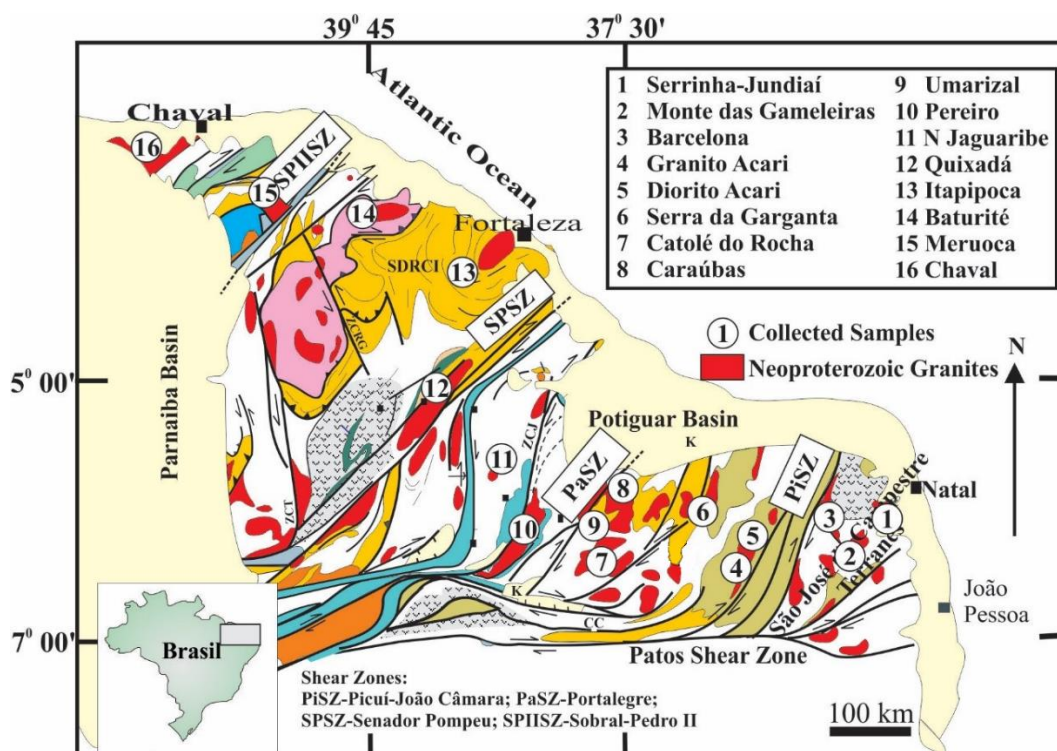
Tabela 2 – Coordenadas das Amostras da Província Boborema, Natal – RN, Brasil.

Domínio tectônico	Identificação da Amostra	Nome do Granito (Plutão)	Coordendas UTM (Datum SAD_69-IBGE)	Zona UTM-Hemisfério	Coordenadas Geográficas
São José do Campestre (DSJC)	FT-06 (1)	Serrinha-Jundiáí	0238708E 9348905S	25S	5°53'07,6"S 35°21'35,5"W
	CEBP-321 (2)	Monte das Gameleiras	0204659E 9288476N	25S	6°25'48,4"S 35°40'11,6"W

Rio Piranhas-Seridó (DRPS)	CEBP-35 (3)	Barcelona	0178926E 9344168N	25S	5°55'32,5"S 35°53'58,4"W
	CEBP-317 (4)	Acari (Granito)	0753533E 9274446N	24S	6°33'31,5"S 36°42'26,1"W
	CEBP-314 (5)	Acari (Diorito)	0761664E 9292074N	24S	6°23'56,7"S 36°38'04,3"W
	FT-02 (6)	Serra da Garganta	0734698E 9334634N	24S	6°00'55,5"S 36°52'47,0"W
	FT-04 (7)	Catolé do Rocha	0637599E 9299284N	24S	6°20'16,2"S 37°45'21,5"W
	CEBP-112 (8)	Caraúbas	0657423E 9357965N	24S	5°48'24,1"S 37°34'41,4"W
	FT-03 (9)	Umarizal	0635844E 9339899N	24S	5°58'13,9"S 37°46'21,7"W
	W-03 (10)	Pereiro	0558679E 9313118N	24S	6°12'50,1"S 38°28'10,5"W
	CEBP-219 (11)	Norte Jaguaribe	0564060E 9387922N	24S	5°32'13,9"S 38°25'17,9"W
Ceará Central (DCC)	CEBP-285 (12)	Quixadá	0501302E 9451682N	24S	4°57'38,4"S 38°59'17,7"W
	CEBCEI-175 (13)	Uruburetama-Itapipoca	0431492E 9594665N	24S	3°40'00,9"S 39°37'00,9"W
Médio Coreaú (DMC)	CEBCEI-031 (15)	Meruoca	0338860E 9605694S	24S	3°33'58,3"S 40°27'02,7"W
	CEBCEI-010 (16)	Chaval	0267772E 9665249S	24S	3°01'35,5"S 41°05'21,8"W

Fonte: Prof. Dr. Jaziel Martins Sá, UFRN, Natal, Brasil.

Figura 11 – Mapa da porção Norte da Província Borborema



Fonte: Prof. Dr. Jaziel Martins de Sá, UFRN, Natal, Brasil.

A porção Norte é dividida em quatro domínios: domínio Rio Grande do Norte; domínio Orós-Jaguaribe; domínio Ceará Central e domínio Médio Coreaú. Sendo limitados pelas zonas de cisalhamento Sobral-Pedro II, e zona de cisalhamento Jaguaribe (Gentil, 2010).

As zonas de cisalhamento da Província Borborema são uma evidência da orogenia Pan-Africano-Brasileira, com um sistema de falhas de mais de 6.000 km, com continuidade nas macroestruturas da África Ocidental (Dantas et al., 2004; Caxito et al., 2020).

Na tabela 3 podemos ver as principais divisões em domínios tectônicos e cinturões da Província Borborema:

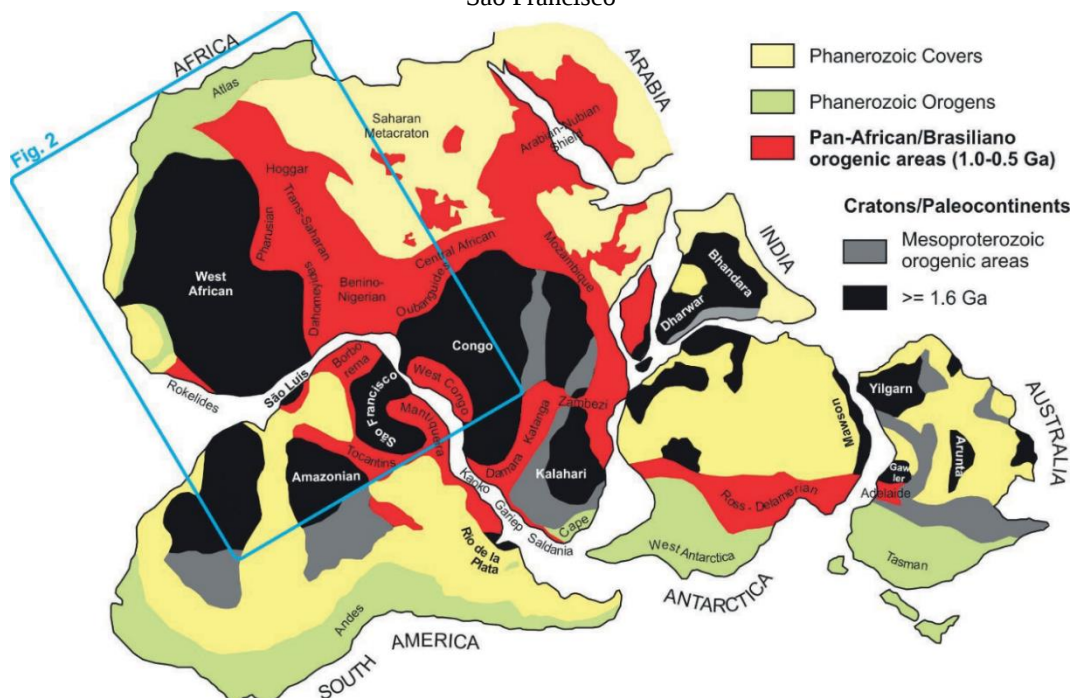
Tabela 3 – Subdivisão de domínios tectônicos da Província Borborema

Subprovíncia	Domínios
<i>Norte</i>	Médio Coreaú (DMC)
	Ceará Central (DCC)
	Orós-Jaguaribeano (DJ)
	Rio Grande do Norte (Terreno Seridó e Terreno Rio Piranhas [DRPS], e Maciço São José do Campestre [DSJC])
<i>Central</i>	São Pedro ou
	São José do Caiano
	Piancó–Alto Brígida ou Salgueiro–Cachoeirinha
	Alto Pajeú
<i>Sul</i>	Alto Moxotó
	Rio Capibaribe
	Pernambuco-Alagoas
	Cinturões Rio Preto, Riacho do Pontal e Sergipano

Fonte: (Caxito et al., 2020).

Os principais modelos de evolução geológica da Província Borborema postulam que ela surge pela junção de terrenos de diferentes naturezas em uma orogenia pré-cambriana policíclica complexa, iniciada no Arqueano (Arthaud, 2007) e encerrada no período neoproterozoico na amalgamação do paleocontinente Gondwana (figura 12), na qual ocorreu a colisão dos crátons Amazônico, Oeste-Africano São Luis e São Francisco-Congo entre 660-570 Ma. Estes formaram o supercontinente Atlântica, incluindo no processo blocos menores e mais antigos. (Dantas et al., 2004; Gentil, 2010; Ancelmi et al., 2013; Dantas et al., 2013; Caxito et al., 2020). Posteriormente a província sofreu modificações em outros ciclos orogênicos que vão de 1,8 Ga até 0,5 Ga, sendo o principal, o Brasileiro (0,7-0,55 Ga) com alto magmatismo granítico (Gentil, 2010).

Figura 12 – Brasil e África no contexto de Gondwana Ocidental, com a Província Borborema acima do cráton São Francisco



Fonte: (Caxito et al., 2020)

Algumas rochas datadas por U-Pb apresentaram idades de 3 até 3,5 bilhões de anos no maciço São José do campestre, localizado no domínio Rio Grande do Norte, caracterizando um dos fragmentos mais antigos da plataforma Sul-Americana observados até hoje.

Quanto a sua composição geológica, a província possui sequências metassupracrustais depositadas sobre embasamentos gnáissicos arqueanos a paleoproterozoicos que foram intrudidos granitoides do Brasileiro. Possuindo rochas máficas e ultra-máficas com idades acima de 3,2 Ga (Dantas et al., 2004), compostos principalmente por ortognaisses e rochas metassedimentares, com traços de magmatismo e sedimentação do Toniano (1000 – 920 Ma) e ciclos tectônicos do neoproterozoico (900 – 540 Ma) (Caxito et al., 2020).

3.1 PORÇÃO NORTE DA PROVÍNCIA BORBOREMA

A região Norte é delimitada pela bacia Parnaíba ao oeste e o lineamento de Patos ao Sul. O domínio Norte é o maior dos três e apresenta estrutura mais diversa e complexa. Nessa região temos outras subdivisões de domínio tectônico, nas quais há coleta de amostras nos terrenos: maciço São José do Campestre [domínio Rio Grande do Norte] (3), domínio Central Ceará (2), domínio Médio Coreaú (2), terreno Rio Piranhas Seridó (6) [domínio Rio Grande do Norte] e o domínio Jaguaribeano (2) [ou Orós-Jaguaribe], totalizando 15 no total. Essa região se

configura em um arranjo estrutural complexo com cinco zonas de cisalhamento: Picui-João Câmara; Patos; Portalegre; Senador Pompeu e Sobral-Pedro II.

A porção norte é constituída majoritariamente de rochas metamórficas do Pré-cambriano, com rochas do embasamento arqueano e paleoproterozóico nos domínios Ceará Central e Rio Grande do Norte, cinturões metavolcanossedimentares intercalados do paleo-mesoproterozóico (Orós-Jaguaribeano) e Neoproterozóico (Ceará Central, Seridó e Lavras de Mangabeira) (Dantas et al., 2004; Arthaud et al., 2008; Caxito et al., 2020). A estrutura geológica principal da região norte se desenvolveu em uma orogenia do período Rhyaciano (Caxito et al., 2020). A seguir relata-se uma breve descrição destas unidades litoestratigráficas.

3.1.1 Domínio Rio Grande do Norte

O Domínio Rio Grande do Norte constitui-se pelas faixas Seridó, São José do Campestre, Granjeiro e terrenos de Rio Piranhas, possui uma extensão de mais de 150.000 km². Quanto a sua composição geológica, é coberto por várias sequências supracrustais distintas do final do Paleoproterozoico ao final do Neoproterozoico, com idades de cristalização na faixa de 2,25–2,01 Ga (Dantas et al., 2004; Caxito et al., 2020). Composto de ortognaisses com menores quantidades de paragnaisses, com unidades intrudidas por plutões granitoides de 600 Ma na orogenia do Brasileiro (620-580 Ma) (Dantas et al., 2004).

3.1.1.1 Maciço São José do Campestre (DSJC)

Localizado na parte oriental do domínio RGN, o maciço São José do Campestre possui uma extensão de 6000 km² pela cidade de Natal. Contém uma das porções de rocha mais antigas da América do Sul, com idades de mais de 3,45 Ga (Dantas et al., 2004), interpretadas como um núcleo antigo cercado de rochas mais juvenis intrudidas por rochas plutônicas, como um cráton que atingiu o centro de outros blocos. (Dantas et al., 2004; Caxito et al., 2020).

Seu núcleo arqueano é formado por intrusões de rochas máficas e ultramáficas, por eventos que vão até o neoproterozoico (Jesus, 2011), composto principalmente por rochas gnaiss e migmatitos. Com evidências de três fases de petrogênese, em torno de 3,45 Ga, 3,2 Ga e com o último evento de magmatismo em torno de 2,7 Ga. Essas bases foram retrabalhadas na orogenia Trans-Amazônica em 2,2 Ga, e metamorfizadas durante a orogenia brasileira há 600 Ma. (Dantas et al., 1998).

3.1.1.2 Terreno Rio Piranhas (DRPS)

De acordo com Sá et al., 2014: “[...] O embasamento do terreno Rio Piranhas-Seridó, denominado Complexo Caicó, não possui intercalações de mármore e apresenta corpos anfíbolitos lenticulares e alongados frequentes, muito menos comuns no Complexo Jaguaretama” (tradução própria).

3.1.1.3 Cinturão Seridó (DRPS)

Este cinturão corta o domínio Rio Grande do Norte de forma sigmoidal, possuindo sequências metasupracrustais do fim do neoproterozóico (Dantas et al., 2004; Gentil, 2010). A deposição da formação Seridó é estipulada entre 630 a 595 Ma (Caxito et al., 2020).

3.1.2 Domínio Jaguaribeano (Orós-Jaguaribeano) (DJ)

O cinturão metavulcanossedimentar Orós–Jaguaribeano corta o estado do Ceará em uma forma sigmoidal bifurcada. A zona de cisalhamento Portalegre separa o terreno Rio Piranhas-Seridó ao leste e o Jaguaribeano, com gnaisses bandados dos Complexos Caicó e Jaguaretama representando os respectivos embasamentos destes terrenos, cujas idades U-Pb indicam a formação no período Rhyaciano (Sá et al., 2014).

Este domínio é composto por duas faixas lineais móveis, e constituídos por sequências metavulcanossedimentares (quartzitos com rochas carbonáticas subordinadas) recortadas por intrusões ácidas e máficas. Foi metamorfozado em condições que variam de xisto-verde baixo a granulito e posteriormente deformado e metamorfoseado durante o ciclo de orogenia Brasileiro (Gentil, 2010; Caxito et al., 2020).

3.1.3 Domínio Ceará Central (DCC)

O Domínio Ceará central está localizado ao oeste pelo Lineamento Transbrasiliano e a leste pela zona de cisalhamento Senador Pompeu. Sua base é constituída pelo maciço Troia-Pedra Branca, um gnaisse arqueano com idades de cristalização entre 2,86–2,68 Ga (Caxito et al., 2020), cercado por terrenos de idade paleoproterozoica de migmatitos e ortognaisses, todos afetados por um expressivo plutonismo Brasileiro (Gentil, 2010). Com um complexo

predominantemente composto por plutões félsicos com alto potássio e grande quantidade de enclaves máficos (Ancelmi et al., 2013).

O Grupo Ceará concentra a maior parte da cobertura neoproterozoica (Arthaud et al., 2008; Ancelmi et al., 2013) metassedimentar exposta dentro deste domínio, constituído de metapelitos, metassemipelitos e metagreywack, quartzitos, mármore, rochas de cálcio-silicato e anfibolitos também formam grandes trechos dentro deste complexo e normalmente apresentando xistosidade proeminente a tecido gnáissico, migmatizados regional e localmente. (de Araújo et al., 2012; Caxito et al., 2020)

3.1.4 Domínio Médio Coreaú (DMC)

O Domínio Médio Coreaú localiza-se ao noroeste do Ceará e ao norte do lineamento Sobral-Pedro II, sendo um cinturão orogênico que inclui estruturas de diferentes idades e origens. É composto pelos terrenos Granja e pequenos riftes implantados ao longo das zonas de cisalhamento Brasilianas, que originaram as bacias extensionais.

A unidade litotectônica complexo Granja é um embasamento cristalino constituído de ortognaisses TTG, granulitos e magmatitos do paleoproterozoico (2,35–2,1 Ga), representando o embasamento: Faixa Martinópolis-Ubajara, correspondendo às sequências de margem continental passiva) (Torquato e Neto, 1996; Gentil, 2010; Caxito et al., 2020).

O domínio também constitui uma unidade metavulcanossedimentar do paleoproterozoico tardio e grupos metassedimentares como o Metrópolis e Ubajara do neoproterozoico, sequências supracrustais que são caracterizadas por metassedimentos síliciclásticos ao norte da região, e por metassedimentos químicos (calcários) e siliciclásticos ao sul (Gentil, 2010; Ancelmi et al., 2013).

Uma orogenia paleoproterozoica (2,2–2,0 Ga) afetou os embasamentos e posteriormente ocorreram três fases de evolução tectônica durante a orogenia do Brasiliano em torno de 620 a 557 Ma (Caxito et al., 2020).

O granito Chaval pós-colisão constitui-se de uma das unidades litoestratigráficas para a região, o qual é sinorogênico e fortemente cisalhado, com idade Rb/Sr em rocha total de 507 ± 27 Ma (Torquato e Neto, 1996; de Araújo et al., 2012), sendo o granito Chaval o mais antigo dos quatro granitoides do domínio Médio Coreaú.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 SEPARAÇÃO MINERAL

A metodologia de separação mineral até a montagem da amostra, segue o método de Tagami et al., 1988, adaptado pelo grupo DETRAN conforme Rosana, 2015.

Com base nas propriedades químicas e físicas do mineral zircão, diversas etapas são necessárias para separar um concentrado de zircão de uma rocha. O primeiro processo é o de moagem, no qual pedaços de até 5 cm de rocha (figura 14A) são reduzidos a pó através de um britador de mandíbula Jaw Crusher (figura 14B).

A porção moída é colocada em um agitador magnético de peneiras (figura 14C) por 30 minutos, com seleção de granulometria entre 180 μm e 250 μm , que são as dimensões ideais para o grão de zircão pelo MTF.

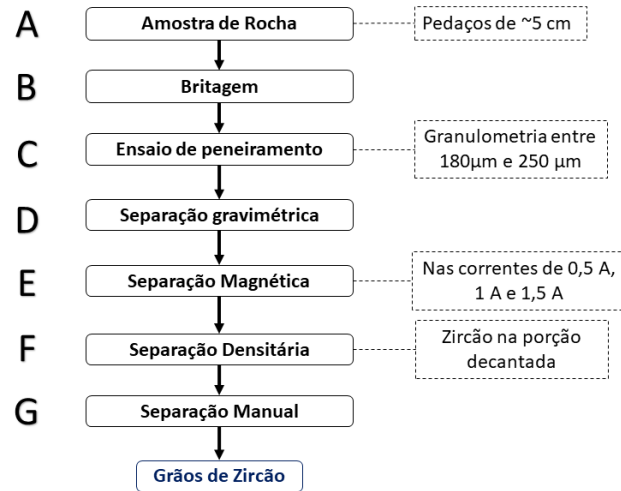
A amostra então passa por uma mesa vibratória (figura 14D), que através da regulação do fluxo de água e da velocidade de rotação, realizará uma separação por peso, na qual os grãos mais pesados são selecionados por possuírem maior probabilidade de se encontrar o zircão.

Após a secagem, o concentrado passa por uma separação magnética através do equipamento Frantz Modelo LB-1 (figura 14E) pelas correntes de 0,5 A, 1 A, e 1,5 A para separar os minerais ferromagnéticos e paramagnéticos de minerais diamagnéticos como o zircão.

Em seguida, através de funis de separação, é realizada uma separação por líquidos pesados utilizando bromofórmio (2,85 – 2,90 g/cm^3 a 20 °C) [figura 14F], que pela alta densidade, irá separar os grãos mais densos como o zircão (4,6 – 4,7 g/cm^3), que irão decantar ao fundo do funil.

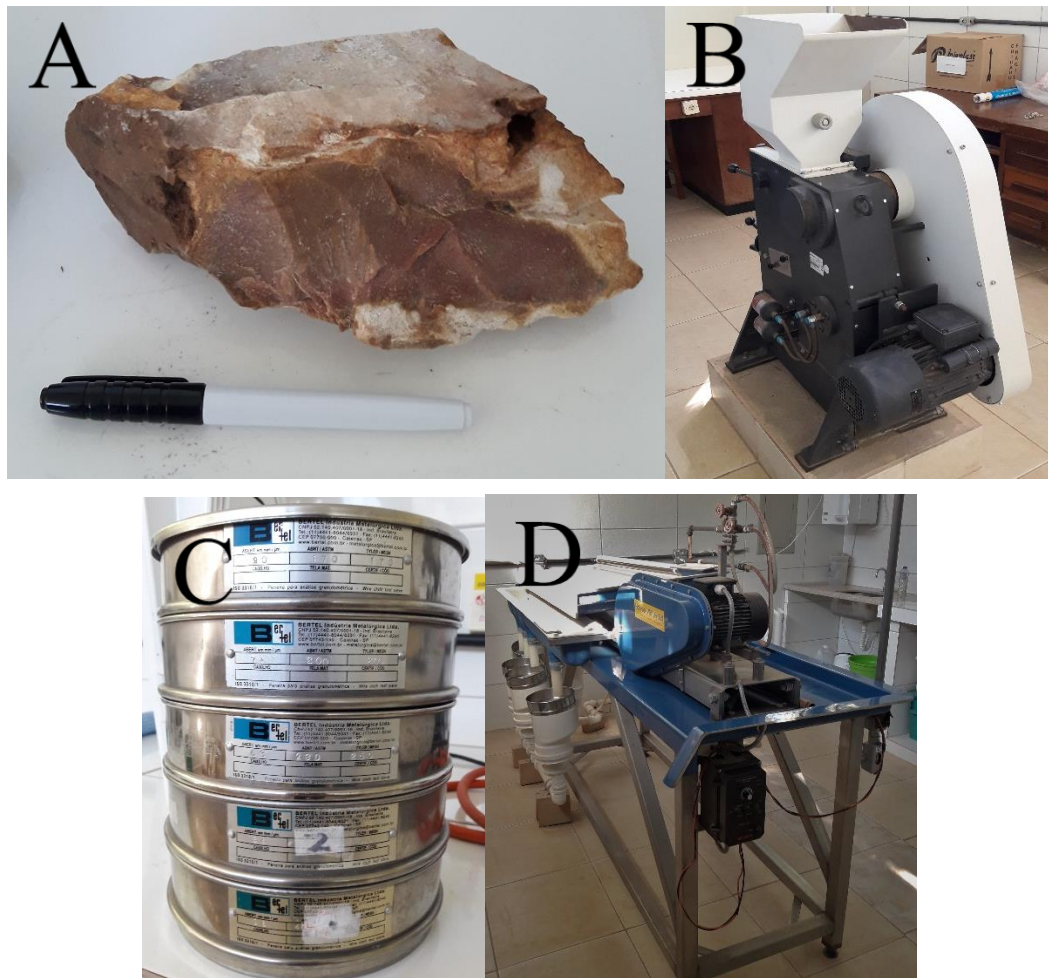
O último passo consiste na separação manual desses grãos em um microscópio de baixo aumento nominal (figura 14G), procurando por suas propriedades como brilho e formato. Através de uma agulha, os zircões são transferidos para uma lâmina com uma fina camada de vaselina que evita os grãos escorregarem. O esquema desse processo está representado na figura 13.

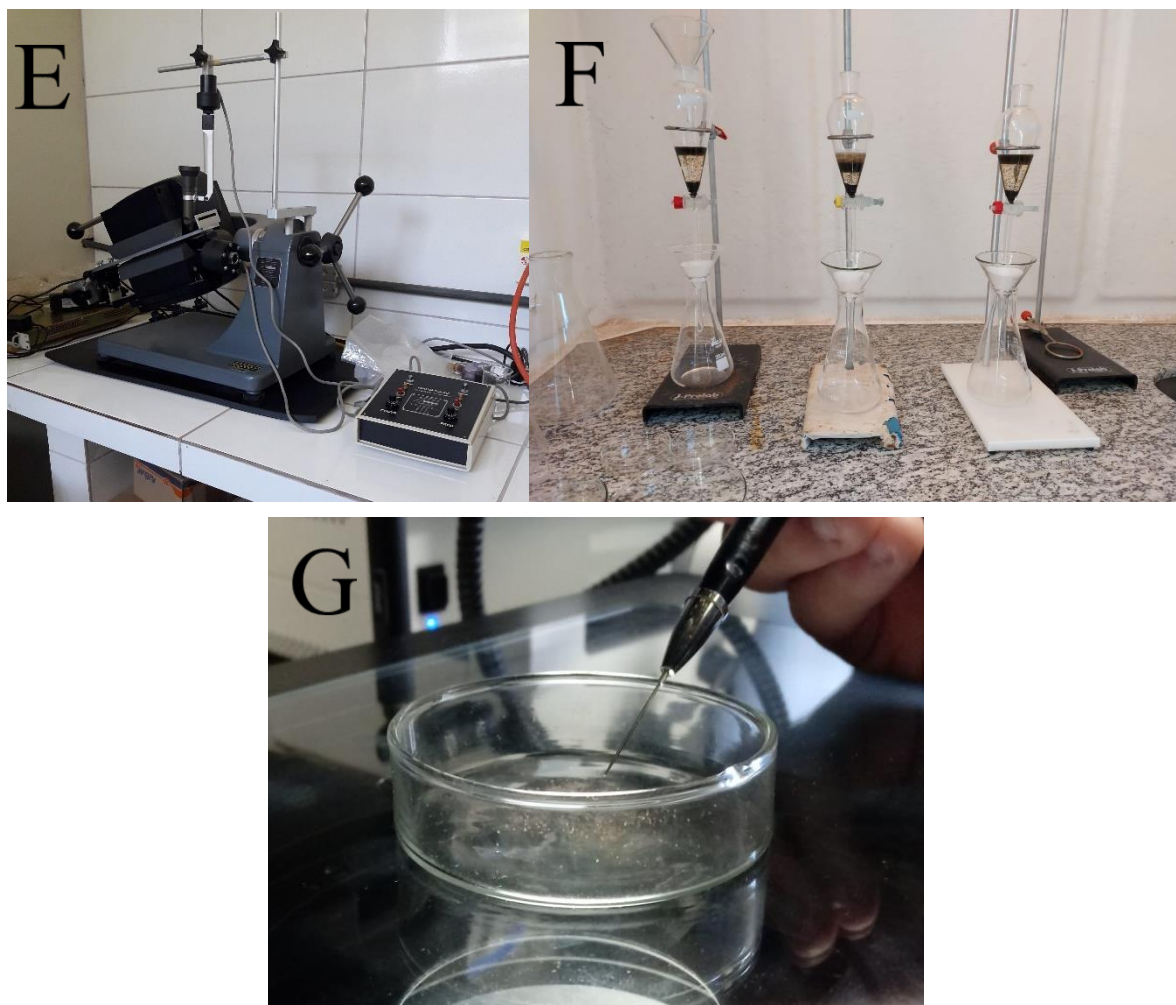
Figura 13 - Esquema de separação mineral



Fonte: O Autor.

Figura 14 – Processos de separação: (A) rocha bruta; (B) britador de mandíbula Jaw Crusher; (C) peneiras granulométricas; (D) mesa vibratória; (E) Frantz; (F) funil de separação com bromofórmio; (G) separação manual de grãos de zircão





Fonte: O Autor

4.2 MONTAGEM DAS AMOSTRAS

Após a separação manual dos grãos de zircão, eles são montados em forma de matriz em uma lâmina, com uma quantidade ideal de 100 grãos para formar uma matriz de 10x10. Em seguida, a lâmina é transferida para uma chapa térmica (figura 15A) onde será aquecida a 330 °C por 20 minutos. Esse aquecimento permite um polímero teflon derreter na medida correta para que os grãos fiquem incrustados totalmente no material. A amostra agora passa por um procedimento de lixamento e polimento em uma politriz Struers (figura 15B) para que os minerais alcancem a superfície de maneira plana. Com isso, uma etapa de ataque químico é realizada nos grãos, com uma mistura de NaOH:KOH (1:1 em proporção de peso) aquecida em um forno elétrico Jung (figura 15C) sob uma temperatura de 225 °C até que derreta. A seguir, as amostras polidas são inseridas no líquido para os traços serem revelados. A duração pode variar de 4 horas até mais de 20 horas. Uma solução de HCl 5% é necessária para parar o ataque

químico, assim como um outro recipiente com água. O tempo ideal é aquele no qual os traços fiquem com um comprimento médio de 2 μm . Para isso a amostra é verificada com um microscópio óptico com aumento de até 1500x em intervalos com tempos variados.

Figura 15 – Equipamentos de montagem do zircão: (A) chapa térmica, (B) politriz, (C) forno elétrico



Fonte: O Autor.

4.3 MÉTODO DE TRAÇOS DE FISSÃO POR DETECTOR EXTERNO (MDE)

4.3.1 Empacotamento e Irradiação

No MDE uma irradiação na amostra é necessária. Para isso é inserida acima dos grãos no teflon, uma fina camada de mica muscovita. Um pré-ataque de HF 40% a 15 °C por 90 minutos é realizado nesta camada para diferenciar os traços de fissão naturais da mica dos traços induzidos. Uma solução de bicarbonato de sódio é feita para parar o ataque. Após o

Pela exposição à radiação, a amostra precisa ficar sem manuseio por meses até que se torne seguro usá-la para contagem de traços. O tempo é um dos empecilhos para o MTF-MDE.

Após a irradiação, as micas passam novamente por um ataque de HF 48% (15 °C por 90 minutos) para que os traços induzidos sejam revelados. A revelação de traços na mica geralmente se apresenta de maneira uniforme, com isso é possível escolher regiões aleatórias para a contagem da densidade, e caso ela se apresente de forma heterogênea, os campos selecionados para contagem devem corresponder à mesma região de contagem de traços de fissão no grão de zircão.

4.3.2 Contagem de Traços de Fissão

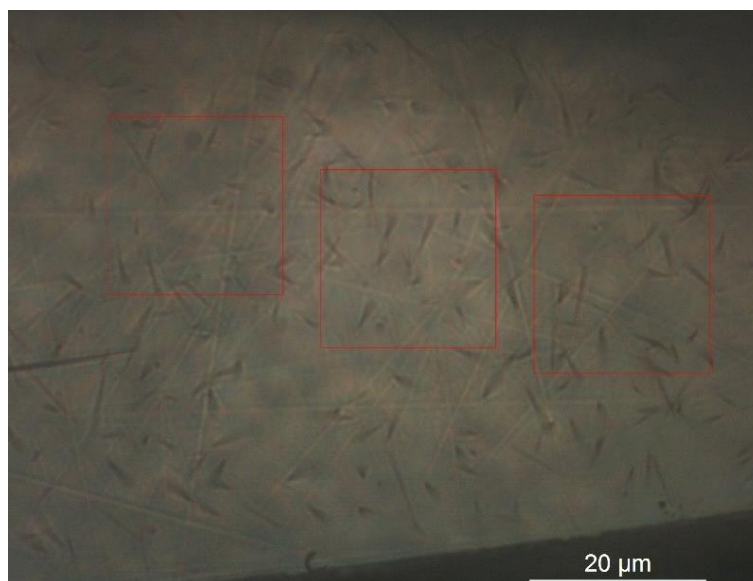
Para a contagem de traços espontâneos e induzidos, foi utilizado o sistema de microscopia Leica DMRX (figura 18), utilizando-se aumentos nominais de 1000x e 1500x. Através do software Leica Application Suite, campos de cerca de 400 μm^2 são escolhidos em lugares específicos do grão para o cálculo da densidade (figura 19). A forma de contagem varia com o tipo de grão. Não é possível contar em grãos anômalos; nos grãos heterogêneos os campos ficam sobre a área com maior densidade de traços; nos grãos homogêneos pode ser feita uma escolha aleatória das regiões de contagem; nos grãos híbridos é realizada a contagem na área em que foram revelados traços de fissão por geralmente apresentarem apenas uma pequena região para essa contagem. O foco deve sempre ser modulado para possuir certeza se está contando um traço ou um defeito na superfície do próprio mineral.

Figura 18 – Microscópio óptico Leica MC170 HD



Fonte: O Autor.

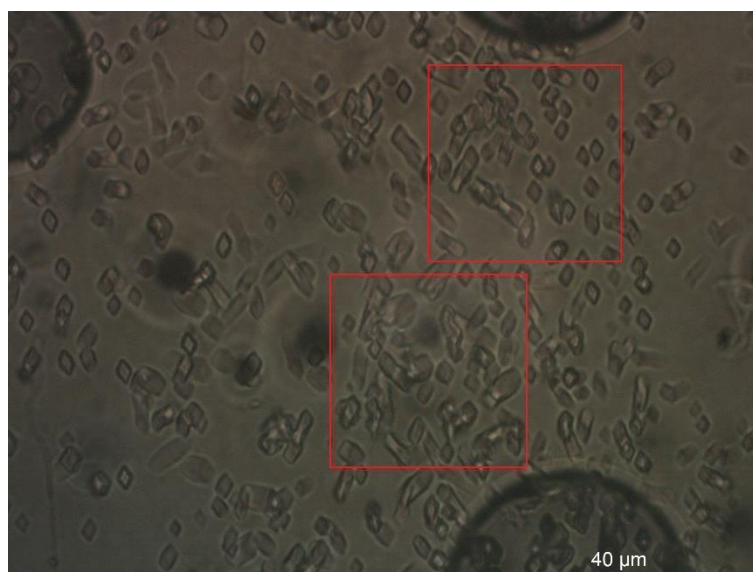
Figura 19 – Contagem de traços espontâneos em grão homogêneo



Fonte: O Autor.

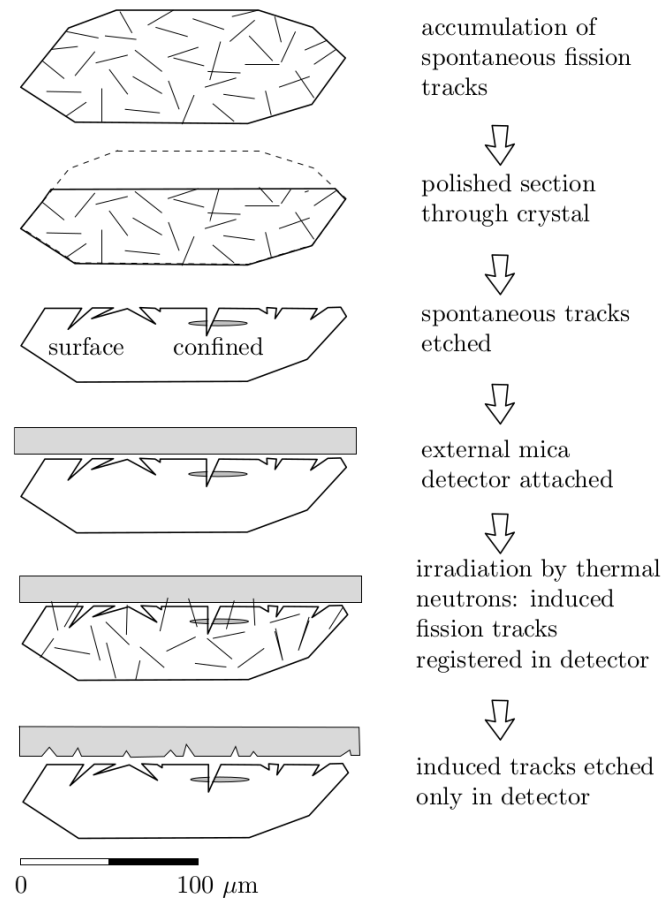
Para a contagem de traços induzidos, utiliza-se a mica pós-irradiada, a qual geralmente apresenta grande quantidade de traços induzidos, de maneira a ter o grão de zircão inteiramente desenhado, com isso campos maiores de contagem podem ser utilizados, de forma a obter a maior quantidade de traços induzidos possíveis (figura 20). A média de traços espontâneos e induzidos contados varia de amostra para amostra. Um esquema de todo o processo de preparação do grão para a contagem de traços está representado na figura 21.

Figura 20 – Contagem de traços induzidos com luz transmitida e aumento nominal de 1000x



Fonte: O Autor.

Figura 21 – Estágios de preparação do grão para contagem de traços



Fonte: Vermeesch (2020).

4.3.4 Equação da Idade MTF-MDE

A equação de traços de fissão para detector externo é derivada a partir da relação do decaimento radioativo de um átomo-pai para seu átomo-filho, que é uma reação de primeira ordem proporcional ao número de átomos-pai restantes (N) em um tempo infinitesimal dt :

$$dN/dt = -\lambda N \quad (1)$$

Em que λ = taxa de decaimento radioativo (a^{-1}). Ao integrar essa equação, considerando N_0 como a quantidade original de átomos-pai, temos:

$$N = N_0 e^{-\lambda t} \quad (2.1)$$

$$N_0 = N e^{\lambda t} \quad (2.2)$$

Levando em conta que os núclídeos-filho (N_D), podem ser expressos por ($N_D = N_0 - N$), ao substituir em (2.2), obtemos a equação:

$$N_D = N(e^{\lambda t} - 1) \quad (3)$$

No MTF são medidos os traços de fissão que são produtos gerados por fissão espontânea do isótopo ^{238}U . Adaptando (3) para uma quantidade atual de isótopos de ^{238}U (N^{238}), considerando que a constante de decaimento total (λ_D) é a soma das constantes de decaimento alfa (λ_α) e de fissão espontânea (λ_F), temos a relação ($\lambda_D = \lambda_\alpha + \lambda_F$), e que a quantidade de decaimentos de fissão espontânea segue uma proporção (λ_F/λ_D) em relação ao número de decaimentos de ^{238}U ; logo, teremos a expressão para a quantidade de traços de fissão espontânea (N_S):

$$N_S = \frac{\lambda_F}{\lambda_D} N^{238} (e^{\lambda_D t} - 1) \quad (4)$$

Pode-se considerar que $\lambda_D = \lambda_\alpha$, já que a constante de decaimento de fissão espontânea do ^{238}U é muito menor do que seu decaimento alfa (ver tabela 4). Resolvendo a equação (4) para o tempo, obtemos:

$$t = \frac{1}{\lambda_\alpha} \ln \left[\frac{\lambda_\alpha}{\lambda_F} \frac{N_S}{N^{238}} + 1 \right] \quad (5)$$

O cálculo de N^{238} é determinado a partir da quantidade de ^{235}U , um isótopo com uma concentração constante na natureza em relação ao ^{238}U (C^{238} , ver tabela 4), que pode ser medido através da irradiação da amostra em um reator nuclear, que a partir de uma fluência de nêutrons térmicos (ϕ), induzirá a fissão dos núcleos de ^{235}U com sua respectiva seção de choque (σ , ver tabela 4). Substituindo essa nova relação (6) em (5), teremos a nova forma da equação da idade (7):

$$N_i = N^{235} \sigma \phi = \frac{N^{238}}{C^{238}} \sigma \phi \quad (6)$$

$$t = \frac{1}{\lambda_\alpha} \ln \left[\frac{\lambda_\alpha}{\lambda_F} \frac{N_S}{N_i} \frac{\sigma \phi}{C^{238}} + 1 \right] \quad (7)$$

A quantidade $N_{s/i}$ é medida na prática através da contagem da densidade desses traços de fissão na superfície da amostra em um microscópio óptico, portanto, a relação deve ser adequada em termos de uma relação de densidade planar e espacial, levando em conta os fatores físico-químicos do ataque químico que influenciam nesse processo, portanto temos:

$$\rho_s = g_s N_s R_s \eta_s f(t)_s q_s \quad (8.1)$$

$$\rho_i = g_i N_i R_i \eta_i f(t)_i q_i \quad (8.2)$$

Em que $\rho_{s/i}$ = densidade superficial de traços de fissão espontâneos/induzidos; $R_{s/i}$ = o alcance médio do ataque químico de um traço de fissão espontâneo/induzido no material; $g_{s/i}$ = fator de geometria para traços espontâneos/induzidos (ver tabela 4); $\eta_{s/i}$ = eficiência do ataque químico para traços espontâneos/induzidos; $f(t)_{s/i}$ = fator de tempo do ataque químico para traços espontâneos/induzidos; $q_{s/i}$ = fator de observação para traços espontâneos/induzidos. O alcance do ataque químico para traços espontâneos e induzidos são iguais ($R_s = R_i$) em uma mesma amostra, e conseqüentemente se anulam na equação (Togliattu, 1965; Bhandari et al., 1971 apud Wagner e Haute, 1992). Por uma questão de praticidade, agrupam-se os fatores que possuem propriedades semelhantes:

$$g = g_i/g_s \quad (9.1)$$

$$\varepsilon_{238} = \eta_s f(t)_s q_s; \varepsilon_{235} = \eta_i f(t)_i q_i \quad (9.2)$$

$$R = \sigma\phi \quad (9.3)$$

Em que $\varepsilon_{238/235}$ = eficiência de fragmentos de fissão espontânea/induzida (na qual podemos considerar $\varepsilon_{238/235} = 1$ se a revelação de traços induzidos e espontâneos forem realizados e contados sob condições iguais, porém, quando uma amostra sofre annealing, os traços espontâneos se encurtam e a densidade diminui, com isso, reduz-se a eficiência e observação de traços espontâneos em relação aos induzidos (Bigazzi et al., 1991)); R = fatores do reator nuclear. Substituindo (8) e (9) em (7), temos a equação:

$$t = \frac{1}{\lambda_\alpha} \ln \left[\frac{\lambda_\alpha \rho_s \varepsilon_{235}}{\lambda_F \rho_i \varepsilon_{238}} \frac{gR}{C^{238}} + 1 \right] \quad (10)$$

Mais detalhes da demonstração da equação da idade para MTF estão em Wagner e Haute (1992). Entretanto, novas alterações foram feitas na equação (10) por estudos do grupo de

Cronologia do IFGW da Unicamp (Iunes, 1990, 1999; Iunes *et al.*, 2002a, 2002b; Iunes *et al.*, 2004; Iunes *et al.*, 2005 apud Resende, 2015) que foi posteriormente adotado pelo nosso grupo DETRAN. Eles introduziram o fator R_M (equação 11.1) relacionado aos fatores do reator nuclear, o qual permite uma calibração absoluta através de vidros dopados com urânio e tório, que exclui a necessidade de calibração com amostras padrão externas.

Os vidros também são acoplados a detectores externos de maneira intercalada com as amostras (figura 17), os quais também necessitam do cálculo da densidade superficial (ρ_U^V) em um microscópio óptico. Dessa forma, a equação final de MTF de cada grão de zircão (12) pode ser realizada ao descobrir os valores de R_M (11.1), e as medidas ρ_s e ρ_i .

$$R_M = R_U + \left(\frac{N_{Th}}{N_U} \right) R_{Th} \quad (11.1)$$

$$R_U = \frac{\rho_U^V}{N_U^V \varepsilon^V} \quad (11.2)$$

$$R_{Th} = \frac{\rho_{Th}}{N_{Th}^F \varepsilon^F} \quad (11.3)$$

$$t = \frac{1}{\lambda} \ln \left[1 + \frac{\rho_s \varepsilon_{235}}{\rho_i \varepsilon_{238}} \frac{\lambda}{\lambda_F} \frac{g R_M}{C_{238}} \right] \quad (12)$$

Em que R_M = probabilidade por núcleo alvo da reação U^{235} ocorrer na amostra durante a irradiação; R_U = número de fissões por núcleo alvo de urânio; R_{Th} = número de fissões por núcleo alvo de tório; N_{Th}/N_U = razão tório-urânio do mineral; N_{Th}^F = é o número de átomos de Th por unidade de área de filme fino; N_U^V = é o número de átomos de U por volume de unidade de vidro; ε^V = é a razão entre a densidade da traços observada no detector de mica e o número de fissões que ocorreram em uma unidade de volume de vidro durante a irradiação; ρ_U^V = densidade superficial de traços induzidos no detector externo acoplado aos vidros dopados com urânio; ε^F = densidade superficial de traços induzidos no detector externo acoplado aos filmes finos de tório (Iunes *et al.*, 2002a; 2002b);

Tabela 4 – Valores dos fatores da Equação de Idade para MTF.

Constante	Valor
λ_α (constante de decaimento alfa do ^{238}U)	$1,55125 \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$ (Jaffey <i>et al.</i> , 1971)
λ_F (constante de decaimento por fissão espontânea do ^{238}U)	$(8,37 \pm 0,17) \times 10^{-17} \text{ a}^{-1}$ (Guedes <i>et al.</i> , 2003)
C_{238} (concentração isotópico do ^{238}U no urânio natural)	0,99275 (Lederer e Shirley, 1978)

g (fator de geometria relacionado ao detector externo)	$0,684 \pm 0,012$ (para o zircão) (Iwano e Danhara, 1998)
σ (seção de choque do ^{235}U)	570,8 barn ($1 \text{ barn} = 10^{-24} \text{ cm}^2$)

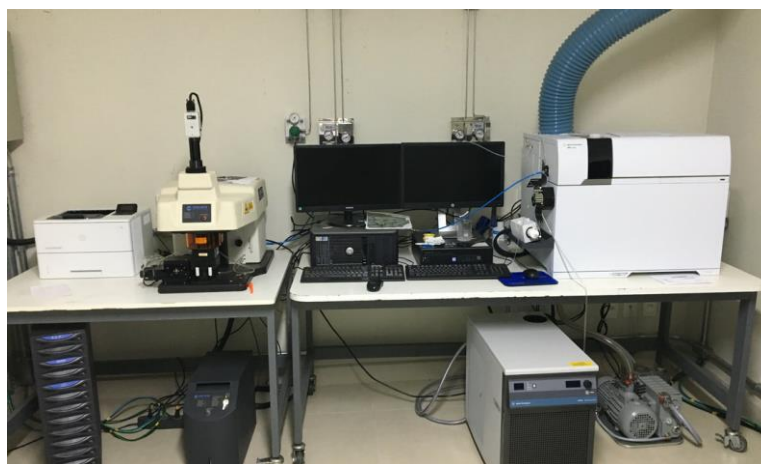
Fonte: Resende (2015).

Na Província Borborema foram analisadas 14 amostras de zircão pelo MTF-MDE que foram calibradas pela comparação com a amostra padrão Paleogene Kawamoto Granodiorite proveniente do Japão (KG1), a qual é conhecida pela literatura através do artigo de Iwano et al., 2013, servindo como amostra para calibração através do LA-ICP-MS, apresentando idade em MTF de $32,6 \pm 0,6 \text{ Ma}$.

4.4 ESPECTROMETRIA DE MASSA (SISTEMA LA-ICP-MS)

As metodologias para obtenção de idade por espectrometria de massa seguem o padrão do artigo (Soares et al., 2013). Para as medidas de espectroscopia de massa para MTF e U-Pb na amostra KG1, foi utilizado o sistema de equipamento LA-ICP-MS (espectrometria de massa com fonte de plasma indutivamente acoplada com ablação a laser) (figura 22) do laboratório Chronuscamp, prestadora de serviços geo-termocronológicos com datação por MTF, U-Pb e U-Th/He, administrada pelo coorientador do trabalho, Dr. Cleber José Soares.

Figura 22 - Sistema LA-ICP-MS.

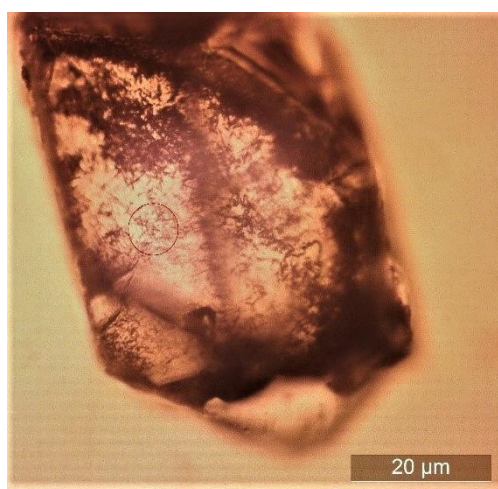


FONTE: Laboratório Chronuscamp.

4.4.1 Método de Traços de Fissão via LA-ICP-MS

Com o LA-ICP-MS o método é análogo ao conhecido MTF-MDE. Com a diferença de não ser necessária uma irradiação em um reator nuclear, com isso já se evitam os meses necessários para tornar a amostra segura para manuseio. Neste método, em vez de ser em regiões aleatórias do grão, dever-se-á dar em uma área específica do grão, a qual deverá ser registrada como na figura 23. Com preferência ao centro do grão, em uma região com rede cristalina intacta.

Figura 23 – Micrografia de zircão com região delimitada para o laser com luz transmitida e aumento nominal de 500x



Fonte: O Autor.

Esta região marcada será onde o laser do sistema LA-ICP-MS evaporizará parte da amostra para análise, deixando um buraco com cerca de 30 μm de diâmetro no local da superfície. Os dados obtidos pelo equipamento servirão tanto para achar a idade em MTF quanto para achar a idade em U-Pb.

Com a ajuda das micrografias de cada grão, no espectrômetro se seleciona manualmente o local de dissolução. Logo após, o equipamento realizará o procedimento de maneira automática, levando cerca de 20 segundos para cada grão, tornando possível realizar medidas de mais de uma centena por dia.

Os dados dos isótopos encontrados são fornecidos em contagens por segundo pelo tempo de varredura do laser em uma planilha de excel. Para o MTF em zircão, interessa-nos a contagem do isótopo ^{91}Zr e ^{238}U . O próximo passo é descobrir a quantidade de urânio em partes por milhão (Uppm) da amostra, para isso utiliza-se a equação (13):

$$^{238}\text{U} = \frac{\frac{[C_U]_{UNK}}{[C_{Zr}]_{UNK}}}{\frac{[C_U]_{ref}}{[C_{Zr}]_{ref}}} U_{ref} \quad (13)$$

Em que $[C_U]_{ref}$ e $[C_U]_{UNK}$ são as contagens por segundo da massa 238 do material de referência e da amostra a ser datada, respectivamente; $[C_{Zr}]_{ref}$ e $[C_{Zr}]_{UNK}$ são as contagens por segundo da massa 91 medidas durante a mesma análise do material de referência e do material a ser datado, respectivamente; U_{ref} é a concentração de urânio do material de referência previamente determinado. O material de referência utilizado para as idades de LA-ICP-MS para o zircão foi a amostra S9 (915000) (Wiedenbeck et al., 1995) com 76 Uppm.

Obtida a variável Uppm, utilizaremos a equação (14) de MTF adaptado para LA-ICP-MS para determinar a idade, obtida por Soares et al., 2013:

$$t = \frac{1}{\lambda_\alpha} \ln \left[1 + \zeta_{ICPMS} \frac{1}{[nq]_{is} r_s} \frac{\rho_s}{^{238}\text{U}} \right] \quad (14)$$

Em que ζ_{ICPMS} (15) são fatores constantes do material a ser datado:

$$\zeta_{ICPMS} = \frac{\lambda_\alpha}{\lambda_f} \frac{M}{g_{4\pi} \cdot N_A \cdot 10^{-6} \cdot d} \quad (15)$$

Dessas equações temos que $\lambda_{\alpha/f}$ é a constante alfa/decaimento de fissão espontânea do ^{238}U ; t é a idade por traços de fissão em Ma; ρ_s é a densidade de traços fósseis na superfície polida; r_s é a média do comprimento horizontal dos traços fósseis confinados; $g_{4\pi}$ é o fator de geometria para uma superfície interna; e $[nq]_{is}$ é o produto entre a eficiência de observação e de ataque químico; N_A é a constante de avogrado; ^{238}U é a concentração ($\mu\text{g/g}$) do isótopo ^{238}U determinado pelo LA-ICP-MS; d é densidade média do mineral e M o peso isotópico do ^{238}U .

Para o MTF via LA-ICP-MS foram selecionados 38 grãos da amostra KG1 com a finalidade de calibração e análise de concordância de idades com aquelas obtidas pelo MTF-MDE.

4.4.1.1 Calibração Zeta (ζ)

Enquanto para o cálculo da idade em MTF-MDE se tem uma calibração absoluta, para o cálculo do MTF por LA-ICP-MS se utiliza uma calibração zeta (ζ), que surgiu para corrigir

valores de fatores controversos como as variáveis de λ_f e o fator $[nq]_{is}$, os isolando da equação e os deixando em função de um único fator, o qual pode ser descoberto pela comparação com idades de amostras já conhecidas da literatura que foram obtidas por diferentes métodos radiométricos. Pelos estudos de Hurford em (Vetter et al., 1998, p. 19), temos a equação (16) para o fator ζ :

$$\zeta = \frac{e^{(t_{st}\lambda_\alpha)} - 1}{\lambda_\alpha g \left(\frac{\rho_s}{\rho_i} \right)_{st}} \quad (16)$$

Em que t_{st} = idade da amostra padrão em Ma; λ_α = constante de decaimento alfa; g = fator de geometria; $\rho_s (\rho_i)_{st}$ = densidade de traços espontâneos (induzidos) calculados da amostra padrão. Originalmente feito para o MTF-MDE, essa equação foi adaptada para o LA-ICP-MS, obtendo a forma (17):

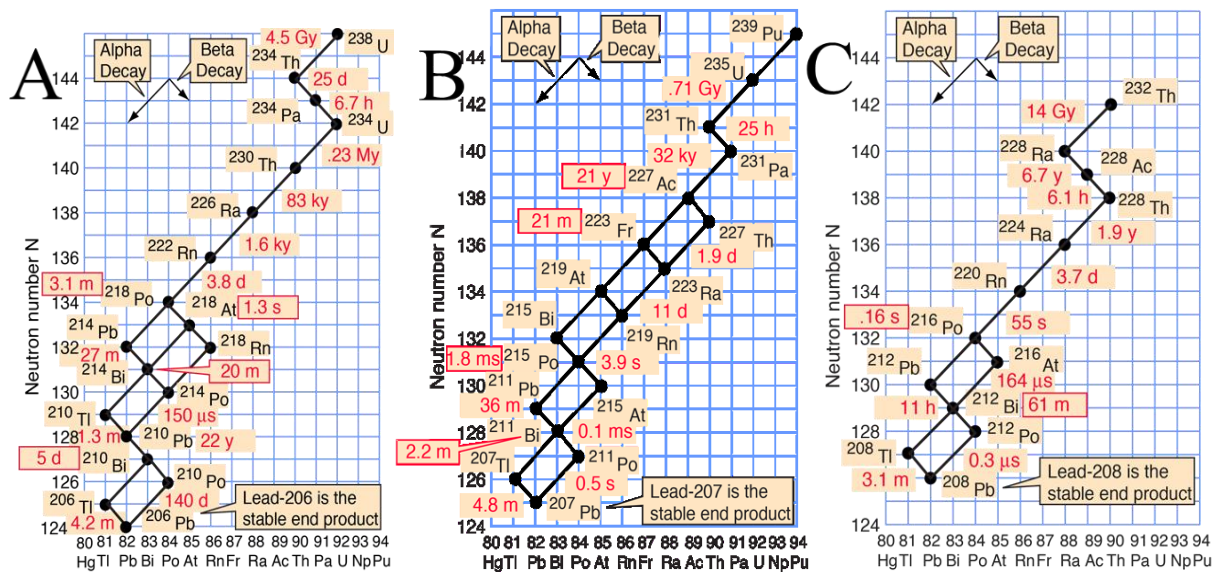
$$\zeta = \frac{e^{(t_{st}\lambda_\alpha)} - 1}{\lambda_\alpha g \frac{\rho_{st}}{U_{st}}} \quad (17)$$

Em que U_{st} = Uppm da amostra padrão. A amostra padrão utilizada para achar as idades da Província Borborema foram da alíquota da KG1 (Iwano et al., 2013).

4.4.2 Sistemática U-Pb

A datação por U-Pb se baseia no processo de decaimento dos isótopos-pais: ^{238}U , ^{235}U e ^{232}Th ; para os respectivos isótopos-filhos: ^{206}Pb , ^{207}Pb e ^{208}Pb ; cuja cadeia radioativa de cada um está ilustrada na figura 24. Esses isótopos de chumbo são elementos estáveis, assim como ^{204}Pb , porém este não possui origem radiogênica. Cada cadeia radioativa vai levar um tempo diferente até atingir seu último isótopo em razão de suas diferentes meias-vidas, indicadas na tabela 5.

Figura 24 – Cadeia radioativa dos isótopos: (A) ^{238}U . (B) ^{235}U . (C) ^{232}Th .



Fonte: Hyper Physics (2008).

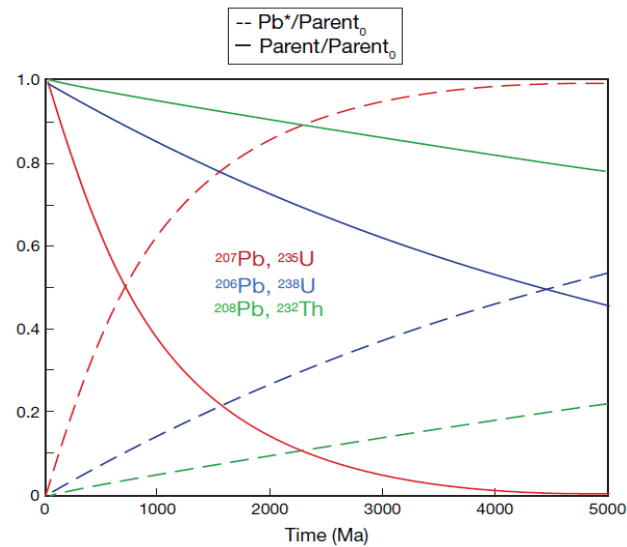
Tabela 5 - Abundâncias, meias-vidas e constantes de decaimento dos principais isótopos naturais de urânio e tório.

Isótopo	Abundância (%)	Meia-vida (anos)	Constante de decaimento (a^{-1})
^{238}U	99,2743	$4,468 \times 10^9$	$1,55125 \times 10^{-10}$
^{235}U	0,7200	$0,7038 \times 10^9$	$9,8485 \times 10^{-10}$
^{234}U	0,0057	$2,47 \times 10^5$	$2,806 \times 10^{-6}$
^{232}Th	100,00	$14,010 \times 10^9$	$4,9475 \times 10^{-11}$

Fonte: Faure, 1986, p. 284 Apud Resende, 2015, p. 45.

Quando não ocorre algum fenômeno que cause perda de algum destes isótopos-pais, eles passam a se acumular em uma relação inversamente proporcional em comparação com seus isótopos-filhos, os quais tendem a aumentar conforme o tempo, conforme visto na figura 25.

Figura 25 - Ilustração das diferentes meias-vidas de ^{232}Th , ^{238}U e ^{235}U por meio do decaimento do isótopo-pai e do crescimento interno do isótopo-filho.



Fonte: Schoene (2014).

A grande meia-vida dos isótopos do início da cadeia radioativa em comparação com os últimos, permite aplicar o conceito de equilíbrio secular, no qual o produto da quantidade (N) de isótopos-pais com suas respectivas constantes de decaimento (λ), é igual para os isótopos-filhos, cuja relação está representada na equação (18):

$$N_1\lambda_1 = N_2\lambda_2 = \dots = N_n\lambda_n \quad (18)$$

Para os sistemas em que não houve processos de perda de isótopos da cadeia radioativa, os chamados sistemas fechados, o equilíbrio secular será atingido com o tempo da meia-vida mais longa de algum isótopo intermediário (Schoene, 2014 apud Resende, 2015). Em processos que ocorreram perda de parte dos isótopos da cadeia radioativa, é designado como sistema aberto, e está relacionado no zircão a fenômenos físico-químicos e geológicos, como metamorfismo, lixiviação, metamictização entre outros. Para a sistemática U-Pb, os decaimentos de urânio passam a se acumular com temperaturas menores do que aproximadamente 900 °C, que representa a temperatura de fechamento para este sistema, considerada a maior temperatura de fechamento dos métodos de datação radioisotópicos, podendo indicar a idade de cristalização de um mineral. Detalhes adicionais dessa metodologia podem ser encontrados em Torquato e Kawashita (1996) e Williams (1998).

4.4.2.1 Equação da Idade U-Pb

Os isótopos ^{238}U , ^{235}U e ^{232}Th apresentam múltiplas emissões α - e β que produzem certos isótopos de Pb, indicados nas relações (19), com valores de Vermeesch, 2020:

$$^{238}\text{U} \rightarrow ^{206}\text{Pb} + 8\alpha + 6\beta + 47 \text{ MeV} \quad (19.1)$$

$$^{235}\text{U} \rightarrow ^{207}\text{Pb} + 7\alpha + 4\beta + 45 \text{ MeV} \quad (19.2)$$

$$^{232}\text{Th} \rightarrow ^{208}\text{Pb} + 6\alpha + 4\beta + 40 \text{ MeV} \quad (19.3)$$

Pelos mesmos princípios vistos no início da seção 4.3.4, o crescimento dos isótopos radiogênicos (Pb*) de chumbo se apresentam pelas equações:

$$^{206}\text{Pb}^* = ^{238}\text{U} (e^{\lambda_{238}t} - 1) \quad (20.1)$$

$$^{207}\text{Pb}^* = ^{235}\text{U} (e^{\lambda_{235}t} - 1) \quad (20.2)$$

$$^{208}\text{Pb}^* = ^{232}\text{Th} (e^{\lambda_{232}t} - 1) \quad (20.3)$$

Em que λ_{238} = Constante de decaimento do ^{238}U ; λ_{235} = Constante de decaimento do ^{235}U ; λ_{232} = Constante de decaimento do ^{232}Th (ver tabela 5); t = tempo geológico desde o fechamento do sistema. Cujas resoluções das equações (20) para o tempo das respectivas idades são:

$$t_{206} = \frac{1}{\lambda_{238}} \ln \left(\frac{^{206}\text{Pb}^*}{^{238}\text{U}} + 1 \right) \quad (21.1)$$

$$t_{207} = \frac{1}{\lambda_{235}} \ln \left(\frac{^{207}\text{Pb}^*}{^{235}\text{U}} + 1 \right) \quad (21.2)$$

$$t_{208} = \frac{1}{\lambda_{232}} \ln \left(\frac{^{208}\text{Pb}^*}{^{232}\text{Th}} + 1 \right) \quad (21.3)$$

O ^{204}Pb , conhecido também como “chumbo comum”, é utilizado como isótopo de referência por não ser derivado de alguma cadeia radioativa. Ao ser incorporado no mineral, precisa ser quantificado através das normalizações:

$$\frac{^{206}\text{Pb}}{^{204}\text{Pb}} = \left(\frac{^{206}\text{Pb}}{^{204}\text{Pb}} \right)_o + \frac{^{238}\text{U}}{^{204}\text{Pb}} (e^{\lambda_{238}t} - 1) \quad (22.1)$$

$$\frac{^{207}\text{Pb}}{^{204}\text{Pb}} = \left(\frac{^{207}\text{Pb}}{^{204}\text{Pb}} \right)_o + \frac{^{235}\text{U}}{^{204}\text{Pb}} (e^{\lambda_{235}t} - 1) \quad (22.2)$$

$$\frac{{}^{208}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} = \left(\frac{{}^{208}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \right)_o + \frac{{}^{232}\text{Th}}{{}^{204}\text{Pb}} (e^{\lambda_{232}t} - 1) \quad (22.3)$$

Em que $(X)_o$ representa as razões isotópicas de Pb no mineral no momento do fechamento do sistema, enquanto as razões do lado esquerdo indicam as razões isotópicas do mineral no momento de análise; e $({}^X\text{Pb}/{}^{204}\text{Pb})$ representa o componente Pb comum para determinado isótopo, tornando as equações de idade correspondentes a:

$$t_{206} = \frac{1}{\lambda_{238}} \ln \left(\frac{\left(\left(\frac{{}^{206}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \right) - \left(\frac{{}^{206}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \right)_o \right)}{\frac{{}^{238}\text{U}}{{}^{204}\text{Pb}}} + 1 \right) \quad (23.1)$$

$$t_{207} = \frac{1}{\lambda_{235}} \ln \left(\frac{\left(\left(\frac{{}^{207}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \right) - \left(\frac{{}^{207}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \right)_o \right)}{\frac{{}^{235}\text{U}}{{}^{204}\text{Pb}}} + 1 \right) \quad (23.2)$$

$$t_{208} = \frac{1}{\lambda_{232}} \ln \left(\frac{\left(\left(\frac{{}^{208}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \right) - \left(\frac{{}^{208}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \right)_o \right)}{\frac{{}^{232}\text{Th}}{{}^{204}\text{Pb}}} + 1 \right) \quad (23.3)$$

A sistemática U-Pb fornece dois geocronômetros (${}^{206}\text{Pb}/{}^{238}\text{U}$ e ${}^{207}\text{Pb}/{}^{235}\text{U}$) com base em diferentes isótopos de U e Pb. O sistema precisa estar fechado para produzir idades significativas e iguais (concordantes), do contrário, resultando em perda de U ou Pb, fazem com que ambos os geocronômetros indiquem idades diferentes (discordantes). Neste caso de perda ou ganho de U, Pb ou Th, utiliza-se o método ${}^{207}\text{Pb}/{}^{206}\text{Pb}$, pois é insensível à perda recente de U e até mesmo Pb, porque isso não afetaria a razão isotópica do Pb. Ele consiste em dividir os dois membros das equações (22.2 e 22.1), levando em conta a proporção natural de ${}^{238}\text{U}/{}^{235}\text{U} = \frac{1}{137,818}$; razão atômica adotada pela IUGS Subcommittee on Geochronology:

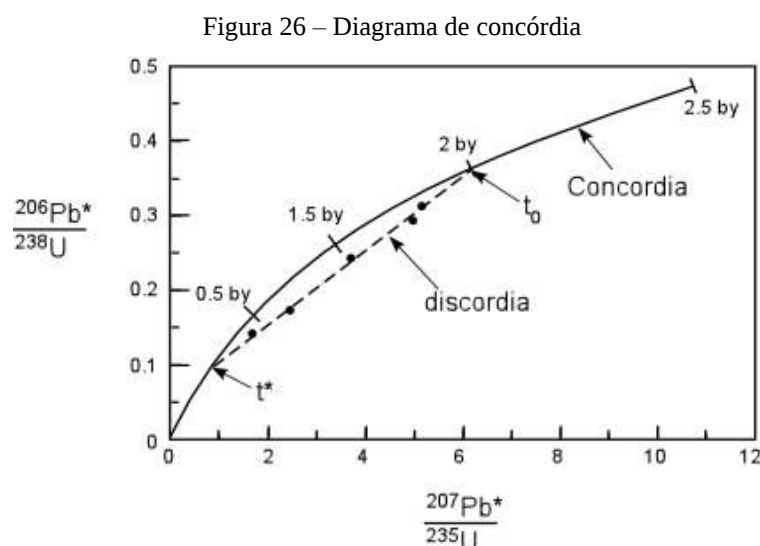
$$\frac{{}^{207}\text{Pb}_*}{{}^{206}\text{Pb}_*} = \frac{\left(\frac{{}^{207}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \right) - \left(\frac{{}^{207}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \right)_o}{\left(\frac{{}^{206}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \right) - \left(\frac{{}^{206}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \right)_o} = \frac{1}{137,818} \frac{e^{\lambda_{235}t} - 1}{e^{\lambda_{238}t} - 1} \quad (24)$$

Essa equação se apresenta apenas em função do tempo; não possui solução direta e só é possível resolvê-las iterativamente através de programas como o isoplotR online.

Para a cronometria U-Pb foram selecionados 27 grãos da amostra KG1 com a finalidade de calibração, cuja idade de U-Pb na literatura é de $33,0 \pm 0,1$ Ma (Iwano et al., 2013).

4.4.2.2 Diagrama de Concórdia

Uma ferramenta gráfica e muito útil para investigar interrupções do sistema U-Pb, é através das curvas de concórdia (Figura 26), desenvolvidas inicialmente por Wetherill (1956), que utiliza as equações (20.1) e (20.2). As idades concordantes ficarão na curva de concórdia, e as discordantes na reta de discórdia. Idades discordantes indicam que houve um evento geoquímico que abriu o sistema, sendo a intersecção inferior da reta com a curva, a idade em que tal evento ocorreu (indicado na figura como t^*), designado em geocronologia como a idade do metamorfismo, enquanto a interceptação superior pode representar a idade de cristalização (t_0).



Fonte: Tulane university.

Há mais de uma interpretação para os padrões de discórdia, cujos eventos complexos deram origem a mais de 8 modelos nos últimos anos (Jäger e Hunziker, 2012 p. 111), que levam em conta diferentes fenômenos geológicos ou físico-químicos que possam ter causado a abertura do sistema, como: a) a recristalização de zircões durante o metamorfismo da rocha (modelo episódico); b) perda de chumbo por difusão (modelo de difusão); c) mais de um evento de perda de chumbo (modelo complexo); d) zonas de alteração em zircões metamíticos (modelo de alteração); e) baixa temperatura de annealing de zircões metamíticos (modelo da baixa temperatura de annealing) ou mesmo f) uma mistura de fases de um zircão (modelos de mistura).

4.4.2.3 Processamento de Dados

Os dados utilizados para as idades U-Pb por LA-ICP-MS são os mesmos obtidos pela técnica MTF via LA-ICP-MS. A partir da tabela de contagens por segundo de uma série de isótopos detectados pelo espectrômetro de massa, seleciona-se os envolvidos na sistemática para o cálculo da idade, que são: ^{238}U , ^{207}Pb e ^{206}Pb . Com os quais, através das razões de $\text{U}^{238}/\text{Pb}^{206}$ e $\text{Pb}^{207}/\text{Pb}^{206}$, e seus respectivos erros, que para o equipamento utilizado, é de 1,5%. Monta-se uma tabela de ‘razões + erro’ para cada grão, exemplificada na tabela 6.

Através da ferramenta online para geocronologia isoplotR (Vermeesch, 2018), o cálculo das equações (23.1 e 24) é feito com as respectivas razões para achar as 3 idades das equações (21.1, 21.2 e 24), conforme exemplificada na tabela 7. Isso é realizado apenas inserindo-se as razões isotópicas encontradas pelo espectrômetro de massa.

Tabela 6 – Exemplo de razões isotópicas para obtenção de idades U-Pb através do IsoplotR (dados do IsoplotR).

Grão	38/06	Erro (38/06)	07/06	Erro (07/06)
1	25,094	0,025	0,05131	0,00004
2	25,126	0,025	0,05128	0,00016
3	25,138	0,063	0,05131	0,00008
4	25,151	0,032	0,05129	0,00009
5	25,176	0,025	0,05139	0,00006
6	25,183	0,063	0,05134	0,00007
7	25,208	0,025	0,05143	0,00011
8	25,214	0,038	0,05139	0,00007
9	25,164	0,025	0,0514	0,00006
10	27,724	0,038	0,05135	0,00004

38/06 = Razão isotópica $\text{U}^{238}/\text{Pb}^{206}$; Erro (38/06) = Erro associado à razão isotópica $\text{U}^{238}/\text{Pb}^{206}$; 07/06 = Razão isotópica $\text{Pb}^{207}/\text{Pb}^{206}$; Erro (07/06) = Erro associado à razão isotópica $\text{Pb}^{207}/\text{Pb}^{206}$.

Fonte: IsoplotR

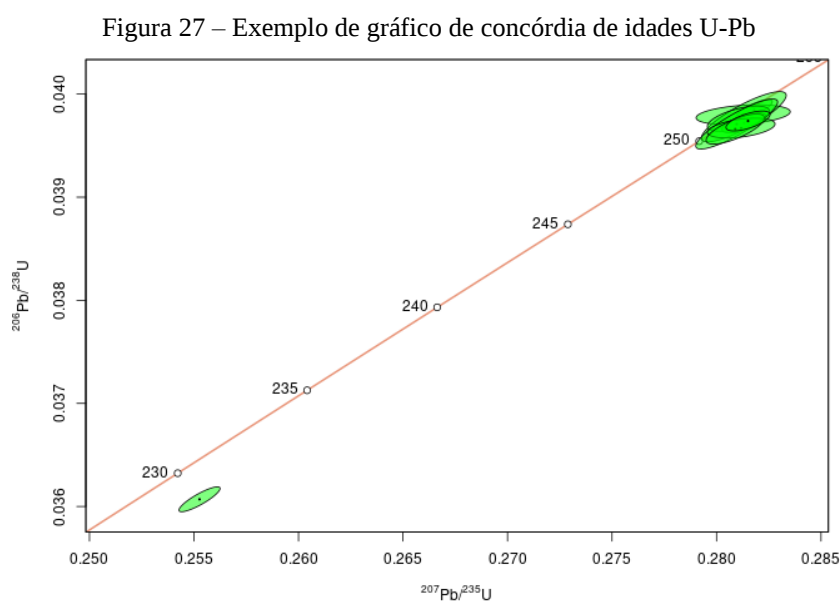
Tabela 7 – Tabela de Idades exemplo obtida através do IsoplotR.

Grão	t.75	e[t.75]	t.68	e[t.68]	t.76	e[t.76]	t.conc	e[t.conc]
1	252,08	0,28	251,9	0,25	253,75	1,79	251,94	0,24
2	251,67	0,73	251,59	0,25	252,4	7,18	251,59	0,25
3	251,69	0,66	251,47	0,62	253,75	3,59	251,54	0,61
4	251,49	0,48	251,34	0,31	252,85	4,04	251,35	0,31
5	251,7	0,34	251,1	0,24	257,33	2,68	251,15	0,24
6	251,42	0,63	251,03	0,62	255,09	3,13	251,18	0,61
7	251,59	0,53	250,79	0,24	259,12	4,91	250,81	0,24
8	251,37	0,45	250,73	0,37	257,33	3,13	250,82	0,37
9	251,85	0,34	251,22	0,24	257,78	2,68	251,27	0,24
10	230,84	0,33	228,43	0,31	255,54	1,79	229,1	0,31

t.75: Idades $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ (Ma); e[t.75]: Erro padrão da idade $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$; t.68: Idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ (Ma); e[t.68]: Erro padrão da idade $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$; t.76: Idades $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ (Ma); e[t.76]: Erro padrão da idade $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$; t.conc: Idade de concórdia de grão único (Ma) - a intersecção máxima entre a linha de concórdia e o erro de elipse ($^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ - $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$); e[t.conc]: Erro padrão da idade de concórdia de grão único.

Fonte: IsoplotR.

Essa amostra de exemplo possui seu sistema fechado por obter idades concordantes, já que as 3 idades obtidas são iguais, conforme explicado na seção 4.4.2.1. Essa ferramenta também permite obter a curva de concórdia da amostra, como a correspondente às tabelas 6 e 7, representada na figura 27. Ela mostra os grãos sobre a curva de concórdia, aglomerados na interceptação superior, indicando uma possível idade de cristalização de cerca de 250 Ma. Através destas informações é possível realizar uma interpretação geológica da região com as idades obtidas.



Fonte: IsoplotR.

4.4.3 Termocronologia U-Th/He

Quando U e Th decaem para isótopos de Pb, eles realizam emissões α , e quando essas partículas adquirem elétrons, tornam-se átomos de hélio. Dessa forma, Pb e He aumentam em relação ao U e Th ao passar do tempo, tornando essa a base da cronometria por U-Th/He. Esta forma de cronometria necessita da medição precisa de U, Th e, em alguns casos, Sm. O decaimento de urânio e tório em hélio fornece um cronômetro versátil para examinar o tempo e as taxas de uma ampla variedade de eventos e processos na ciência terrestre e planetária. Essa medida é realizada por dissolução e diluição de isótopos da amostra datada e medições de razão de isótopos da solução resultante por espectrometria de massa de plasma indutivamente acoplado (ICP-MS). Ela é aplicada para tratar de problemas relacionados à elevação, erosão, falhas e outras questões orogênicas, assim como datação de rochas vulcânicas, estimando histórias térmicas de meteoritos, histórias térmicas de bacias sedimentares e rastreando os

efeitos de incêndios florestais na superfície da Terra. Podendo obter idades de grande amplitude, de mais de 4 Ga até menores do que 5 ka.

Em zircão foram feitas medidas de U-Th/He em 4 amostras da Província Borborema (FT02, CEBP112, CEBP035, CEBP285) e na amostra padrão Fish Canyon Tuff (FCT) (Yu et al., 2019), em um total de 17 grãos de zircão. Também foram realizadas medidas de U-Th/He em apatita para complementar a termocronologia da região, com as amostras (CEBP035, CEBP112, CEBP285) e na amostra padrão Durango (McDowell et al., 2005), em um total de 16 grãos de apatita. As amostras da Província Borborema foram selecionadas pelo critério de já possuírem idades radiométricas por outros métodos na literatura para obter sua história térmica.

Essas análises foram realizadas no laboratório ARHDL - Arizona Radiogenic Helium Dating Laboratory, no departamento de Geociências da Universidade do Arizona – Tucson, nos E.U.A, pelo Prof. Dr. Carlos Tello, orientador desta dissertação de mestrado, com acompanhamento do Dr. Peter William Reiners.

As medidas foram realizadas no equipamento Element 2 HR-ICP-MS (figura 28), um espectrômetro de massa de alta precisão e acurácia na medida de elementos traço e maiores em soluções e sólidos, como U, Th, Sm, REE, Ca e Zr para a cronometria U-Th/He.

Figura 28 - Element 2 HR-ICP-MS.



Fonte: Laboratório ARHDL – Universidade do Arizona.

Existem três passos para uma datação convencional de U-Th/He: a) seleção, caracterização e preparação de grãos para análise; b) extração e medição de He; e c) Medidas de U-Th (e em alguns casos, Sm). Para a preparação da amostra, uma seleção manual de grãos

de zircão é feita de um concentrado do mineral, na qual são priorizados grãos com terminações piramidais, em razão de facilitar as correções de ejeção alfa. Lasers de longo comprimento de onda são utilizados para a extração do hélio das alíquotas, com temperaturas entre 1000 °C a 1250 °C para aquecer o zircão.

Tubos de folha de Nb são usados como microfornalhas para conter os grãos analisados; o gás purificado é liberado na fonte de ionização de um espectrômetro de massa quadrupolo. A quantidade molar dos nuclídeos-pai em zircão (Zr) são medidos após extração de ^4He por diluição de isótopo usando um ICP-MS.

Núcleos de He podem viajar, em média, $\sim 15\text{-}20\ \mu\text{m}$ de distância dos nuclídeos-pais durante sua criação. Essa distância é semelhante (dentro de um fator de 10 vezes) ao tamanho de cristais tipicamente datados ($50\text{-}200\ \mu\text{m}$), portanto, uma correção é necessária para levar em conta o He ejetado do mineral (Hourigan et al., 2005), senão as idades obtidas por U-Th/He serão mais jovens do que sua real formação ou idade de resfriamento, a qual pode variar entre 20-40% da idade medida para cristais de zircão. As incertezas associadas à correção dependem das incertezas da caracterização do mineral, como suas dimensões, morfologia, e distribuição dos nuclídeos-pai internamente e externamente ao mineral. Fatores de correção de ejeção alfa são calculados usando relações de área de superfície para volume com a abordagem de Hourigan et al. (2005) para o zircão. A correção pode ser desconsiderada para amostras que são fragmentos internos de domínios muito maiores com concentrações de nuclídeos-pai moderadamente uniformes (Reiners et al., 2017). Mais detalhes sobre esta metodologia estão em Reiners e Nicolescu, 2006, e Reiners et al., 2017.

4.4.3.1 Equações U-Th/He

As idades são obtidas a partir do cálculo da produção de ^4He da amostra, que pode ocorrer por emissão de diferentes isótopos, os quais estão representados na equação de decaimento:

$$^4\text{He} = \left[8 \frac{137,818}{1+137,818} (e^{\lambda^{238}t} - 1) + 7 \frac{1}{138,818} (e^{\lambda^{235}t} - 1) \right] U + 6(e^{\lambda^{232}t} - 1)Th + 0,1499(e^{\lambda^{147}t} - 1) Sm \quad (25)$$

Em que os valores '8', '7' e '6' referem-se ao número de partículas α produzidas nas cadeias de decaimento de ^{238}U , ^{235}U e ^{232}Th , respectivamente; 137,818 = concentração de ^{238}U

em relação ao ^{235}U em minerais acessórios; $\lambda_{238,235,232,147}$ = constante de decaimento dos isótopos ^{238}U , ^{235}U e ^{232}Th e ^{147}Sm , respectivamente; o último termo da equação representa o acúmulo de hélio por decaimento de Sm.

Essa equação (25) pressupõe o equilíbrio secular da cadeia radioativa dos isótopos de U e Th. A concentração ^4He da amostra se torna uma função tanto da criação quanto pela perda por difusão ou ejeção, e pode ser representada em função do tempo e da temperatura. A perda por difusão pode ser descrita pelas leis de Arrhenius para difusão de volume termicamente ativado, com parâmetros específicos para cada mineral, cristal ou tamanho do domínio de difusão e, em alguns casos, composição ou dosagem de radiação. Mais detalhes sobre os princípios físicos no cálculo da idade de U-Th/He estão em Vermeesch, 2020.

4.5 ESPECTROSCOPIA MICRO-RAMAN

Na interação da energia eletromagnética com algum material, ela pode sofrer efeito de reflexão, absorção, transmissão ou espalhamento, como no caso do espalhamento Raman. É conhecido o espalhamento Rayleigh no qual os fótons são espalhados elasticamente após interagir com as moléculas, com os fótons espalhados possuindo o mesmo comprimento de onda dos fótons incidentes, mas cerca de 1 em 1 milhão de fótons são espalhados inelasticamente, efeito descrito por Sir Chandrasekhara Raman em 1922, do qual se deriva a espectroscopia Raman (CRAIC Technologies, 2021).

No espalhamento Raman, os fótons espalhados são coletados para gerar um espectro, que representa dados dos modos vibracionais de moléculas do material, o que permite identificá-las, assim como o grupo funcional correspondente.

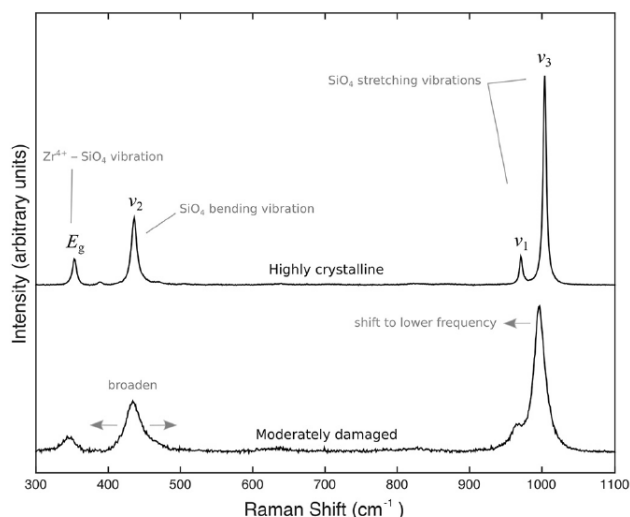
O fóton interage com os elétrons das ligações dos grupos funcionais, excitando um elétron a um estado virtual, o qual relaxa em um estado vibracional ou rotacional excitado, fazendo com que perca parte de sua energia, e assim ser detectado como um espalhamento de Stokes Raman. As ligações atômicas possuem frequências de vibração específicas, dessa forma, moléculas complexas exibem muitos picos e podem ser prontamente identificadas por esses padrões. Lewis e Edwards, 2001, e Ferraro et al., 2003 fazem um estudo sobre o funcionamento físico da espectroscopia Raman.

O Espalhamento Raman vem sendo utilizado em estudos de superfícies e interfaces, pois além de não requerer qualquer tipo especial de preparação de amostras, permite a caracterização estrutural de materiais quanto à composição, grau de organização molecular, formação de agregados e degradação molecular. Quando obtido em diferentes temperaturas, permite ainda

estudar a evolução da organização molecular a baixas temperaturas e até uma possível degradação dos materiais sob análise devido à ação do calor a temperaturas mais altas (Constantino e Duff, 2001). É também sensível ao grau de cristalinidade do material, possibilitando investigar mudanças de fase, formação de ligações cruzadas e processos de dopagem (Job et al., 2003; Constantino et al., 2003).

A espectroscopia Raman é capaz de caracterizar os danos da radiação em zircão, com estudos documentando o efeito de alargamento das principais bandas Raman, mudando para frequências mais baixas e diminuindo a intensidade conforme maior o dano da região de análise (Nasdala et al., 1995, 2001, 2003; Wopenka et al., 1996; Zhang et al., 2000; Anderson et al., 2020), representado na figura 29.

Figura 29 – Espectro de dois grãos de zircão com diferentes graus em dano de radiação



Fonte: Anderson et al. (2020).

A intensidade do sinal é uma função de quatro fatores: propriedades do material (absortividade, refletividade etc.), energia da fonte do laser, a largura da fenda de admissão do espectrômetro e a largura da fenda de resolução (Kattumenu et al., 2012).

A espectroscopia micro-Raman é o nome dado a um espectrômetro Raman acoplado a um microscópio óptico, o que permite obter espectros em áreas microscópicas. É uma técnica muito aplicada na identificação de gemas e minerais, pois cada uma tem um espectro Raman característico. Inclusões minerais dentro do zircão podem ser analisadas via espectroscopia micro-Raman caso estejam na superfície, a fim de identificar o tipo de mineral e a sua influência na revelação dos traços através do ataque químico.

Para a caracterização por espectroscopia micro-Raman, foram selecionados 3 grãos da alíquota KG1 que apresentaram inclusões peculiares, nos quais foi incidido o laser em pontos

fora e sobre tais inclusões para analisar quais efeitos elas podem provocar nos espectros. Utilizando uma potência entre 10% a 50% e um laser de 633 nm, sendo incidido em diferentes pontos de cada grão para comparação da variância do espectro ao longo da superfície. O equipamento utilizado para as análises de espectroscopia micro-Raman, é o espectrógrafo micro-Raman, Renishaw, visto na figura 30, modelo in-Via.

Figura 30 - Espectrógrafo micro-Raman, Renishaw



Fonte: Laboratório de Materiais Nanoestruturados para Análises Ambientais e Biológicas (Unesp-FCT).

4.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

O MEV se baseia em um feixe de elétrons focados a partir de uma fonte de emissão de elétrons, que serão acelerados à alta energia, e então modificados por aberturas, lentes magnéticas e eletrostáticas, e bobinas eletromagnéticas que atuam para reduzir o diâmetro do feixe de elétrons, concentrando-o, o que aumenta o risco de queimar a amostra, podendo deixar uma marca no material analisado, por isso um cuidado é necessário ao mexer no foco.

Elétrons são produzidos na interação do feixe com as amostras, que podem ser do tipo: a) elétrons retroespalhados (BSE), que surgem do feixe com pouca perda de energia cinética após um espalhamento e deflexão causados por campos elétricos dos átomos da amostra; ou b) elétrons secundários (SE), que são elétrons ejetados da superfície do material pelo feixe. Os sinais são medidos por mais de um detector de elétrons, que são utilizados para formar uma imagem pelo nível de cinza correspondente à intensidade do local detectado (Goldstein et al., 2017).

Ele tem sido extensivamente usado para descobrir características microestruturais e de composição de sólidos e filmes finos (Zhou et al., 2007). Medidas de caracterização usando MEV permitem obter informações da amostra quanto à:

- Composição Química – permite obter a composição em peso ou atômica dos elementos constituintes de maneira pontual ou por campos selecionados, o que inclui imagens mapeadas mostrando a distribuição dos elementos detectados na amostra;
- Topografia - uma imagem de alta resolução e em 3 dimensões do material pode ser obtida para observarmos sua forma e superfície, que adquire tom monocromático e não as cores reais, já que os detectores indicam a intensidade em nível de cinza.

A interação do feixe com a amostra causa emissão de raios X, que são específicos de cada elemento (exceto H e He que não os emitem, e portanto, não são detectados pelo MEV), mas átomos individuais não são distinguíveis no MEV (Reed, 2005, p. 1). Esse fenômeno permite identificar e quantificar cada elemento detectado pelo feixe, por isso é importante limpar a amostra antes da análise para não haver contaminação. O MEV consegue medir em fração de massa: concentrações maiores (0,1 até 1); menores (entre 0,1 e 0,01) e traços ($< 0,01$). Tal detecção é realizada através do detector Energy Dispersive Spectroscopy (EDS).

Para o preparo da amostra, é necessário o recobrimento com uma camada condutora; para o zircão se utiliza um recobrimento de camadas de carbono, que precisam ser aplicadas em grande quantidade devido ao polímero teflon que fica envolta do mineral, que não é condutor e nem resistente ao calor. Por outro lado, inclusões minerais expostas na superfície podem ser identificadas por MEV, a fim de identificar a influência na revelação dos traços através do ataque químico.

BSE's são mais valiosos para ilustrar contrastes na composição, fornecendo imagens de alta resolução (menores que 100 nm) em tons de cinza, com elementos pesados possuindo uma aparência mais clara, tal técnica é realizada através do detector Backscattering (BSD). Para as medidas de composição química e imagens em Backscattering, foi utilizado o Microscópio Eletrônico de Varredura Carls Zeiss modelo EVO LS15, que pode ser visto na figura 31. Para possibilitar as amostras para serem analisadas no Microscópio Eletrônico de Varredura, elas foram previamente metalizadas pelo Sputtering Quorum, que pode ser visto na figura 32. Este equipamento é usado para a metalização das amostras com alvos de ouro e grafite.

Para esta metodologia foi selecionado o grão 84 da amostra KG1 devido à revelação de traços nesse grão heterogêneo apresentar influência de uma inclusão, de forma que seja possível analisar os efeitos do ataque químico na superfície do grão.

Figura 31 – Microscópio Eletrônico de Varredura



Fonte: Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica de Varredura (Unesp-FCT).

Figura 32 – Sputtering Quorum



Fonte: Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica de Varredura (Unesp-FCT).

4.7 APLICAÇÃO DAS METODOLOGIAS

As metodologias e análises foram realizadas em diferentes amostras. Para calibração dos métodos de datação, foram empregadas 3 amostras padrão (KG1, FCT, Durango), na qual a amostra KG1 foi selecionada para caracterização por espectroscopia micro-Raman e MEV em razão de apresentar uma quantidade considerável de inclusões que podem revelar características cristalográficas do zircão. Nas amostras da Província Borborema foi realizada uma análise óptica e o MTF-MDE, sendo complementadas com idades da literatura. Os procedimentos empregados estão organizados na tabela 8.

Tabela 8 – Metodologias e Análises aplicadas em cada amostra

Amostra	MEV	micro-Raman	Análise Óptica	MTF-MDE	MTF via LA-ICP-MS	U-Pb	U-Th/He
KG1	X	X	X	X	X	X	-
FCT	-	-	-	-	-	-	X

Durango	-	-	-	-	-	-	X
FT-06	-	-	X	X	-	-	-
CEBP-321	-	-	X	X	-	-	-
CEBP-035	-	-	X	X	-	-	X
CEBP-317	-	-	X	X	-	-	-
CEBP-314	-	-	X	X	-	-	-
FT-02	-	-	X	X	-	-	X
FT-04	-	-	X	X	-	-	-
CEBP-112	-	-	X	X	-	-	X
FT-03	-	-	X	X	-	-	-
WC-03	-	-	X	X	-	-	-
CEBP-219	-	-	X	X	-	-	-
CEBP-285	-	-	X	X	-	-	X
CEBCEI-175	-	-	X	X	-	-	-
CEBCEI-031	-	-	X	X	-	-	-

Fonte: O Autor.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção serão mostrados os dados obtidos nas caracterizações e datações dos minerais apatita e zircão. Foi utilizado o software Origin 2019 para a obtenção dos gráficos de histograma; o Wolfram Mathematica para a obtenção do qui-quadrado reduzido e idade média ponderada. Utiliza-se o site isoplotR online (Vermeesch, 2018) para o cálculo das idades U-Pb e obtenção dos gráficos de concórdia.

5.1 ESPECTROSCOPIA MICRO-RAMAN

Para analisar os picos obtidos no espectro Raman, devemos comparar com os picos de uma amostra padrão de zircão da literatura, cujas frequências e atribuições vibracionais podem ser vistas na tabela 9.

Tabela 9 – Picos Raman padronizados na literatura.

ν (cm ⁻¹)	Atribuições vibracionais
202	Vibração translacional (DAWSON <i>et al.</i> , 1971; SYME <i>et al.</i> , 1977; MAZHENOV <i>et al.</i> , 1979; KOLESOV <i>et al.</i> , 2001) ou rotacional (NICOLA; RUTT, 1974) ou Eg^a

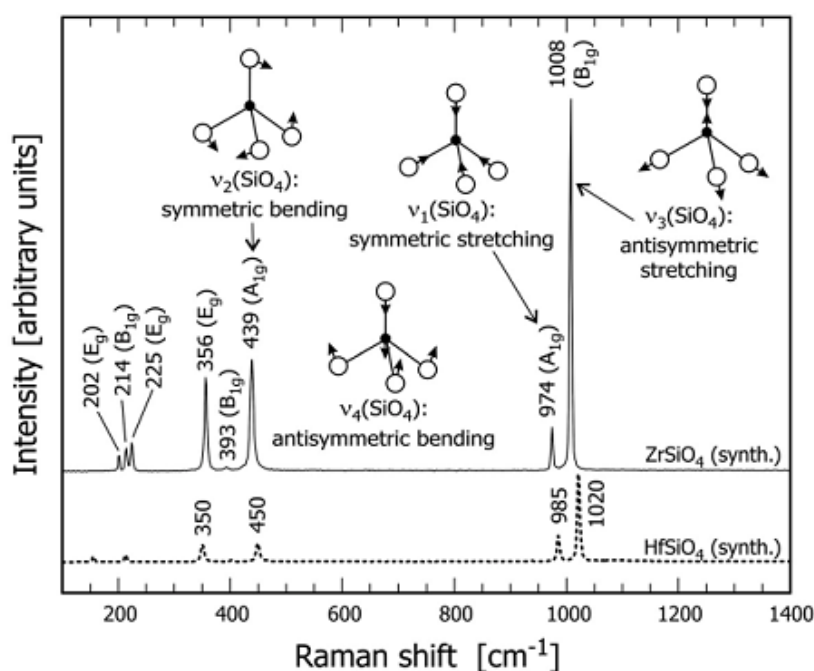
214	E_g^a
225	E_g^a
356	E_g (SYME <i>et al.</i> , 1977; MAZHENOV <i>et al.</i> , 1979) ou ν_4 (SiO_4) (DAWSON <i>et al.</i> , 1971; ILCHENKO <i>et al.</i> , 1988)
393	E_g (SYME <i>et al.</i> , 1977) ou B_{1g} (DAWSON <i>et al.</i> , 1971)
439	ν_2 (SiO_4) (A_{1g})
974	ν_1 (SiO_4) (A_{1g})
1008	ν_3 (SiO_4) (B_{1g})

Fonte: Resende (2015).

Em que: ν_1 – estiramento simétrico; ν_2 – deformação simétrica; ν_3 – estiramento antissimétrico; ν_4 – deformação antissimétrica; A_{1g} e B_{1g} – modos internos de vibração; E_g – modos externos; ν – modos internos (movimento dos átomos dentro da molécula); ^a Caracteriza-se por vibrações envolvendo movimentos dos tetraedros SiO_4 e íons de Zr.

Na figura 33 obtém-se um espectro Raman de um zircão sintético, cristalino e puro, de forma a obter um modelo idealizado do padrão de espectro para grãos de zircão, em que podemos observar as vibrações dos tetraedros de SiO_4 , com oxigênio representado por bolas brancas e silício por bolas pretas, com seus respectivos padrões vibracionais indicados pelas setas. Um padrão similar é obtido por um silicato de Háfnio (HfSiO_4).

Figura 33 - Espectro padrão do zircão (ZrSiO_4) com as atribuições das bandas mais intensas no intervalo de 100 a 1400 cm^{-1}

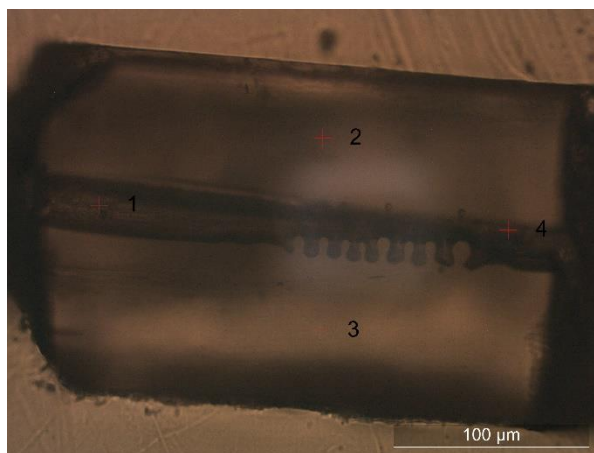


Fonte: Nasdala et al. (2003)

De acordo com Nasdala et al., 2003, a incorporação de impurezas na rede cristalina pode modificar os modos espectrais, de forma a causar alargamento ou redução de banda (FWHM), deslocamento de padrão de vibração e até picos adicionais. O mesmo efeito pode ocorrer pela metamictização do mineral (Ríos et al., 2000; Zhang et al., 2000; Nasdala et al., 2003; Nasdala et al., 2005; xu et al., 2012). Portanto, torna-se útil saber quais efeitos inclusões minerais podem causar no espectro Raman.

As microfotografias dos 3 grãos da amostra padrão KG1 selecionados para esta análise foram obtidas com o microscópio LEICA MC 170 HD com aumento nominal de 500x, nas quais se localizam os dois pontos escolhidos para a incidência do laser do espectrógrafo micro-Raman. O grão 42 (figura 34) é considerado anômalo por não ter revelado traços, e apresenta uma inclusão com formato peculiar que cruza seu eixo principal-c, dessa forma, dois pontos foram selecionados acima da inclusão, e dois pontos adjacentes de forma a descobrir alguma variação no espectro.

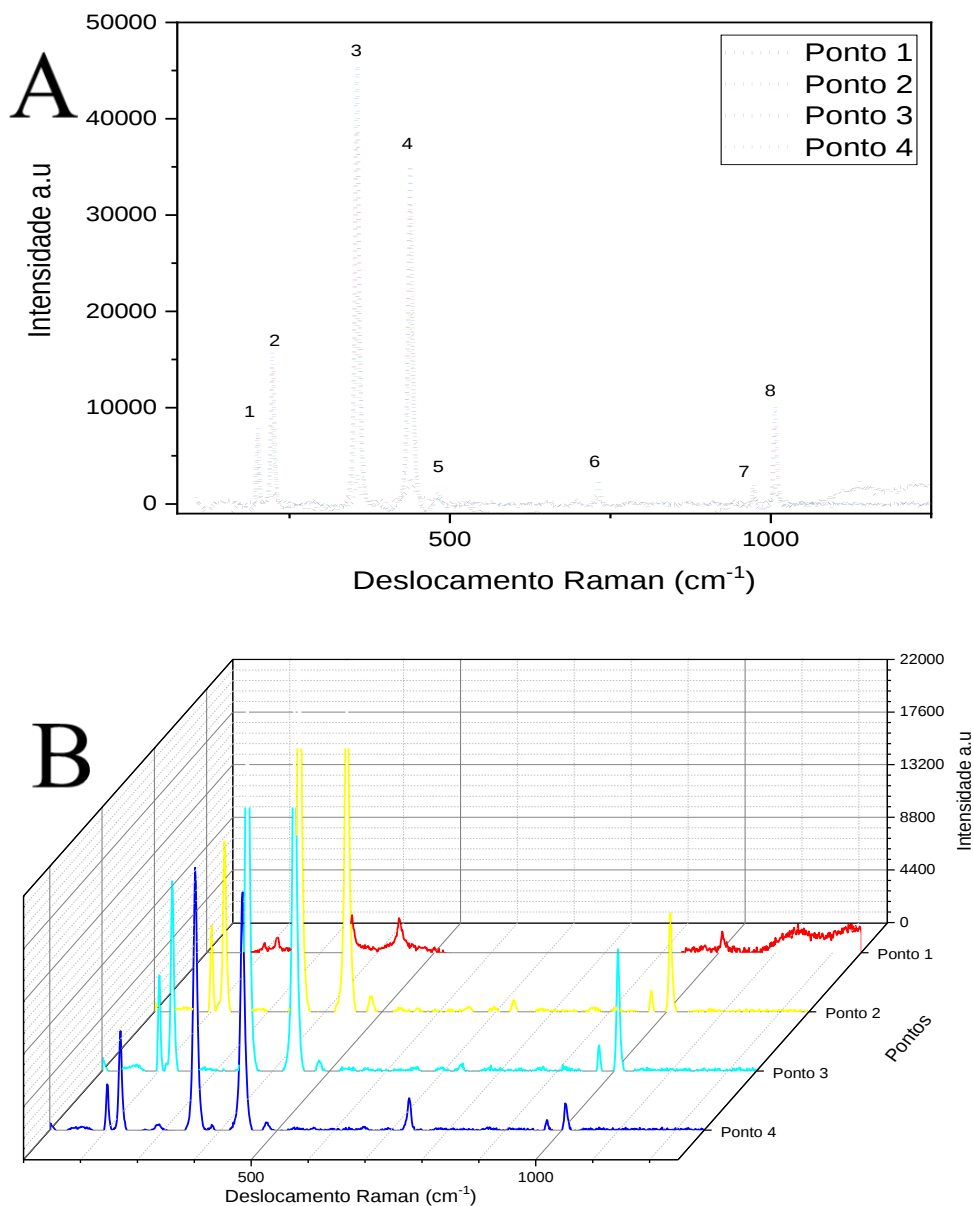
Figura 34 - Micrografias com luz transmitida do grão 42



Fonte: O Autor

Na figura 35 podemos ver os espectros micro-Raman obtidos nos pontos escolhidos do grão 42. O ponto 4 que se localiza logo acima da inclusão, possui menor intensidade em relação aos 2 e 3 que se localizam adjacentes à inclusão. A intensidade de picos está relacionada à cristalinidade e quantidade, então uma possível causa para a redução de picos é que a inclusão possa reduzir os padrões vibracionais de SiO_4 e a cristalinidade da região que a circunda.

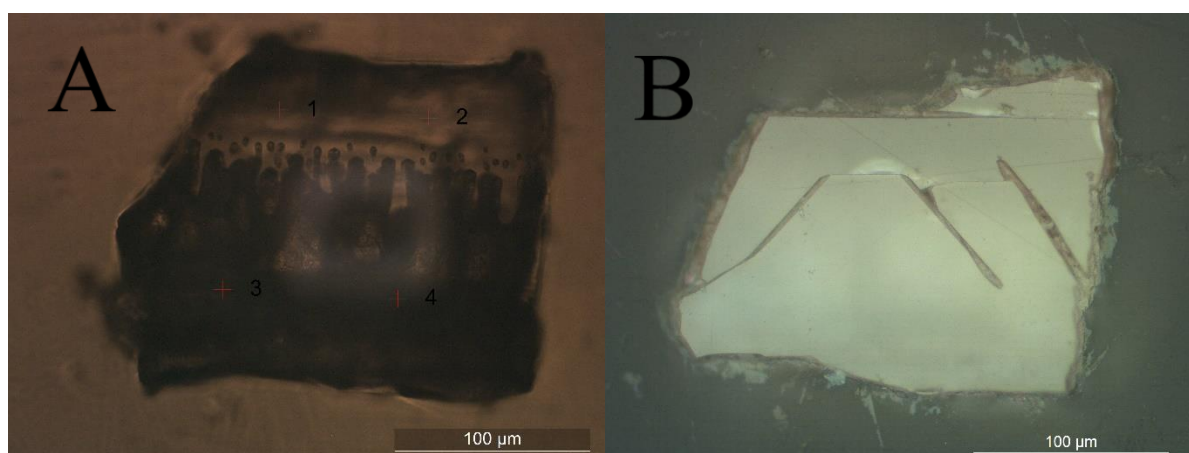
Figura 35 - Espectroscopia micro-Raman do grão 42: (A) com numeração dos picos e sobrepostos, (B) em 3 dimensões



Fonte: O Autor.

O grão 65 (figura 36) possui distribuição de traços heterogênea, mas muito apagados, de forma que não é possível realizar a contagem de traços, o tornando uma espécie de intermediário de um grão heterogêneo e anômalo de superfície intacta. O mesmo apresenta uma inclusão que ocupa um lado do grão, na imagem com luz refletida, na qual podemos observar sua superfície, é possível notar que essa inclusão causou um defeito na estrutura cristalina, que está delineada com o formato da inclusão, dessa forma, dois pontos foram escolhidos acima da inclusão, e dois pontos fora de forma a descobrir diferenças no espectro.

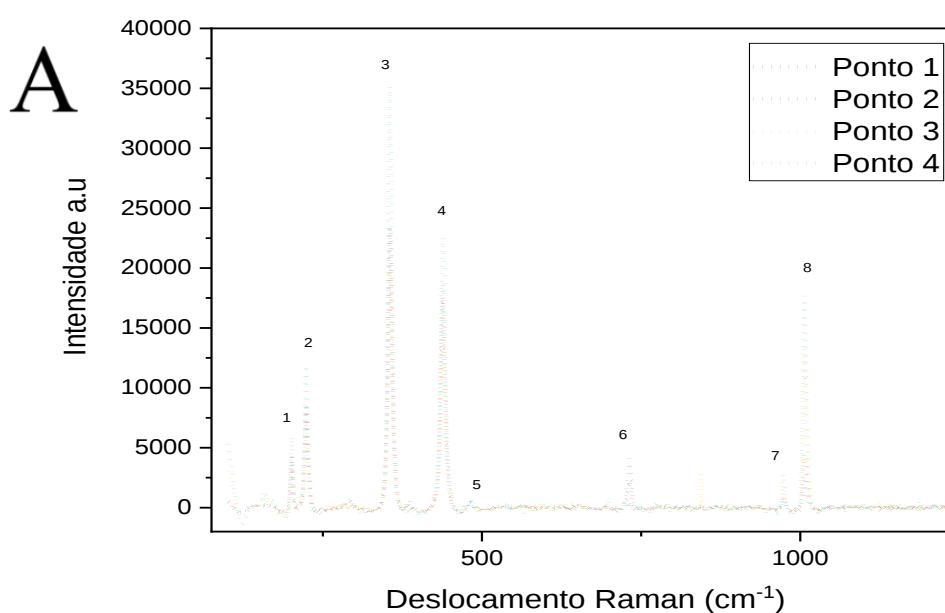
Figura 36 – Micrografias do grão 65 com (A) luz transmitida e (B) refletida

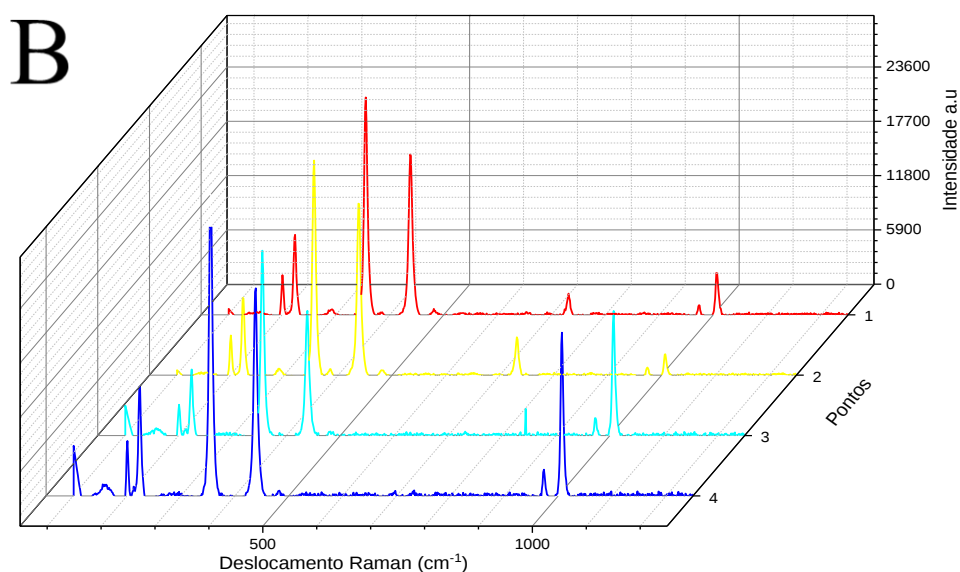


Fonte: O Autor.

Nos resultados do grão 65 na figura 37, podemos ver que há uma diferença significativa principalmente nos padrões vibracionais A_{1g} (974 cm^{-1}) e B_{1g} (1008 cm^{-1}), com os pontos acima da inclusão apresentando intensidades maiores, ao contrário do efeito de inclusão no zircão anterior em que apresentaram uma intensidade menor. Isto pode indicar que a inclusão pode afetar a intensidade e cristalinidade, porém não necessariamente tornando o grão menos ou mais cristalino.

Figura 37 - Espectroscopia micro-Raman do grão 65: (A) com numeração dos picos e sobrepostos, (B) em 3 dimensões

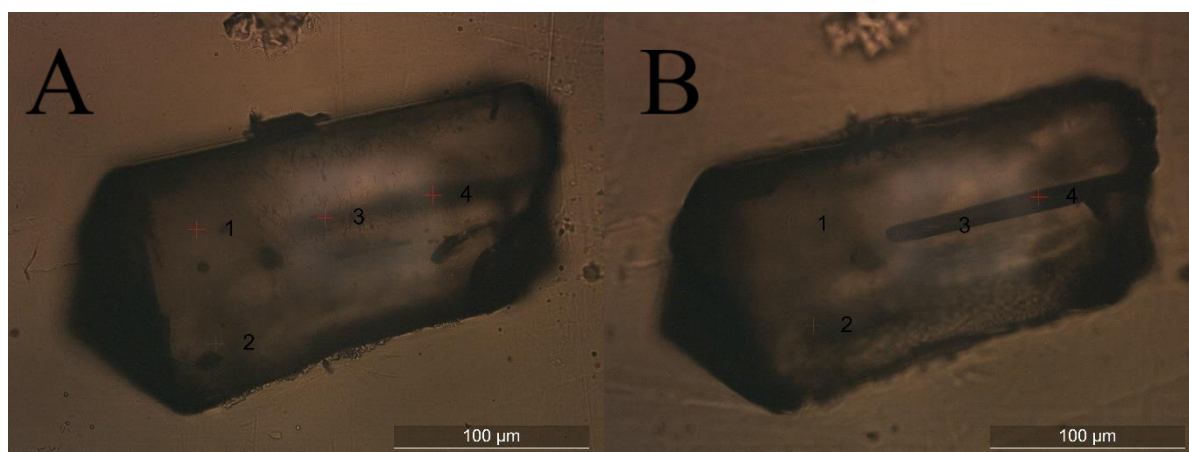




Fonte: O Autor.

Já o grão 84 (figura 38) pode ser considerado heterogêneo, pois apresentou uma distribuição de traços somente na região acima da inclusão de formato cônico, que também está paralela ao eixo-c do mineral, portanto, dois pontos foram escolhidos na região em que foram apresentados traços (acima da inclusão) e dois pontos em regiões que não apresentaram traços. As inclusões nesses grãos não alcançaram a superfície, portanto a caracterização ocorre de maneira indireta pelas alterações da rede cristalina que possam ter sido causadas por elas.

Figura 38 – Micrografias do grão 84: (A) com foco na superfície, (B) foco na inclusão



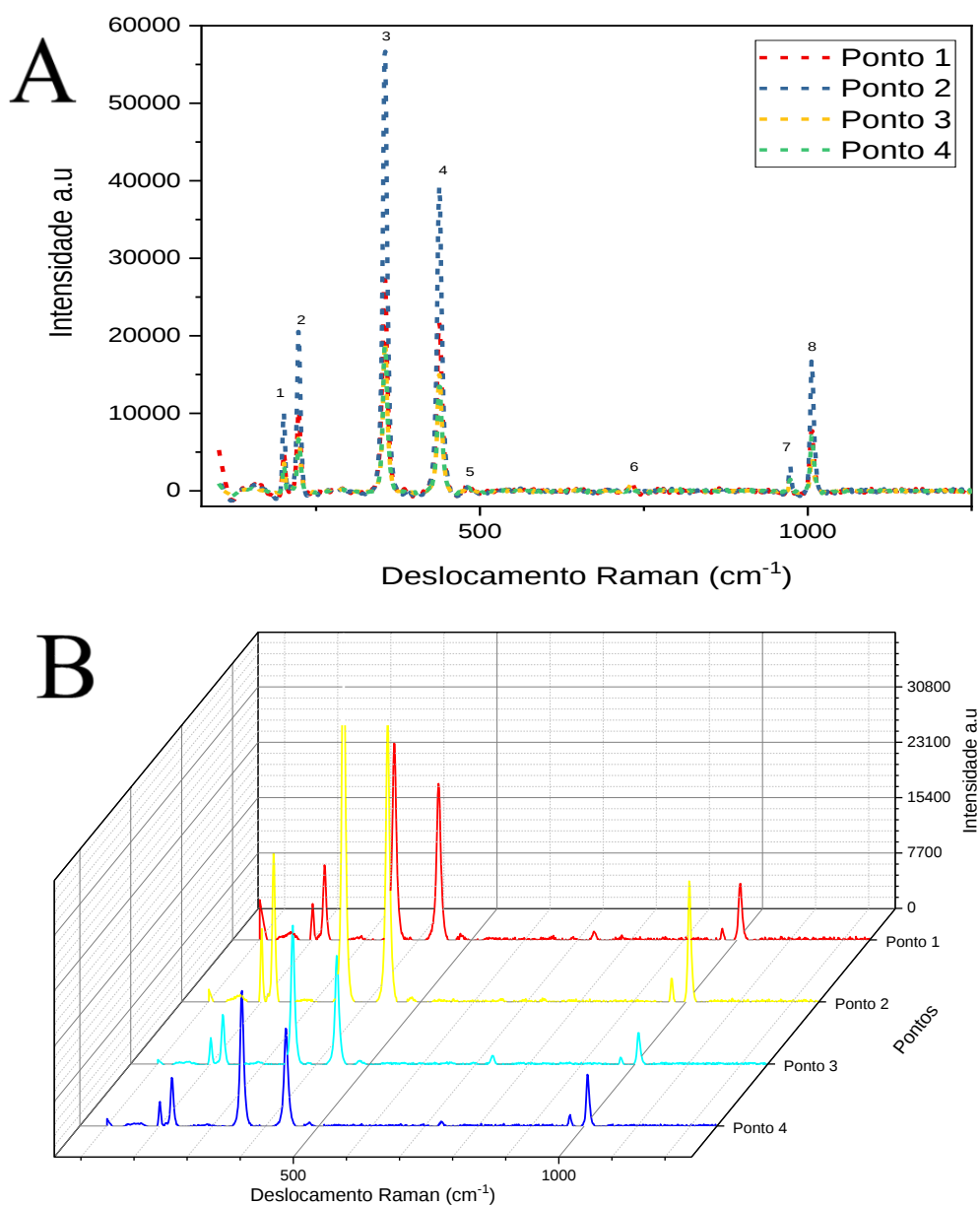
Fonte: O Autor.

Nos resultados do grão 84 na figura 39, podemos ver que os pontos que não estão sobre a inclusão (1 e 2) apresentam intensidade maior do que os pontos sobre ela, isso pode estar relacionado à região acima da inclusão ter maior densidade de traços e, portanto, diminuir a

cristalinidade do local, já que os traços indicam fissões que danificam a estrutura cristalina, porém, de alguma forma, a densidade de traços está ligada à inclusão, já que possui seu mesmo formato.

Uma outra explicação seria que tal inclusão fosse rica em elementos radioativos e, portanto, as fissões decorrentes contornariam suas dimensões, porém, os traços latentes produzidos a partir dela não alcançariam a superfície, logo, a causa está relacionada a alguma influência na estrutura cristalina, por exemplo, com a região da inclusão e dos traços na superfície estarem sob uma mesma camada de crescimento ou em uma mesma fase em um grão de zircão de múltiplas fases.

Figura 39 - Espectroscopia micro-Raman do grão 84: (A) com numeração dos picos e sobrepostos, (B) em 3 dimensões



Fonte: O Autor

Pela análise de todos os espectros, podemos ver pela tabela 10 que os modos vibracionais dos picos foram comuns em todos os grãos, não apresentando deslocamento de frequência, o que já pode certificar que os grãos analisados são de fato um zircão e não outro mineral. As diferenças encontradas em relação à presença de inclusão estão relacionadas à intensidade dos picos.

Tabela 10 – Identificação dos picos do espectro micro-Raman.

Ponto	Deslocamento Raman (cm ⁻¹)
1	201
2	223
3	355
4	438
5	481
6	732
7	973
8	1007

Fonte: O Autor.

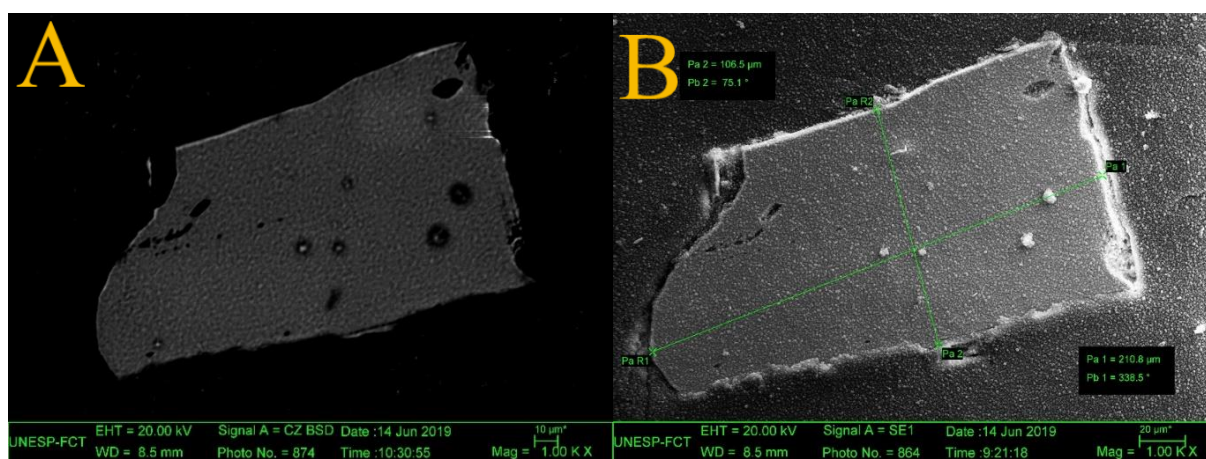
Comparando-se os picos encontrados com os picos padrões da tabela 3, podemos notar que não foram revelados os picos 214 e 393 correspondentes, já os picos 481 e 732 não se encontram nos zircões padrões, talvez as impurezas comuns encontradas na alíquota da amostra KG1 possam causar a presença de novas bandas, ou isso tenha ocorrido por um efeito geral das inclusões nos grãos. De forma global, quando comparamos as intensidades dos picos obtidos nos grãos 42, 65 e 84 da amostra KG1 com os picos do zircão padrão, observa-se que as intensidades estão invertidas. O pico de maior intensidade para os grãos analisados sempre é o pico 3 sendo que o pico com maior intensidade na amostra padrão é o 8. Isso pode ser devido a interação do laser de 633 nm com os tetraedros de SiO₄ apresentar uma intensidade padrão diferente do zircão comum, o que pode estar relacionado com alguma impureza específica dos grãos dessa região.

5.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Para a análise em MEV, foi utilizado o grão 84 da amostra padrão KG1 correspondente à figura 38. Na figura 40 podemos ver as micrografias tomadas com o MEV utilizando

respectivamente um detector Backscattering e um por técnica EDS. Através do BSD, os elementos mais pesados têm uma tonalidade mais clara, enquanto os mais leves, uma tonalidade mais escura, com isso podemos perceber uma distribuição uniforme pelo grão, sendo evidenciados alguns buracos na superfície e pequenos pontos com elementos mais pesados. O grão fica em destaque por ter seus elementos mais pesados que os do teflon. Na figura 40B, podemos ver a topografia da amostra, a porosidade se dá pela quantidade de carbono evaporado, onde podemos perceber certos aglomerados sobre o grão, tais regiões ficaram mais escuras na imagem em backscattering. As bordas clareadas significam que o material está levemente elevado acima da superfície pois não teve tanto contato com o carbono quanto o centro.

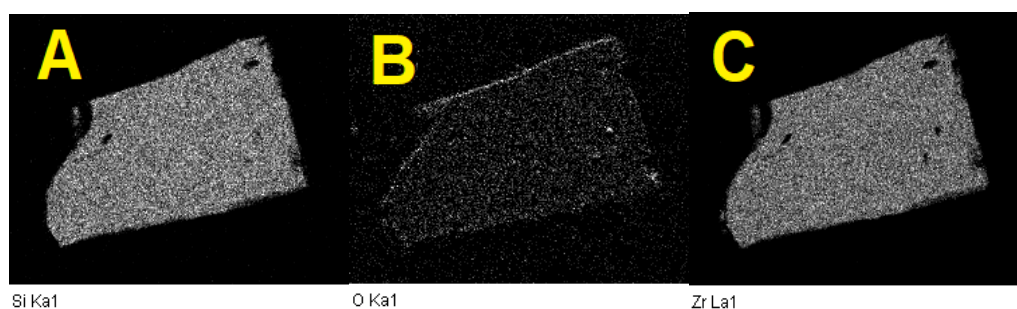
Figura 40 – Micrografia do grão 84 através da técnica: (A) (BSD), (B) (EDS)



Fonte: O Autor.

Na figura 41 realizada também por EDS, observa-se a distribuição dos elementos que compõem a fórmula geral do zircão, indicados pela tonalidade clara.

Figura 41 – Distribuição de elementos pelo grão 84: (A) Si, (B) O, (C) Zr

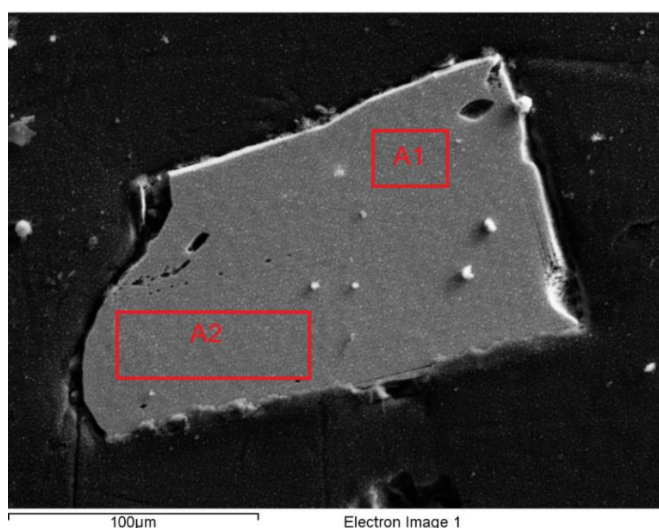


Fonte: O Autor.

Pelo mapeamento da distribuição dos elementos da superfície do grão, podemos ver que esta se dá de maneira uniforme, não apresentando variações ao longo do grão, por mais que sua superfície tenha uma distribuição desuniforme de traços, isso pode indicar que a desuniformidade não tem relação com a quantidade dos elementos Si, O e Zr.

Para um melhor detalhamento da composição química, foi feito um escaneamento em 2 áreas, a A1 corresponde a uma região do grão em que não foram revelados traços, a A2 corresponde à região na qual foram revelados os traços delineados na forma da inclusão (figura 42). Com os resultados em porcentagem de peso (p%) e atômica (a%) correspondentes na tabela 11.

Figura 42 – Análise composicional de área



Fonte: O Autor.

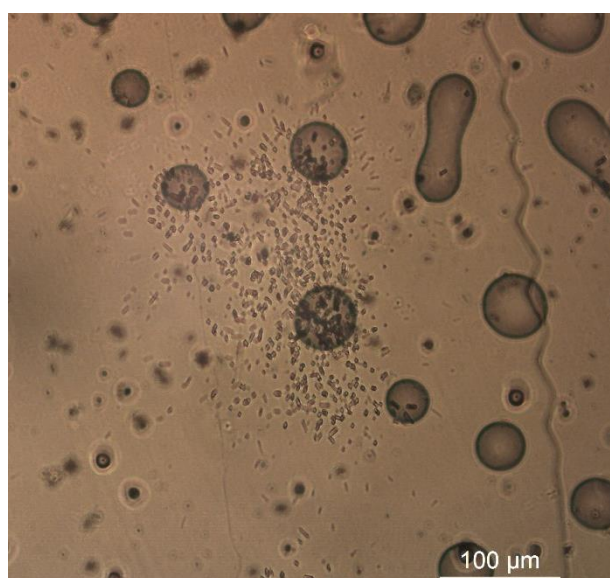
Tabela 11 - Composição química espacial no grão.

	A1		A2	
<i>Elemento</i>	p%	a%	p%	a%
O K	28,12	59,40	27,37	57,28
Si K	16,81	20,23	16,64	19,84
Zr L	54,91	20,34	54,26	19,92
Th M	0,12	0,02	0,04	0,01
U M	0,03	0,00	--	--
F K	--	--	1,68	2,96
Total	100,00			

Fonte: O Autor.

Com esses valores se nota que não há diferença significativa de composição química nessas duas regiões, com o flúor sendo correspondente à composição do teflon que pode ter se espalhado com o ataque químico. Portanto, o fenômeno relacionado à distribuição de traços ou à influência da inclusão na superfície, não parece estar relacionado com a composição química. Na figura 43, uma micrografia dos traços induzidos do grão 84 na mica comprova que também não tem relação com a concentração de urânio, pois a distribuição de traços está de maneira uniforme. Portanto, a influência da inclusão sobre a revelação de traços se restringe a um fator relacionado à estrutura cristalina.

Figura 43 – Distribuição de traços induzidos do grão 84 na mica



Fonte: O Autor.

5.3 CLASSIFICAÇÃO DOS GRÃOS

A tabela 12 indica a quantidade total de grãos e a sua respectiva classificação (homogêneos, heterogêneos, híbridos e anômalos) na montagem de cada amostra, na qual nem todos foram selecionados para serem datados devido a terem muitos traços encavalados, ao ponto de ser impossível a determinação da densidade, por não apresentar traços, ou apresentar traços em uma região muito pequena ou mesmo terem sua estrutura cristalina danificada de forma drástica pelo ataque químico. A classificação segue os 4 tipos clássicos definidos pelo grupo DETRAN: homogêneo, heterogêneo, híbrido e anômalo, e uma classificação extra que pode indicar uma fase intermediária ou mesmo um novo tipo de grão. A análise foi realizada em cada grão dessas amostras através de um microscópio óptico.

Tabela 12 – Quantidade de grãos de cada amostra por classe.

Amostra	Homogêneo	Heterogêneo	Híbrido	Anômalo	Indefinido/ Intermediário	N
<i>KG1</i>	34	45	0	13	2	94
<i>FT06</i>	2	9	20	17	11	59
<i>CEBP321</i>	0	0	12	45	19	76
<i>CEBP035</i>	0	0	3	32	12	47
<i>CEBP317</i>	0	1	19	60	9	89
<i>CEBP314</i>	0	1	10	4	1	16
<i>FT02</i>	5	7	11	42	8	73
<i>FT04</i>	11	29	7	25	12	84
<i>CEBP112</i>	0	1	10	82	4	97
<i>FT03</i>	15	28	4	5	16	68
<i>W03</i>	17	16	17	38	8	96
<i>CEBP219</i>	0	0	15	35	0	50
<i>CEBP285</i>	23	12	2	14	27	78
<i>CEBCEI175</i>	0	0	5	42	3	50
<i>CEBCEI031</i>	0	12	0	31	2	45
<i>Total</i>	107	161	135	485	134	1022

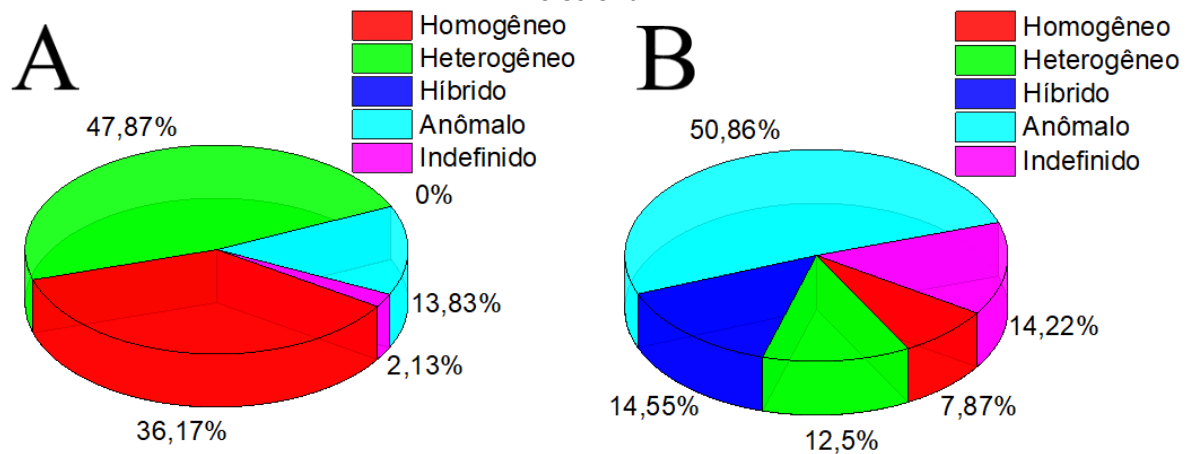
N = quantidade de grãos por amostra; Indefinidos/Intermediários = grãos que ficam em uma definição intermediária entre uma classe e outra de grão.

Fonte: O Autor.

A proporção de cada tipo de grão pode ser melhor observada no gráfico da figura 44A para a amostra KG1 e na figura 44B para as amostras da Província Borborema. Na amostra padrão KG1 se encontra maior quantidade de grãos homogêneos, que são os ideais para se realizar medidas de datação, essa é uma das razões desta amostra ser padronizada; grãos heterogêneos são quase metade da amostra, os quais também é possível determinar a sua idade com grande acurácia; grãos anômalos são encontrados em menor quantidade; não há grãos híbridos e pouquíssimos grãos em situação intermediária/indefinida, na qual se encaixam de certa forma em um único tipo. Isso indica que a estrutura cristalina dos grãos desta amostra KG1 possuem uma alta resistência ao ataque químico.

Nas amostras da Província Borborema temos outro perfil, no qual vemos grãos anômalos em quase metade das amostras, e grãos homogêneos em menor quantidade. Indicando que a estrutura cristalina dos grãos dessa amostra possui menor resistência ao ataque químico. Aqui também há um maior número de grãos em situação intermediária/indefinida. Tendo em vista que ambas são de rochas graníticas, porém, a amostra KG1 é relativamente mais jovem do que as idades obtidas na Província Borborema. Isso faz com que sua estrutura cristalina tenha sido menos danificada por metamictização, lixiviação e/ou diferenciação estequiométrica. Dessa forma, a KG1 se torna uma amostra que possa ser considerada padrão.

Figura 44 – Gráfico de proporção entre os tipos de grãos nas amostras analisadas para: (A) KG1, (B) Província Borborema



Fonte: O Autor.

5.3.1 Novo Modelo de Classificação Proposto

Neste trabalho se observa que há subgrupos nos 4 tipos de grãos. Podemos evidenciar 2 tipos de grãos anômalos: com superfície completamente danificada (figura 45A) e com a superfície aparentemente intacta, mas sem traços (figura 45B).

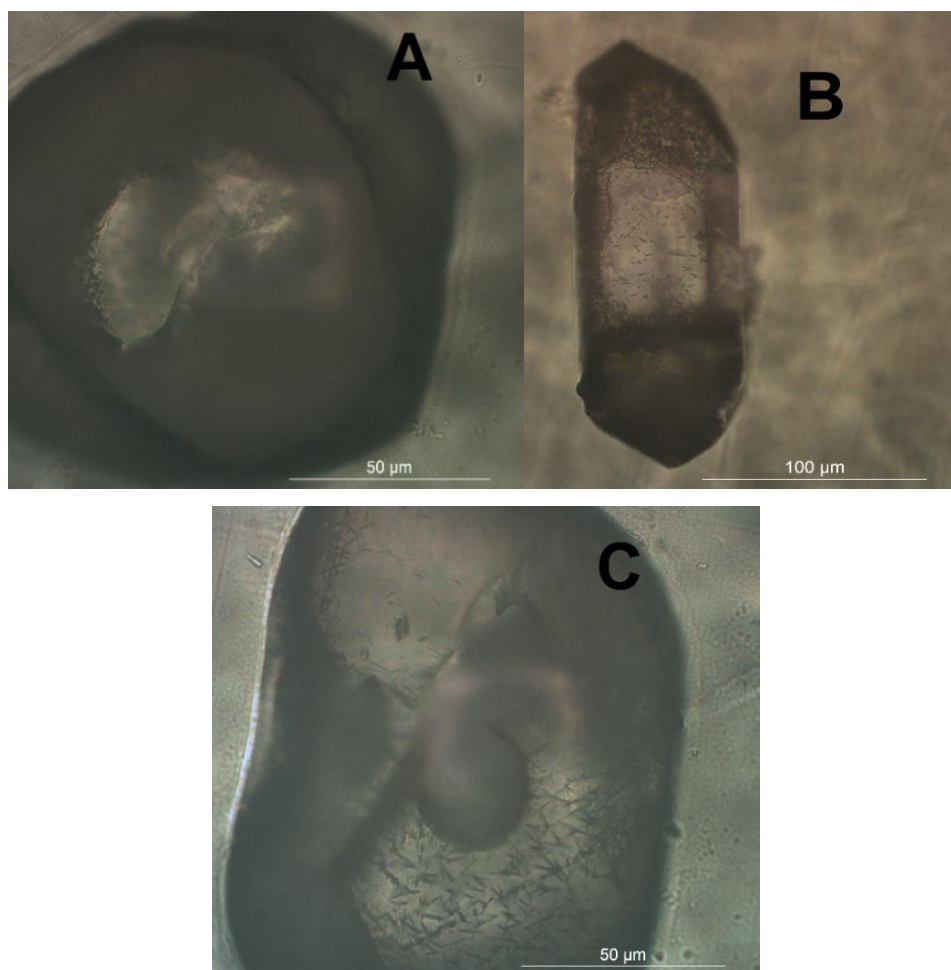
Figura 45 – Micrografias por luz transmitida e aumento nominal de 500x em: (A) grão anômalo com superfície destruída, (B) superfície intacta



Fonte: O Autor

Nos grãos híbridos podemos ter até 3 subtipos: na região em que a estrutura ficou intacta pode não haver revelação de traços (figura 46A), haver uma revelação uniforme (figura 46B), ou haver uma revelação desuniforme (figura 46C).

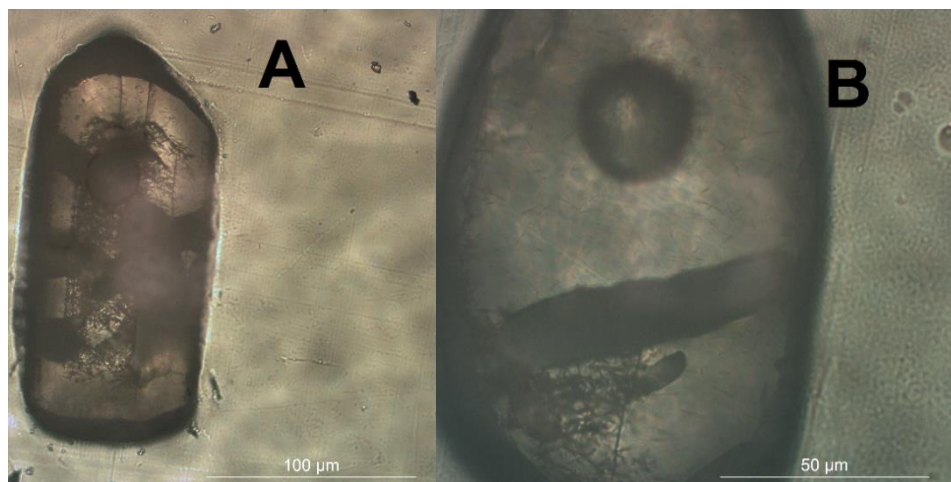
Figura 46 – Micrografias por luz transmitida de grãos híbridos: (A) sem revelação de traços com aumento de 1000x, (B) com uniformidade de traços e aumento de 500x, (C) desuniformidade de traços com aumento de 1000x



Fonte: O Autor.

Da mesma forma nos grãos heterogêneos, podemos classifica-los de formas diferentes. Há grãos que podem revelar traços apenas em camadas de crescimento visíveis (figura 47A) ou uma desuniformidade de traços em uma região do grão que não esteja relacionado às suas camadas (figura 47B) mas de maneira irregular. Esses subgrupos de grãos de zircão apresentados podem dar origem a uma nova classificação mais abrangente.

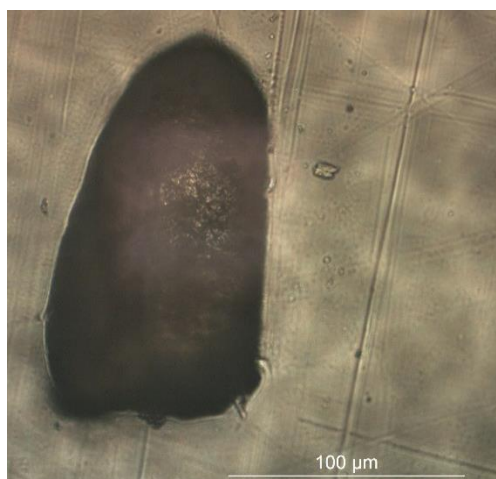
Figura 47 – Micrografias de grãos heterogêneos por luz transmitida: (A) traços limitados por camadas de crescimento com aumento de 500x, (B) traços de maneira irregular com aumento de 1000x



Fonte: O Autor.

Grãos intermediários são evidências de que os tipos de grãos podem estar em uma relação de grau, e não somente qualitativa. No processo de ataque químico o grão começa íntegro e sofre um processo de danificação até sua superfície ter uma aparência rugosa e opaca. Com isso infere-se que grãos híbridos estão no meio desse processo, enquanto grãos heterogêneos e homogêneos ficariam no início e os grãos anômalos em um processo tardio de danificação (como ilustrado na figura 48, com a grande quantidade de traços o tornando inviável para contagem), efeito relacionado com a degradação natural de metamictização. Grãos anômalos em sua definição de não apresentar traços, acabam abarcando grãos com diferentes propriedades, pois podem considerar tanto grãos íntegros quanto grãos danificados. Portanto, é necessária uma nova família que leve em consideração essas diferenças.

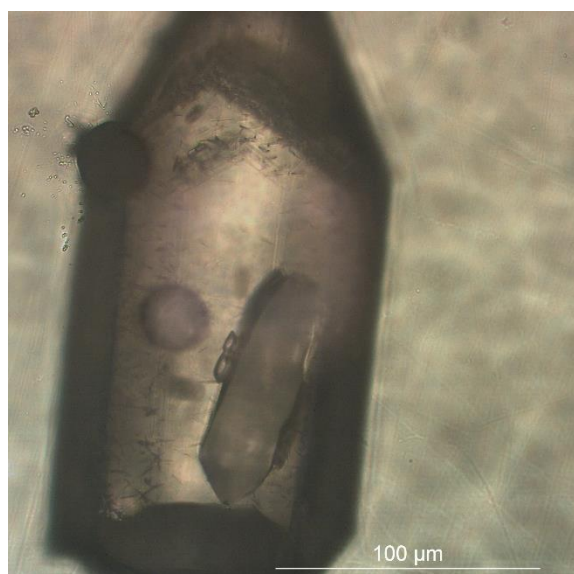
Figura 48 – Grão homogêneo se tornando anômalo com luz transmitida e aumento de 500x



Fonte: O Autor.

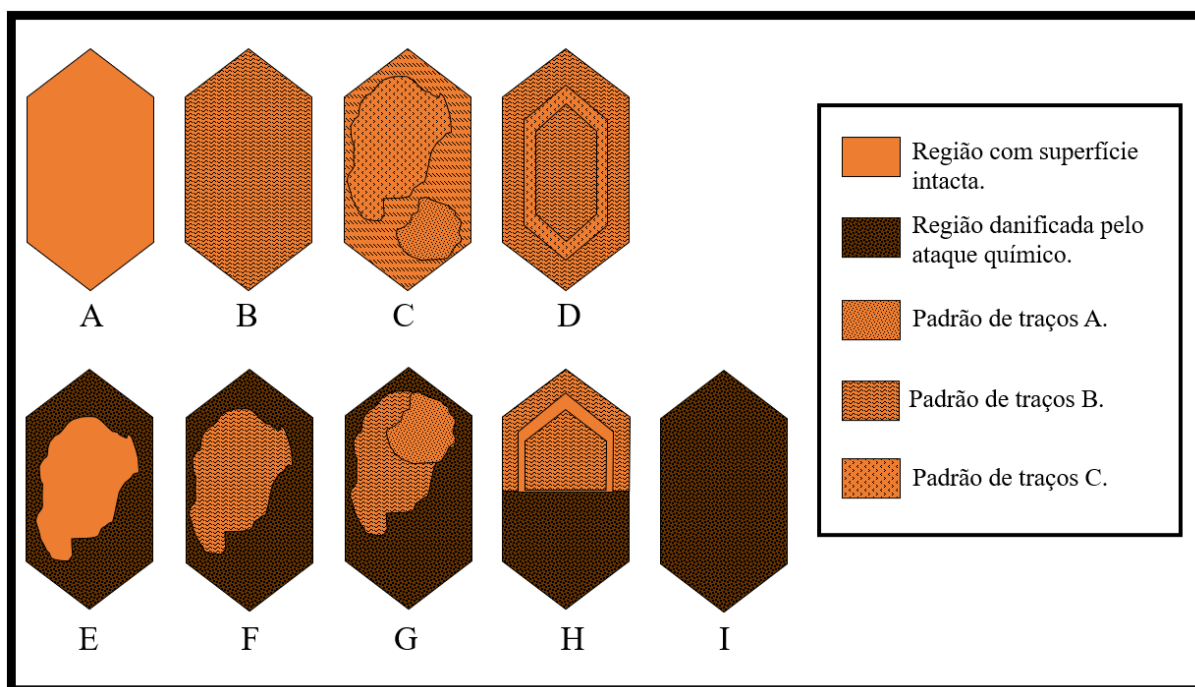
A figura 1B e 1C dão detalhes internos de um grão de zircão, mostrando sua forma de crescimento em forma de camadas. As figuras 46A e 47A mostram como as camadas podem interferir nessa revelação de traços, em que observamos que o núcleo do grão pode possuir maior resistência ao ataque químico ou que apenas no centro do grão há revelação de traços, também é possível que o núcleo tenha uma densidade de traços diferente de outras camadas do grão, e este também é um fenômeno divergente de um grão heterogêneo convencional, no qual temos regiões irregulares com densidade de traços diferente do resto do grão, e não separadas de forma linear igual a um zircão com camadas visíveis, logo se torna necessária uma reclassificação de grãos heterogêneos. A figura 49 ilustra também o fenômeno, apresentando diferentes padrões de distribuição de traços de forma delineada por camadas, assim como um fenômeno interessante de uma inclusão que foi corroída pelo ataque químico e deixando seu formato vazio na superfície do grão. Levando essas características em consideração, propõe-se um novo modelo que está representando na figura 50.

Figura 49 – Micrografia por luz transmitida de grão heterogêneo delimitado por camadas



Fonte: O Autor.

Figura 50 – Nova proposta classificação de grãos de zircão



Fonte: O Autor.

Pela figura 50, temos 9 possibilidades de classificação ao invés das 4 clássicas, as quais são:

- Grão Íntegro – Anômalo [A], Homogêneo [B], Heterogêneo (Irregular [C], em camadas [D]);
- Grão Híbrido – Anômalo [E], Homogêneo [F], Heterogêneo (Irregular [G], em camadas [H]);
- Grão Danificado – Anômalo (I).

Nesta nova classificação se complementa informações antigas com os conceitos: *grãos íntegros* são aqueles em que sua superfície se manteve intacta após o ataque químico; *grãos danificados* são aqueles que tiveram sua superfície totalmente danificada após o ataque químico, estes são necessariamente anômalos; *grãos híbridos* possuem parte de sua superfície íntegra e parte danificada; *grãos homogêneos* possuem a parte íntegra com distribuição uniforme de traços; *grãos heterogêneos* possuem a parte íntegra com distribuição desuniforme de traços, a qual pode estar separada de maneira linear (*em camadas*) ou *irregular*.

5.4 RESULTADOS MTF-MDE

Nessas alíquotas foram obtidas as idades via MTF-MDE. As idades da amostra padrão KG1 estão no apêndice A e as idades das amostras da Província Borborema estão no apêndice B de acordo com as suas formações geológicas. Os principais parâmetros correspondentes às idades obtidas através do MTF estão na tabela 13. Nesta tabela se pode observar que há 6 amostras que indicam ter mais de uma população de idades. Como a região da parte norte da Província Borborema sofreu metamorfismo, isso pode ter causado essas diferenças de idades ou pode ser que existam grãos herdados de outras fontes.

Tabela 13 – Idades da Província Borborema.

Unidade Tectônica	Amostra	I_M	I_{MP}	χ^2_v	$P(\chi^2_v)$	N
São Jose do Campestre	FT06*	-	263 ± 7 463 ± 17	1,985 1,074	1% 30%~40%	36
	CEBP321*	-	239 ± 7 368 ± 12 564 ± 44	0,645 0,637 0,113	80%~90% 80% 95%~98%	33
	CEBP035	287 ± 11	277 ± 12	0,770	60% ~ 70%	11
	CEBP317*	-	272 ± 9 384 ± 14	0,615 0,786	80~90% 60%~70%	24
Rio Piranhas-Seridó	CEBP314	405 ± 11	398 ± 14	0,433	90% ~ 95%	11
	FT02*	-	167 ± 5 299 ± 13	1,619 1,133	2%~5% 20%~30%	34
	FT04	365 ± 6	355 ± 6	0,650	98% ~ 99%	65
	CEBP112*	-	153 ± 8 255 ± 12	0,417 1,499	80%~90% 10%~20%	14
	FT03	447 ± 8	411 ± 7	1,235	5% ~ 10%	87
Jaguari-beano	W03	383 ± 1	355 ± 6	1,253	10% ~ 20%	51
	CEBP219*	-	219 ± 10 330 ± 17	1,004 0,626	40%~50% 60%~70%	12
	CEBP285	329 ± 5	320 ± 6	0,809	80% ~ 90%	54
Ceará Central	CEBCEI175	293 ± 19	286 ± 14	1,880	5% ~ 10%	6
Médio Coreaú	CEBCEI031	410 ± 11	401 ± 38	0,609	80% ~ 90%	11

I_M = Idade média (Ma); I_{MP} = Idade média ponderada (Ma); χ^2_v = Valor de Qui-quadrado reduzido; $P(\chi^2_v)$ = Probabilidade do valor Qui-quadrado de pertencer a uma mesma população; N = Quantidade total de grãos.

*Não há I_M para essas amostras pois possuem mais de uma população de idades.

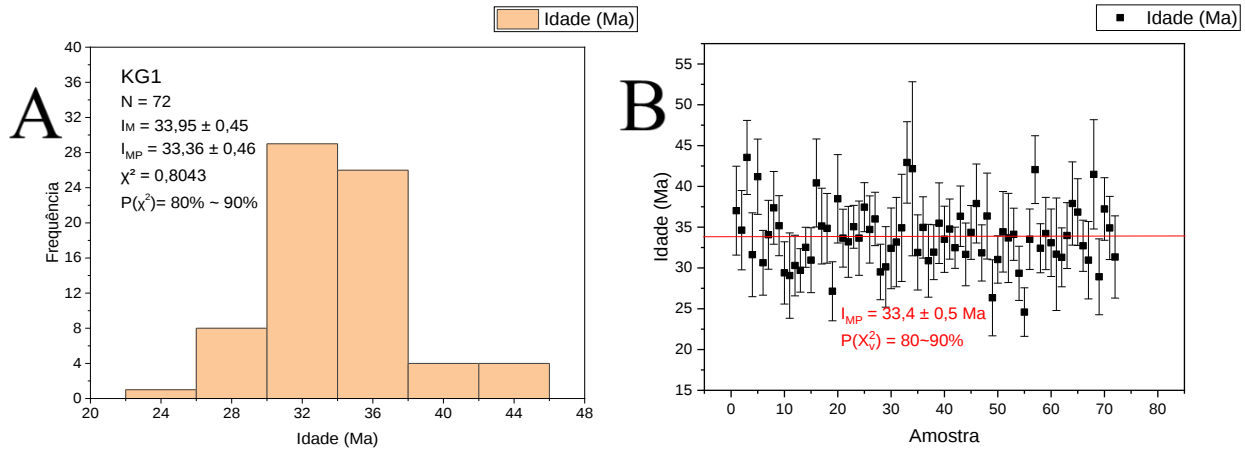
Fonte: O Autor.

5.4.1 KG1 (Amostra Padrão)

Na figura 51A podemos observar a distribuição das idades via detector externo da amostra padrão KG1 e na figura 51B se nota que as idades flutuam ao redor do valor médio de $34,0 \pm 0,5$ Ma. O valor de $P(\chi^2_v)$ que está entre 80% ~ 90%, indica que há apenas uma população

de idades, o que era de se esperar pois essa amostra KG1 foi separada uma rocha ígnea. A idade obtida é compatível com a idade encontrada na literatura $32,6 \pm 0,6$ Ma (Iwano et al., 2013).

Figura 51 – Amostra KG1: (A) Distribuição de idades, (B) flutuação de idades



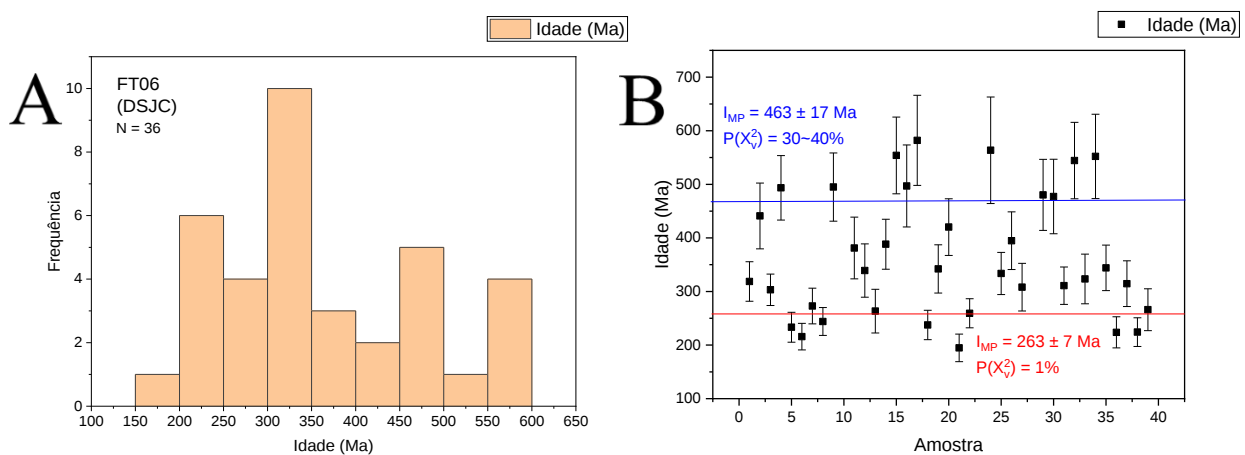
A linha em vermelho nos gráficos de flutuação de idades representa a idade média ponderada; N = quantidade de grãos datados; I_M = Idade média; I_{MP} = Idade média ponderada; χ^2_v = valor qui-quadrado; $P(\chi^2_v)$ = probabilidade de pertencerem a uma mesma população.

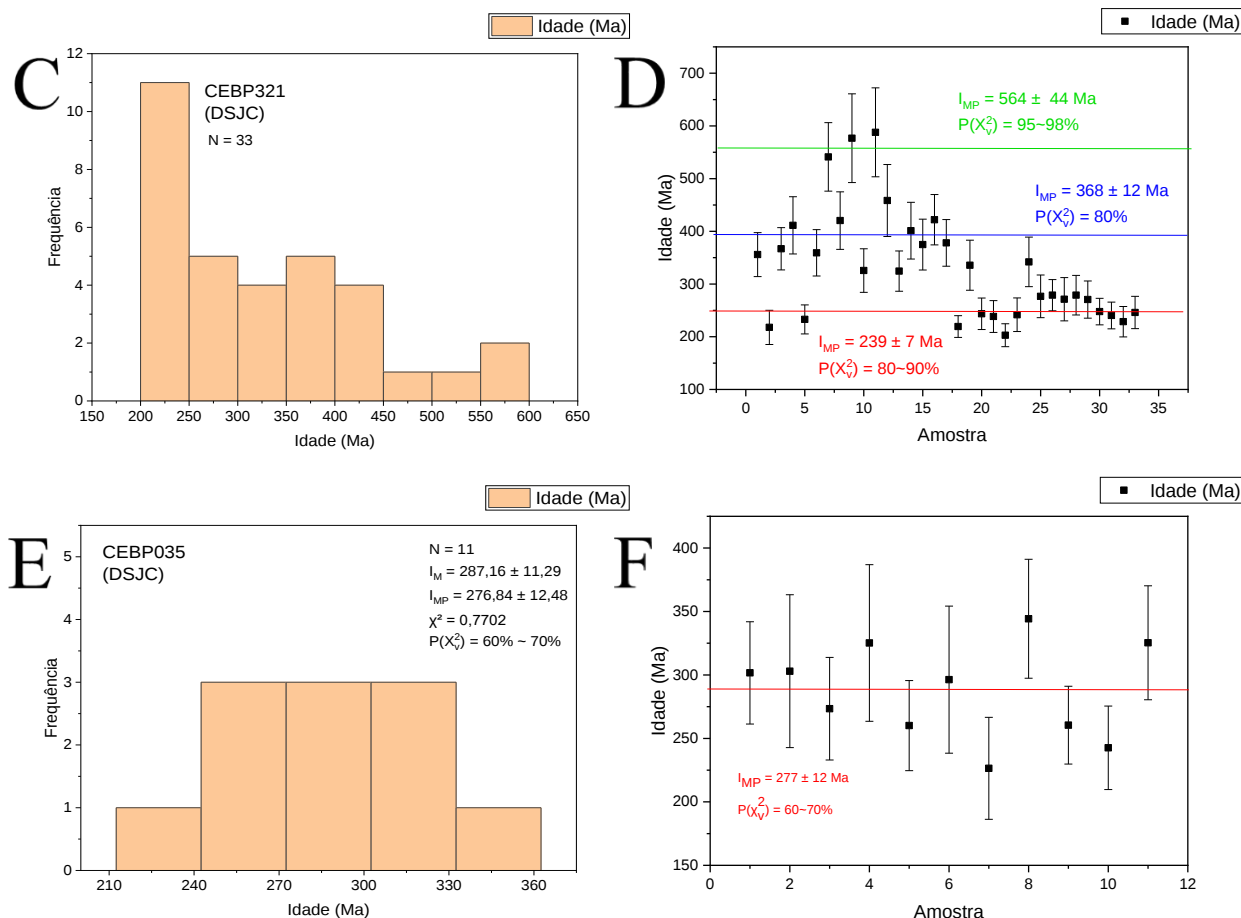
Fonte: O Autor.

5.4.2 São José do Campestre

A distribuição de idades e as suas respectivas flutuações, obtidas neste domínio tectônico de São José do Campestre, podem ser observadas na figura 52.

Figura 52 – Distribuição de idades e flutuação de idades: FT06 (A), (B); CEBP321 (C), (D); CEBP035 (E), (F)





A linha em vermelho nos gráficos de flutuação de idades representa a idade média ponderada; N = quantidade de grãos datados; I_M = Idade média; I_{MP} = Idade média ponderada; χ^2_v = valor qui-quadrado; $P(\chi^2_v)$ = probabilidade de pertencerem a uma mesma população.

Fonte: O Autor.

As amostras do maciço do São José do Campestre possuem uma distribuição de idades que vão de 239 a 564 Ma, indicando a possibilidade de mais de uma população de idades. A única amostra com apenas uma distribuição de idades é a amostra CEBP035 com idade média de 287 ± 11 Ma. Isso pode estar indicando que as amostras FT06 e CEBP321 passaram pela isoterma de aproximadamente 240 °C em diferentes tempos sendo que os grãos de zircão seriam grãos herdados de fontes diferentes. Uma hipótese mais plausível para o fato de que as amostras tenham mais de uma população de idades de traços de fissão, é que esses plutões tenham sofrido metamorfismo e/ou junção através de empurrões sofridos durante o choque dos microcontinentes durante a orogenia brasileira há 600 Ma. (Dantas et al., 1998).

Fazendo uma separação das possíveis populações de idades através do teste estatístico do Qui-quadrado, podemos observar que a amostra FT06 aceita duas populações, uma em ~ 260 Ma e outra em ~ 460 Ma como pode ser observado na figura 52B. Por outro lado, a amostra CEBP321 aceita 3 populações de idades, a primeira em ~ 240 Ma, a segunda em ~ 370 Ma e a

terceira em ~ 560 Ma, sendo que a amostra CEBP035 possui apenas uma população com idade de ~ 270 Ma. Esta última idade é estatisticamente compatível com a população de idades de ~ 260 Ma da amostra FT06 e com a população de ~ 240 Ma da amostra CEBP 321. Também pode-se observar que a população de idades mais antigas da amostra FT06 de ~ 460 Ma é estatisticamente compatível com a população de idades de ~ 370 Ma da amostra CEBP321.

Dado que a idade de traços de fissão representa física e geologicamente a última passagem da rocha que contém a amostra de zircão pela isoterma de ~ 240 °C, então as diferentes idades da rocha pluônica estaria sugerindo que neste domínio São José do Campestre houve oscilações magmáticas fazendo com que esses plutons tenham sofrido soerguimentos e esfriamentos em diferentes idades. O primeiro teria acontecido há aproximadamente 560 Ma com um soerguimento relativamente rápido fazendo com que a idade de TF seja similar à idade de cristalização da rocha. Após isto, a rocha teria aquecido a temperaturas maiores do que 240 °C através de um fenômeno isostático por alguns milhões de anos, assim o segundo pulso de soerguimento teria acontecido há aproximadamente 370 Ma, e após isto, esta área teria aquecido novamente a temperaturas maiores do que 240 °C para finalmente ter acontecido o último pulso de esfriamento há aproximadamente 260 Ma. É importante ressaltar que estas fases de aquecimento e esfriamento teriam acontecido de forma parcial já que alguns grãos de zircão não atingiram temperaturas maiores do que de 240 °C, por registrarem sua passagem por essa isoterma em diferentes tempos.

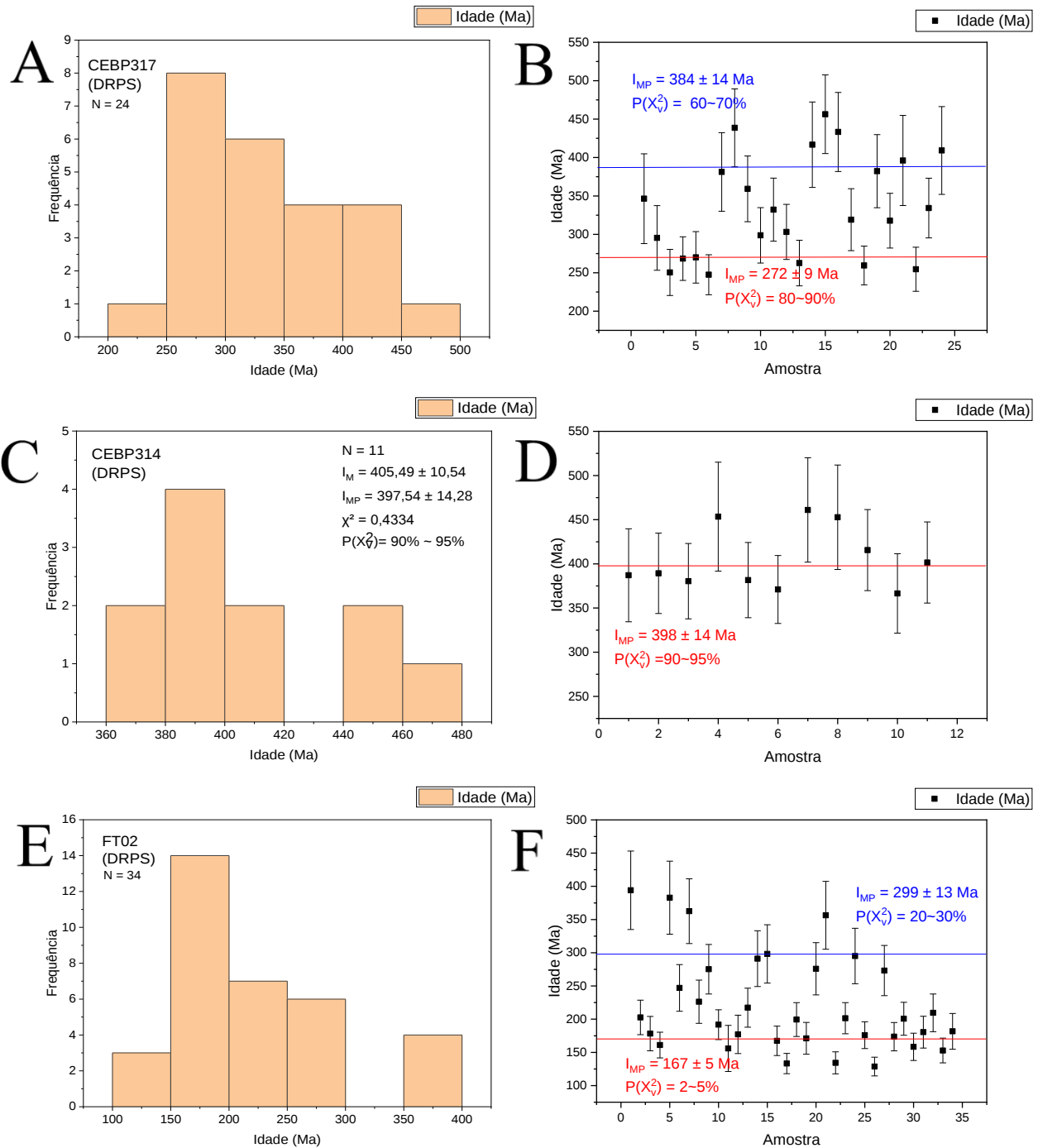
5.4.3 Rio Piranhas-Seridó

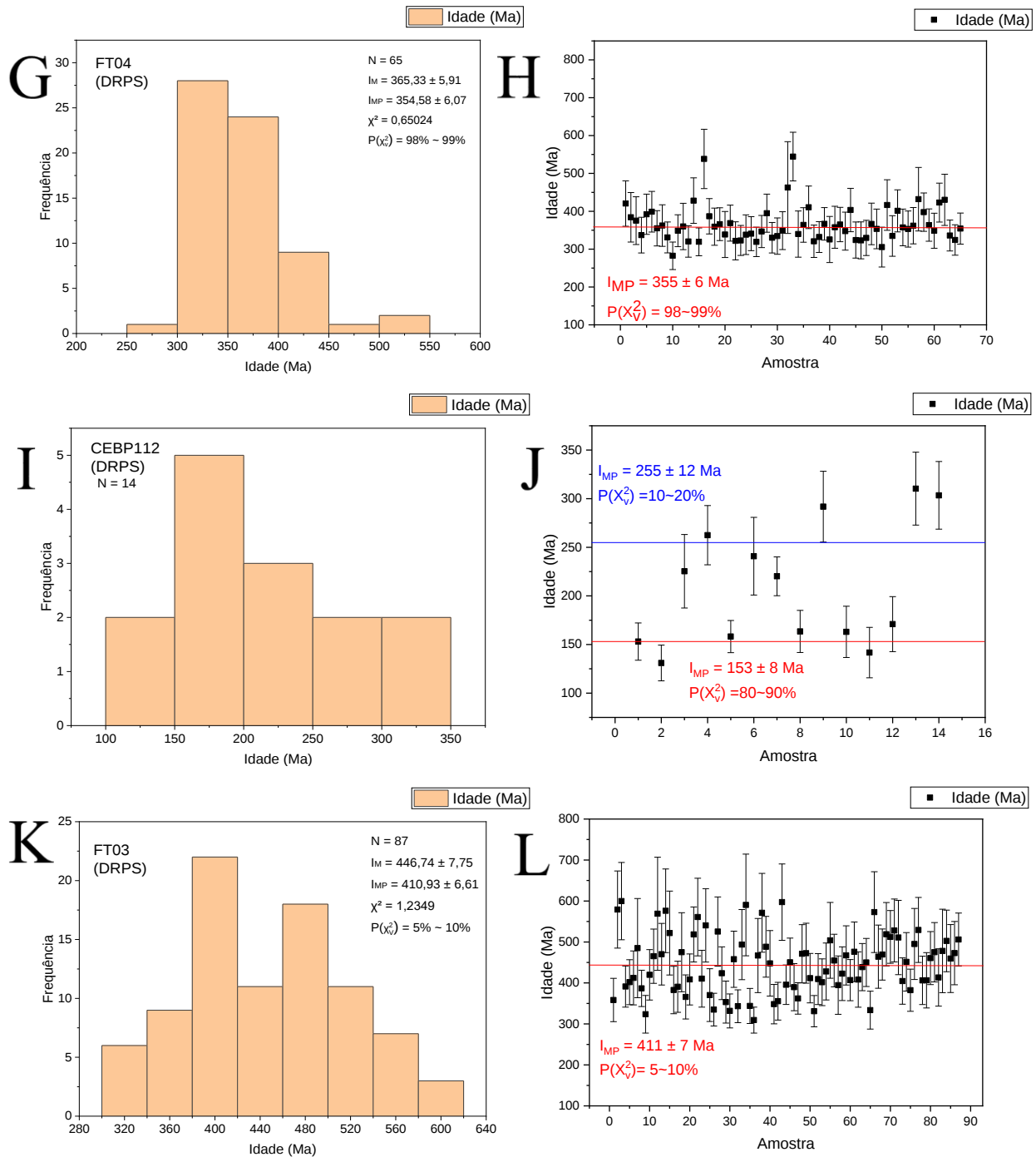
A distribuição e flutuação de idades obtidas no domínio tectônico Rio Piranhas-Seridó estão indicadas nos gráficos da figura 53. Das seis amostras da unidade tectônica do Rio Piranhas-Seridó, três delas apresentam uma ampla flutuação de idades, indicando que nessas amostras temos mais do que uma população de idades. Estas amostras podem ter sofrido as mesmas condições daquelas coletadas no maciço São José do Campestre. Esse metamorfismo teria ocasionado um aquecimento de tal forma que as rochas passaram pela isoterma de ~ 240 °C em diferentes épocas.

Após feita a separação das diferentes populações de idades (figura 53) na região de Rio Piranhas-Seridó, pode-se inferir que nesta região também houve pulsos de aquecimento e esfriamento similares aos que teriam acontecido no maciço São José do Campestre. No caso do domínio tectônico de Rio Piranhas-Seridó, o primeiro pulso de esfriamento em temperaturas

menores do que 240 °C teria acontecido há aproximadamente 400 Ma, o segundo teria acontecido há 270 Ma, e o terceiro e último teria acontecido há 150 Ma.

Figura 53 – Distribuição de idades e flutuação de idades: CEBP317 (A), (B); CEBP314 (C), (D); FT02 (E), (F); FT04 (G), (H); CEBP112 (I), (J); FT03 (K), (L)





A linha em vermelho nos gráficos de flutuação de idades representa a idade média ponderada; N = quantidade de grãos datados; I_M = Idade média; I_{MP} = Idade média ponderada; χ^2_v = valor qui-quadrado; $P(\chi^2_v)$ = probabilidade de pertencerem a uma mesma população.

Fonte: O Autor

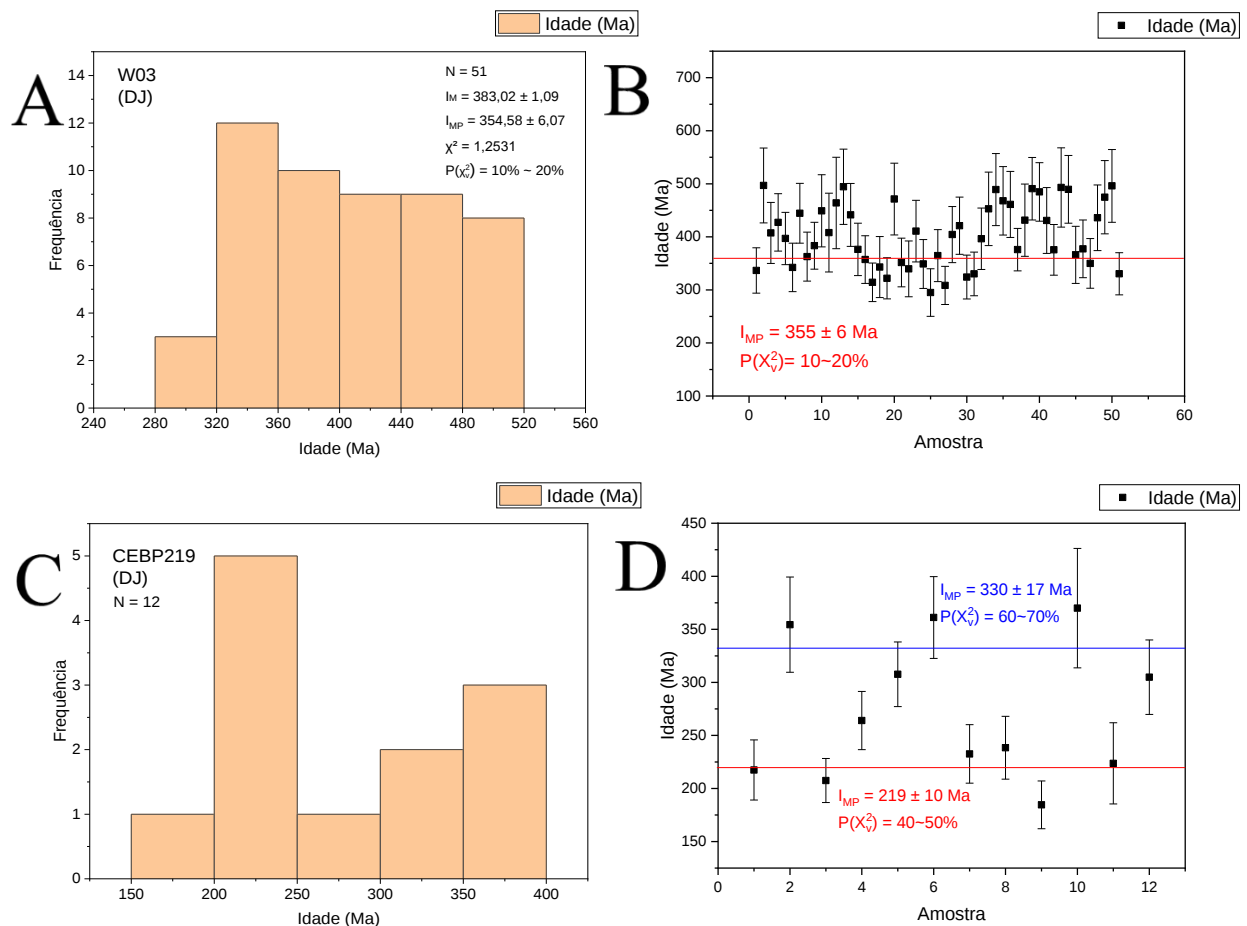
5.4.4 Jaguaribeano

As distribuições de idades da unidade tectônica de Jaguaribeano e suas respectivas flutuações estão indicadas nos gráficos da figura 54. A amostra CEBP219 também possui uma ampla flutuação de idades que pode indicar duas populações, porém, como nesta amostra temos

apenas 12 grãos, não podemos inferir enfaticamente que esta amostra tenha mais do que uma população de idades devido a pouca quantidade de grãos datados. A amostra W03 possui uma idade média ponderada de 383 ± 1 Ma, o que indica que há ~ 400 Ma a temperatura neste domínio tectônico estava acima de 250°C , a qual poderia ser vinculada ao metamorfismo da região.

Neste domínio tectônico Jaguaribeano apenas a amostra CEBP219 possui duas populações de idades mostradas na figura 54D. Neste caso, os pulsos de esfriamento e aquecimento das rochas plutônicas que passaram pela isoterma de 240°C teria acontecido primeiro há aproximadamente 340 Ma e o segundo há cerca de 220 Ma.

Figura 54 – Distribuição de idades e flutuação de idades: W03 (A), (B); CEBP219 (C), (D)



A linha em vermelho nos gráficos de flutuação de idades representa a idade média ponderada; N = quantidade de grãos datados; I_M = Idade média; I_{MP} = Idade média ponderada; χ^2_v = valor qui-quadrado; $P(\chi^2_v)$ = probabilidade de pertencerem a uma mesma população.

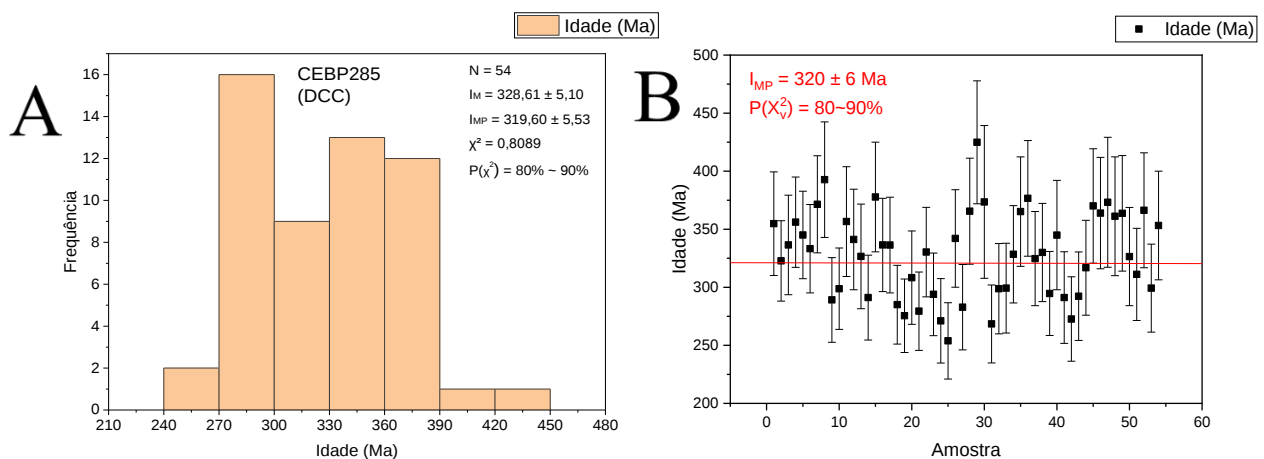
Fonte: O Autor.

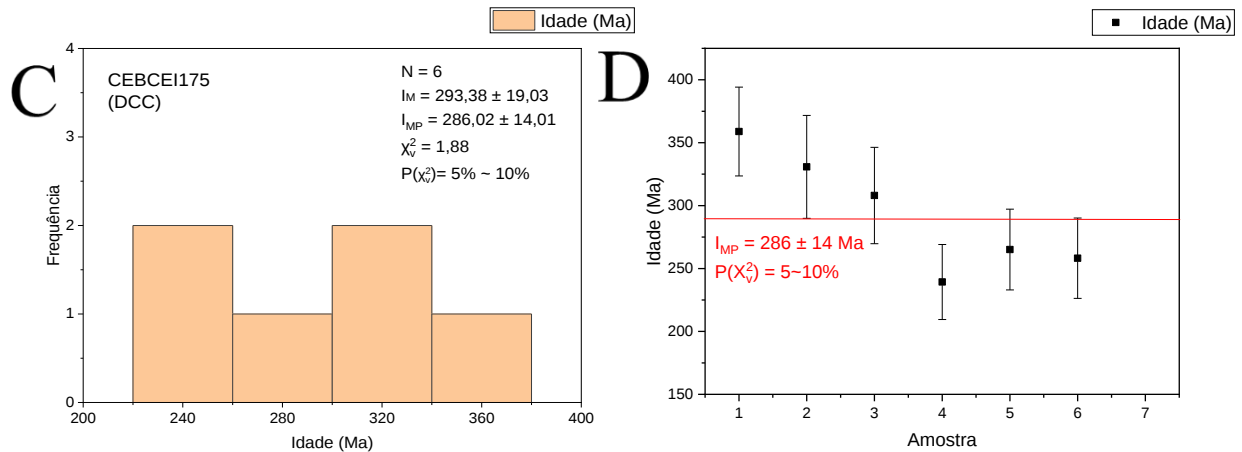
5.4.5 Ceará Central

A distribuição de idades das amostras correspondentes a esta unidade tectônica, assim como as suas oscilações ao redor do valor médio podem ser observadas na figura 55. Nesta unidade, temos que a amostra CEBCEI175 possui um $P(\chi^2_v)$ entre 5 a 10%, porém não podemos enfatizar que esta amostra tenha apenas uma população de idades devido a apenas 6 grãos datados. Por outro lado, a idade média ponderada de 320 ± 6 Ma obtida na amostra CEBP 285 indica que ela teria passado pela isoterma de ~ 240 °C nesse tempo, apontando possivelmente uma idade de resfriamento em relação à velocidade de intrusão dessa rocha plutônica. Em um contexto mais complexo, essa temperatura poderia estar vinculada ao metamorfismo que aconteceu na região após o choque dos microcontinentes no Brasiliano.

Neste caso temos duas amostras com apenas uma população de idades, porém, cada amostra com diferentes idades. Dessa forma, nesta região as rochas plutônicas teriam passado pela isoterma de 240 °C há aproximadamente 320 Ma (amostra CEBP285) e como na amostra CEBCEI175 temos apenas seis grãos com idade média ponderada de aproximadamente 286 Ma, então podemos dizer que estas duas amostras com idades estatisticamente compatíveis passaram pela isoterma aproximadamente na mesma época, ou seja, há ~ 320 Ma.

Figura 55 – Distribuição de idades e flutuação de idades individuais: CEBP285 (A), (B); CEBCEI175 (C), (D)





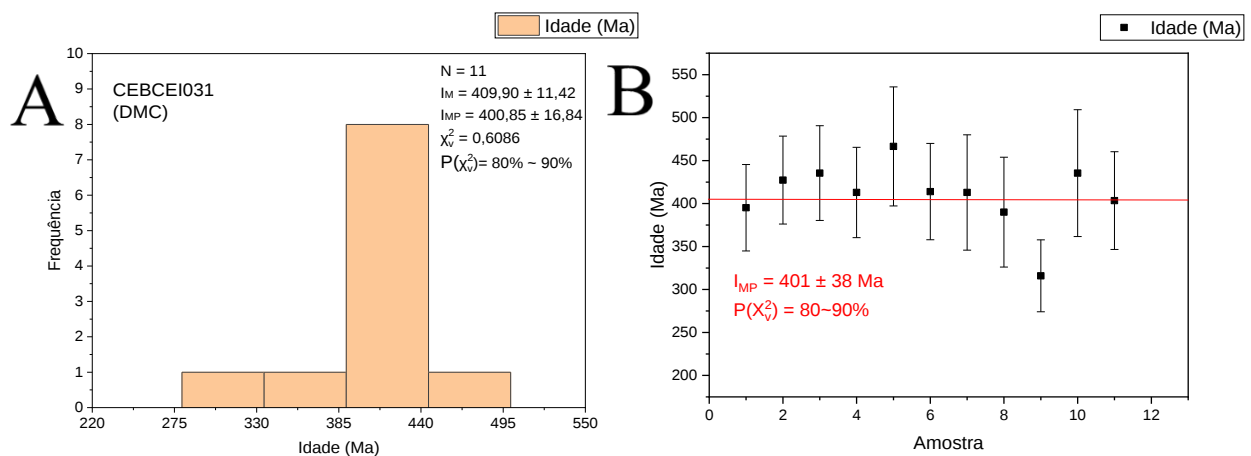
A linha em vermelho nos gráficos de flutuação de idades representa a idade média ponderada; N = quantidade de grãos datados; I_M = Idade média; I_{MP} = Idade média ponderada; χ^2_v = valor qui-quadrado; $P(\chi^2_v)$ = probabilidade de pertencerem a uma mesma população.

Fonte: O Autor.

5.4.6 Médio Coreaú

Na figura 56 pode-se observar a distribuição de idades assim como a sua flutuação individual ao redor do valor médio. Neste caso também temos apenas uma população de idades, porém a quantidade de grãos foi apenas de 11. Dado que a idade de $401 \pm 17 \text{ Ma}$ é compatível com aquela obtida na amostra CEBP 285 do domínio Ceará Central, então podemos dizer que a história geológica de ambos os domínios é similar desde 320 Ma até hoje. Este domínio além de termos apenas uma amostra que foi possível de ser datada, ela possui somente uma população, na qual indica ter passado pela isoterma de 240°C há aproximadamente 400 Ma.

Figura 56 – Distribuição de idades e flutuação de idades individuais: CEBCEI031 (A), (B)



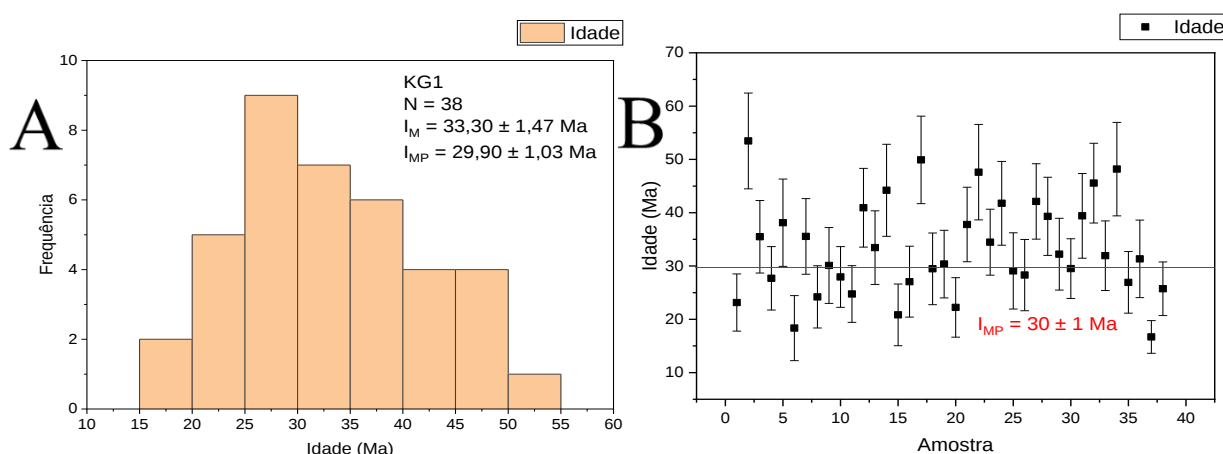
A linha em vermelho nos gráficos de flutuação de idades representa a idade média ponderada; N = quantidade de grãos datados; I_M = Idade média; I_{MP} = Idade média ponderada; χ^2_v = valor qui-quadrado; $P(\chi^2_v)$ = probabilidade de pertencerem a uma mesma população.

Fonte: O Autor.

5.5 DATAÇÃO MTF VIA LA-ICP-MS PARA KG1

Na figura 57A podemos observar a distribuição das idades obtidas por MTF via La-ICP-MS da amostra padrão KG1 e na figura 57B se nota que as idades flutuam ao redor do valor médio de $31,64 \pm 1,47$ Ma. A tabela base de dados pode ser encontrada no apêndice C. As idades apresentaram uma maior amplitude de valor em comparação com as idades via MTF-MDE (seção 5.3.1), porém sua média de idades são mais compatíveis com a idade encontrada na literatura $32,6 \pm 0,6$ Ma (Iwano et al., 2013). Este método poupa meses de trabalho ao não necessitar de um reator nuclear, além do cálculo no grão ser feito em apenas um local e não no grão inteiro, e mais de uma centena de medidas ser feita por dia pelo espectrômetro de massa, isso evidencia a praticidade do LA-ICP-MS em relação ao MDE.

Figura 57 – MTF via LA-ICP-MS para a amostra KG1: (A) Distribuição de idades, (B) flutuação de idades individuais



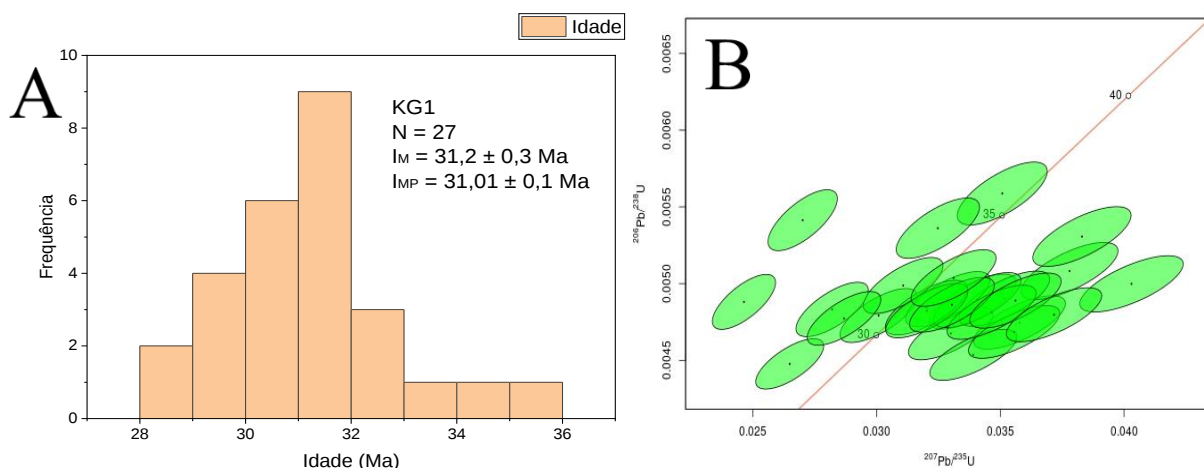
A linha em vermelho nos gráficos de flutuação de idades representa a idade média ponderada; N = quantidade de grãos datados; I_M = Idade média; I_{MP} = Idade média ponderada.

Fonte: O Autor.

5.6 DATAÇÃO EM U-Pb PARA KG1

A figura 58 mostra o gráfico de distribuição de idades de concórdia de U-Pb para a amostra padrão KG1. A tabela base de dados e as idades U-Pb podem ser encontradas nos apêndices D e E respectivamente.

Figura 58 – KG1: (A) Distribuição de idades U-Pb, (B) curva de concórdia



N = quantidade de grãos datados; I_M = Idade média; I_{MP} = Idade média ponderada.

Fonte: O Autor

A idade média via U-Pb da amostra padrão KG1 é $31,2 \pm 0,3$ Ma sendo que ela pode ser considerada estatisticamente compatível com a idade de $33,0 \pm 0,1$ Ma determinada pelos pesquisadores Iwano et al., 2013. Depois de uma análise estatística, alguns grãos da amostra KG1 foram retirados por estar localizados mais distantes da curva de concórdia. Analisando esses grãos de acordo com a nova classificação após o ataque químico, obteve-se: grão 12 (heterogêneo irregular íntegro), grão 16 (homogêneo íntegro), grão 22 (heterogêneo irregular íntegro), grão 26 (heterogêneo irregular íntegro com traços quase apagados), grão 29 (heterogêneo irregular íntegro), grão 30 (heterogêneo irregular íntegro), grão 31 (homogêneo íntegro), grão 32 (homogêneo íntegro), grão 37 (heterogêneo irregular íntegro), grão 38 (heterogêneo irregular íntegro), grão 46 (heterogêneo irregular íntegro), 50 (heterogêneo irregular íntegro) e 69 (heterogêneo irregular íntegro).

Se observa que retirando esses grãos, a média da idade ficou mais perto da idade obtida na literatura. Também se nota que a maioria dos grãos que estavam relativamente mais longe da curva de concordância são quase todos heterogêneos irregulares e apenas dois homogêneos, isso indica que devemos fazer uma reclassificação considerando as idades isotópicas de cada tipo de grão.

5.7 IDADES DE U-Th/He PARA A PROVÍNCIA BORBOREMA

Na tabela 14 mostramos as idades U-Th/He para amostras de zircão e apatita da Província Borborema e amostras padrão para calibração.

Tabela 14 – Idades U-Th/He de grãos selecionados da Província Borborema.

Alíquota	Idade (Ma)	Idade Média (Ma)	Massa (g)*	⁴ He(nmol/g)	U (ppm)	Th (ppm)	Th/U	eU(ppm)
Zircão								
<i>FCT</i>	29,28 ± 0,46	29,28 ± 0,46	6,13	47,06	338,80	168,64	0,51	378,43
<i>FT02 (DRPS)</i>	<i>Zr1</i>	229,68 ± 3,20	6,65	672,90	610,60	284,20	0,48	677,38
	<i>Zr2</i>	227,62 ± 3,06	12,6	629,58	535,74	276,81	0,53	600,79
	<i>Zr3</i>	300,95 ± 4,24	5,83	260,11	180,80	72,42	0,41	197,82
	<i>Zr4</i>	314,70 ± 4,13	5,13	463,25	290,44	156,27	0,55	327,16
<i>CEBP112 (DRPS)</i>	<i>Zr1</i>	169,24 ± 2,78	5,49	1614,08	2087,99	466,36	0,23	2197,58
	<i>Zr2</i>	180,39 ± 2,93	9,49	962,87	1104,81	362,64	0,34	1190,03
	<i>Zr3</i>	248,00 ± 3,99	1,56	1413,58	1461,31	686,43	0,48	1622,62
	<i>Zr4</i>	211,66 ± 3,54	1,76	327,89	381,40	116,09	0,31	408,68
<i>CEBP035 (DSJC)</i>	<i>Zr1</i>	165,14 ± 2,71	18,6	504,91	613,52	191,53	0,32	658,53
	<i>Zr2</i>	316,84 ± 7,20	54,5	283,11	166,65	57,56	0,35	180,18
	<i>Zr3</i>	267,05 ± 3,60	4,56	417,94	330,56	153,71	0,48	366,69
	<i>Zr4</i>	284,62 ± 3,72	15,0	707,10	494,73	220,25	0,46	546,49
<i>CEBP285 (DCC)</i>	<i>Zr1</i>	305,81 ± 4,01	15,4	275,41	173,87	88,90	0,52	194,76
	<i>Zr2</i>	323,23 ± 4,34	5,27	285,10	186,42	93,05	0,51	208,29
	<i>Zr3</i>	319,57 ± 4,23	10,9	354,94	216,57	106,61	0,50	241,63
	<i>Zr4</i>	348,77 ± 4,63	9,82	193,27	104,46	59,71	0,59	118,49
Apatita								
<i>Durango</i>	<i>Ap1</i>	27,85 ± 0,34	7,77	7,63	8,92	175,56	20,18	50,18
	<i>Ap2</i>	33,20 ± 0,46	0,219	9,83	12,86	176,32	14,06	54,30

	Ap3	32,16 ± 0,39		21,7	8,07	8,83	158,12	18,37	45,99
	Ap4	30,81 ± 0,44		11,4	9,61	11,06	196,11	18,19	57,14
CEBP035 (DSJC)	Ap1	118,48 ± 1,32	119,48 ± 0,69	7,02	49,54	70,51	102,43	1,49	94,58
	Ap2	128,36 ± 1,48		5,80	48,02	68,50	79,19	1,19	87,11
	Ap3	112,89 ± 1,28		7,07	12,66	18,90	24,53	1,33	24,66
	Ap4	120,65 ± 1,47		2,68	88,35	161,38	125,49	0,79	190,87
CEBP112 (DRPS)	Ap1	127,91 ± 1,53	123,00 ± 0,97	3,27	70,38	116,86	104,68	0,92	141,46
	Ap2	182,12 ± 2,04		2,07	16,11	16,51	28,55	1,77	23,22
	Ap3	86,49 ± 1,42		1,04	3,77	8,57	15,93	1,91	12,32
	Ap4	135,51 ± 1,80		3,92	19,18	24,78	45,12	1,87	35,38
CEBP285 (DCC)	Ap1	62,59 ± 0,96	71,74 ± 0,52	1,37	5,60	19,61	13,46	0,70	22,77
	Ap2	66,00 ± 0,94		2,57	7,23	22,74	23,88	1,08	28,35
	Ap3	80,44 ± 1,14		3,49	8,83	22,60	21,08	0,96	27,56
	Ap4	85,97 ± 1,21		4,14	12,00	27,76	28,90	1,07	34,55

⁴He(nmol/g) = Quantidade de mols por grama; eU(ppm) = concentração efetiva de urânio em partes por milhão.

*peso elevado a (10⁻⁶). Zr = grão de zircão. Ap = grão de apatita.

Fonte: O Autor

Pela tabela 14 podemos ver que a idade para a amostra padrão FCT vai ao encontro da literatura (Yu et al., 2019), o que dá confiança para o resultado das idades U-Th/He de outras amostras. A metodologia de U-Th/He em zircão possui uma temperatura de fechamento de aproximadamente 180 °C, enquanto para MTF em zircão este valor é de 240 °C, isso causa idades próximas, porém com MTF > U-Th/He, e ao comparar com as obtidas pelo MTF-MDE na Província Borborema, podemos ver que as idades da tabela 12 são menores ou se encaixam dentro do erro associado ao MTF.

As idades de apatita foram adicionadas com finalidade de complementar a interpretação geológica global. A amostra padrão utilizada ‘Durango’ foi calculada com uma média

ponderada de $30,59 \pm 0,20$ Ma, que vai ao encontro da encontrada na literatura com $31,02 \pm 1,01$ Ma (McDowell et al., 2005), o que dá confiança para os resultados das outras idades em apatita. Os valores da tabela serão mais discutidos na seção (5.7).

Essas medidas fornecem um ponto de esfriamento da amostra dado pela temperatura e a sua idade que indica o período em que cada amostra passou por uma isoterma de 180°C : a) FT02 com uma média de conjunta de $257,07 \pm 1,77$ Ma corresponde ao período Permiano no estágio Wuchiapingiano; b) CEBP112 com uma média de conjunta de $194,03 \pm 1,60$ Ma corresponde ao período Jurássico no estágio Sinemuriano; c) CEBP035 com uma média de conjunta de $228,85 \pm 1,81$ Ma corresponde ao período Triássico entre os estágios Ladiniano e Cardiano; d) CEBP285 com uma média de conjunta de $323,35 \pm 0,92$ Ma corresponde ao período Carbonífero no estágio Serpukhoviano.

5.8 INTERPRETAÇÃO GLOBAL DE IDADES

Na tabela 15 mostramos as idades U-Pb e Ar-Ar obtidas na Província Borborema (Sá et al., 2016) integradas com as idades de MTF e U-Th/He adquiridas neste trabalho. As idades U-Pb representam a idade de cristalização dos grãos de zircão, ou seja, a idade pela qual a mostra passou pela isoterma de aproximadamente 850°C para essas amostras.

Tabela 15 – Idades por diferentes métodos radiométricos de amostras da Província Borborema.

Domínio tectônico	Identificação da Amostra	U-Pb (Ma)*	U-Pb ref.	Ar-Ar Bt (Plateau - Ma)	Ar-Ar Bt (1.1 - Ma)	Ar-Ar Hb (Plateau - Ma)	Ar-Ar Hb (1.1 - Ma)	MTFZ (Imp)	He-Z	He-Ap	TR: Hb-Bt °C/Ma	TR: Zr-Hr °C/Ma	TR: Zr-Bt °C/Ma
São José do Campestre	CEBP-321	573±7	Galindo et al. 2005	491±3	489±3	-	479±3	239 ± 7 368 ± 12 564 ± 44	-	-	-	-	6,9 °C/Ma
	CEBP-35	605±15	C. J. Archanjo**	525±3 523±3	525±4 523±4	568±4	572±4	277 ± 12	229 ± 2	119 ± 1	4,5 °C/Ma	9,5 °C/Ma	6,9 °C/Ma
Rio Piranhas-Seridó	FT-02	598±5	Nascimento et al. 2018	517±3	517±4	571±5	570±5 528±4 526±3	167 ± 5 299 ± 13	257 ± 2	-	3,7 °C/Ma	13,0 °C/Ma	6,8 °C/Ma
	FT-04	571±3	Medeiros et al. 2007	557±4	532±4 536±4	551±4	551±4 597±3	355 ± 6	-	-	0 °C/Ma	17,5 °C/Ma	39,3 °C/Ma
	CEBP-112	574±10 ^c	Trindade et al. 1999	532±3 536±3	529±4	568±6	568±6	153 ± 8 255 ± 12	194 ± 2	123 ± 1	5,9 °C/Ma	-	-
Jaguaribeano	CEBP-219	-	-	508±3 509±3	503±3	517±4 523±8	504±3 530±8	219 ± 10 330 ± 17	-	-	16,6 °C/Ma	-	-
Ceará Central	CEBP-285	585±5	Fetter, 1999	518±3 519±3	516±3 519±3	561±5 566±4	576±6 592±4	320 ± 6	323 ± 1	72 ± 1	4,5 °C/Ma	15,9 °C/Ma	8,2 °C/Ma
Médio Coreaú	CEBCEI-010	591±8 591±10 ^b	Fetter et al. 2003	525±3 532±4	525±3 532±4	-	583±6 562±4 550±4	-	-	-	-	-	9,5 °C/Ma
Temperatura de fechamento		850 °Ca		300 °C		500 °C		240 °C	200 °C	75 °C	-	-	-

He-Z = Idades de U-Th/He em zircão; He-Ap = Idades de U-Th/He em apatita; TR = Taxa de Resfriamento; ref = referências; I_{MP} = Idade Média Ponderada; I.I = Idades Integradas. *U-Pb: 850 °C Zircão (Dados de cristalização/geotermometria do zircão para essas rochas); **Comunicação pessoal (dados não publicados).

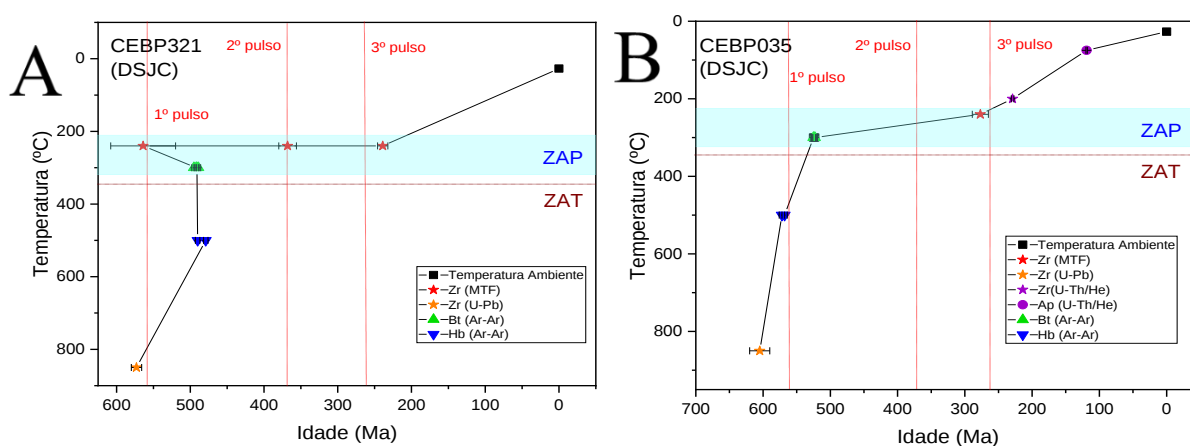
Fonte: O Autor

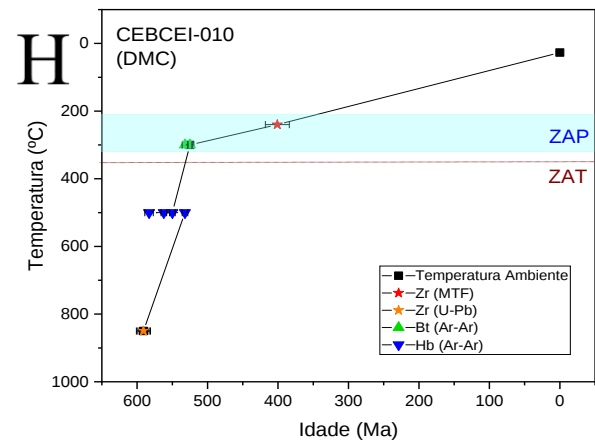
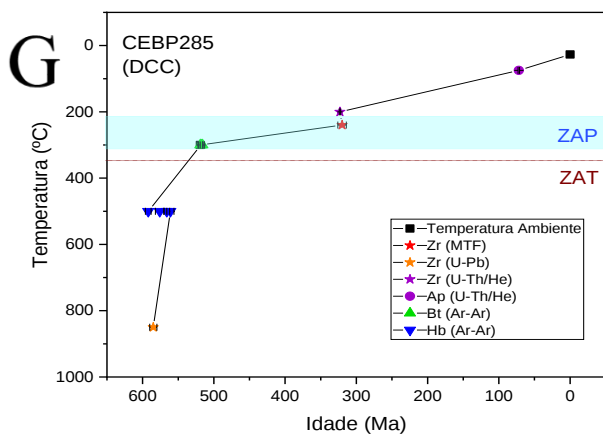
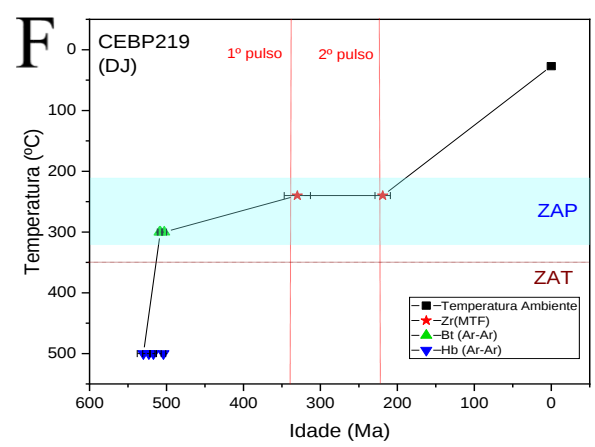
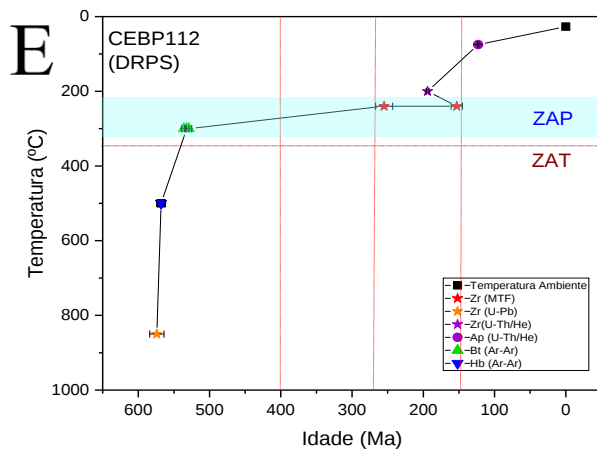
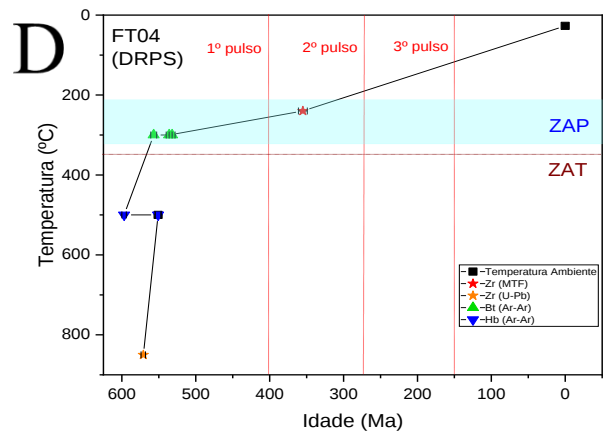
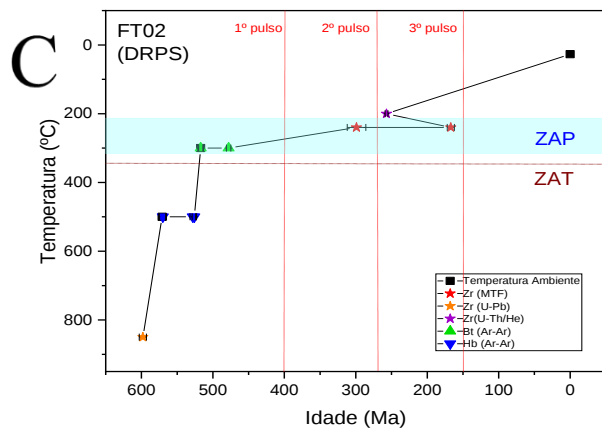
As idades de ^{40}Ar - ^{39}Ar em biotita variam de 491 ± 3 a 557 ± 4 Ma. Em ^{40}Ar - ^{39}Ar Hornblenda as idades variam de 517 ± 4 a 571 ± 5 Ma. Em U-Pb as idades variam de 571 a 605 Ma. Em MTFZ as idades variam de 153 ± 8 a 564 ± 44 Ma. Em He-Z as idades variam de 194 ± 2 a 323 ± 1 Ma. Em He-Ap as idades variam de 72 ± 1 a 123 ± 1 Ma.

Da tabela 15 podemos ver que os valores são próximos tanto entre as amostras quanto entre os diferentes métodos de datação, indicando idades que variam entre 500 a 600 Ma, o que representa um período do Cambriano de séries 3 até o Neoproterozoico. Idades de cristalização representadas pelas de U-Pb, se encaixando com o Neoproterozoico, que está de acordo com a literatura para a formação final da Província Borborema.

Através dos valores da temperatura de fechamento para cada método e cada mineral, podemos determinar a história térmica das amostras desde a sua cristalização até os dias atuais. Na figura 59 pode-se observar as histórias térmicas obtidas em cada domínio tectônico: São José do Campestre (CEBP321; CEBP035); Rio Piranhas-Seridó (FT02; FT04; CEBP112); Jaguaribeano (CEBP219); Ceara Central (CEBP285) e Médio Coreau (CEBCI010), destacando-se as zonas de annealing de traços de fissão e os pulsos de soerguimento e esfriamento analisados por MTF. Na figura 60 as histórias se apresentam agrupadas em uma só, com o tempo de sua trajetória em escala de eras geológicas.

Figura 59 – História Térmica das Amostras da Província Borborema: (A) CEBP321, (B) CEBP035, (C) FT02, (D) FT04, (E) CEBP112, (F) CEBP219, (G) CEBP285, (H) CEBCEI010

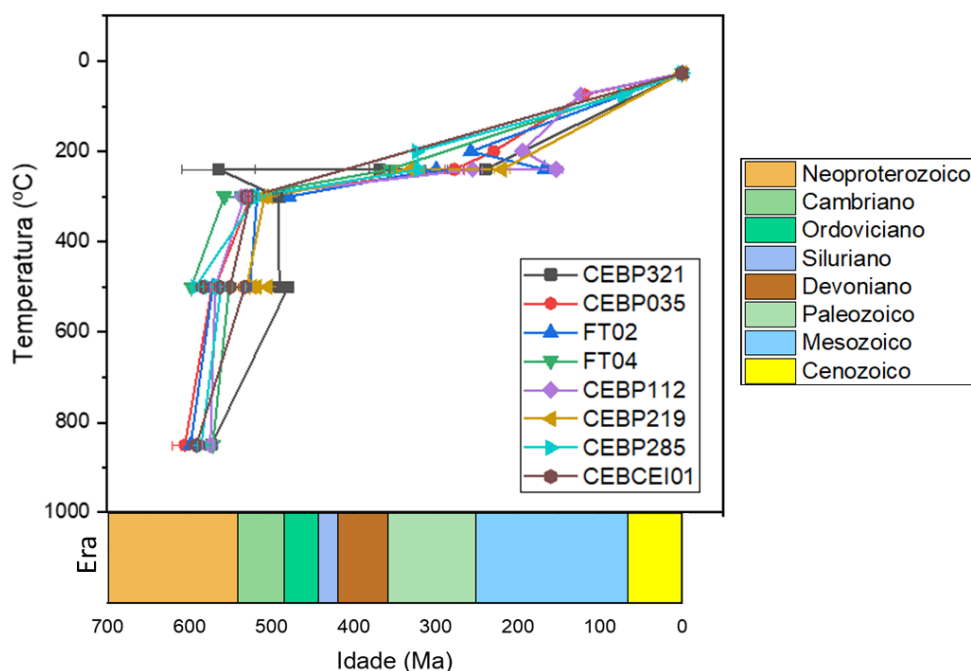




Ap = Apatita. Bt = Biotita. Hb = Hornblenda. Zr = Zircão. ZAP = Zona de Annealing Parcial. ZAT = Zona de Annealing Total. Valores dos limites de ZAP e ZAT retirados de (Resende et al., 2020).

Fonte: O Autor

Figura 60 – História Térmica das amostras da região Norte da Província Borborema em escala de eras geológicas



Fonte: O Autor.

Sá et al., 2016, mostra idades radioisotópicas de granitos coletados na parte Norte da Província Borborema. Para o mineral hornblenda, idades ^{40}Ar - ^{39}Ar variam de 571 ± 5 Ma a 523 ± 8 Ma, para biotitas, 557 ± 4 de 490 ± 3 Ma, com um resfriamento rápido após a cristalização da rocha ($13\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{Ma}$ a $16\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{Ma}$) e moderado até o fechamento do sistema da biotita ($3,7\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $5,9\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{Ma}$). Certificando que as diferentes idades U-Pb e ^{40}Ar - ^{39}Ar para os granitos indicam diferentes tempos de cristalização, porém não foi encontrada diferença significativa na história térmica desses diferentes terrenos da Província Borborema (temperatura de fechamento da biotita e muscovita para ^{40}Ar - ^{39}Ar : 300 ± 50 e $350 \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$), respectivamente [Dodson, 1973]).

Os autores Do Nascimento et al., 2015, obtiveram idades U-Pb da região Norte da Província Borborema que indicam cristalização de 605 até 571 Ma. Com magmatismo na era Cambriana no Domínio Rio Grande do Norte com idades de 515 a 510 Ma. Araújo et al., 2005, apresenta idades ^{40}Ar - ^{39}Ar da formação Seridó que vão de 500 a 523 Ma.

Sobre a relação entre os domínios Rio Grande do Norte e Jaguaribeano:

Pode-se concluir que os Domínios Rio Grande do Norte e Jaguaribeano apresentam a mesma evolução durante o período Ediacarano, mostrando que neste período estes Terrenos deviam estar justapostos e submetidos aos efeitos do chamado Ciclo Brasileiro (Jaziel et al., 2014).

As datações de MTF em apatita e zircão (analisando as mais jovens) obtidas por Moraes Neto et al., 2008, em alguns blocos (de rochas compostos por arenitos) na parte sul do estado do Rio Grande do Norte na Formação Serra do Martins, Platô Borborema, vão de 64 a 165 Ma.

Por outro lado, quando se observa todas as idades obtidas por esses autores no mineral zircão, elas oscilam entre 150 a 540 Ma. Essas idades podem ser vinculadas aos diferentes eventos tectônicos de esfriamento e aquecimento que se observam nas rochas plutônicas coletadas na porção norte da Província Borborema e analisadas nesta dissertação. Portanto, a hipótese de que as rochas plutônicas tenham passado por diferentes estágios de magmatismo vinculado com soerguimento e isostasia fica fortalecida, pois os grãos de zircão com idades desses diferentes ciclos estão fazendo parte dos estratos que formam a Formação Serra do Martins. O resultado mais importante das idades obtidas neste trabalho é que elas explicariam as anomalias topográficas da Província Borborema.

Em Neto et al., 2009 através de idades MTF em apatita, se descobre dois episódios de resfriamento através de idades mais recentes de amostras ígneas e metamórficas do Proterozóico no Planalto da Borborema: um primeiro resfriamento entre 100 e 90 Ma, e um segundo entre 20 e 0 Ma. O primeiro período de resfriamento é compatível com a história térmica apresentada de forma global na figura 60.

6 CONCLUSÃO

A aplicação dos diferentes métodos geocronológicos nas amostras da Província Borborema permite inferir uma história térmica regional desde a cristalização das rochas plutônicas até os dias atuais. As diversas idades dos zircões separados dessas rochas coletadas na Província Borborema foram obtidas através do MTF, U-Pb e U-Th/He. Nesta dissertação foram obtidas as idades via MTF e U-Th/He, os quais são considerados geotermocronômetros de baixas temperaturas, enquanto que as idades U-Pb e Ar-Ar foram obtidas da literatura. Dessa forma, pôde-se através desse conjunto de dados, determinar a história térmica mostrada na figura 60. As rochas plutônicas, de forma geral, teriam se cristalizado no Neoproterozoico a uma temperatura de ~ 900 °C seguindo um resfriamento relativamente rápido em um intervalo de 60 Ma até atingir uma temperatura de ~ 240 °C, mantendo-a entre o início do Cambriano até o início do Mesozoico, sendo que após esse processo esses plutões teriam resfriado rapidamente até atingirem a temperatura ambiente nos dias atuais. Essa história térmica é compatível com aquela obtida em Neto et al., 2009.

Os plutões analisados nesta dissertação teriam sofrido diferentes estágios de soerguimento e aquecimento, fazendo que em algumas rochas plutônicas se encontre mais do que uma população de idades. Essa hipótese é plausível devido às diferentes idades obtidas nessas rochas plutônicas. Essas idades também foram encontradas em grãos de zircão de rochas detríticas que fazem parte da formação Serra do Martins localizada na Província Borborema. Logo, os resultados obtidos neste trabalho estariam explicando a anomalia topográfica observada nesta província.

É importante notar que o intervalo de tempo que esses plutões estiveram a uma temperatura ao redor de ~ 250 °C (entre o início do Cambriano até início do Mesozoico) é similar à temperatura e período que a região da parte Sul da Faixa Brasília (mais especificamente a formação Araxá) se encontrava após o choque dos microcontinentes para formar o Gondwana. Isso também acontece com algumas idades obtidas na Faixa Ribeira, o que leva a inferir que esse intervalo de tempo e temperatura foi efetivado em toda a Plataforma Sul Americana (Resende et al., 2020; Curvo et al., 2013).

Constatou-se pelas duas formas de datação por MTF, por detector externo quanto por LA-ICP-MS, que as idades obtidas são concordantes com a literatura, e com isso se prova a praticidade de usar espectrometria de massa, por ser realizado de maneira muito mais rápida, porém requer um processamento de dados mais complexo. Como mostrado nesta dissertação, essa complexidade de análises de dados pode ser evitada através de caracterizações da rede cristalográfica dos grãos de zircão antes e depois do ataque químico.

Para o estudo das causas que levam à uma desuniformidade na revelação de traços, foi falseada a hipótese de que isso seria devido apenas à influência da composição química, pois medidas em MEV na superfície do grão em diferentes densidades de traço, não identificaram diferença significativa dos principais constituintes do zircão como Si, O, Zr ou U, o que está de acordo com a literatura. A concentração de urânio também não se mostra a causa, já que os traços induzidos de grãos heterogêneos se apresentam de maneira uniforme na mica. Entretanto, constatou-se através de um grão que inclusões podem influenciar na distribuição de traços, com um caso em que a revelação de traços se deu no mesmo formato de uma inclusão paralela ao eixo-c do grão. Portanto, as hipóteses para a não uniformidade de traços se restringem à aspectos da estrutura cristalina.

Verificou-se que amostras padrão possuem uma quantidade muito maior de grãos homogêneos e mais resistentes ao ataque químico do que amostras comuns. Ao comparar a amostra padrão KG1 com as amostras da Província Borborema, aquela apresentou em grande

quantidade grãos íntegros, enquanto as de Borborema apresentou grãos danificados pelo ataque químico em maior grau.

As camadas de crescimento do grão podem ser afetadas de forma diferente ao ataque químico, de modo que algumas ficam intactas ou danificadas e revelam ou não traços de fissão, efeito possível de observar por causa da delimitação cristalina destes fenômenos na superfície do grão por microscopia óptica.

Os diferentes tipos de grãos podem estar diferenciados por uma relação de grau, apresentando parte significativa da amostra com grãos intermediários entre um tipo ou outro, isso pode ser observado por microscopia óptica, como grãos com revelação de traços bem apagados ou mesmo com tantos traços revelados que se torna impraticável sua contagem, chegando próximo a uma superfície danificada. A classificação dos grãos indica que, na Província Borborema quase metade dos grãos de zircão se apresentam de forma anômala, a menor porção se apresenta de forma homogênea e uma quantidade significativa de grãos apresentam um caráter intermediário. Levando em conta propriedades cristalográficas de camadas do zircão e de diferentes estágios do processo de ataque químico, um novo modelo de classificação com 11 tipos de grãos de zircão é proposto.

Ao incidir o laser do micro-Raman em regiões sobrepostas e não sobrepostas às inclusões, é possível observar uma diferença quanto à intensidade dos picos, porém não quanto à deslocamentos vibracionais ou alargamento de banda. As diferenças de intensidade podem ser causadas por 3 fatores que podem se complementar: o efeito do ataque químico, da metamictização e da inclusão na rede cristalina. Nos grãos 42 e 84 analisados por Raman, a inclusão apresenta um formato longo e fino, e nas regiões adjacentes a ela se obteve uma intensidade menor no deslocamento Raman, já no grão 65, sua inclusão possui formato irregular e apresentou uma maior intensidade no deslocamento Raman.

No geral, as idades obtidas na Província Borborema, via MTF indicam que em alguns domínios tectônicos poderíamos ter mais do que uma população de idades, isto poderia ser explicado através do metamorfismo regional ocorrido após o choque dos microcontinentes. Outra hipótese é que alguns plutões Brasileiros com diferentes taxas de resfriamento tenham fusionado através de empurrões devido a esses choques. Essas hipóteses serão melhor estudadas após termos as idades U-Pb nos mesmos grãos e áreas (de cada grão de zircão) onde as idades via MTF foram determinadas. Isso será feito em sequência no doutorado do autor desta dissertação.

PERSPECTIVAS FUTURAS

Perspectivas futuras que possam complementar este trabalho, visam realizar um perfil em 3 dimensões de cada tipo de grão através de um síncroton multimodal por tomografia de raios X, conforme feito pelo estudo de Suuronen e Sayab, 2018. As intensidades dos picos do espectro Raman da amostra KG1 apresentam divergência quanto aos picos de um mineral de zircão sintético puro, fenômeno que será analisado em um outro trabalho. Também pretende-se realizar novas técnicas de caracterização em pedaços grandes do mineral zircão (maiores que 1 cm), as quais são dificultadas para grãos micrométricos. Esses avanços metodológicos que pretendemos fazer no doutorado, serão utilizados nas datações de amostras de zircão a serem obtidas na Bacia Potiguar e também em qualquer tipo de amostra coletadas em outras regiões de interesse geológico.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ANCELMI, M. F., DOS SANTOS, T. J. S., REGINATO, R. A., DA SILVA AMARAL, W., & MONTEIRO, L. V. S. Geologia da Faixa Eclogítica de Forquilha, Domínio Ceará Central, noroeste da Província Borborema. **Brazilian Journal of Geology**, 43(2), 235-252. 2013.
- Anderson, A. J., Hanchar, J. M., Hodges, K. V., & van Soest, M. C. Mapping radiation damage zoning in zircon using Raman spectroscopy: Implications for zircon chronology. **Chemical Geology**, 119494. 2020.
- Araújo, M. N. C., Vasconcelos, P. M., Alves da Silva, F. C., Jardim de Sá, E. F., & Sá, J. M. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ geochronology of gold mineralization in Brasiliano strike-slip shear zones in the Borborema province, NE Brazil. **Journal of South American Earth Sciences**, 19(4), 445–460. 2005.
- ARTHAUD, M. H., CABY, R., FUCK, R. A., DANTAS, E. L., & PARENTE, C. V. Geology of the northern Borborema Province, NE Brazil and its correlation with Nigeria, NW Africa. **Geological Society, London, Special Publications**, 294(1), 49-67. 2008.
- ARTHAUD, Michel Henri. Evolução neoproterozóica do Grupo Ceará (Domínio Ceará Central, NE Brasil): da sedimentação à colisão continental brasileira. 2007.
- AULT, A. K., GUENTHNER, W. R., MOSER, A. C., MILLER, G. H., & REFSNIDER, K. A. Zircon grain selection reveals (de) coupled metamictization, radiation damage, and He diffusivity. **Chemical Geology**, 490, 1-12. 2018.
- BELLEMANS, F.; DE CORTE, F.; HAUTE, P.V.D. *Composition of SRM and CN U-doped glasses: significance for their use as thermal neutron fluence monitors in fission track dating.* **RADIATION MEASUREMENTS**, [S.I.], v. 24, n. 2, p. 153-160, 1995.
- Bernet, M. A field-based estimate of the zircon fission-track closure temperature. **Chemical Geology**, 259(3-4), 181–189. 2009.
- Bhandari, N., Bhat, S. G., Lal, D., Rajagopalan, G., Tamhane, A. S. J., and Venkatavaradan, V. S. Fission fragment tracks in apatite: recordable track lengths. **Earth Planet. Sci. Lett.** 13, 191-199. 1971.
- BIGAZZI, G.; HADLER N., J. C.; IUNES, P. J.; OSÓRIO A., A. M. *Fission track Ds/Di measurements in artificial glass under conditions free from fading and radiation.* **NUCLEAR INSTRUMENTS AND METHODS IN PHYSICS RESEARCH - B53**, North-Holland, p. 67-70, 1991.

Cai, C., Qiu, N., Li, H., Stockli, D. F., Chang, J., & Liu, N. Study of the closure temperature of (U-Th)/He in detrital zircon obtained from natural evolution samples. *Science China Earth Sciences*. 2019.

Caxito, F. D. A., Santos, L. C. M. D. L., Ganade, C. E., Bendaoud, A., Fettous, E. H., & Bouyo, M. H. Toward an integrated model of geological evolution for NE Brazil-NW Africa: The Borborema Province and its connections to the Trans-Saharan (Benino-Nigerian and Tuareg shields) and Central African orogens. **Brazilian Journal of Geology**, 50(2). 2020.

CHAKOUMAKOS, B.C., MURAKAMI, T., LUMPKIN, G.R., EWING, R.C. Alpha-decayinduced fracturing in zircon: the transition from the crystalline to the metamict state. **Science** 236, 1556. 1987.

Cherniak, D., & Watson, E. Pb diffusion in zircon. *Chemical Geology*, 172(1-2), 5–24. 2001.
CONSTANTINO, C. J. L.; J. DUFF, R. F. Aroca, **Spectrochimica Acta A**. v. 57, p. 1249, 2001.

CONSTANTINO, C. J. L.; T. LEMMA, P. A. ANTUNES, P. GOULET, R. Aroca. **Applied Spectroscopy**, v. 57, p. 649, 2003.

CRAIC Technologies. Science of micro Raman spectroscopy. Disponível em: <<https://www.microspectra.com/support/the-science/raman-science>>. Acessado em 20 de fevereiro de 2021.

Curvo, E.A.C.; Tello S., C.A. ; Carter, A. ; Dias, A.N.C. ; Soares, C.J. ; Nakasuga, W.M. ; Resende, R.S. ; Gomes, M.R. ; ALENCAR, I. ; Hadler, J.C. . Zircon fission track and U-Pb dating methods applied to São Paulo and Taubaté Basins located in the southeast Brazil. **Radiation Measurements**, v. 50, p. 172-180, 2013.

DANTAS, E. L., DE SOUZA, Z. S., WERNICK, E., HACKSPACHER, P. C., MARTIN, H., XIAODONG, D., & LI, J. W. Crustal growth in the 3.4–2.7 Ga São José de Campestre Massif, Borborema Province, NE Brazil. **Precambrian Research**, 227, 120-156. 2013.

DANTAS, E. L., HACKSPACHER, P. C., VAN SCHMUS, W. R., & BRITO NEVES, B. D. Archean accretion in the São José do Campestre Massif, Borborema Province, Northeast Brazil. **Revista Brasileira de Geociências**, 28(2), 221-228. 1998.

DANTAS, E. L., VAN SCHMUS, W. R., HACKSPACHER, P. C., FETTER, A. H., DE BRITO NEVES, B. B., CORDANI, U., ... & WILLIAMS, I. S. The 3.4–3.5 Ga São José do Campestre massif, NE Brazil: remnants of the oldest crust in South America. **Precambrian Research**, 130(1-4), 113-137. 2004.

DAWSON, P.; HARGREAVE, M.M.; WILKINSON, G.F. The vibrational spectrum of zircon (ZrSiO₄). **Journal of physics c: solid state physics**, [S.I.], v. 4, p. 240-256, 1971.

DE ARAUJO, C. E. G., CORDANI, U. G., BASEI, M. A., CASTRO, N. A., SATO, K., & SPROESSER, W. M. U–Pb detrital zircon provenance of metasedimentary rocks from the Ceará Central and Médio Coreau Domains, Borborema Province, NE-Brazil: tectonic implications for a long-lived Neoproterozoic active continental margin. **Precambrian Research**, 206, 36-51. 2012.

de Moraes Neto, J. M., Green, F. P., Karner, G. D., & Flecha de Alkmim, F. Age of the Serra do Martins Formation, Borborema Plateau, northeastern Brazil; constraints from apatite and zircon fission-track analysis. **Boletim de Geociências da Petrobras**, v. 16, p. 23-52, 2008.

DIAS, A. N. C.; C. A. S. TELLO, F. CHEMALE JR., M. C. T. F. DE GODOY, F. GUADAGNIN, P.J. IUNES, C. J. SOARES, A. M. A. OSÓRIO, M. P. BRUCKMANN. Fission track and U/Pb in situ dating applied to detrital zircon from the Vale do Rio do Peixe Formation, Bauru Group, Brazil. **Journal of South American Earth Sciences**, v. 31, 298-305. 2011.

DIAS, A.N.C.; TELLO S., C.A.; CONSTANTINO, C.J.L.; SOARES, C.J. OSÓRIO, A.M.; NOVAES, F.P. Micro-Raman spectroscopy and SEM/EDX applied to improve the zircon Fission Track Method used for dating geological formations. **Journal of raman spectroscopy**, [S.I.], v. 40, p. 101-106, 2009.

DIAS, Airton Natanael Coelho. Método de traços de fissão em zircão: estudos geocronológicos no grupo Bauru. 2008.

Dodson, M.A. Closure temperature in cooling geochronological and petrological systems. **Contributions to Mineralogy and Petrology** 40, 259–274. 1973.

Do Nascimento, M. A. L., Galindo, A. C., & de Medeiros, V. C. Ediacaran to Cambrian magmatic suites in the Rio Grande do Norte domain, extreme Northeastern Borborema Province (NE of Brazil): Current knowledge. **Journal of South American Earth Sciences**, 58, 281–299. 2015.

FAURE, G. The U-Th-Pb methods of dating. **Principles of isotope geology**. 2 ed. New York, USA: John Wiley & Sons, p. 282-308. 1986.

Ferraro, J. R., Nakamoto, K. and Brown, C. W. Introductory Raman Spectroscopy. San Diego: Academic Press. 2003.

Fetter, A.H. U–Pb and Sm–Nd Geochronological constraints on the crustal framework and geological history of Ceará State, NW Borborema Province, NE Brazil: implications for the assembly of Gondwana. University of Kansas, Ph.D. thesis, 164 pp. 1999.

Fetter, A. H., Saraiva dos Santos, T. J., Van Schmus, W. R., Hackspacher, P. C., Bley de Brito Neves, B., Arthaud, M. H., Wernick, E. Evidence for Neoproterozoic Continental Arc Magmatism in the Santa Quitéria Batholith of Ceará State, NW Borborema Province, NE

Brazil: Implications for the Assembly of West Gondwana. **Gondwana Research**, 6(2), 265–273. 2003.

FINCH, R. J., & HANCHAR, J. M. Structure and chemistry of zircon and zircon-group minerals. **Reviews in mineralogy and geochemistry**, 53(1), 1-25. 2003.

Galindo, A. C., Souza, Z. S., Dantas, E. L., Antunes, A. F., Dias, L. G. S., Alves da Silva, F. C., & Laux, J. H. Geocronologia U-Pb de granitoides tipo Itaporanga (Monte das Gameleiras e Serrinha), Maciço S ao José de Campestre, NE do Brasil. In Proceeding of the **21st Symposium Geology of Northeastern**, Abstract (Vol. 21, pp. 150-152). 2005.

GÄRTNER, A., LINNEMANN, U., SAGawe, A., HOFMANN, M., ULLRICH, B., & KLEBER, A. Morphology of zircon crystal grains in sediments-characteristics, classifications, definitions. **Geologica Saxonica**, 59, 65-73. 2013.

GEISLER, T., RASHWAN, A.A., RAHN, M.K.W., POLLER, U., ZWINGMANN, H., PIDGEON, R.T., SCHLEICHER, H., TOMASCHEK, F. Low-temperature hydrothermal alteration of natural metamict zircons from the Eastern Desert, Egypt. **Mineralogical Magazine** 67, 485–508. 2003.

GENTIL, TALITA FERNANDA CARVALHO. Análise e caracterização dos aspectos geológicos de uma área localizada a norte-noroeste (NNW) do município de Uruoca, domínio médio Coreaú—CE. 2010.

Goldstein, J.I., Newbury, D.E., Michael, J.R., Ritchie, N.W.M., Scott, J.H.J., Joy, D.C. Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. Quarta Edição. Nova York: Springer Nature, 2018.

GUEDES, S.; HADLER, J.C.; SARKIS, J.E. S.; OLIVEIRA, K.M. G.; KAKAZU, M.H.; IUNES, P.J.; SAIKI, M.; TELLO S., C.A.; PAULO, S.R. Spontaneous-fission decay constant of ²³⁸U measured by nuclear track techniques without neutron irradiation. **Journal of radioanalytical and nuclear chemistry**, [S.I.], v. 258, n. 1, p. 117-122, 2003.

GUENTHNER, W.R., REINERS, P.W., KETCHAM, R.A., NASDALA, L., GIESTER, G. Helium diffusion in natural zircon: radiation damage, anisotropy, and the interpretation of zircon (U-Th)/He thermochronology. **Am. J. Sci.** 313, 145–198. 2013.

HOLLAND, H.D., AND GOTTFRIED, D. The effect of nuclear radiation on the structure of zircon. **Acta Crystallographica**, 8, 291-300. 1955.

Hourigan, J.K., Reiners, P.W., and Brandon, M.T. U-Th zonation-dependent alpha-ejection in (U-Th)/He chronometry, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, v. 69, p. 3349-3365. 2005.
HURLEY, P.M. Alpha ionization damage as a cause of low helium ratios. **Trans. Am. Geophys. Union** 33, 174–183. 1952.

Hyper Physics, Radioactive decay series. Retrieved March 19, 2008. Disponível em: <<http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbase/Nuclear/radser.html>>. Acessado em 12 de Maio de 2021.

ILCHENKO, E.A.; GEVORKJAN, S.V.; MITSKEVICH, B.F. Constitution features of zircons from the rocks of the Ukrainian shield derived from IR-spectroscopic data. **Mineral ZH** [S.I.], v. 10, p. 78-83, 1988.

IUNES, P.J. Aplicação da dosimetria de neutrons através de filmes finos de urânio natura e tório na datação pelo método dos traços de fissão. 1999. 76f. Tese (Doutorado em Física) – Instituto de Física Gleb Wataghin, UNICAMP, Campinas – SP, 1999.

IUNES, P.J. Datação com o método dos traços de fissão: estudo da dosimetria de nêutrons com filmes finos de urânio natural. 1990. 101f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Instituto de Física Gleb Wataghin, UNICAMP, Campinas – SP, 1990.

IUNES, P.J.; BIGAZZI, G.; HADLER N., J.C.; LAURENZI, M.A.; BALESTRIERI, M.L.; NORELLI, P.; OSÓRIO A., A.M.; GUEDES, S.; TELLO S., C.A.; PAULO, S.R.; 182 MOREIRA, P.A.F.P.; PALISSARI, R.; CURVO, E.A.C. U and Th thin film neutron dosimetry for fission-track dating: application to the age standard Moldavite. **Radiation Measurements**, [S.I.], v. 39, p. 665-668, 2005.

IUNES, P.J.; BIGAZZI, G.; HADLER N., J.C.; TELLO S., C.A.; GUEDES, S.; PAULO, S.R.; BALESTRIERI, M.L.; NORELLI, P.; ODDONE, M.; OSÓRIO, A. M.; ZUÑIGA, A. The Th/U ratio in minerals by a fission-track technique: application to some reference samples in order to estimate the influence of Th in fission-track dating. **Radiation Measurements**, [S.I.], v. 35, p. 195-201, 2002b.

IUNES, P.J.; HADLER N., J.C.; BIGAZZI, G.; GUEDES, S.; ZUÑIGA G., A.; PAULO, S.R.; TELLO S., C.A. Uranium and thorium thin film calibrations by particle track techniques. **Journal of radioanalytical and nuclear chemistry**, [S.I.], v. 262, n. 2, p. 461-468, 2004.

IUNES, P.J.; HADLER N., J.C.; BIGAZZI, G.; TELLO S., C.A.; GUEDES, S.; PAULO, S.R. Durango apatite fission-track dating using length-based age corrections and neutron fluence measurements by thorium thin films and natural U-doped glasses calibrated through natural uranium thin films. **Chemical Geology**, [S.I.], v. 187, p. 201-211, 2002a.

IWANO, H.; DANHARA, T. A re-investigation of the geometry factors for fission-track dating of apatite, sphene and zircon. In: HAUTE, P.V.D.; CORTE, F. (Eds.). **Advances in Fission-Track Geochronology**. Netherlands: Kluwer Academic. p. 47-66. 1998.

IWANO, H.; ORIHASHI, Y.; TAKAFUMI, H.; MASATSUGU, O.; TOHRU, D.; KENJI, H.; NORIKO, H.; SHIGERU, S.; AKIHIRO, T.; YASUTAKA, H.; AYA, K.; HISATOSHI, I.; KENICHIRO, T.; JUN-ICHI, K.; QING, C.; YOSHIKAZU, K.; YASUHIRO, H.; KOSHI, Y. An inter-laboratory evaluation of OD-3 zircon for use as a secondary U-Pb dating standard. **Island Arc** 22, 382-394. 2013.

J. Vetter, J. Ackermann, R. Neumann, L. Nistor, R. Scholz (auth.), Peter van den Haute, Frans de Corte (eds.) *Advances in Fission-Track Geochronology: A selection of papers presented at the International Workshop on Fission-Track Dating*, Ghent, Belgium, 1996. **Solid Earth Sciences Library** 10. Springer Netherlands. 1998.

JAFFEY, A.H., FLYNN, K.F., GLENDENIN, L.E., BENTLEY, W.C., ESSLING, A.M. Precision measurements of half-lives and specific activities of ²³⁵U and ²³⁸U. **PHYSICAL REVIEW C: NUCLEAR PHYSICS**, [S.I.], v. 4, n. 5, p. 1889-1906, 1971.

JÄGER, Emilie; HUNZIKER, Johannes C. (Ed.). **Lectures in isotope geology**. Springer Science & Business Media, 2012.

JESUS, BRUNO ALVES DE. Rochas máficas e ultramáficas do complexo riacho da telha, Maçico São José do Campestre, província Borborema–NE do Brasil. 2011.

JOB, A.E.; CONSTANTINO, C. J. L.; T. S. G. MENDES, M.Y. TERUYA.; ALVES, N. L. H. C. Mattoso, **Journal of Micro-Raman Spectroscopy**, v. 34, 831, 2003.

Kattumenu, R., Lee, C. H., Bliznyuk, V. N., & Singamaneni, S. Micro-Raman Spectroscopy of Nanostructures. **Raman Spectroscopy for Nanomaterials Characterization**, 417–444. 2012. KOLESOV, B.A.; GEIGER, C.A.; ARMBRUSTER, T. The dynamic properties of zircon studied by single-crystal X-ray diffraction and Raman spectroscopy. **EUROPEAN JOURNAL OF MINERALOGY**, [S.I.], v. 13, p. 939-948, 2001.

LEDERER, C.M.; SHIRLEY, V.S. **Table of Isotopes**. 7. ed. New York: Wiley-Interscience, 1523 p. 1978.

LEE, J.K.W., TROMP, J. Self-induced fracture generation in zircon. **Journal of Geophysical Research** 100 (B9), 17753–17770. 1995.

LEE, J.K.W., WILLIAMS, I.S., ELLIS, D.J. Pb, U and Th diffusion in natural zircon. **Nature** 390, 159–162. 1997.

Lee, J. K. W., Williams, I. S., & Ellis, D. J. Pb, U and Th diffusion in natural zircon. **Nature**, 390(6656), 159–162. 1997.

Lewis, I. and Edwards, H. *Handbook of Raman Spectroscopy*. New York: Marcel Dekker. 2001.

MARSELLOS, A. E., & GARVER, J. I. Radiation damage and uranium concentration in zircon as assessed by Raman spectroscopy and neutron irradiation. **American Mineralogist**, 95(8-9), 1192-1201. 2010.

MAZHENOV, N.A.; MURGORODSKIY, A.P.; LAZAREV, A.N. Resonance-splitting of inner vibrational frequencies of heavy anions in zircon (ZrSiO₄) crystals. **INORGANIC MATERIALS: APPLIED RESEARCH**, [S.I.], v. 15, p. 495-503, 1979.

MCDOWELL, F. W., MCINTOSH, W. C., & FARLEY, K. A. A precise ⁴⁰Ar–³⁹Ar reference age for the Durango apatite (U–Th)/He and fission-track dating standard. **Chemical Geology**, 214(3-4), 249–263. 2005.

Medeiro, V. C., Galindo, A. C., Nascimento, M. A. L., & Freire, A. G. Geologia, petrografia e idade do Batólito de Catolé do Rocha (RN-PB), porção W do Domínio Rio Grande do Norte da Província Borborema. **Revista de Geologia**, 20, 219-230. 2007.

NASCIMENTO, M. A., de MEDEIROS, V. C., & ARCHANJO, C. J. Plúton Serra da Garganta como registro de magmatismo cálcio-alcálico no Domínio Rio Piranhas–Seridó, Nordeste da Província Borborema. **Pesquisas em Geociências**, 45(1), 0620. 2018

NASDALA, L., IRMER, G., WOLF, D. The degree of metamictization in zircon: a Raman spectroscopic study. **European Journal of Mineralogy** 7, 471–478. 1995.

Nasdala, L., Irmer, G., Wolf, D. The degree of metamictization in zircon: a Raman spectroscopic study. **Eur. J. Mineral.** 7, 471–478. 1995.

NASDALA, L., PIDGEON, R.T., WOLF, D. Heterogeneous metamictization of zircon on a microscale. **Geochimica et Cosmochimica Acta** 60, 1091–1097. 1996.

NASDALA, L., REINERS, P.W., GARVER, J.I., KENNEDY, A.K., STERN, R.A., BALAN, E., WIRTH, R. Incomplete retention of radiation damage in zircon from Sri Lanka. **American Mineralogist** 89, 219–231. 2004.

Nasdala, L., Wenzel, M., Vavra, G., Irmer, G., Wenzel, T., Kober, B. Metamictisation of natural zircon: accumulation versus thermal annealing of radioactivity-induced damage. **Contrib. Mineral. Petrol.** 141, 125–144. 2001.

NASDALA, L., WENZEL, T., PIDGEON, R.T., KRONZ, A. Internal structures and dating of complex zircons from Meissen Massif monzonites, Saxony. **Chemical Geology** 156, 331–341. 1999.

Nasdala, L., Zhang, M., Kempe, U., Panczer, G., Gaft, M., Andrut, M., Plotze, M. Spectroscopic methods applied to zircon. In: Hanchar, J.M., Hoskin, P.W.O. (Eds.), *Zircon: Reviews in Mineralogy & Geochemistry* 53. **Mineralogical Society of America**, Chantilly, VA, pp. 427–467. 2003.

NASDALA, L.; HANCHAR, J.M.; KRONZ, A.; WHITEHOUSE, M.J. Long-term stability of alpha particle damage in natural zircon. **CHEMICAL GEOLOGY**, [S.I.], v. 220, p. 83-103, 2005.

NASDALA, L.; ZHANG, M.; KEMPE, U.; PANCZER, G.; GAFT, M.; ANDRUT, M.; PLÖTZE, M. Spectroscopic methods applied to zircon. **REVIEWS IN MINERALOGY AND GEOCHEMISTRY**, [S.I.], v. 53, p. 427-467, 2003.

Neto, J. M., Hegarty, K. A., Karner, G. D., & Alkmim, F. F. D. Timing and mechanisms for the generation and modification of the anomalous topography of the Borborema Province, northeastern Brazil. **Marine and Petroleum Geology**, v. 26, n. 7, p. 1070-1086, 2009.

NICOLA, J.H.; RUTT, H.N. A comparative study of zircon (ZrSiO_4) and hafnon (HfSiO_4) Raman spectra. **JOURNAL OF PHYSICS C: SOLID STATE PHYSICS**, [S.I.], v. 7, p. 1381-1386, 1974.

PIDGEON, R.T., NASDALA, L., TODT, W. Determination of radiation damage ages on parts of zircon grains by Raman microprobe: implications for annealing history and U–Pb stability. **Mineralogical Magazine** 62A, 1174–1175. 1998.

Radiometric Dating. Stephen A. Nelson. Tulane University. Disponível em: <https://www.tulane.edu/~sanelson/eens212/radiometric_dating.htm>. Acesso em 19 de maio de 2020.

REED, S.J.B. Electron microprobe analysis and scanning electron microscopy in geology. 2. ed. Cambridge, UK: Cambridge University Press, P. 38-40. 2005.

Reiners, P.W. and Nicolescu, S. Measurement of parent nuclides for (U-Th)/He chronometry by solution sector ICP-MS, ARHDL Report 1, 2006.

REINERS, P.W. Zircon (U-Th)/He thermochronometry. **Rev. Mineral. Geochem.** 58, 151–179. 2005.

Reiners, P.W., Carlson, R.W., Renne, P.R., Cooper, K.M., Granger, D.E., McLean, N.M., and Schoene, B. **Geochronology and Thermochronology**, Wiley, 480 pp., ISBN: 978-1-118-45585-2. Pagina 294. 2017.

REINERS, P.W., SPELL, T.L., NICOLESCU, S., ZANETTI, K.A. Zircon (U-Th)/He thermochronology: He diffusion and comparisons with $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating. **Geochim. Cosmochim. Acta** 68, 1857–1887. 2004.

RESENDE, ROSANA SILVEIRA; Tello S., C. A.; DANTAS, E. L.; HACKSPACHER, P.; Chaves M., C.A.; GLASMACHER, U. A. Thermochronology and exhumation history of the basement and sediments of the NNE border of the Paraná basin, Brazil. **Journal of South American Earth Sciences**, p. 102512, 2020.

RESENDE, R. S.; TELLO, C. A. S.; STUANI, L. A. P.; ELTON, L. D. The effect of chemical and physical imperfections in zircon grains in influencing the U-Pb age analyses: Insights from zircon fission track etching. **LITHOS**; p. 346-347. 2019.

RESENDE, ROSANA SILVEIRA ; SÁENZ, CARLOS ALBERTO TELLO ; CURVO, EDUARDO AUGUSTO CAMPOS ; CONSTANTINO, CARLOS JOSÉ LEOPOLDO ; AROCA, RICARDO F. ; NAKASUGA, WAGNER MASSAYUKI,. Raman Spectroscopy and Scanning Electron Microscopy Characterizations of Fission Track Method Datable Zircon Grains. **Applied Spectroscopy**, v. 68, p. 549-556, 2014

RESENDE, ROSANA SILVEIRA. *Aprimoramento da Sistemática U-Pb através do Método de Traços de fissão e técnicas de Caracterização*: Termocronologia da Faixa Brasília e sua Correlação com a Bacia do Paraná. Teses de Doutorado – Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Ciências e Tecnologia, Presidente Prudente, 2015.

RESENDE, ROSANA SILVEIRA. Caracterização do mineral zircão através do método de traços de fissão, espectroscopia micro-raman e MEV: geocronologia do grupo Bauru. 2011. RÍOS, S.; SALJE, E. K. H.; ZHANG, M.; EWING, R. C. Amorphization in zircon: evidence for direct impact damage. **JOURNAL OF PHYSICS: CONDENSED MATTER**, [S.I.], v. 12, p. 2401-2412, 2000.

RÍOS, S.; SALJE, E. K. H.; ZHANG, M.; EWING, R. C. Amorphization in zircon: evidence for direct impact damage. **JOURNAL OF PHYSICS: CONDENSED MATTER**, [S.I.], v. 12, p. 2401-2412, 2000.

SA, J. M.; GALINDO, A. C. ; SILVA, F. C. A. ; LINS, F. A. P. L. ; VASCONCELOS, P. V. ; THIEDE, D. S. Ar-Ar ages on biotite and amphibole from Neoproterozoic granites from northern part of the Borborema Province: new evidences for cooling histories. **Thermo 2016 - Abstract Volume - 15th International Conference on Thermochronology**, 2016. v. 01. p. 18-19. 2016.

Sá, J. M., Galindo, A. C., Legrand, J. M., de Souza, L. C., & Maia, H. N. Os granitos ediacaranos no contexto dos terrenos Jaguaribeano e Rio Piranhas-Seridó no Oeste do RN, Província Borborema. **Estudos Geológicos**, 24(1), 4-22. 2014.

SÁ, J. M., SOUSA, L. C., LEGRAND, J. M., GALINDO, A. C., MAIA, H. N., & FILLIPPI, R. R. U-pb and Sm-Nd data of the Rhyacian and Statherian orthogneisses from Rio Piranhas-Seridó and Jaguaribeano terranes, Borborema Province, northeast of Brazil. *Geologia USP, Série Científica*, 14(3), 97-110. 2014.

Schoene, B. U-Th-Pb Geochronology. *Treatise on Geochemistry*, 341-378, 2014.

Soares, C. J.; Guedes, S.; Hadler, J. C.; Mertz-Kraus, R.; Zack, T.; Iunes, P. J. Novel calibration for LA-ICP-MS-based fission track thermochronology. **PHYSICS AND CHEMISTRY OF MINERALS**, 2013.

SUURONEN, J.-P.; SAYAB, M. 3D nanopetrography and chemical imaging of datable zircons by synchrotron multimodal X-ray tomography. **Scientific reports**, v. 8, n. 1, p. 1-13, 2018.

SYME, R.W.G.; LOCKWOOD, D.J.; KERR, J. Raman spectrum of synthetic zircon (ZrSiO_4) and thorite (ThSiO_4). **JOURNAL OF PHYSICS C: SOLID STATE PHYSICS**, [S.I.], v. 10, p. 1335-1348, 1977.

TAGAMI, T.; LAL, N.; SORKHABI, R. B.; ITO, H.; NISHIMURA, S. Fission track dating using the external detector method: a laboratory procedure. In: **Memoirs of the Faculty of Science, Kyoto University: series of geology and mineralogy**. Kyoto: [s.n.], v. 53, n. 1-2, p. 1-30. 1988.

TELLO S., C.A.; CURVO, E.A.C.; DIAS, A.N.C.; SOARES, C.J.; CONSTANTINO, C.J.L.; ALENCAR, I.; GUEDES, S.; PALISSARI, R.; HADLER N., J.C. Effects of etching on zircon grains and implications to the fission-track method. **APPLIED SPECTROSCOPY**, [S.I.], v.66, n. 5, p. 545-551, 2012.

The Mineral Zircon. Disponível em: <<https://www.minerals.net/mineral/zircon.aspx>>. Acessado em 12 de Dezembro de 2020.

Togliatti, V. Distribuzioni dei ranges e distribuzione angolari delle tracce di fissioni fossili di U^{235} in mica. **Boll. Geofis. Teor. Appl.** 7, 326-335. 1965.

TORQUATO, J. R.; KAWASHITA, K. VII - Metodologias de datação dos sistemas U,Th-Pb. In: Celso Dal Ré Carneiro. (Org.). **Geocronologia Nuclear**. São Paulo: Ed. UNICAMP, v. 9, p. 153-189, 1996.

TORQUATO, Joaquim Raul; NETO, José de Araújo Nogueira. Historiografia da região de dobramentos do Médio Coreá. **Brazilian Journal of Geology**, v. 26, n. 4, p. 303-314, 1996. Vermeesch, P. IsoplotR: a free and open toolbox for geochronology. **Geoscience Frontiers**, v.9, p.1479-1493. 2018.

Trindade, R. I., Dantas, E. L., Babinski, M., & Schmus, W. R. V. Shortlived granitic magmatism along shear zone: evidence from U-Pb zircon and sphene age of Caraúbas and Tourão granite. In **South American Symposium on Isotope Geology** (Vol. 2, pp. 143-144). 1999.

Vermeesch, P. Isotope Geology Part I: Radiometric Geochronology. London geochronology Centre, University College London. v.7, 2020.

VERMEESCH, Pieter. IsoplotR: A free and open toolbox for geochronology. **Geoscience Frontiers**, v. 9, n. 5, p. 1479-1493, 2018.

VICENTE, J.-C.- Dynamic paleogeography of the Jurassic Andean Basin: pattern of transgression and localisation of main Straits through the magmatic arc. **Revista de la Asociación Geológica Argentina**, Vol. 60, N° 1; p. 221-250. 2006.

WAGNER, G.A.; HAUTE, P.V.D. **Fission-track dating**. Dordrecht: Kluwer Academic Publishers, v. 6, p. 292. 1992.

WETHERILL, G.W. Discordant uranium-lead ages. **TRANSACTIONS, AMERICAN GEOPHYSICAL UNION**, [S.I.], v. 37, p. 320-326, 1956.

Wiedenbeck, M., Alle, P., Corfu, F., Griffin, W.L., Meier, M., Oberli, F., von Quadt, A., Roddick, J.C., Spiegel, W. Three natural zircon standards for U–Th–Pb, Lu–Hf, trace element and REE analyses. **Geostandards Newsletter** 19, 1-23. 1995.

WILLIAMS, I. S. U–Th–Pb geochronology by ion microprobe. In: McKibben, M. A., Shanks III, W.C., Rydley, W.I. (Eds.), Applications of Microanalytical Techniques to Understanding Mineralizing Processes. **Rev. Econ. Geol.** 7, 1 – 35, 1998.

WOODHEAD, J. A., ROSSMAN, G. R., & SILVER, L. T. The metamictization of zircon: Radiation dose-dependent structural characteristics. **American Mineralogist**, 76(1-2), 74-82. 1991b.

WOODHEAD, J.A., ROSSMAN, G.R., THOMAS, A.P. Hydrous species in zircon. **American Mineralogist** 76, 1533–1546. 1991a.

Wopenka, B., Jolliff, B.L., Zinner, E., Kremser, D.T. Trace element zoning and incipient metamictization in lunar zircon: application of three microprobe techniques. **Am. Min.** 81, 902–912. 1996.

XU, X.-S.; ZHANG, M.; ZHU, K.-Y.; CHEN, X.-M.; HE, Z.-Y. Reverse age zonation of zircon formed by metamictisation and hydrothermal fluid leaching. **LITHOS**, [S.I.], v. 150, p. 256-267, 2012.

Yu, S., Chen, W., Sun, J., & Shen, Z. Diffusion of helium in FCT zircon. **Science China Earth Sciences**, 62(4), 719–732. 2019.

Zhang, M., Salje, E.K.H., Capitani, G.C., Leroux, H., Clark, A.M., Schlüter, J., Ewing, R.C., Annealing of α -decay damage in zircon: a Raman spectroscopic study. **J. Phys. Condens. Matter** 12, 3131–3148. 2000.

ZHANG, M.; SALJE, E. K. H.; CAPITANI, G. C.; LEROUX, H.; CLARK, A. M.; SCHLÜTER, J.; EWING, R. C. Annealing of α -decay in zircon: a Raman spectroscopic study. **JOURNAL OF PHYSICS: CONDENSED MATTER**, [S.I.], v. 12, p. 3131-3148, 2000.

ZHOU, W.; APKARIAN, R.P.; WANG, Z.L.; JOY, D. Fundamentals of scanning electron microscopy. In: ZHOU, W.; WANG, Z.L. (Eds). **Scanning microscopy for nanotechnonology**. New York: Springer. chapter 1, p. 1-3. 2007.

Zircon Mineral Data. Mineralogy Database. Disponível em:
<<http://webmineral.com/data/Zircon.shtml#.YEWuwmhKjIV>>. Acessado em 12 de Dezembro de 2020.

Zircon. The Hudson Institute of Mineralogy. Disponível em: <<https://www.mindat.org/min-4421.html>>. Acessado em 12 de Dezembro de 2020.

APÊNDICES

APÊNDICE A - Idades obtidas através do MTF-MDE em zircões da amostra padrão KG1.

<i>Grão</i> <i>n°</i>	<i>N_s</i>	<i>ρ_s</i>	<i>N_i</i>	<i>ρ_i</i>	<i>T</i> <i>(±1σ)</i>	<i>Grão</i> <i>n°</i>	<i>N_s</i>	<i>ρ_s</i>	<i>N_i</i>	<i>ρ_i</i>	<i>T</i> <i>(±1σ)</i>
KG1											
1	184	6,6	2629	2,2	37 ± 5	39	222	6,9	2775	2,4	35 ± 5
2	741	14,3	5700	5,0	35 ± 5	40	105	6,6	2625	2,4	34 ± 4
3	227	9,5	3783	2,6	44 ± 5	41	191	23,9	9550	6,4	45 ± 6
4	80	6,7	2667	2,6	32 ± 5	42	368	13,1	5257	4,6	35 ± 4
5	275	9,8	3929	2,9	41 ± 5	43	465	12,9	5167	4,8	32 ± 3
6	150	6,3	2500	2,5	31 ± 4	44	173	7,2	2883	2,4	36 ± 4
7	193	6,9	2757	2,5	34 ± 4	45	351	8,0	3191	3,1	32 ± 4
8	182	9,1	3640	3,0	37 ± 4	46	172	8,6	3440	3,0	34 ± 3
9	152	7,6	3040	2,6	35 ± 4	47	104	13,0	5200	4,2	38 ± 5
10	133	6,7	2660	2,8	29 ± 4	48	128	6,4	2560	2,4	32 ± 3
11	52	4,3	1733	1,8	29 ± 5	49	110	9,2	3667	3,1	36 ± 5
12	215	9,0	3583	3,6	30 ± 4	50	52	4,3	1733	2,0	26 ± 5
13	277	6,3	2518	2,6	30 ± 3	51	183	11,4	4575	4,5	31 ± 3
14	493	9,5	3792	3,5	33 ± 2	52	147	7,4	2940	2,6	34 ± 5
15	139	7,0	2780	2,7	31 ± 4	53	97	4,0	1617	1,5	34 ± 5
16	114	7,1	2850	2,1	40 ± 5	54	286	5,5	2200	2,0	34 ± 3
17	75	6,3	2500	2,2	35 ± 5	55	172	7,2	2867	3,0	29 ± 3
18	93	5,8	2325	2,0	35 ± 4	56	182	5,7	2275	2,8	25 ± 3
19	120	6,0	2400	2,7	27 ± 4	57	391	10,9	4344	3,9	34 ± 4
20	99	8,3	3300	2,6	38 ± 5	58	303	15,2	6060	4,4	42 ± 4
21	426	8,2	3277	3,0	34 ± 4	59	220	6,9	2750	2,6	32 ± 3
22	153	9,6	3825	3,5	33 ± 4	60	169	5,3	2113	2,7	24 ± 3
23	526	10,1	4046	3,5	35 ± 3	61	207	8,6	3450	3,1	34 ± 4
24	144	6,0	2400	2,2	34 ± 5	62	243	8,7	3471	3,2	33 ± 4
25	744	14,3	5723	4,6	37 ± 3	63	29	7,3	2900	2,8	32 ± 7
26	255	10,6	4250	3,7	35 ± 4	64	209	13,1	5225	2,8	56 ± 7
27	194	12,1	4850	4,1	36 ± 3	65	70	5,8	2333	3,1	23 ± 3
28	174	8,7	3480	3,6	30 ± 3	66	151	5,4	2157	2,1	31 ± 4
29	44	5,5	2200	2,2	30 ± 5	67	137	5,7	2283	2,0	34 ± 4
30	108	6,8	2700	2,5	32 ± 5	68	156	9,8	3900	3,1	38 ± 5
31	48	6,0	2400	2,2	33 ± 5	69	117	5,9	2340	3,2	22 ± 3
32	51	6,4	2550	2,2	35 ± 7	70	345	12,3	4929	4,1	37 ± 4
33	160	13,3	5333	3,8	43 ± 5	71	185	9,3	3700	3,4	33 ± 3
34	23	5,8	2300	1,7	42 ± 11	72	163	5,1	2038	2,0	31 ± 5
35	98	6,1	2450	2,3	32 ± 5	73	111	13,9	5550	4,1	41 ± 7
36	223	11,2	4460	3,9	35 ± 4	74	66	5,5	2200	2,3	29 ± 5
37	135	6,8	2700	2,7	31 ± 4	75	285	8,9	3563	2,9	37 ± 4
38	247	10,3	4117	3,9	32 ± 3	76	253	9,0	3614	3,1	35 ± 4
						77	108	5,4	2160	2,1	31 ± 5

ρ_s = Densidade superficial de traços espontâneos (10^6 cm^{-2}); ρ_i = densidade superficial de traços induzidos medida em um detector externo (10^6 cm^{-2}); N_s (N_i) = número de traços contados para determinar ρ_s (ρ_i). T = Idade traços de fissão (Ma).

APÊNDICE B - Idades obtidas através do Método de Traços de Fissão (MTF) em zircões coletados na Província Borborema – RN. Em letras maiúsculas estão o domínio tectônico, em negrito está o nome da amostra e logo abaixo o plutão correspondente.

<i>Grão n°</i>	<i>N_s</i>	<i>ρ_s</i>	<i>N_i</i>	<i>ρ_i</i>	<i>T (±1σ)</i>	<i>Grão n°</i>	<i>N_s</i>	<i>ρ_s</i>	<i>N_i</i>	<i>ρ_i</i>	<i>T (±1σ)</i>
<i>CEARÁ CENTRAL</i>											
CEBP285											
Quixadá											
1	264	24	97	33	355 ± 45	28	246	26	102	25	366 ± 46
2	270	41	164	34	323 ± 35	29	276	25	98	28	425 ± 53
3	128	37	149	32	336 ± 43	30	132	12	46	33	374 ± 66
4	321	35	141	32	356 ± 39	31	237	26	103	26	268 ± 34
5	247	41	163	25	345 ± 38	32	178	26	104	30	299 ± 39
6	370	29	116	37	333 ± 38	33	200	25	100	29	299 ± 39
7	243	37	146	35	371 ± 42	34	198	26	105	33	328 ± 42
8	140	35	139	35	393 ± 50	35	184	26	105	37	365 ± 47
9	187	28	113	31	289 ± 36	36	293	20	81	29	377 ± 50
10	178	39	156	30	299 ± 35	37	251	25	101	31	325 ± 41
11	171	25	100	34	357 ± 47	38	240	24	95	30	330 ± 42
12	251	24	96	31	341 ± 43	39	243	27	108	30	295 ± 36
13	130	26	104	33	327 ± 45	40	235	20	79	26	345 ± 47
14	210	27	108	30	291 ± 37	41	210	21	84	23	291 ± 39
15	307	24	94	34	378 ± 47	42	159	26	102	27	273 ± 36
16	183	36	142	31	336 ± 40	43	212	24	95	27	292 ± 38
17	140	41	163	35	336 ± 41	44	189	26	104	32	317 ± 41
18	299	28	110	30	285 ± 34	45	351	19	76	27	370 ± 49
19	293	31	124	33	276 ± 32	46	220	23	90	31	364 ± 48
20	200	24	97	29	308 ± 40	47	100	23	93	33	373 ± 56
21	285	27	107	29	279 ± 34	48	149	22	86	30	361 ± 51
22	270	31	122	39	330 ± 39	49	141	25	101	35	364 ± 50
23	207	31	123	35	294 ± 36	50	253	23	90	28	326 ± 42
24	125	30	121	31	271 ± 36	51	139	34	136	28	311 ± 40
25	227	24	94	23	254 ± 33	52	167	24	95	33	366 ± 49
26	173	33	132	29	342 ± 42	53	210	26	105	30	299 ± 38
27	137	32	127	34	283 ± 37	54	122	33	131	31	353 ± 47

CEBCEI 175											
Uruburetama-Itapipoca											
1	96	46	182	24	202 ± 27	5	148	36	142	30	239 ± 30
2	284	56	225	36	359 ± 35	6	149	40	161	37	265 ± 32
3	202	29	116	34	331 ± 41	7	136	40	161	27	258 ± 32
4	191	30	118	32	308 ± 38						
SÃO JOSÉ DO CAMPESTRE											
CEBP321											
Monte das Gameleiras											
1	215	34	135	31	356 ± 42	17	385	27	106	39	378 ± 44
2	69	42	167	23	218 ± 32	18	354	58	232	22	219 ± 21
3	258	39	157	37	367 ± 40	19	405	16	63	20	336 ± 48
4	317	20	80	32	411 ± 54	20	352	24	95	22	244 ± 30
5	300	28	113	25	233 ± 27	21	157	32	126	20	238 ± 30
6	205	30	119	41	359 ± 44	22	260	42	169	22	203 ± 22
7	307	27	106	38	541 ± 65	23	182	25	99	23	242 ± 32
8	361	20	81	33	420 ± 55	24	287	18	73	24	342 ± 47
9	130	21	84	33	577 ± 84	25	298	15	61	19	277 ± 41
10	200	27	107	33	326 ± 41	26	475	34	134	24	279 ± 30
11	120	24	95	30	588 ± 84	27	208	15	61	17	271 ± 41
12	117	21	84	29	458 ± 68	28	319	19	75	20	279 ± 38
13	313	28	112	35	325 ± 38	29	334	20	81	21	271 ± 35
14	156	25	101	39	401 ± 54	30	367	43	170	18	248 ± 25
15	189	26	105	38	375 ± 48	31	240	48	191	20	240 ± 25
16	310	32	127	34	422 ± 48	32	316	23	91	20	229 ± 29
						33	166	32	129	21	246 ± 31
CEBP035											
Barcelona											
1	136	23	93	17	414 ± 58	7	70	11	45	35	296 ± 58
2	160	25	101	20	302 ± 40	8	133	11	45	27	226 ± 40
3	37	23	93	37	303 ± 60	9	100	37	147	33	344 ± 47
4	192	17	67	24	273 ± 40	10	120	66	264	30	260 ± 31
5	154	9	36	31	325 ± 62	11	117	31	123	20	243 ± 33
6	160	24	94	32	260 ± 35	12	107	31	125	27	325 ± 45
FT06											
Serrinha-Jundiaí											
1	260	32	128	26	319 ± 37	19	243	25	100	27	420 ± 53
2	129	25	101	22	441 ± 61	20	104	41	164	21	195 ± 26

3	249	70	278	28	303 ± 29	21	288	44	175	29	259 ± 27
4	222	29	116	28	494 ± 60	22	229	10	40	25	564 ± 99
5	128	53	210	21	233 ± 28	23	274	29	117	25	334 ± 39
6	158	48	193	26	216 ± 25	24	240	20	79	20	395 ± 54
7	195	31	125	22	273 ± 33	25	83	35	141	28	308 ± 44
8	279	41	164	25	244 ± 26	26	129	26	104	32	480 ± 66
9	262	23	91	29	495 ± 64	27	146	20	79	24	477 ± 70
10	105	22	86	21	381 ± 58	28	223	39	156	32	311 ± 35
11	105	24	97	21	339 ± 50	29	225	23	91	32	544 ± 71
12	158	16	63	11	263 ± 41	30	86	35	139	22	323 ± 46
13	216	31	124	31	388 ± 47	31	173	20	78	29	552 ± 79
14	259	23	90	32	554 ± 72	32	269	26	102	22	344 ± 42
15	199	15	59	28	497 ± 76	33	137	32	129	27	224 ± 29
16	250	17	66	25	582 ± 84	34	184	22	89	18	315 ± 43
17	178	42	169	25	238 ± 27	35	249	29	117	25	224 ± 27
18	260	21	85	19	342 ± 45	36	114	23	90	23	266 ± 39
RIO PIRANHAS- SERIDÓ											
CEBP317											
Acari (Granito)											
1	54	31	122	27	346 ± 58	13	181	45	181	30	263 ± 30
2	84	37	149	28	295 ± 42	14	212	22	88	35	417 ± 56
3	131	50	200	33	250 ± 30	15	282	34	137	40	456 ± 51
4	180	64	256	30	268 ± 28	16	238	31	122	34	433 ± 51
5	108	57	229	27	270 ± 33	17	220	26	103	31	319 ± 40
6	208	55	221	35	247 ± 26	18	218	80	321	36	259 ± 25
7	174	24	95	35	381 ± 51	19	144	37	147	36	382 ± 48
8	280	31	124	35	439 ± 51	20	316	33	130	40	318 ± 36
9	246	30	119	41	359 ± 43	21	125	21	82	31	396 ± 59
10	181	34	136	26	299 ± 36	22	201	42	166	40	255 ± 29
11	262	26	103	33	332 ± 41	23	157	46	184	39	334 ± 39
12	271	29	117	34	303 ± 36	24	145	23	92	36	409 ± 57
CEBP314											
Acari (Diorito)											
1	326	18	73	27	387 ± 53	7	256	49	196	32	371 ± 38
2	199	36	145	25	389 ± 45	8	341	21	85	38	461 ± 59
3	224	39	156	22	380 ± 43	9	294	21	84	37	453 ± 59

4	347	18	72	32	453 ± 62	10	332	34	134	37	416 ± 46
5	313	33	133	22	382 ± 43	11	163	35	139	33	367 ± 45
6	257	41	165	32	297 ± 32	12	270	33	131	34	402 ± 46
FT02											
Serra da Garganta											
1	86	28	110	29	394 ± 59	18	113	44	174	23	199 ± 25
2	122	39	154	20	203 ± 26	19	83	43	171	28	171 ± 24
3	87	32	129	22	178 ± 26	20	224	18	71	19	276 ± 39
4	128	51	204	21	161 ± 19	21	162	20	79	27	356 ± 51
5	131	22	89	33	383 ± 55	22	204	29	116	17	134 ± 17
6	156	21	83	20	247 ± 35	23	310	29	116	22	201 ± 23
7	231	21	83	29	363 ± 49	24	178	20	79	22	295 ± 42
8	87	34	135	29	226 ± 32	25	165	47	186	21	176 ± 20
9	139	27	106	28	275 ± 37	26	192	50	198	24	129 ± 14
10	114	79	314	38	192 ± 22	27	177	21	85	22	273 ± 38
11	24	41	163	24	156 ± 35	28	197	30	120	20	174 ± 21
12	67	25	100	17	177 ± 29	29	130	43	171	22	201 ± 25
13	160	24	97	20	217 ± 29	30	166	28	111	17	158 ± 21
14	125	23	90	25	291 ± 42	31	127	31	124	21	180 ± 24
15	164	18	72	21	298 ± 44	32	100	38	151	20	210 ± 28
16	143	28	113	18	167 ± 22	33	113	59	235	23	153 ± 19
17	146	55	218	18	133 ± 15	34	67	47	189	22	182 ± 27
FT03											
Umarizal											
1	187	17	68	23	358 ± 53	46	441	19	76	22	450 ± 59
2	407	11	45	25	579 ± 94	47	181	17	69	26	390 ± 57
3	383	12	49	19	600 ± 94	48	274	43	172	27	362 ± 38
4	153	31	122	31	391 ± 50	49	394	14	54	25	471 ± 71
5	379	18	70	27	402 ± 55	50	333	13	52	24	473 ± 73
6	193	14	54	21	412 ± 66	51	452	14	57	23	412 ± 60
7	203	5	18	17	485 ± 121	52	251	33	132	28	331 ± 38
8	348	29	117	29	387 ± 44	53	418	13	53	21	409 ± 62
9	332	16	65	14	324 ± 46	54	285	17	67	26	402 ± 57
10	399	15	58	23	420 ± 62	55	175	13	53	22	428 ± 69
11	297	17	66	30	465 ± 66	56	399	9	34	17	504 ± 92

12	219	5	19	13	569 ± 138	57	232	18	72	21	455 ± 64
13	392	12	47	20	470 ± 75	58	328	9	36	14	395 ± 71
14	299	10	38	21	576 ± 102	59	264	14	54	22	423 ± 66
15	220	8	31	16	522 ± 102	60	452	13	50	23	467 ± 72
16	256	15	58	21	383 ± 58	61	326	24	96	25	407 ± 50
17	263	13	50	19	391 ± 62	62	470	13	51	24	476 ± 73
18	200	7	29	13	475 ± 96	63	346	11	44	17	408 ± 68
19	191	17	68	24	366 ± 54	64	429	19	76	21	439 ± 58
20	198	15	61	17	409 ± 62	65	255	22	88	26	450 ± 59
21	306	21	85	24	518 ± 67	66	313	18	70	22	334 ± 46
22	282	11	43	24	561 ± 95	67	176	11	45	25	573 ± 99
23	332	11	42	17	410 ± 69	68	288	23	90	26	305 ± 39
24	284	11	45	24	541 ± 90	69	316	11	44	20	464 ± 77
25	160	11	45	16	370 ± 64	70	442	18	73	22	469 ± 62
26	268	29	114	24	335 ± 40	71	207	16	64	30	519 ± 77
27	352	12	47	22	525 ± 84	72	260	25	98	33	512 ± 64
28	353	14	54	22	424 ± 64	73	334	15	61	21	528 ± 77
29	315	16	62	21	353 ± 51	74	367	9	37	18	511 ± 91
30	245	26	102	22	332 ± 41	75	348	17	67	17	405 ± 57
31	234	15	61	18	458 ± 69	76	342	12	49	21	451 ± 71
32	198	37	146	22	343 ± 40	77	241	21	82	30	382 ± 51
33	255	10	41	20	494 ± 86	78	256	10	40	13	495 ± 87
34	148	7	28	15	590 ± 124	79	211	11	42	26	696 ± 121
35	313	24	95	21	344 ± 43	80	247	15	60	21	529 ± 79
36	456	38	153	21	309 ± 32	81	267	16	64	17	406 ± 59
37	280	8	31	14	467 ± 90	82	240	12	46	12	406 ± 68
38	205	12	46	26	571 ± 96	83	386	16	65	19	461 ± 65
39	202	15	61	29	488 ± 74	84	217	15	59	18	475 ± 72
40	263	10	38	16	448 ± 80	85	274	11	43	17	413 ± 70
41	211	20	79	26	348 ± 48	86	150	7	27	13	478 ± 102
42	315	21	84	29	356 ± 46	87	364	14	56	18	503 ± 75
43	227	14	55	25	597 ± 93	88	263	9	37	16	460 ± 83
44	542	22	89	23	396 ± 48	89	222	12	49	25	473 ± 77

45	153	29	114	22	202 ± 26	90	271	23	92	30	506 ± 65
FT04											
Catolé da Rocha											
1	402	16	62	17	420 ± 60	34	289	9	37	12	340 ± 61
2	254	11	43	11	384 ± 65	35	271	24	97	23	364 ± 46
3	74	19	77	19	375 ± 63	36	369	18	70	18	411 ± 56
4	205	19	77	17	337 ± 47	37	319	20	78	16	321 ± 43
5	362	18	72	18	392 ± 53	38	394	23	93	20	332 ± 41
6	436	18	71	18	399 ± 54	39	552	25	98	23	367 ± 43
7	414	19	76	17	355 ± 47	40	142	10	38	12	325 ± 61
8	178	16	64	22	362 ± 55	41	199	15	58	20	358 ± 55
9	261	26	103	22	331 ± 41	42	336	12	48	21	668 ± 107
10	117	40	158	20	282 ± 36	43	411	22	88	21	365 ± 45
11	286	27	107	24	349 ± 42	44	238	17	67	15	347 ± 50
12	290	11	42	15	360 ± 61	45	264	17	68	26	403 ± 57
13	392	20	80	16	320 ± 41	46	424	14	57	18	324 ± 48
14	147	22	89	25	428 ± 60	47	340	14	55	17	323 ± 49
15	508	26	104	21	319 ± 37	48	286	17	68	14	330 ± 47
16	162	19	75	27	538 ± 78	49	456	14	54	19	367 ± 55
17	347	25	100	25	387 ± 47	50	94	26	104	24	354 ± 52
18	242	20	78	27	359 ± 49	51	161	12	46	13	305 ± 53
19	291	28	113	26	366 ± 43	52	443	12	46	18	416 ± 67
20	288	9	37	12	339 ± 61	53	109	17	68	22	335 ± 54
21	273	22	89	21	369 ± 48	54	175	21	85	22	401 ± 56
22	261	13	53	16	322 ± 50	55	92	54	215	31	219 ± 29
23	383	23	93	19	323 ± 40	56	170	23	93	21	357 ± 48
24	76	28	110	24	338 ± 52	57	390	18	72	16	353 ± 48
25	190	24	97	21	341 ± 45	58	150	27	108	25	362 ± 48
26	232	29	114	23	319 ± 39	59	120	9	36	15	432 ± 84
27	209	30	118	26	347 ± 42	60	351	22	86	22	398 ± 51
28	117	42	168	29	395 ± 50	61	283	30	118	28	364 ± 43
29	396	24	94	20	330 ± 40	62	343	19	77	17	349 ± 46
30	461	15	60	19	334 ± 48	63	305	26	102	28	423 ± 51
31	337	16	63	14	349 ± 50	64	242	13	53	12	430 ± 68

32	225	4	16	23	463 ± 121	65	175	34	136	29	336 ± 41
33	221	33	130	32	544 ± 64	66	165	33	133	28	324 ± 40
						67	241	33	133	30	354 ± 41
CEBP112											
Caraúbas											
1	143	36	144	29	153 ± 19	8	90	53	212	23	163 ± 22
2	84	41	165	14	131 ± 18	9	146	36	143	18	292 ± 36
3	60	26	102	15	225 ± 38	10	54	43	170	18	163 ± 26
4	202	37	147	25	262 ± 30	11	43	29	117	22	142 ± 26
5	198	60	241	25	158 ± 17	12	52	39	156	17	171 ± 28
6	47	56	224	24	241 ± 40	13	162	37	149	20	310 ± 38
7	450	59	235	23	220 ± 20	14	157	49	197	26	303 ± 35
JAGUARIBEANO											
W03											
Pereiro											
1	144	34	134	29	337 ± 43	29	95	23	92	24	295 ± 45
2	260	26	102	26	570 ± 71	30	147	26	105	25	365 ± 49
3	211	18	73	23	497 ± 71	31	268	31	124	24	308 ± 36
4	118	52	208	24	175 ± 21	32	369	20	79	21	404 ± 53
5	312	17	69	39	579 ± 81	33	345	21	85	23	421 ± 54
6	233	18	72	19	407 ± 57	34	118	42	166	24	324 ± 41
7	300	23	91	25	427 ± 54	35	151	35	139	30	330 ± 41
8	222	27	109	28	397 ± 49	36	118	23	90	24	396 ± 58
9	185	24	94	21	342 ± 46	37	154	17	66	19	453 ± 69
10	309	23	90	26	444 ± 56	38	237	19	75	24	489 ± 68
11	213	26	102	24	363 ± 46	39	198	21	82	25	468 ± 64
12	247	33	133	22	383 ± 44	40	191	22	89	27	461 ± 62
13	272	14	57	25	449 ± 68	41	327	38	152	25	376 ± 40
14	132	11	42	11	408 ± 74	42	283	13	51	14	431 ± 68
15	67	14	56	17	464 ± 86	43	404	25	98	31	491 ± 59
16	153	15	58	22	579 ± 92	44	396	29	115	36	485 ± 55
17	239	17	68	22	494 ± 71	45	276	16	65	21	431 ± 62
18	200	22	88	25	441 ± 59	46	202	26	105	25	376 ± 48
19	236	22	89	21	376 ± 49	47	140	18	71	23	493 ± 75
20	233	26	102	23	357 ± 45	48	250	18	72	25	536 ± 75
21	225	35	139	19	314 ± 36	49	272	22	86	27	490 ± 64

22	141	13	52	24	343 ± 57	50	156	19	74	26	366 ± 54
23	271	28	110	23	322 ± 39	51	116	24	96	23	377 ± 54
24	166	20	78	24	471 ± 68	52	214	22	87	19	350 ± 47
25	232	23	91	21	352 ± 46	53	359	16	64	18	436 ± 62
26	85	24	95	21	340 ± 53	54	193	18	70	21	475 ± 69
27	204	19	75	20	411 ± 58	55	261	19	74	24	496 ± 68
28	240	22	87	20	349 ± 46	56	147	42	169	25	330 ± 40
CEBP219											
Norte Jaguaribe											
1	177	26	104	15	217 ± 28	7	122	60	241	24	233 ± 28
2	157	32	126	20	354 ± 45	8	103	62	248	26	238 ± 30
3	207	72	287	26	208 ± 21	9	177	34	134	16	185 ± 22
4	212	58	230	27	264 ± 27	10	211	15	60	23	370 ± 56
5	274	57	226	30	308 ± 30	11	47	40	161	24	224 ± 38
6	202	53	212	34	361 ± 39	12	191	40	159	32	305 ± 35
MÉDIO COREAÚ											
CEBCI031											
Chaval											
1	108	43	171	27	242 ± 31	7	252	20	79	32	414 ± 56
2	262	24	94	33	395 ± 50	8	105	17	66	26	413 ± 67
3	236	30	119	34	427 ± 51	9	231	12	48	33	390 ± 64
4	312	23	90	35	435 ± 55	10	110	37	149	28	316 ± 42
5	245	24	96	35	413 ± 53	11	379	10	41	24	435 ± 74
6	151	18	73	30	467 ± 69	12	173	20	81	29	403 ± 57

ρ_s = Densidade superficial de traços espontâneos (10^6 cm^{-2}); ρ_i = densidade superficial de traços induzidos medida em um detector externo (10^6 cm^{-2}); N_s (N_i) = número de traços contados para determinar ρ_s (ρ_i). T = Idade traços de fissão (Ma).

APÊNDICE C - Idades obtidas através do MTF via LA-ICP-MS em zircões da amostra padrão KG1.

N_s	ρ_s	U_{ppm}	$Erro$ U_{ppm}	$Idade$ (Ma)	$Erro$ $Idade$	N_s	ρ_s	U_{ppm}	$Erro$ U_{ppm}	$Idade$ (Ma)	$Erro$ $Idade$
23	5,75	583,98	8,76	23,15	5,37	19	4,75	502,44	7,54	22,23	5,58
56	14	614,05	9,21	53,47	8,99	42	10,5	652,36	9,79	37,79	6,99
38	9,5	628,73	9,43	35,49	6,80	40	10	492,77	7,39	47,61	8,96
28	7	593,91	8,91	27,70	5,95	46	11,5	783,59	11,75	34,47	6,18
28	7	431,17	6,47	38,12	8,19	40	10	561,99	8,43	41,77	7,86
10	2,5	320,36	4,81	18,35	6,10	20	5	403,91	6,06	29,09	7,15
34	8,5	561,47	8,42	35,55	7,09	22	5,5	456,72	6,85	28,30	6,69
21	5,25	509,69	7,65	24,21	5,83	56	14	780,27	11,70	42,12	7,08
22	5,5	429,34	6,44	30,10	7,11	41	10,25	612,01	9,18	39,32	7,33
32	8	672,52	10,09	27,95	5,70	30	7,5	546,81	8,20	32,22	6,74
28	7	664,82	9,97	24,75	5,31	39	9,75	775,98	11,64	29,52	5,60
45	11,25	645,28	9,68	40,93	7,39	33	8,25	491,49	7,37	39,41	7,95
31	7,75	544,29	8,16	33,45	6,91	60	15	772,76	11,59	45,55	7,49
36	9	477,74	7,17	44,21	8,64	32	8	588,36	8,83	31,94	6,52
15	3,75	423,08	6,35	20,84	5,79	44	11	535,68	8,04	48,18	8,77

20	5	434,27	6,51	27,06	6,65	28	7	610,81	9,16	26,93	5,78
60	15	704,97	10,57	49,91	8,21	23	5,75	431,09	6,47	31,34	7,27
24	6	478,44	7,18	29,47	6,72	43	10,75	1514,99	22,72	16,69	3,06
30	7,5	580,40	8,71	30,36	6,35	36	9	821,91	12,33	25,74	5,03

ρ_s = Densidade superficial de traços espontâneos (10^6 cm^{-2}); N_s = número de traços contados para determinar ρ_s .

APÊNDICE D - Razões isotópicas para idades U-Pb dos zircões da KG1

Grão	238/206	E238/206	207/206	E207/206
	KG1			
1	223,371	3,350565	0,042927	0,000643911
2	210,6506	3,15976	0,054683	0,000820242
3	204,802	3,07203	0,050356	0,000755343
4	213,9158	3,208738	0,051217	0,00076825
5	196,7777	2,951666	0,053969	0,000809536
6	200,0604	3,000906	0,058506	0,000877584
7	150,448	2,256719	0,127575	0,001913631
8	204,884	3,07326	0,036625	0,000549377
9	204,0042	3,060063	0,052061	0,00078092
10	200,2928	3,004392	0,041185	0,000617771
11	208,6793	3,130189	0,045546	0,000683185
12	204,1375	3,062063	0,048694	0,000730407
13	190,7161	2,860741	0,063317	0,000949752
14	178,98	2,6847	0,045555	0,000683328
15	204,2281	3,063421	0,028823	0,000432343
16	220,4725	3,307088	0,054242	0,000813626
17	213,4451	3,201677	0,055067	0,000826011
18	221,0406	3,315609	0,021937	0,000329052
19	207,0551	3,105827	0,038161	0,000572418
20	198,4404	2,976606	0,065735	0,000986026
21	225,3909	3,380864	0,024859	0,00037288
22	204,3908	3,065862	0,050531	0,000757967
23	202,43	3,036451	0,064402	0,000966034
24	189,2284	2,838426	0,067921	0,001018816
25	207,7687	3,116531	0,052234	0,000783517
26	206,4545	3,096817	0,047959	0,000719378
27	207,3207	3,109811	0,048184	0,000722763
28	207,3512	3,110268	0,037682	0,00056523
29	205,6783	3,085175	0,049315	0,000739719
30	195,5083	2,932624	0,028896	0,000433446
31	204,5313	3,067969	0,052851	0,000792758
32	200,5052	3,007578	0,045206	0,000678097
33	188,4402	2,826603	0,052368	0,00078552
34	206,9696	3,104544	0,042352	0,000635283
35	186,5279	2,797918	0,043953	0,000659293
36	184,7355	2,771032	0,036206	0,000543088
37	198,5666	2,978498	0,047704	0,000715556
38	201,0593	3,015889	0,020578	0,000308677
39	208,4553	3,126829	0,056224	0,000843358
40	209,4974	3,142461	0,043598	0,000653972

238/206 = razão isotópica $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$; E238/206 = erro padrão associado à razão isotópica $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$; 207/206 = razão isotópica $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$; E207/206 = erro padrão associado à razão isotópica $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$.

APÊNDICE E – Idades U-Pb de zircões provindos da amostra KG1. Dados obtidos por meio do Isoplot online

Nº	t.75	e[t.75]	t.68	e[t.68]	t.76	e[t.76]	t.conc	e[t.conc]
	KG1							
1	26,54	0,56	28,80	0,43	0,00015	3,334,637	28,55	0,43
2	35,69	0,74	30,53	0,46	398,3	33,6	29,93	0,45
3	33,84	0,71	31,40	0,47	210,4	34,8	31,26	0,47
4	32,96	0,69	30,07	0,45	249,6	34,5	29,86	0,45
5	37,67	0,78	32,68	0,49	368,7	33,8	32,14	0,49
6	40,12	0,83	32,14	0,48	547,8	32,8	30,94	0,47
7	112,23	2,25	42,71	0,64	2064,0	26,5	30,55	0,54
8	24,71	0,52	31,39	0,47	0,00015	2,845,072	29,10	0,45
9	35,10	0,73	31,52	0,47	287,1	34,3	31,23	0,47

10	28,37	0,59	32,10	0,48	0,00015	3,199,266	31,48	0,47
11	30,09	0,63	30,82	0,46	0,00015	3,538,027	30,79	0,46
12	32,84	0,69	31,50	0,47	132,1	35,3	31,46	0,47
13	45,43	0,94	33,71	0,50	717,9	31,8	31,62	0,49
14	35,01	0,73	35,92	0,54	0,00015	3,538,767	35,88	0,54
15	19,56	0,41	31,49	0,47	0,00015	2,238,985	22,74	0,40
16	33,86	0,71	29,17	0,44	380,1	33,7	28,65	0,43
17	35,48	0,74	30,13	0,45	413,9	33,5	29,49	0,45
18	13,79	0,29	29,10	0,44	0,00015	1,704,070	12,96	0,29
19	25,47	0,53	31,06	0,46	0,00015	2,964,395	29,51	0,45
20	45,33	0,94	32,40	0,48	797,0	31,4	29,96	0,47
21	15,32	0,32	28,54	0,43	0,00015	1,931,043	16,23	0,32
22	34,02	0,71	31,46	0,47	218,5	34,7	31,31	0,47
23	43,57	0,90	31,77	0,48	753,9	31,7	29,59	0,46
24	49,03	1,02	33,98	0,51	865,2	31,1	31,03	0,49
25	34,59	0,72	30,95	0,46	294,6	34,2	30,64	0,46
26	32,00	0,67	31,15	0,47	96,2	35,5	31,14	0,47
27	32,01	0,67	31,02	0,46	107,3	35,4	31,00	0,46
28	25,12	0,53	31,01	0,46	0,00015	2,927,170	29,26	0,45
29	33,01	0,69	31,27	0,47	161,8	35,1	31,20	0,47
30	20,47	0,43	32,89	0,49	0,00015	2,244,697	23,82	0,41
31	35,53	0,74	31,44	0,47	321,4	34,1	31,06	0,47
32	31,07	0,65	32,07	0,48	0,00015	3,511,677	32,02	0,48
33	38,16	0,79	34,12	0,51	300,5	34,2	33,77	0,51
34	28,24	0,59	31,07	0,46	0,00015	3,289,955	30,71	0,46
35	32,45	0,68	34,47	0,52	0,00015	3,414,297	34,30	0,51
36	27,06	0,57	34,80	0,52	0,00015	2,812,503	31,97	0,50
37	33,07	0,69	32,38	0,48	83,5	35,6	32,38	0,48
38	14,22	0,30	31,98	0,48	0,00015	1,598,553	12,43	0,30
39	37,06	0,77	30,85	0,46	460,2	33,3	30,03	0,46
40	28,71	0,60	30,70	0,46	0,00015	3,386,741	30,52	0,46

t.75: Idades $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ (Ma); e[t.75]: Erro padrão da idade $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$; t.68: Idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ (Ma); e[t.68]: Erro padrão da idade $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$; t.76: Idades $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ (Ma); e[t.76]: Erro padrão da idade $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$; t.conc: Idade de concórdia de grão único (Ma) - a intersecção máxima entre a linha de concórdia e o erro de elipse ($^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ - $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$); e[t.conc]: Erro padrão da idade de concórdia de grão único.