



Universidade Estadual Paulista
“Julio de Mesquita Filho”

Faculdade de Ciências e Tecnologia
Campus de Presidente Prudente
Departamento de Física, Química e Biologia

AIRTON NATANAEL COELHO DIAS

**MÉTODO DE TRAÇOS DE FISSÃO EM ZIRCÃO: ESTUDOS
GEOCRONOLÓGICOS NO GRUPO BAURU**

Presidente Prudente

2008

AIRTON NATANAEL COELHO DIAS

**MÉTODO DE TRAÇOS DE FISSÃO EM ZIRCÃO: ESTUDOS
GEOCRONOLÓGICOS NO GRUPO BAURU**

Projeto referente à obtenção do título de mestre em Ciências e Tecnologia de Materiais, apresentado junto ao Departamento de Física, Química e Biologia da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Estadual Paulista

Orientadora: Profa. Dra. Ana Maria Osório Araya Balan

Co-Orientador: Prof. Dr. Carlos Alberto Tello Sáenz

Presidente Prudente

2008

D53m Dias, Airton Natanael Coelho
Método de Traços de Fissão em zircão: estudos geocronológicos no Grupo Bauru / Airton Natanael Coelho Dias. - Presidente Prudente : [s.n], 2008
xv, 73 f. : il.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Ciências e Tecnologia

Orientador: Profa. Dra. Ana Maria Osório Araya Balan

Co-orientador: Prof. Dr. Carlos Alberto Tello Saenz

Banca: Prof. Dr. Júlio César Hadler Neto, Prof. Dr. Carlos José Leopoldo Constantino

Inclui bibliografia

1. Datação por traços de fissão 2. MTF 3. Zircão e apatita 4. Grupo Bauru 5. Espectroscopia micro- Raman e MEV. I. Autor. II. Título. III. Presidente Prudente - Faculdade de Ciências e Tecnologia.

CDD(18.ed.) 530

AIRTON NATANAEL COELHO DIAS

**MÉTODO DE TRAÇOS DE FISSÃO EM ZIRCÃO: ESTUDOS
GEOCRONOLÓGICOS NO GRUPO BAURU**

PROJETO REFERENTE À OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM CIÊNCIAS
E TECNOLOGIA DE MATERIAIS

Prof. Dra Ana Maria Osório Araya Balan

Prof. Dr. Julio César Hadler Neto

Prof. Dr. Carlos José Leopoldo Constantino

Presidente Prudente, março de 2008

À

Meus amados pais, Arlindo e Nelci

À meus amados tios *Antonio (Tonhão) e Neli*
e irmãos *Artaxerxes (Tato) e Arley*

AGRADECIMENTOS

A Deus por ter me sustentado, suprido minhas necessidades e ter sido meu porto seguro. A Ele meu primeiro e mais importante agradecimento;

Ao meu pai, meu exemplo de homem honesto, correto, sério e dedicado ao seu trabalho. Pelo seu amor, consideração, incentivo e por jamais me permitir desistir. Tudo que sou devo a esse homem, meu exemplo e meu herói;

A minha mãe pelo seu amor imensurável dedicado a mim em todos os momentos que pensava estar só e a duvidar da realização dos meus sonhos. Seu amor incomparável me assistia e dava toda a confiança que precisava pra seguir em frente. Nunca conheci uma mulher tão forte e tão especial;

Aos meus irmãos, Artaxerxes e Arley, e cunhadas Patrícia e Karina, pelo carinho e atenção dedicados nesses 2 anos. É por vocês que busquei tanto e continuarei buscando novas conquistas. Vocês são exemplos pra mim;

Ao Prof. Carlos que me deu a oportunidade de expandir o leque de conhecimentos dentro desta área de pesquisa e que se tornou um exemplo de pesquisador compenetrado e inovador. Pelo seu cuidado para com meu crescimento e pelos conselhos que visavam meu completo amadurecimento e crescimento científico. Sua sabedoria e inteligência estarão gravadas para sempre em minha mente. Que meu total respeito e admiração fique registrado;

A Profa. Ana que desde o início buscou me instruir para que pudesse obter êxito em meu trabalho. Pelo apoio incondicional que dispensou para a concretização da minha iniciação científica e mestrado;

Ao Prof. Carlos José, querido Casé, pelos incontáveis momentos que pude aprender, discutir, questionar e desabafar. Apesar de todos seus afazeres em nenhum momento deixou de me escutar e instruir com grande cuidado e carinho. Que minha admiração e respeito fique registrada;

Aos meus tios, Tonhão e Neli (a quem dedico esta dissertação), pelo carinho e pelo sustento em qualquer necessidade. Valorizo muito o amor de vocês. Esta conquista também devo a vocês. Aos meus primos Gisely, Larissa, Leonardo e Tiago pelo amor e preocupação. À minha querida avó Neusa, pelo amor maternal dispensado a mim. Ao meu melhor amigo, Oziel, pelo ombro e pelos conselhos sempre surpreendentes. Que se torne público meu amor por todos vocês;

Ao Prof. Pedro J. Iunes e ao Prof. Júlio César Hadler Neto, que mesmo não estando corporalmente presentes, incentivaram e acreditaram nesse trabalho. A sabedoria de ambos está

pra sempre guardado em minha mente. À Rosane pelas imagens de MEV e pelo sorriso contagiante;

Ao Prof. Peter Hackspacher, pelo grande apoio material e intelectual que me concedeu. Aos queridos amigos Luiz Felipe, Carina, Daniel e Wagner, que juntamente com o Prof. Peter nos suportaram e instruíram em vários momentos em seus laboratórios;

Ao Prof. Keizo Yukimitu pela importante participação em minha banca.

A Adriana, que em grande parte desde trabalho foi minha companheira. Seu carinho e cuidado para comigo foram essenciais. Também agradeço ao Sr. João e Dona Fátima pelo mesmo carinho que dispensaram me suprimdo tanto emocionalmente quanto materialmente quando necessitei;

A Detinha (Ivaldete da Silva Dupim). Não tenho o que dizer. Você fez parte disso e faz parte da minha vida. Jamais te esquecerei.

A Cleber e Felipe, Maikon, Bia e João pelos momentos de discussão científica e pelos momentos de descontração que passamos juntos. Nosso grupo de pesquisa deve muito a vocês pelo trabalho e dedicação. Vocês foram incríveis;

Aos meus queridos amigos, Makoto, Diogo e Priscila que fraternalmente estiveram ao meu lado. Obrigado pelo carinho e pelos momentos de alegrias e tristezas que pudemos compartilhar. Vocês são muito especiais;

As secretárias Andressa e Djanira, da pós-graduação e à Juvanir, secretária do DFQB. Vocês sempre ajudaram muito. Atenciosas e especiais. Muito obrigado;

Aos professores, amigos de departamento e de curso que cooperaram com este trabalho seja direta ou indiretamente através de suas especiais presenças.

E finalmente, não poderia deixar de mencionar uma pessoa que entrou nesse barco no final da viagem e já se tornou tão importante. Héliida, não vou tentar descrevê-la, pois não conseguiria ser correto nessa tentativa. Basta dizer que os incontáveis conselhos sobre motivação e esperança foram essenciais em uma fase muito complexa deste trabalho. Os momentos de tristeza e pensamentos drásticos, foram completamente suavizados pelo seu amor e dedicação. Agradeço também aos seus pais, Sr. Doniel e Dona Asenathi. Pode parecer demagogia, utopia e outros *ias*, mas espero contar com isto por todas as outras etapas e momentos que tiver que passar em minha vida.

**“Humilhai-vos, pois, debaixo da potente mão de Deus...,
lançando sobre Ele toda a vossa ansiedade, porque Ele tem
cuidado de vós” – I Pedro 5:6-7**

RESUMO

Neste trabalho são apresentadas as idades obtidas em 32 amostras de zircão e 4 de apatita coletadas em cinco formações geológicas pertencentes ao Grupo Bauru, localizado ao norte da Bacia do Paraná através do Método de Traços de Fissão (MTF). As médias das idades encontradas nas formações de Presidente Prudente, Santo Anastácio, Caiuá, Vale do Rio do Peixe e Rio Paraná são: (703 ± 70) Ma, (509 ± 58) Ma, (854 ± 58) Ma, (493 ± 28) Ma e (448 ± 16) Ma, respectivamente. A análise destas idades indica que apesar das amostras terem recebido detritos com grãos de zircão com idades no intervalo de 70 milhões de anos até 1,8 bilhões de anos, estas formações são independentes. As medidas da redução relativa (L/L_0) dos comprimentos de traços confinados, denominado na literatura como *annealing*, nas amostras mais profundas nas formações de Presidente Prudente e Santo Anastácio podem estar indicando hidrotermalismo nestas áreas. Cabe destacar que as amostras de zircão ZMAC27, ZUB29 e ZCOB31 da Formação Presidente Prudente apresentam um *annealing* de até 15%, o que pode estar indicando um hidrotermalismo acentuado, ou seja, esta amostra teria registrado temperaturas da ordem de 220 °C durante alguns milhões de anos. Segundo a literatura, os resultados e as interpretações feitas são geologicamente compatíveis com a região estudada. Para obter os resultados mencionados o Método de Traços de Fissão, MTF, em zircão foi implementado no Laboratório de Microscopia Óptica do DFQB, FCT/UNESP, Presidente Prudente. Também foram realizados alguns estudos teóricos e experimentais usando espalhamento micro-Raman e Microscopia Eletrônica de Varredura, MEV, com a finalidade de aprimorar o MTF em zircão. Estes estudos experimentais se referem a: *i*) anisotropia do ataque químico no zircão em grãos e em um monocristal natural, *ii*) a danificação da rede cristalina na face do eixo-C do zircão em função do tempo de ataque químico e *iii*) uma metodologia alternativa para evitar o uso do reator nuclear no MTF em zircão. Estes estudos fizeram com que os resultados adquiram maior acurácia fazendo com que as interpretações geológicas se tornem mais abrangentes do ponto de vista científico.

Palavras Chave: Datação por traços de fissão, MTF, Zircão e apatita, Grupo Bauru, espectroscopia micro- Raman e MEV.

ABSTRACT

Fission tracks ages obtained in 32 zircon and 4 apatite samples collected in five geological formations belonging to the Grupo Bauru, located at north of Paraná Basin, Brazil, are presented. These formations are Presidente Prudente, Santo Anastácio, Caiuá, Vale do Rio do Peixe and Rio Paraná where the ages averages are: (703 ± 70) Ma, (509 ± 58) Ma, (854 ± 58) Ma, (493 ± 28) Ma and (448 ± 16) Ma, respectively. The analysis of these ages indicates that in spite of the samples they have received detritus with zircon grains with ages in the interval of 70 million years up to 1,8 billion years, these formations are independent. The relative reduction (L/L_0) of confined tracks, denominated in the literature as annealing, in the deepest samples in Presidente Prudente and Santo Anastácio formations can be indicating hydrothermalism in these areas. The zircon samples ZMAC27, ZUB29 and ZCOB31 of the Presidente Prudente formation presents an average annealing of ~15%. That is, these samples could have registered temperatures around 220 °C during some millions years. According to the literature, the results and the interpretations are geologically compatible with the studied area. To obtain these results the Fission Track Method, MTF, in zircon was implemented in the Laboratory of Optical Microscopy of DFQB, FCT/UNESP, P Prudente. Some experimental and theoretical studies also were accomplished using micro-Raman and SEM techniques. These experimental studies are: i) etch anisotropy in zircon grains and a natural monocrystal, ii) the damage of crystalline structure in the C-axis of the zircon in function of etch time and iii) an alternative methodology to avoid the use of the nuclear reactor in zircon FTM. These studies did with that the fission tracks ages results acquire larger accuracy doing with that geological interpretations becomes including of the scientific point of view.

Keywords: Fission Track dating, FTM, Zircon and apatite, Bauru Group, micro-Raman spectroscopy and SEM.

LISTA DE FIGURAS

Figura 01: Formação do traço latente (Wagner and Van den Haute, 1992 - modificado)	17
Figura 02: Montagem para irradiação das amostras.....	21
Figura 03: Esquema do Método do Detector Externo	23
Figura 04: Mapa geológico simplificado da área de estudo	29
Figura 05: Monocristal de zircão.....	31
Figura 06: Prensa adaptada à chapa térmica para fixar os grãos de zircão no teflon.....	33
Figura 07: Grão homogêneo e espectros das regiões A, B e C, sem ataque e com 6, 12 e 18 horas de ataque químico.....	35
Figura 08: Grão anômalo e espectros das regiões A e B, sem ataque e com 6, 12 e 18 horas de ataque químico.	36
Figura 09: Grão não-homogêneo e espectros das regiões A e B, sem ataque e com 6, 12 e 18 horas de ataque químico.....	36
Figura 10a: Espectroscopia micro-Raman em três regiões de um grão da amostra ZMA25 (entre parêntese intensidade da banda principal). Acima, a figura em destaque mostra os detalhes da abertura (FWHM) na banda 1008 cm^{-1} , em cada uma das regiões.	39
Figura 10b: Microscopia óptica e imagem 3D das regiões A e B na amostra ZMA25.....	40
Figura 11a: Espectroscopia micro-Raman em três regiões de um grão da amostra ZBC34 (entre parêntese intensidade da banda principal). Acima estão detalhes da FWHM na banda 1008 cm^{-1}	40
Figura 11b: Microscopia óptica e imagem 3D ao longo da área retangular marcada acima na amostra ZBC34.....	41
Figura 12a: Espectroscopia micro-Raman em três regiões de um grão da amostra ZCOB31 (entre parêntese intensidade da banda principal). Acima estão detalhes da FWHM na banda 1008 cm^{-1}	41
Figura 12b: Microscopia óptica e imagem 3D das regiões A e B na amostra ZCOB31.....	42
Figura 13: Imagens obtidas via MEV com aumento nominal de 1330X, 1600X e 1030X, respectivamente	44
Figura 14: Microscopia óptica do monocristal de zircão.....	45
Figura 15: Distribuição de idades obtidas grão à grão na Formação Presidente Prudente.....	48

Figura 16: Distribuição de idades e dos comprimentos dos traços confinados da Formação Presidente Prudente.....	48
Figura 17: Distribuição de idades obtidas grão à grão na Formação Santo Anastácio	50
Figura 18: Distribuição de idades e dos comprimentos dos traços confinados da Formação Santo Anastácio	50
Figura 19: Distribuição de idades obtidas grão à grão na Formação Caiuá	51
Figura 20: Distribuição de idades e dos comprimentos dos traços confinados da Formação Caiuá	51
Figura 21: Distribuição de idades obtidas grão à grão na Formação Vale do Rio do Peixe...	52
Figura 22: Distribuição de idades e dos comprimentos dos traços confinados da Formação Vale do Rio do Peixe	52
Figura 23: Distribuição de idades obtidas grão à grão na Formação Rio Paraná	53
Figura 24: Distribuição de idades e dos comprimentos dos traços confinados da Formação Rio Paraná	53
Figura 25: Distribuição de idades obtidas grão à grão na área total de pesquisa.....	54
Figura 26: Distribuição de idades e dos comprimentos dos traços confinados da área total de pesquisa	55
Figura 27: CR-39 justaposto na amostra JP após 2 meses de exposição (a) e grãos respectivos de zircão da amostra JP (b).....	62
Figura 28: Distribuição das idades da amostra JP obtidas através de uma nova proposta de metodologia de MTF sem uso do reator nuclear	64

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Amostras utilizadas neste trabalho	30
Tabela 2: Número de Onda (cm^{-1}) e atribuições das bandas principais dos espectros micro-Raman obtidos usando laser de 514,5 nm	42
Tabela 3: Largura (FWHM) da banda principal, 1008 cm^{-1} correspondentes às figuras 09a, 10a e 11a.....	43
Tabela 4: Composição química obtida via MEV/EDX	45
Tabela 5: Idades das amostras de zircão	46
Tabela 6: Idades das amostras de apatita	56
Tabela 7: Idades das amostras de zircão e apatita do sudeste do estado de São Paulo	57

SUMÁRIO

I – INTRODUÇÃO	16
II – OBJETIVOS	19
III – DESENVOLVIMENTO TEÓRICO	20
3.1 – Irradiação	21
3.2 – Método das Populações (MP) e Método do Detector Externo (MDE)	21
3.2.1 – Método das Populações (MP).....	22
3.2.2 – Método do Detector Externo (MDE).....	22
3.3 – Equação da Idade	23
3.4 – <i>Annealing</i>	26
IV – MATERIAIS E MÉTODOS	27
4.1 – Geologia da área de estudo	27
4.2 – Coleta das amostras	28
4.3 – Separação de minerais	31
4.4 – Montagem e ataque químico.....	32
4.4.1 – Apatita.....	32
4.4.2 – Zircão	32
4.5 – Microscopia óptica, espectroscopia micro-Raman e MEV	33
V – RESULTADOS E DISCUSSÕES	34
5.1 – Caracterização do zircão via microscopia óptica, espectroscopia micro-Raman e MEV	34
5.1.1 – Danificação da rede cristalina em função do tempo de ataque químico.....	34
5.1.2 – Anisotropia de ataque químico.....	38
5.1.2.1 – Composição química obtida via MEV/EDX	43
5.1.3 – Anisotropia de ataque químico em um monocrystal de zircão	45
5.1.4 – Idades das formações pertencentes ao Grupo Bauru	46

VI – INTERPRETAÇÃO GEOLÓGICA DAS IDADES	56
6.1 – Formação Presidente Prudente.....	58
6.2 – Formação Santo Anastácio	59
6.3 – Formação Caiuá.....	59
6.4 – Formação Vale do Rio do Peixe.....	60
6.5 – Formação Rio Paraná.....	60
 VII – PROPOSTA DE UMA NOVA METODOLOGIA DE MTF SEM USO DO REATOR NUCLEAR.....	 61
 VIII – CONCLUSÕES.....	 65
 IX – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	 66

I – INTRODUÇÃO

Nos últimos anos o grupo de pesquisa de Detectores de Traços Nucleares de Estado Sólido, *DETRANES*, do DFQB/FCT da UNESP, Presidente Prudente, vem realizando estudos com diversos minerais como vidros vulcânicos, apatita e zircão. Atualmente as pesquisas estão direcionadas ao desenvolvimento das etapas experimentais necessárias à datação de apatita e zircão, através do trabalho realizado pelos pesquisadores e alunos de mestrado e iniciação científica. A rotina da datação destes minerais está implementada.

O Método de Traços de Fissão, MTF, é um método de datação que vem sendo estudado há aproximadamente 40 anos. Young, em 1958, foi o primeiro pesquisador a observar que materiais dielétricos registram a passagem de partículas carregadas que, ao se deslocarem relativamente com altas energias, deixam uma trilha de ionização (traços) nesses materiais. Estes traços foram observados pela primeira vez via Microscópio de Transmissão Eletrônica. No entanto foi a partir da década de 60 que a datação com traços de fissão nasceu. Trabalhos como os de R. L. Fleischer, P. B. Price e R. M. Walker, da General Eletric (EUA) descobriram:

- a possibilidade de se revelar quimicamente os traços decorrentes dos danos de radiação, produzidos por partículas carregadas ao longo de seus percursos nos sólidos; é importante mencionar que a revelação química permitiu a observação dos traços através de microscópios óticos comuns, evitando-se o uso de microscópios eletrônicos, que são menos apropriados para esta tarefa, embora as primeiras observações de traços em minerais tenham sido feitas no microscópio eletrônico e;
- a existência dentro de alguns minerais e vidros naturais de traços que poderiam ser classificados como traços fósseis, porque tinham sido produzidos durante a história geológica do mineral.

Os pesquisadores da General Eletric, acima citados, identificaram que estes traços são formados pelos fragmentos da fissão de núcleos do isótopo do urânio, o ^{238}U . A partir deste ponto nasceu um novo método de datação semelhante a outros métodos radiométricos, nos quais a determinação quantitativa de um elemento radiogênico “filho” e do elemento “pai”, conduz, através da meia vida, à medida da idade.

Este método permite obter a idade de amostras que possuem dezenas de ppm de urânio natural e pode ser utilizado para datar minerais cristalinos e amorfos, tais como obsidianas, apatita, zircão, epídoto, dentre outros (Green et al., 1986; Crowley et al., 1991; Carlson et al.,

1999; Osório et al, 2002, Osório et al, 2003, Barbarand et al., 2003; Ravenhurst et al., 2003; Tello et al., 2005, Curvo et al, 2005, Tello et al., 2006).

O isótopo ^{238}U tem a probabilidade de fissionar espontaneamente criando um traço latente (desarranjo da estrutura cristalina devido à grande carga, massa e energia liberada pela fissão). Os traços latentes são continuamente produzidos no mineral, com o fluir do tempo, e estes podem ser observados ao microscópio óptico após um ataque químico conveniente. O ataque químico padrão utilizado no zircão é $\text{NaOH}:\text{KOH}$ a $225 \pm 2^\circ\text{C}$ em tempos que podem variar de 4 à 72 horas (Garver, 2005) e para apatita é HNO_3 ao 5%, à 20°C , durante 55 segundos (Tello et al, 2003). A figura 01 ilustra um modelo “*íon explosion spike*” de Fleischer et al (1965h) modificado, que explica como ocorre o processo de formação do traço latente, onde (A) ocorre a ionização dos átomos da rede cristalina devido à fissão nuclear e, (B) por repulsão coulombiana, ocorre um afastamento desses átomos. Em seguida há uma (C) relaxação da rede cristalina que resulta na formação do traço latente com aproximadamente 16 μm de comprimento no caso da apatita e 11 μm no zircão. O diâmetro em ambos minerais é da ordem de alguns angstroms.

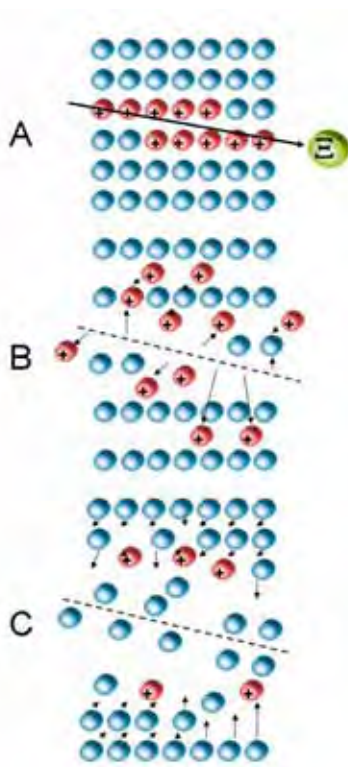


Figura 01. Formação do traço latente (Wagner and Van Den Haute, 1992 - modificado)

A idade pode ser obtida fazendo uma medida, ao microscópio óptico, da densidade de traços de fissão espontânea e de fissão induzida. Os traços de fissão induzida são obtidos através da irradiação da amostra com um fluxo de nêutrons térmicos, no reator nuclear, ocasionando a fissão do isótopo ^{235}U e sua medida é feita em um detector externo chamado mica muscovita. Esta irradiação é utilizada para evitar a medida de forma direta do número de átomos do isótopo ^{238}U na amostra. A análise de traços de fissão espontânea em apatita e zircão, por exemplo, permite determinar a história térmica da região onde a amostra foi coletada através do fenômeno de *annealing* (encurtamento dos traços através da temperatura em tempos geológicos).

Cada mineral possui suas próprias características frente ao fenômeno de encurtamento dos traços devido à ação da temperatura (*annealing*). No caso da apatita a temperatura de annealing total é $\sim 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ e no zircão é de $\sim 220\text{ }^{\circ}\text{C}$ em tempos geológicos. Ou seja, a datação destes minerais nos fornece a idade do último evento térmico que causou o apagamento total dos traços. Quando o annealing é parcial (o que pode acontecer mesmo à temperatura ambiente e em tempos geológicos) a idade pode ser obtida via os métodos de correção que levam em conta o quanto os traços foram apagados.

Particularmente no caso da apatita, o annealing parcial ocorre na faixa de temperatura de $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ – $120\text{ }^{\circ}\text{C}$, que coincide com a janela de maturação dos hidrocarbonetos, em milhões de anos. Tal característica torna este método uma importante ferramenta na avaliação dos riscos e incertezas na exploração do petróleo. Outra aplicação importante é no estudo de eventos tectônicos. Nestes eventos há liberação de calor que fica registrada no encurtamento parcial dos traços de fissão. Estas aplicações fizeram com que o Método dos Traços de Fissão, MTF, especialmente em apatita, alcançasse grande desenvolvimento nas últimas duas décadas (Laslett et al., 1987; Tello et al., 2003; Hackspacher et al., 2004; Tello et al., 2005; Hadler et al., 2005).

O desenvolvimento do MTF para o zircão é importante, pois a temperatura de fechamento (temperatura em que os traços são completamente apagados em tempos geológicos) do zircão, como comentado anteriormente, é $\sim 220\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Tagami et al., 1990). Ou seja, com este método podemos detectar eventos térmicos mais intensos e/ou encontrar idades próximas da idade de cristalização de alguns minerais. Desta forma o zircão se torna um excelente complemento da apatita para estudar a tectônica de regiões geológicas. Outra aplicação do MTF em zircão é na prospecção de hidrocarbonetos, isto porque em profundidades onde a apatita sofreu annealing total o zircão ainda pode dar informação da

evolução térmica da bacia onde se fez a perfuração (Tagami *et al.*, 1990; Yamada *et al.*, 1995; Tagami *et al.*, 1996a; Yamada *et al.*, 1998; Yamada *et al.*, 2003).

Um total de 32 amostras de zircão e 4 amostras de apatita foram datadas e as interpretações geológicas destes dados são apresentadas. Este conjunto de idades engloba cinco formações, são elas: formações Presidente Prudente, Santo Anastácio, Caiuá, Vale do Rio do Peixe e Rio Paraná.

Em relação aos estudos teóricos e experimentais foi realizada a caracterização do zircão, através de microscopia óptica, espectroscopia micro-Raman e Microscopia Eletrônica de Varredura, MEV.

Além de amostras do Grupo Bauru foram utilizadas neste trabalho uma amostra de João Pessoa-PB (cortesia da empresa Millennium Inorganic Chemicals), aqui chamada de JP e um monocrystal da região do Rio do Peixe, estado de Goiás (cedida pelo Dr. Luiz Felipe Ribeiro do IG/UNESP- Rio Claro).

II - OBJETIVOS

Através da implementação do MTF no Grupo de pesquisa DETRANES, 32 amostras de zircão e 4 amostras de apatita foram datadas e as interpretações geológicas destes dados são apresentadas. Este conjunto de idades engloba cinco formações, são elas: formações Presidente Prudente, Santo Anastácio, Caiuá, Vale do Rio do Peixe e Rio Paraná. Com estes resultados foi possível realizar estudos sobre: *i*) alinhamentos estruturais identificados na região do Grupo Bauru; *ii*) a subdivisão das unidades do Grupo Bauru delimitadas no mapeamento geológico do Estado de São Paulo; *iii*) e determinar parcialmente a intensidade, tempo e direção do hidrotermalismo devido a altas temperaturas em tempos geológicos desta área em estudo.

Análises através de microscopia óptica, espectroscopia micro-Raman e MEV foram realizadas a fim de estudarmos a reatividade da estrutura cristalina do zircão frente ao ataque químico e a presença de anisotropia de ataque químico. Os resultados obtidos mostraram a existência de três tipos de grãos, aqui denominados de grãos homogêneos, anômalos e não-homogêneos e que existe anisotropia de ataque químico mesmo que avaliemos a mesma face do zircão. As discussões decorrentes destes resultados são apresentadas na seção V.

Foram objetivos principais:

- Implantar o MTF em apatita e zircão para determinar a idade e a história térmica de formações geológicas. Especificamente datou-se amostras pertencentes ao Grupo Bauru;
- Especificamente no caso do zircão, caracterizar sua superfície através de microscopia óptica, espectroscopia micro-Raman e MEV

Outros estudos que foram realizados, tais como *i)* a avaliação da anisotropia de ataque químico em um monocristal de zircão e *ii)* a proposta de um novo método de datação via MTF onde não seja necessário o uso do reator nuclear.

III - DESENVOLVIMENTO TEÓRICO

3.1 – Irradiação

No MTF, é necessário irradiar a amostra para evitar a medida de forma direta do número de átomos do isótopo ^{238}U . A medição direta do número de átomos de ^{238}U só pode ser realizada através de um espectrômetro de massa. Assim, as montagens depois de serem incrustadas no Teflon® (PFA), polidas e atacadas quimicamente são justapostas a um detector externo, que neste caso é a mica Muscovita, vidro natural com baixa quantidade de urânio (utilização do MDE). Mesmo assim, para evitar contagens de traços que fissionaram naturalmente na mica, esta precisa ser atacada (HF, 48% a 15 °C durante 90 minutos) previamente antes da irradiação. Depois da irradiação, esta mica é atacada novamente de tal forma que se existir algum traço de fissão espontânea dentro da mica ele terá o dobro do tamanho dos traços induzidos do ^{235}U da amostra de zircão. Desta forma, ele pode ser identificado e descartado na contagem que nos fornece a medida da densidade de traços de fissão induzida.

Todas as amostras são colocadas em um arranjo, como indicado na figura 02, para serem irradiadas no reator nuclear do IPEN/CNEN. No caso do zircão a fluência nominal utilizada foi de 5×10^{14} nêutrons/cm² e na apatita foi de 5×10^{15} nêutrons/cm². Os vidros dopados com urânio são utilizados para determinar a Fissão por Núcleo Alvo do Mineral (R_M)

e filme fino de Tório para obtermos a quantidade de fissões por núcleo alvo de ^{232}Th ocorridas no mineral devido à irradiação. É importante ressaltar que os traços, depois de serem revelados não são afetados pela irradiação de nêutrons no reator nuclear. Como descrito anteriormente o ataque químico padrão utilizado no zircão é $\text{NaOH}:\text{KOH}$ a $225 \pm 2^\circ\text{C}$ em tempos que podem variar de 4 à 72 horas (Garver, 2005), dependendo da amostra. O critério utilizado para atingir o tempo de ataque ideal é fazê-lo até que os diâmetros dos traços confinados meçam aproximadamente $2\text{ }\mu\text{m}$ (Yamada et al., 1998). O ataque químico padrão da apatita é HNO_3 ao 5%, à 20°C , durante 55 segundos (Tello et al, 2003). Depois da irradiação das amostras, mede-se a densidade de traços de fissão espontânea e induzida dos traços para determinar a idade de cada amostra.

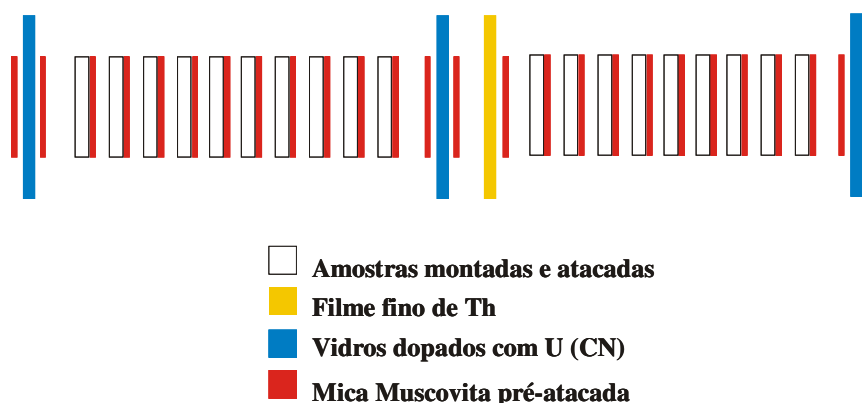


Figura 02. Montagem para irradiação das amostras.

3.2 – Método das Populações (MP) e Método do Detector Externo (MDE)

Para realizar datações utilizando o MTF foram desenvolvidos diversos procedimentos (Fleischer *et al.*, 1975; Naeser *et al.*, 1979b; Gleadow, 1981; Hurford e Green, 1981; Storzer e Wagner, 1969). A principal diferença existente entre esses é a análise de traços induzidos. Se, na análise de traços induzidos, os mesmos grãos são utilizados para analisar os traços de fissão espontânea, tem-se um procedimento denominado grão por grão (Método do Detector Externo, MDE). Se a análise de traços induzidos usa grãos diferentes daqueles utilizados na análise de traços espontâneos, tem-se um procedimento por população de grãos (Método das Populações, por exemplo, Curvo, 2002).

3.2.1 – Método das Populações (MP)

Para a datação utilizando o Método das Populações (MP) a amostra deve ser dividida em duas parcelas: uma para a contagem dos traços de fissão espontânea (ρ_s) e a outra parcela é aquecida até que todos os traços fósseis sejam apagados (*annealing* total) para que, posteriormente, seja utilizada para a contagem dos traços de fissão induzida (ρ_I) (Wagner e Van Den Haute, 1992). No caso da apatita o aquecimento para que todos os traços fósseis sejam apagados é realizado à 400 °C durante 10 horas e no caso do zircão à 1000 °C durante 2 horas. Após o tratamento térmico em laboratório, a parcela aquecida é submetida a uma irradiação em um reator nuclear, para que ocorram as fissões induzidas do ^{235}U . As duas parcelas, uma contendo traços fósseis e a outra contendo traços induzidos, são montadas e após o lixamento e polimento, são submetidas ao ataque químico característico de cada mineral.

A fração contendo traços fósseis é utilizada também para determinar a medida da distribuição de comprimentos dos traços confinados. Após a obtenção das densidades de traços de fissão espontânea e traços de fissão induzida, é possível se determinar a idade da amostra e, portanto, da região onde esta foi coletada.

3.2.2 – Método do Detector Externo (MDE)

Para a datação utilizando o Método do Detector Externo (MDE), os grãos de zircão e apatita são escolhidos e montados de forma ordenada (matriz) com aproximadamente 100 grãos. Os traços de fissão espontânea são revelados através de ataque químico conveniente e analisados em microscópio óptico. Posteriormente a mesma amostra é acoplada a uma mica muscovita (que faz o papel de detector externo) para ser irradiada com nêutrons térmicos.

Os traços induzidos do ^{235}U que se estenderem até a superfície do mineral, serão detectados pela mica muscovita, deixando na mesma uma imagem especular dos grãos contidos na montagem. Após um ataque químico feito com HF ao 48% a 15 °C durante 90 minutos pode ser feita a análise dos traços de fissão induzida revelados na mica muscovita.

O MDE é bastante apropriado para amostras retiradas de bacias sedimentares ou locais onde se podem ter grãos de diferentes populações, mesmo que estes grãos tenham sido retirados de uma mesma rocha anfitriã. Nos dois casos, a quantidade de urânio pode variar de

grão para grão. Como cada grão é datado separadamente, a quantidade de traços observados na mica pode trazer informações sobre a diferença no conteúdo de ^{235}U existentes em cada grãos.

A figura 03 ilustra a forma com que os traços de fissão induzida são gravados no detector externo. À exemplo, utilizou-se na lustração grãos de zircão. Os grãos são montados em teflon e após lixamento, polimento e ataque químico, acopla-se uma mica muscovita (detector externo) a quais são submetidos a uma irradiação.

O MDE foi o método utilizado na datação das amostras deste trabalho.

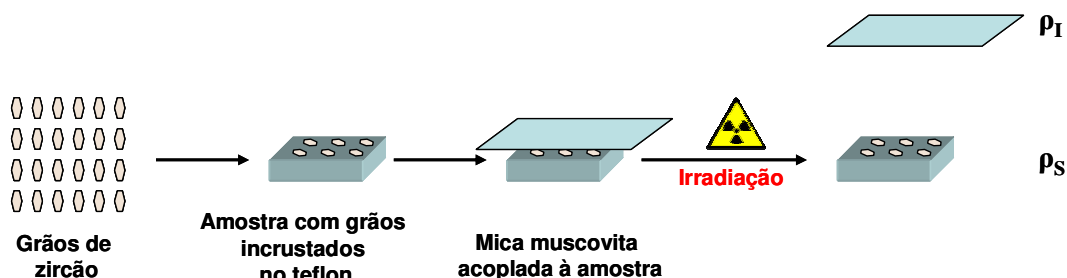


Figura 03. Esquema do Método do Detector Externo.

3.3 – Equação da idade

Para determinar a densidade de fissão espontânea e induzida no caso do MDE se considera quatro pontos de referência, dois deles são buracos obtidos perfurando (com uma ponta fina) a mica até atingir a montagem de teflon no caso do zircão e a resina no caso da apatita. Os outros dois pontos referenciais são obtidos com 2 grãos de zircão que se refletem totalmente (após a irradiação) na mica dada a sua grande quantidade de urânio, procedimento utilizado tanto para o zircão quanto para a apatita. Estes referenciais são inseridos em um programa AUTOSCAN[®] que trabalha junto com um sistema de microscopia que possui uma mesa automática com movimentos no plano e no eixo z. Assim, a imagem de cada grão é localizada automaticamente através deste sistema. Isto permite contar os traços de fissão espontânea no grão e os induzidos na mica. Desta forma podemos obter a idade de cada grão. Fizemos estas medidas no laboratório de microscopia óptica do Grupo de Cronologia da UNESP, Rio Claro, dirigido pelo Prof. Dr. Peter Hackspacher, que possui este sistema de microscopia.

A contagem dos traços, para obter as densidades fóssil e induzida, é realizada em uma área específica denominada campo que é escolhida aleatoriamente na parte central de cada grão.

Os erros das medidas das densidades são desvios padrões de médias de distribuições poissonianas enquanto que os erros das medidas de comprimentos correspondem a desvios padrões de médias de distribuições gaussianas. As medições de densidade foram feitas ao microscópio óptico com um aumento nominal de 10X150 à seco.

Os dados utilizados na equação da idade são obtidos após a análise ao microscópio dos traços de fissão espontânea, obtendo-se a densidade, ρ_S , e a densidade dos traços de fissão induzida, ρ_I . A densidade, ρ_S , está relacionada com o número de átomos de urânio, ^{238}U e outros parâmetros através da equação 01:

$$\rho_S = \epsilon^{238} \cdot N_U \cdot C_{238} \cdot \frac{\lambda_F}{\lambda} \cdot [\exp(\lambda \cdot T) - 1] \quad (01)$$

Onde ϵ^{238} é um fator de detecção, que representa a razão entre o número de traços de fissão do ^{238}U , observados por unidade de superfície e o número de fissões espontâneas ocorridas no mineral, por unidade de volume; N_U é o número de átomos de urânio por unidade de volume, presente no mineral; C_{238} é a concentração isotópica do ^{238}U no urânio natural; λ_F é a constante de decaimento por fissão espontânea do ^{238}U ; e λ é a constante de decaimento alfa do ^{238}U .

Para se evitar as difíceis determinações de ϵ^{238} e N_U , o mineral a ser datado é submetido a uma irradiação com nêutrons em um reator nuclear e a densidade de traços de fissão induzida por nêutrons (descrita na seção anterior), observável no mineral por unidade de superfície, ρ_I , pode ser escrito como:

$$\rho_I = \epsilon^{235} \cdot N_U \cdot R_M \quad (02)$$

onde,

$$R_M = R_U + \left(\frac{N_{Th}}{N_U} \right) \cdot R_{Th} \quad (03)$$

onde,

$$R_U = \frac{\rho_U^V}{N_U^V \epsilon^V} \quad (04)$$

Onde ϵ^{235} é um fator de detecção, que representa a razão entre o número de traços de fissão do ^{235}U , observados por unidade de superfície e o número de fissões induzidas ocorridas no mineral, por unidade de volume; C_{235} é a concentração isotópica do ^{235}U no urânio natural e $N_{\text{Th}}/N_{\text{U}}$ é a razão tório-urânio do mineral. A equação 03 leva em conta o tório, também presente como impureza nos minerais. Onde o segundo termo da equação (03) pode ser desconsiderado já que a razão tório-urânio, geralmente é considerada baixa na literatura ($\sim 1,3$). Este termo teria que ser considerado no caso de rochas pigmatíticas onde a razão tório-urânio é ~ 30 (Iunes et al., 2005). Na equação (04), ρ_U^V é a densidade de traços induzidos na mica acoplada aos vidros dopados com urânio e $N_U^V \epsilon^V$ é um fator de calibração obtido usando filmes de urânio e tório natural (Iunes et al., 2002b).

Relacionando as equações 01 e 02 pode-se obter a idade do mineral através da equação 06 efetuando-se as medidas de ρ_s , ρ_l e R_M :

$$T = \frac{1}{\lambda} \ln \left[1 + \frac{g(\rho_s/\rho_l)}{(\epsilon^{238}/\epsilon^{235})} \left(\frac{\lambda}{\lambda_F} \right) \left(\frac{R_M}{C_{238}} \right) \right] \quad (06)$$

Onde g é o fator de geometria (igual a 0,684 para o MDE em zircão e 0,56 para a apatita). As idades obtidas através do MTF são apresentadas na seção VI.

Da equação 06, pode-se obter a idade do mineral, assumindo que os traços fósseis presentes no mineral (devido à fissão espontânea do ^{238}U) não sofreram *annealing* (encurtamento dos traços por temperatura) e as eficiências de detecção de fragmentos de fissão são iguais tanto para fissão espontânea como para fissão induzida, ($\epsilon^{238} = \epsilon^{235}$), ou seja, as características da fissão em ambos os casos são iguais. Em Bigazzi et al. (1991a) foi observado que, em situações onde não há *annealing*, as eficiências de detecção de fragmento de fissão induzida do ^{235}U são iguais à eficiência de detecção de fragmentos de fissão

espontânea do ^{238}U . Isto fortalece a hipótese de um mesmo ϵ para os três isótopos, ^{238}U , ^{235}U e ^{232}Th .

3.4 – *Annealing*

O fenômeno conhecido como *annealing* é capaz de reordenar a estrutura do sólido que foi desordenada pela passagem de um fragmento de fissão (Fracalossi, 2007), isto é, os átomos que foram deslocados com a formação dos traços podem retornar ao seu local de origem quando expostos a um tratamento térmico. Este fato indica que os traços latentes são processos reversíveis.

Quando uma amostra sofre um *annealing*, a idade obtida é menor que a idade de formação do mineral, isto acontece porque o *annealing* faz com que os traços de fissão espontânea sofram uma redução no seu comprimento e densidade, com isso haverá uma diminuição nas eficiências de observação desses traços fosseis em relação aos traços induzidos que são isentos de *annealing* (ϵ^{238} é menor em comparação com ϵ^{235}). Assim a idade obtida é uma idade aparente (idade menor que a de formação dos cristais), e podem ser corrigidas para obtenção da idade em que os traços começaram a ser gravados na amostra. O grau de *annealing* é comumente expresso pela redução da densidade do traço ρ ou tamanho do traço l – normalizado para o valor original ρ_0 ou l_0 antes do apagamento – sobre várias condições de tempo e temperatura (Wagner and Van Den Haute, 1992).

As causas geológicas capazes de influenciar a estabilidade dos traços de fissão latentes nos minerais têm como candidatos: tempo, temperatura, pressão, soluções intergranulares e radiações ionizantes. Fleischer et al. (1965h) estabeleceu que a temperatura é de longe o parâmetro mais dominante, observando que os traços foram tornando-se gradualmente menos numerosos e mais curtos com o aumento da temperatura e duração do *annealing*.

O fenômeno de redução do comprimento dos traços durante o *annealing* é de fundamental importância na datação de traço de fissão porque serve de uma base para a obtenção das histórias térmicas de regiões de interesse geológico. As medidas do comprimento dos traços são freqüentemente apresentadas como histogramas que são especificados pelo valor médio e desvio padrão.

Cada mineral possui suas próprias características frente ao fenômeno de encurtamento dos traços devido à ação da temperatura (*annealing*). No caso da apatita a temperatura de annealing total é ~ 120 °C e no zircão é de ~ 220 °C em tempos geológicos. Ou seja, a datação destes minerais nos fornece a idade do último evento térmico que causou o apagamento total dos traços. Quando o *annealing* é parcial (o que pode acontecer mesmo à temperatura ambiente e em tempos geológicos) a idade pode ser obtida via os métodos de correção que levam em conta o quanto os traços foram apagados.

IV - MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 – Geologia da área de estudo

O Grupo Bauru formou-se no Neocretáceo (~ 100 Ma), no centro-sul da Plataforma Sul-Americana, em evento de compensação isostática posterior ao acúmulo de quase 2000 m de lavas basálticas, ocorrido no Cretáceo Inferior (~ 140 Ma). Desenvolveu-se como bacia continental interior, pós-ruptura do continente gondwânico, acumulando uma seqüência sedimentar essencialmente arenosa, hoje com espessura máxima de cerca de 300 m e área de 370.000 Km². A seqüência tem por substrato basaltos da Formação Serra Geral, dos quais é separada por não-conformidade, e limite superior erosivo, demarcado pela Superfície Sul-Americana ou sua posterior dissecação. No Brasil, ocorre na parte ocidental do estado de São Paulo, no noroeste do Paraná, no leste e Mato Grosso do Sul, no Triângulo Mineiro e no sul de Goiás.

O preenchimento do Grupo Bauru se deu em clima semi-árido a árido, entre o Coniaciano (~ 90 Ma) e o Maestrichtiano (~ 60 Ma), intervalo definido com base na idade de fósseis de dinossauros (Huene 1939), idade absoluta de intercalações de rochas vulcânicas (Coulinho *et al.* 1982), e na correlação com a deposição da Formação Santos (Pereira e Feijó 1994), na Bacia de Santos. As formações pertencentes ao Grupo Bauru estudadas neste trabalho são: Presidente Prudente, Santo Anastácio, Caiuá, Vale do Rio do Peixe e Rio Paraná.

De acordo com Fernandes (2004) a Formação Presidente Prudente é composta de arenitos muito finos a finos, marrom avermelhado a bege, moderadamente a mal selecionada, com matriz lamítica, com alternância de lamitos argilosos de cor marrom escuro, tendo sido

depositada em ambiente continental desértico, fluvial meandrante (Godoy et al, 2006). A Formação Santo Anastácio é constituída de arenitos quartzosos subarcoseanos finos a muito finos, com seleção pobre e pouca matriz siltargilosa, com grãos subangulosos a subarredondados, encobertos por película de óxidos de ferro, dispostos em estratos arenosos tabulares de aspecto maciço, típicos de depósitos de lençóis de areia, marginais aos mares de areia. A Formação Vale do Rio do Peixe é composta de arenitos muito finos a finos, de cor marrom, rosa e alaranjado, seleção moderada a boa, com aspecto maciço típico de lençóis de areia ou com estratificação cruzada tabular e acanalada de médio a pequeno porte, sendo que na parte oeste e norte do Estado de São Paulo, são comuns as intercalações com siltitos originados de depósitos de loesse. A Formação Caiuá constituição característica das formações Santo Anastácio e Rio Paraná (Paulo e Silva et al, 2003, Fernandes 2004, Fernandes et al, 2007). A Formação Rio Paraná comumente exhibe notável estratificação cruzada de médio a grande porte (*sets* de até 10 m de altura), limitados por superfícies de truncamento de 2ª ordem, de baixa inclinação, algumas vezes com estratos submétricos de lamitos arenosos maciços intercalados. É constituída por arenitos marrom-vermelhados a arroxeados, finos a muito finos (raramente médios a grossos), quartzosos. Mineralogicamente são supermaturos, com boa maturidade textural. Os arenitos são bem selecionados por lâmina ou estrato, com grãos bem arredondados nas frações mais grossas, pouca matriz siltoargilosa (Fernandes *et al.* 1994, Fernandes e Coimbra, 2000).

4.2 – Coleta de amostras

Um total de 55 amostras foram coletadas na região de estudo sendo que 23 amostras foram descartadas, depois da separação dos minerais, por *i)* não possuir boa qualidade e/ou *ii)* por não apresentar número suficiente de grãos de zircão e apatita para montagem. As 32 amostras restantes foram datadas. 32 datações em zircão e 4 em apatita. A figura 04 mostra o mapa geológico simplificado da área de estudo também como os pontos onde foram coletadas as amostras. A área de estudo está dentro do Grupo Bauru, localizado ao norte da Bacia do Paraná e envolve cinco formações, são elas: Presidente Prudente, Santo Anastácio, Caiuá, Vale do Rio do Peixe e Rio Paraná, descritas em 4.1.

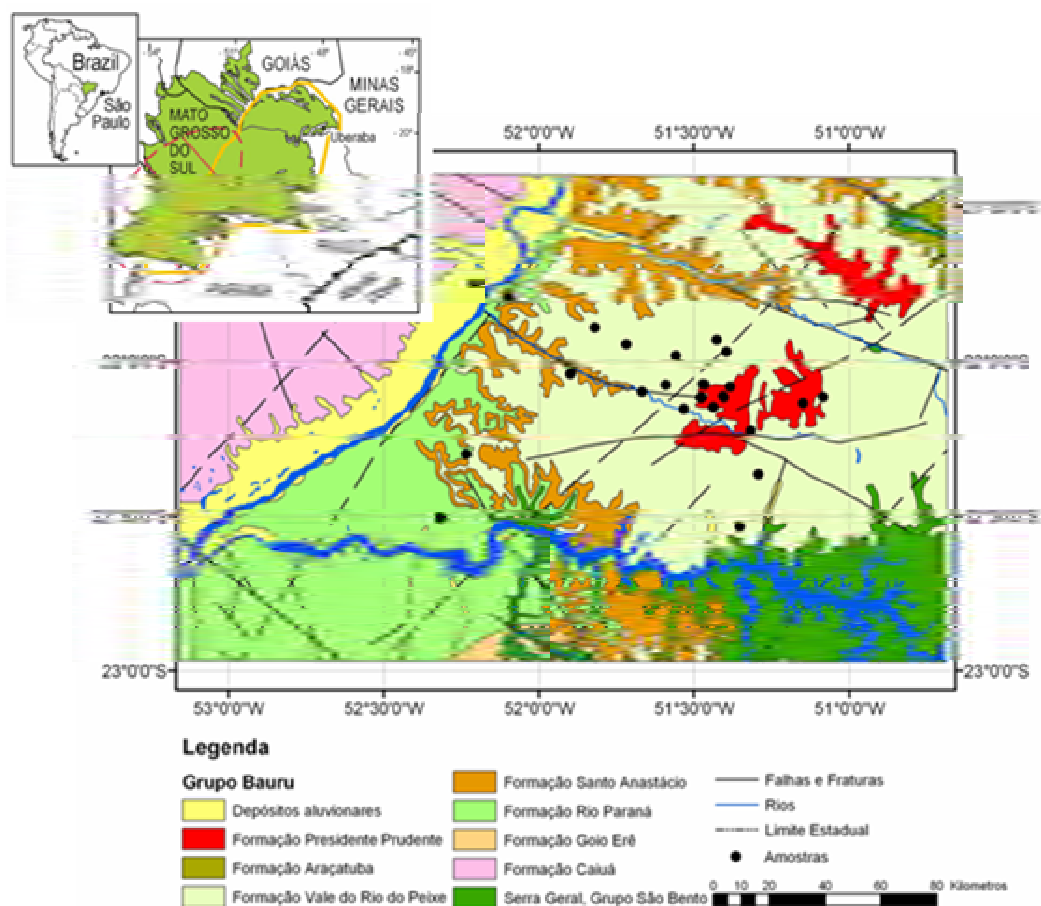


Figura 04. Mapa geológico simplificado da área de estudo.

Na tabela 1 são apresentadas as características das amostras coletadas na área de estudo mostrada na figura 04. As amostras foram divididas em dois grupos. O primeiro possui 15 amostras coletadas em nove pontos diferentes, cedidas pelo Prof. Dr. Manoel Godoy, do Departamento de Geografia da UNESP de Presidente Prudente. Estas amostras foram coletadas de poços perfurados pela SABESP com a finalidade de encontrar água. A profundidade máxima destes poços é de aproximadamente 200 m. Neste trabalho os resultados deste primeiro grupo são apresentados. O segundo grupo possui 17 amostras que foram coletadas na superfície, em diferentes afloramentos. Esta coleta foi realizada com o apoio do Prof. Dr. Manoel Godoy da UNESP de Presidente Prudente e do Prof. Dr. Peter Hackspacher da UNESP de Rio Claro. É importante ressaltar que os afloramentos de rochas detríticas na região são escassos, fato que fez com que rodássemos uma grande quantidade de quilômetros.

Tabela 1. Amostras utilizadas neste trabalho.

	Local	Nome	Prof. (m)	Altitude (m)	Coordenadas UTM	
					E	N
Grupo 1	Álvares Machado	ZAM32	10	-	451862	7557820
	Bela Vista	ZBV33	78	-	451722	7552470
	Beto Carreiro	ZBC34	20-80	-	491200	7553300
	Centro Olímpico	ZCO30	103	-	458263	7553198
		ZCOB31	140	-		
	Martinópolis	ZMA25	49	-	484500	7551100
		ZMAB26	90	-		
		ZMAC27	135	-		
	MS	ZMS38	90	-		
		ZMS39	130	-		
	Pres. Epitácio (Verhalen)	ZPE36	50	-	387304	7588123
		ZPEB37	100	-		
	Regente Feijó	ZRF37	37	-	467200	7541425
Grupo 2	Taciba	ZTA 2	-	-	463606	7507055
		ZTA 3	-	-	469738	7525714
	Pres. Prudente	ZPPB 14	-	437	454675	7549617
	Álvares Machado	ZAMB 6	-	486	451243	7557958
	Coronel Goulart	ZCG 7	-	379	444898	7548913
	Faz. Mercedita	ZFM 8	-	327	431085	7555096
	Nova Pátria	ZNP 9	-	358	438871	7557584
	Santo Expedito	ZSE 12	-	446	455722	7573722
	Alfredo Marcondes	ZAL 13	-	453	459013	7569471
	Marabá Paulista	ZMP 15	-	363	407338	7561794
		ZMPB 17	-	368	407189	7561396
	Morro do Diabo (TS)	ZMDA 18	-	567	364620	7509633
		ZMDB 19	-	377	364527	7509595
		ZMDC 20	-	277	364690	7509277
	Planalto do Sul	ZPS 21	-	341	372705	7532462
	Pres. Venceslau	ZPV 22	-	403	415185	7577920
	Piquerobi	ZPI 23	-	401	425801	7572025

Além das amostras mostradas na tabela 1, uma amostra, aqui chamada de JP coletada na região de João Pessoa, estado da Paraíba (cortesia da empresa Millennium Inorganic Chemicals), foi caracterizada através de microscopia óptica, espalhamento micro-Raman e MEV com a finalidade de aprimorar o MTF em zircão. Esta amostra, também foi utilizada para estudar a proposta de uma nova metodologia de MTF sem o uso do reator nuclear. Também foi analisado um monocristal de zircão (figura 05) da região do Rio do Peixe, estado de Goiás para estudar o processo de anisotropia do ataque químico em uma mesma face de avaliação (cedida pelo Dr. Luiz Felipe Ribeiro do IG/UNESP- Rio Claro).



Figura 05. Monocristal de zircão

4.3 – Separação de minerais

A *apatita* é um mineral com brilho vítreo, que varia do transparente ao opaco. Ocorre em rochas magmáticas e metamórficas. Seus cristais são hexagonais na forma de prismas alongados, com muitas faces e arestas arredondadas. O *zircão* é um cristal com brilho adamantinado, que varia do transparente ao opaco. Os grãos se apresentam na forma de cristais tetragonais ou arredondados, (Schuman, 1985).

A separação de minerais da rocha foi realizada através dos processos de britagem manual, primeira e segunda britagem mecânica, peneirado, bateado, separação magnética (Frantz) e separação química. O processo de separação foi realizado no Instituto de Geociências e Ciências Exatas da UNESP de Rio Claro sob a supervisão do Prof. Dr. Peter Hackspacher.

O objetivo no processo de separação foi obter grãos de apatita e zircão em cada uma das amostras coletadas, no entanto, somente em 4 das 32 amostras datáveis foi encontrada apatita. Por outro lado, o zircão foi encontrado nas 32 amostras separadas. O reconhecimento da apatita e do zircão é feito com uma lupa de aumento nominal de 4X10 e cada grão é

coletado com uma ponta fina através do fenômeno físico de eletrostática. É importante ressaltar que para conseguir as quatro amostras de apatita tivemos que fazer um trabalho de reconhecimento dos grãos que tínhamos em cada concentrado. Por exemplo, em algumas amostras tivemos que fazer até quatro montagens de grãos que tinham as características de grãos de apatita.

4.4 – Montagem e ataque químico

4.4.1 - Apatita

Os grãos de apatita foram coletados com uma ponta aguda, e com ajuda de uma lupa binocular, colocados, um a um, em um molde de silicone, mantendo a face que contém o eixo cristalográfico C (face prismática) paralelo ao molde. Os grãos escolhidos têm aproximadamente a mesma forma e tamanho. São escolhidos cerca de 100 grãos de apatita em cada montagem. Após a montagem as amostras foram lixadas, em três etapas: lixa 1200, com pressão manual; lixa 2400 por 3 minutos, com pressão manual e; lixa 4000 por 6 minutos à 80 rpm na politriz. Posteriormente a amostra foi polida com pasta de diamante de granulometria de 1 e $\frac{1}{4}$ μ m durante 5 e 10 minutos, respectivamente, à 60 rpm na politriz. O ataque químico padrão é realizado com HNO₃ ao 5%, a 20 °C, durante 55 segundos (Tello et al, 2003).

4.4.2 - Zircão

Os grãos de zircão foram coletados com uma ponta aguda e com ajuda de uma lupa binocular, colocados um a um em uma lâmina de alumínio, untada com graxa transparente, mantendo a face que contém o eixo cristalográfico C (face prismática) paralelo à lâmina de alumínio. Os grãos escolhidos têm aproximadamente a mesma forma e tamanho.

A lâmina contendo os grãos é colocada sobre uma chapa até atingir a temperatura de ~ 320 °C. Essa temperatura é necessária para que os grãos sejam incrustados no Teflon® PFA.

Após a montagem no teflon® PFA cada amostra foi lixada, em três etapas: lixa 1200 com pressão manual; lixa 2400 por 4 minutos à 80 rpm na politriz e lixa 4000 por 6 minutos à 80 rpm na politriz. Posteriormente a amostra foi polida com pasta de diamante de granulometria de $\frac{1}{4}$ μ m durante 10 minutos à 60 rpm na politriz.

Um fator bastante relevante sobre o mineral zircão é que uma nova rotina das etapas de lixamento, polimento e ataque químico foi implementada neste projeto visando um melhor

aproveitamento e qualidade no que diz respeito à análise posterior das amostras. Pensando nesse novo modelo de preparação das amostras, foi idealizada uma prensa que foi adaptada à chapa térmica que é usada para fixar os grãos de zircão no teflon® PFA, figura 06.

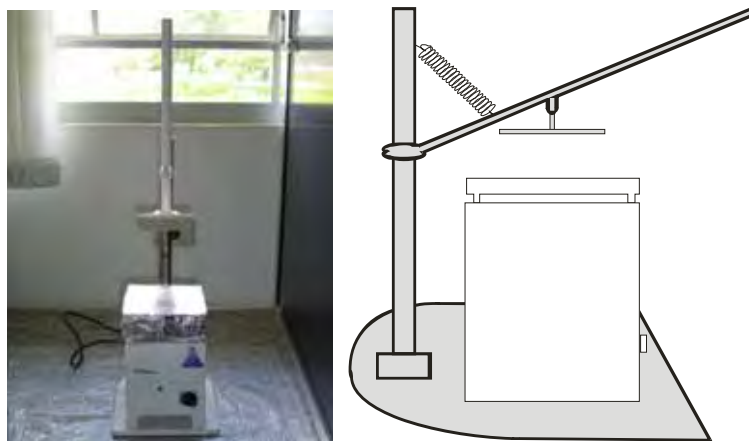


Figura 06. Prensa adaptada à chapa térmica para fixar os grãos de zircão no teflon.

O passo seguinte foi realizar o ataque químico das amostras que é feito com uma mistura de NaOH:KOH (1:1), denominada na literatura como eutectic à 225 ± 2 °C (Tagami et al, 1996a), em períodos que variam de 4h à 72 horas (Garver, 2005), pois o tempo de ataque depende das características de cada grão. No caso de nossas amostras os períodos variaram de 4h à 18h.

4.5 – Microscopia óptica, espectroscopia micro-Raman e MEV

O sistema de microscopia óptica é constituído de um microscópio Leica DMRX, aumentos de 5X, 10X, 20X, 50X, 100X (à seco e à óleo) e 150X na objetiva e 10X na ocular, ligado a um computador e uma câmera digitalizadora (ExwaveHAD; Sony, Modelo: SSC-DC54A). Este sistema dispõe do programa *Image-Pro Plus 4.0*, que permite controlar o microscópio (mediante o programa *Stage-Pro*), definir a região de interesse (com o programa *Stage Controller – Aquire*), capturar a imagem (com o programa *Pro Series Capture 128*), medir ou contar (com o programa *Cont/Size* ou *Measurements*) e armazenar a informação analisada (o *Image-Pro Plus 4.0* possui vários programas e modos para armazenar as medições ou outros tipos de informação, para isto é usado o *DataCollector*). O DFQB, FCT-UNESP possui este equipamento e está sob a responsabilidade da Profa. Dra. Ana Maria Osório Araya que o adquiriu com apoio da FAPESP (Processo N° 98/13689-5).

Para a obtenção dos espectros micro-Raman foi utilizado um equipamento da marca Renishaw, modelo in-Via. O qual possui um detector CCD, microscópio Leica com objetivas de 5X, 20X e 50X, lasers em 514,5 nm, 633 nm e 785 nm, base motorizada para suporte de amostra a qual permite o translado da amostra nas direções X, Y e Z com passo de 0,1 μm (acessório fundamental na aquisição de imagens Raman), acessório para coleta de espectros a diferentes temperaturas (N_2 líquido até 300 $^{\circ}\text{C}$) e polarizadores para a luz incidente e espalhada. Para a utilização deste aparelho contamos com o apoio do Prof. Dr. Carlos José Leopoldo Constantino, responsável pelo laboratório micro-Raman do DFQB, UNESP - Presidente Prudente.

As análises químicas foram realizadas no Instituto de Geologia da Unicamp. Estas análises foram obtidas via MEV com sistema EDX acoplado. Este aparelho é um Modelo LEO 430, fabricado pela Oxford Instruments, com voltagem de aceleração de 20 kV alcance de trabalho de 19 mm, feixe de corrente de 3×10^{-9} A e vácuo de 1×10^{-5} torr.

V – RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1. Caracterização do zircão via microscopia óptica, espectroscopia micro-Raman e MEV

O estudo das características do zircão em função do ataque químico feito através da espectroscopia micro-Raman, microscopia óptica e MEV fortalecem de forma contundente a colocação em rotina do MTF em zircão.

5.1.1 – Danificação da rede cristalina em função do tempo de ataque químico

Através de microscopia óptica, espectroscopia micro-Raman e MEV pode-se avaliar a perda da cristalinidade em função do tempo de ataque químico. Neste estudo uma amostra de João Pessoa-PB, JP (cortesia da empresa Millennium Inorganic Chemicals), foi submetida a espectroscopia micro-Raman sem ataque químico e com 6, 12 e 18 horas de ataque químico, respectivamente. Nesta amostra pudemos identificar a existência de três tipos diferentes de grãos de zircão, aqui denominados de homogêneos, anômalos e não-homogêneos. Os *grãos homogêneos* ao serem atacados quimicamente revelam de maneira uniforme os traços de

fissão sobre toda a superfície da amostra. Ocorre, no entanto, um pequeno aumento da fase amorfa (caracterizado pela variação na intensidade e largura de banda principal), mas que não afeta significativamente sua estrutura cristalina. Os *grãos anômalos* ao serem atacados não revelam traços e têm sua estrutura cristalina destruída completamente após as primeiras 6 horas de ataque químico. Por sua vez, os *grãos não-homogêneos*, apresentam uma singularidade: ao serem atacados quimicamente, parte da amostra tem sua estrutura cristalina destruída (característica do grão anômalo), enquanto algumas áreas desta mesma amostra conservam sua estrutura cristalina e revelam traços de fissão (característica do grão homogêneo). As figuras 07, 08 e 09 apresentam os espectros de um grão homogêneo, grão anômalo e grão não-homogêneo, respectivamente. Os espectros foram obtidos em diferentes áreas de cada grão, com o laser de 514,5 nm, uma acumulação e potência em 100% (mW).

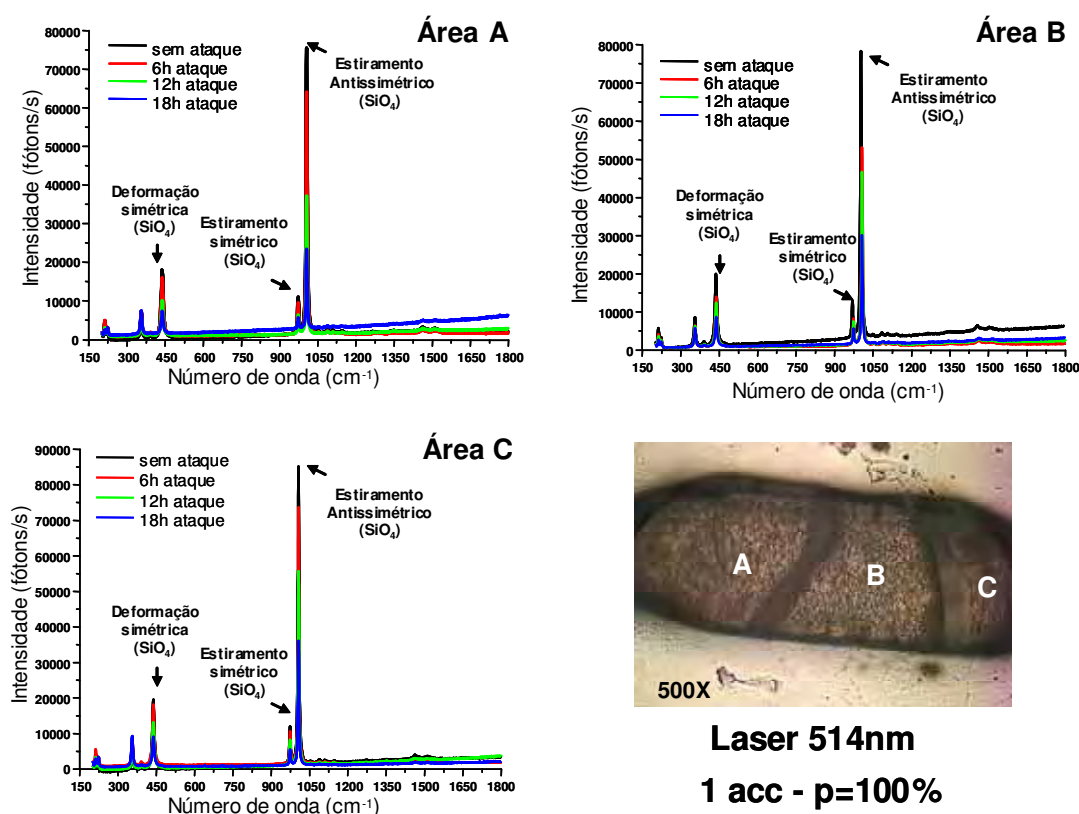


Figura 07. Grão homogêneo e espectros nas áreas A, B e C, sem ataque e com 6, 12 e 18 horas de ataque químico.

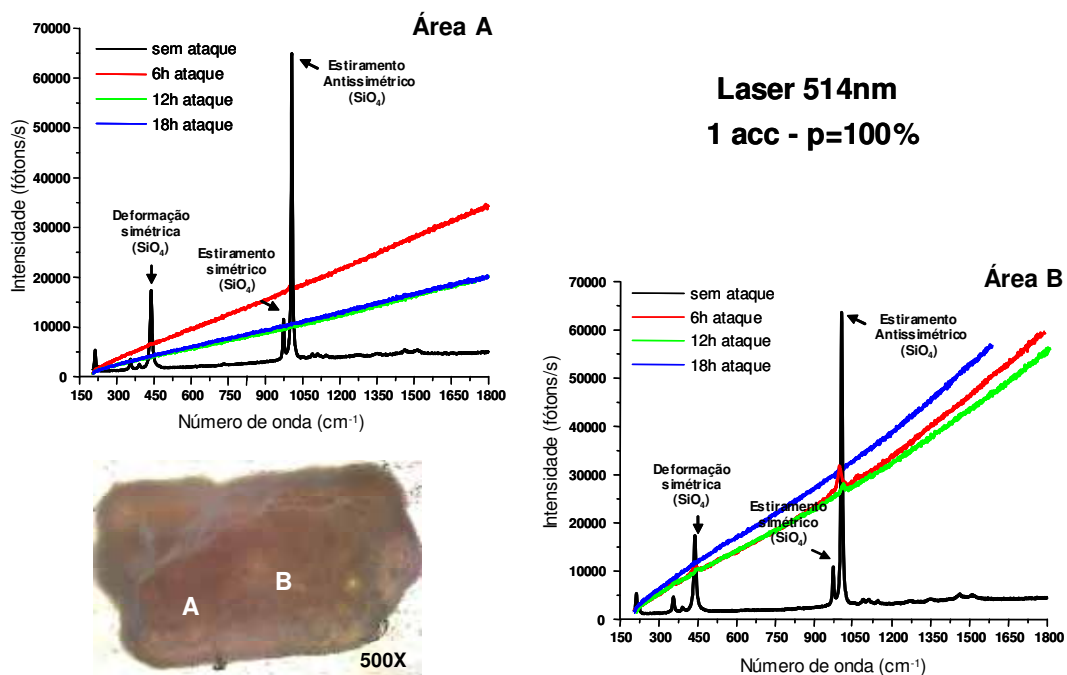


Figura 08. Grão anômalo e espectros das áreas A e B, sem ataque e com 6, 12 e 18 horas de ataque químico.

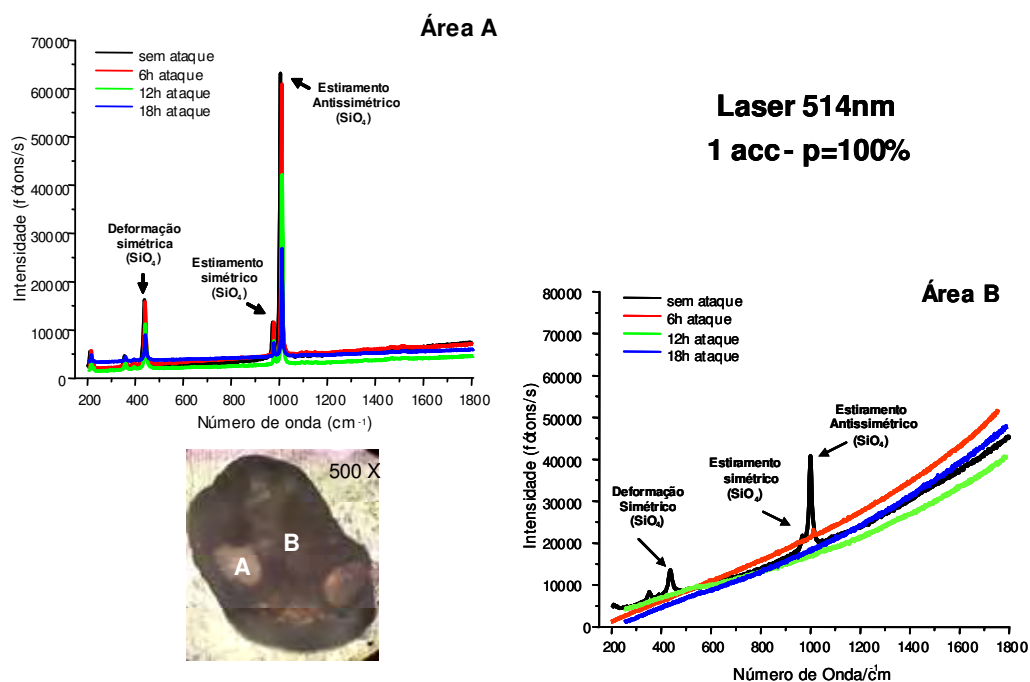


Figura 09. Grão não-homogêneo e espectros das áreas A e B, sem ataque e com 6, 12 e 18 horas de ataque químico.

Nas figuras 07, 08 e 09, os estiramentos e deformações correspondem aos diferentes modos de vibração das moléculas compostas de silício e oxigênio. Estes espectros são característicos do zircão (Nasdala et al., 2003).

A análise dos espectros e da microscopia óptica dos grãos homogêneos (figura 07) indica que este tipo de grão é o melhor para a realização da datação via MTF em zircão, pois mesmo após 18 horas de ataque químico, sua estrutura cristalina não é danificada. Como os espectros são obtidos via espalhamento da luz do laser, existem variações na intensidade das bandas, pois há o aumento da rugosidade na superfície do grão. Essa rugosidade é causada pelo aumento da densidade e o diâmetro dos traços devido ao ataque químico. Portanto, há uma diminuição da fase cristalina da amostra, porém não a danificação completa de sua estrutura cristalina, como pode ser observada na figura 07. A análise de composição química realizada via MEV (com sistema EDX acoplado), mostrou uma composição de 67,5% de ZrO_2 , 30,1% de SiO_2 e 2% de HfO_2 em todas as áreas. Este resultado é idêntico ao encontrado por Murakami et al, 1991, Zhang et al, 2000 e Utsunomiya et al, 2004 para o zircão característico.

Os grãos anômalos (figura 08) demonstram uma alta sensibilidade ao ataque químico, pois o espectro só é característico antes de sua realização. Logo nas primeiras horas de ataque a estrutura cristalina é completamente danificada. Isso é perceptível dado que nenhuma resposta espectral é observada após as primeiras 6 horas de ataque. Neste tipo de grão as análises de MEV indicaram a presença de 74% de ZrO_2 e 0,72% de SiO_2 . Composição esta completamente discrepante do zircão característico. Portanto este tipo de grão não pode ser utilizado para a datação.

Por outro lado, nos grãos não-homogêneos (figura 09) é identificada uma junção de efeitos. Na área A os resultados são similares as características encontradas nos grãos homogêneos, ou seja, há uma diminuição da fase cristalina da amostra, porém não a destruição completa de sua estrutura. Na área B os resultados são similares as características encontradas nos grãos anômalos, ou seja, existe uma alta sensibilidade ao ataque químico, pois o espectro só é característico antes de sua realização e logo nas primeiras horas de ataque a estrutura cristalina é completamente danificada. Como os resultados de microscopia óptica e espectroscopia micro-Raman demonstraram uma junção de resultados era de se esperar que o mesmo ocorresse nas análises de composição química. Os resultados foram: na área A a composição é de 67,6% de ZrO_2 , 31,4% de SiO_2 e 1% de HfO_2 e na área B a composição é de 76% de ZrO_2 e 1,2% de SiO_2 . A partir dos resultados, no que diz respeito à datação via MTF

podemos afirmar que se a superfície do grão possui uma área onde a densidade de traços seja uniforme (área A da figura 09), então podemos datar o grão mesmo que o restante da amostra esteja com sua estrutura cristalina destruída. Com isso podemos aproveitar uma maior quantidade de grãos de zircão e não somente aqueles “grãos homogêneos”. Este resultado se torna importante porque nem todos os concentrados de zircão, obtidos após a separação de minerais, possuem uma quantidade razoável deste tipo de grãos. Uma outra aplicação importante é em amostras de poços de exploração de hidrocarbonetos onde a quantidade de grãos de zircão é muito pequena.

5.1.2 – Anisotropia de ataque químico

Além do estudo de cristalinidade, foram realizadas medidas de microscopia óptica, espectroscopia micro-Raman e MEV/EDX para estudar o fenômeno de anisotropia do ataque químico no zircão.

Estudos realizados por Tello et al. (2006) mostraram que cada superfície, prismática e basal, na apatita respondem de maneira diferente ao ataque químico. Isto é, cada superfície possui uma dinâmica diferente frente ao ataque químico. No zircão este efeito também ocorre só que de maneira mais acentuada do que na apatita. Um resultado surpreendente foi perceber que na mesma superfície (neste caso, prismática) algumas amostras apresentaram respostas diferentes ao ataque químico, ou seja, anisotropia de ataque químico. A seguir são apresentados os resultados das análises em quatro amostras onde se observa claramente a existência do fenômeno de anisotropia de ataque químico. Três amostras são do grupo Bauru e fazem parte do grupo 1 (da tabela 1) de amostras coletadas e datadas: ZMA25, ZBC34 e ZCOB31, citadas nas seções anteriores. A quarta amostra é um monocristal de crescimento regular da região do Rio do Peixe-GO, cedida pelo Dr. Luiz Felipe Ribeiro do IG/UNESP-Rio Claro. Os resultados desta amostra estão descritos no item 5.3. Em todas as amostras a superfície avaliada foi a prismática.

Os espectros micro-Raman obtidos nas amostras do Grupo Bauru estão mostrados nas figuras 10a, 11a e 12a, respectivamente. Os espectros foram obtidos em diferentes áreas de cada grão, com o laser de 514,5 nm, uma acumulação e potência em 100% (mW). Para complementação de dados uma análise da variação da banda principal (full width of half maximum, FWHM) foi realizada através de um *fitting* Gaussiana-Lorentziana. Destas figuras pode-se observar que todas as áreas dos grãos correspondem a zircões típicos (o que é corroborado com os resultados obtidos através do MEV) devido a que as linhas espectrais

possuem aproximadamente a mesma intensidade para um ataque químico de 18 h. Por outro lado, nestas figuras podemos observar que há uma variação sutil tanto na intensidade como na FWHM. Assim, pode-se observar que na área B onde há uma grande quantidade de traços (figura 10b) a largura é maior do que a largura nas áreas A e C onde a quantidade de traços é quase nula. Na figura 10b podemos observar que a análise feita no microscópio óptico mostra uma rugosidade maior na superfície B (onde há traços) do que nas superfícies A e C onde praticamente não há traços. A imagem em 3D da área C não está mostrada, mas ela é similar à área A. Colocamos duas figuras em destaque na parte superior direita da imagem em 3D com a finalidade de ilustrar a quantidade de traços nas áreas A e B.

Resultados similares foram obtidos nas amostras ZBC34 e ZCOB31. Na amostra ZBC34 a largura na área B onde não há traços é menor do que nas áreas A e C onde há uma grande quantidade de traços. Da mesma forma, na amostra ZCOB31 na área B onde há uma quantidade enorme de traços a largura é maior do que na área A. Ou seja, com estas medidas pode-se concluir que se há um aumento na densidade de traços também haverá um aumento na largura da banda principal.

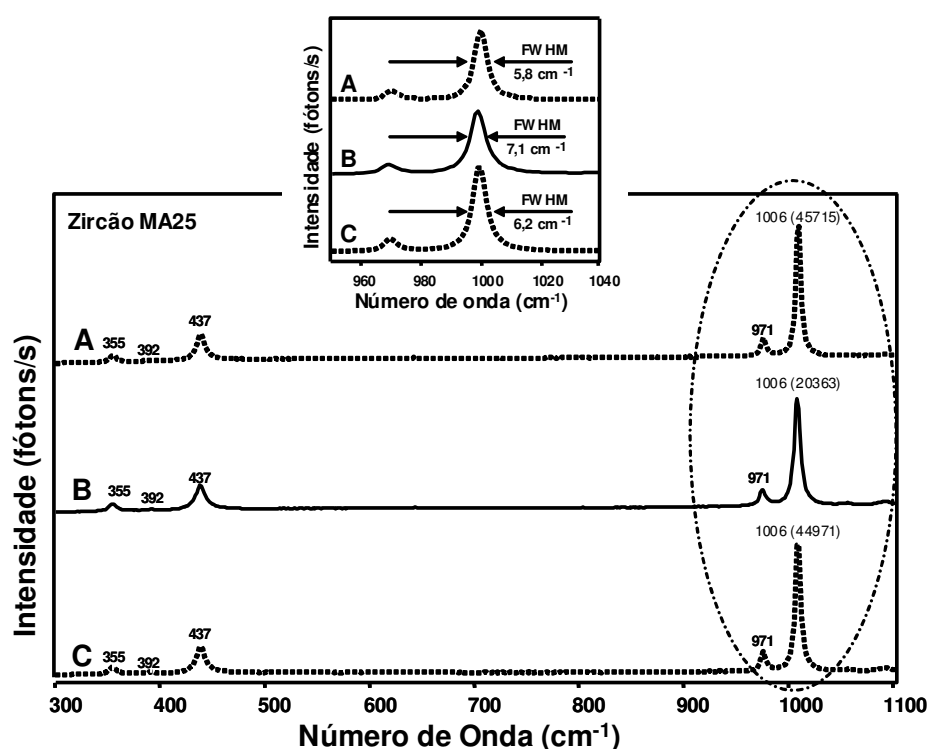


Figura 10a. Espectroscopia micro-Raman em três regiões de um grão da amostra ZMA25 (entre parêntese intensidade na banda principal). Acima, a figura em destaque mostra os detalhes da abertura (FWHM) na banda 1008 cm⁻¹, em cada uma das regiões.

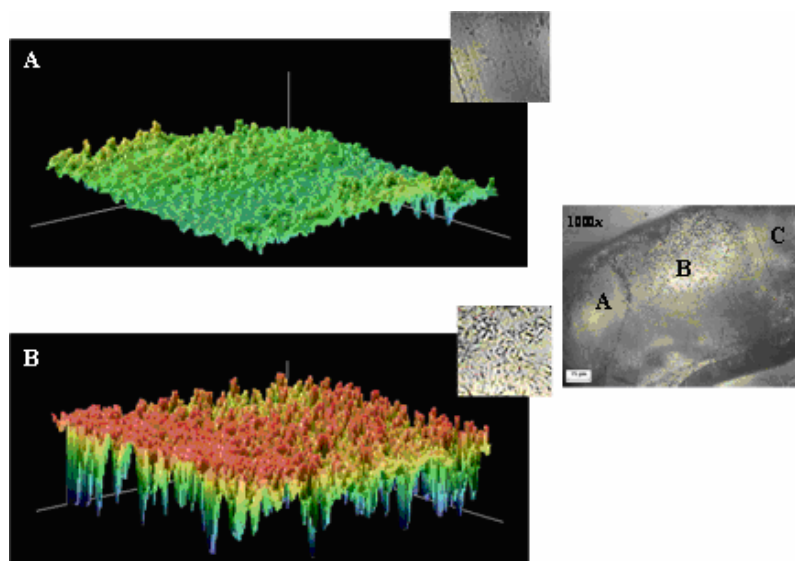


Figure 10b. Microscopia óptica e imagem 3D das regiões A e B na amostra ZMA25.

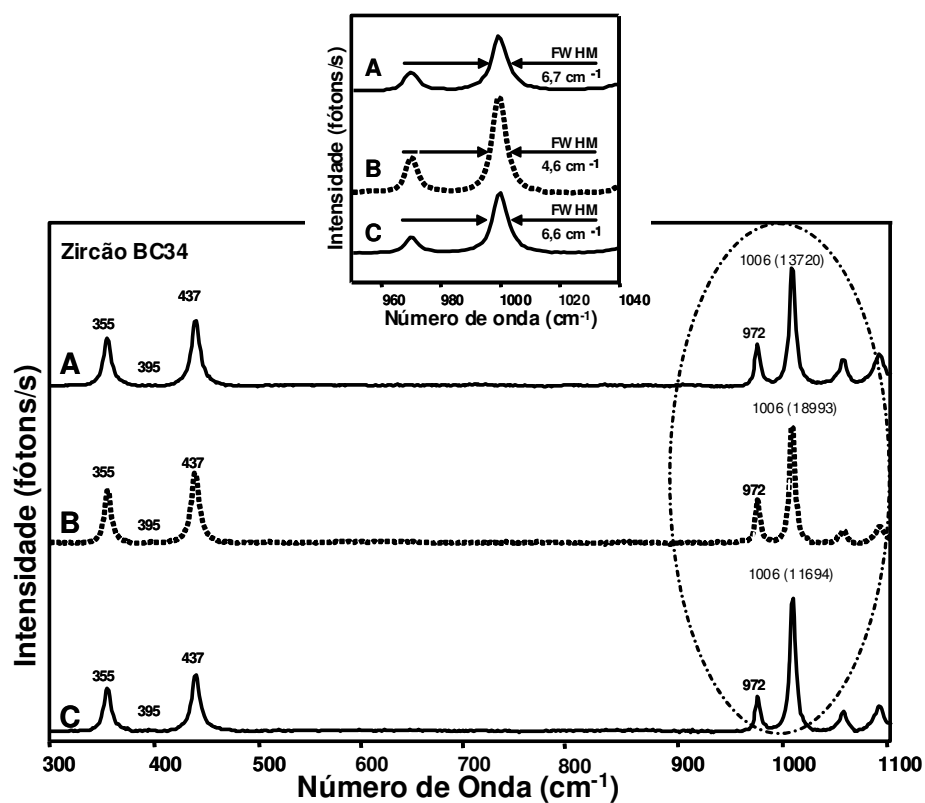


Figura 11a. Espectroscopia micro-Raman em três regiões de um grão da amostra ZBC34 (entre parêntese intensidade na banda principal). Acima estão detalhes da FWHM na banda 1008 cm^{-1} .

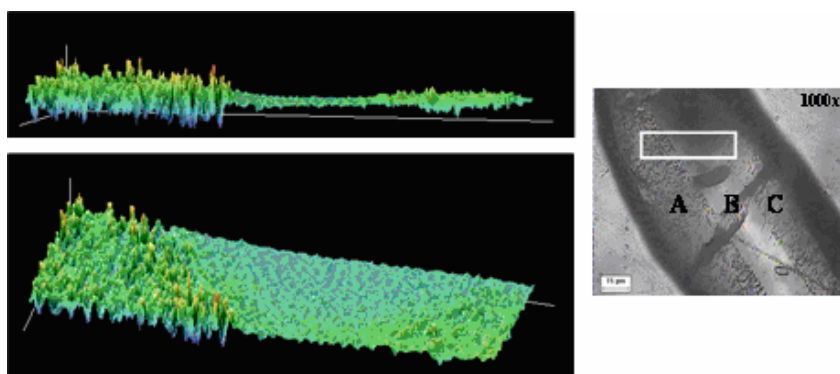


Figura 11b. Microscopia óptica e imagem 3D ao longo da área retangular marcada acima na amostra ZBC34.

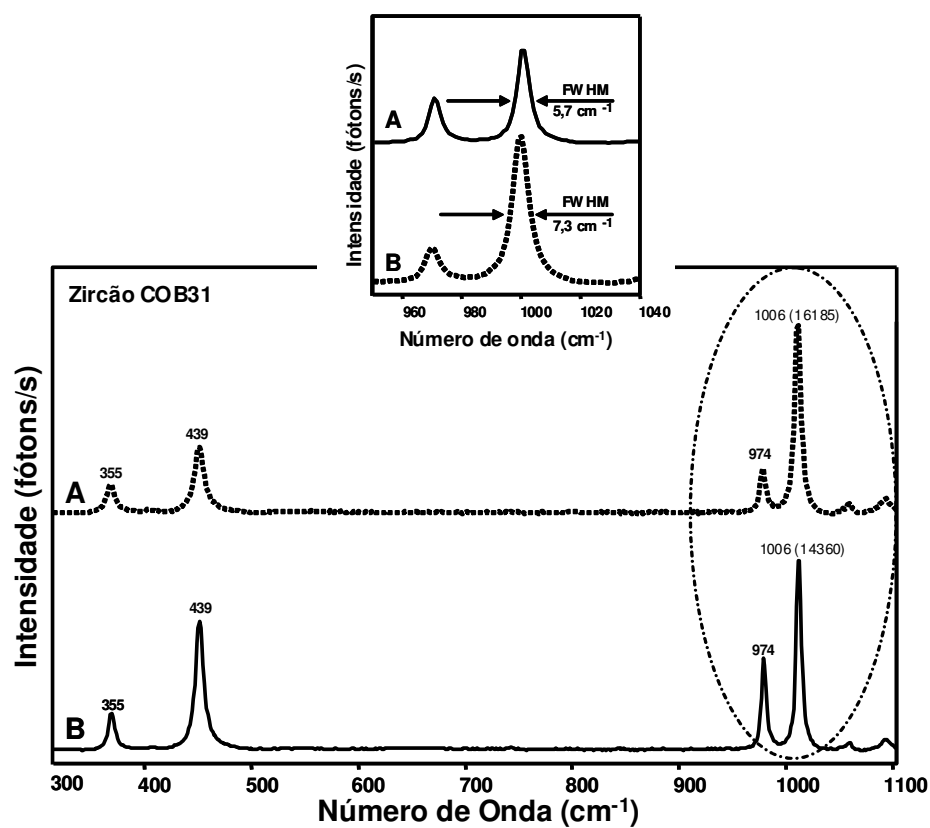


Figura 12a. Espectroscopia micro-Raman em três regiões de um grão da amostra ZCOB31 (entre parêntese intensidade na banda principal). Acima estão detalhes da FWHM na banda 1008 cm^{-1} .

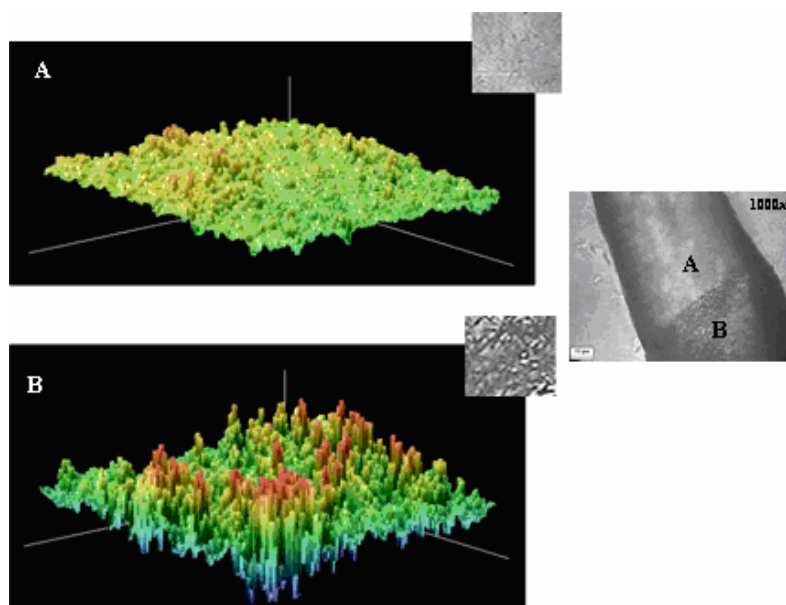


Figura 12b. Microscopia óptica e imagem 3D das regiões A e B na amostra ZCOB31.

A designação das bandas principais em função do número de onda dos espectros mostrados nas figuras 10a, 11a e 12a estão detalhadas na tabela 2 e na tabela 3 estão mostrados as respectivas larguras (FWHM) da banda principal, 1008 cm^{-1} . Os modos de vibração correspondem a ligação do elemento químico silício com oxigênio. As atribuições são concordantes com Nicola et al, 1974, Garver, 2002, Yamada et al, 2003.

Tabela 2. Número de onda (cm^{-1}) e atribuições das bandas principais dos espectros micro-Raman obtidos usando laser de $514,5\text{ nm}$

Raman (514.5 nm) (cm^{-1})	Atribuições
356	(E_g) ou $\text{SiO}_4\text{ } \nu_4$
393	(E_g) ou (B_{1g})
439	$\text{SiO}_4\text{ } \nu_2$ (A_{1g})
974	$\text{SiO}_4\text{ } \nu_1$ (A_{1g})
1008	$\text{SiO}_4\text{ } \nu_3$ (B_{1g})

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.

Tabela 3. Largura (FWHM) da banda principal, 1008 cm^{-1} correspondentes às figuras 10a, 11a e 12a.

Amostra	ZMA25			ZBC34			ZCOB31	
Área	A	B	C	A	B	C	A	B
Intensidade								
(fótons/s)	45715	20363	16185	14630	13175	9602	16185	14630
FHWM (cm^{-1})	5,8	7,1	5,7	7,3	4,6	6,6	5,7	7,3

As respostas espectrais não puderam nos esclarecer se a anisotropia de ataque químico estava relacionada a alguma alteração da estrutura cristalina. Isso faz com que uma outra hipótese seja levantada: esta anisotropia pode estar ligada a uma incorporação de elementos químicos diferentes, nas áreas que não apresentam traços, durante a cristalização do zircão. Com a finalidade de estudar esta hipótese foi realizada uma análise química através de MEV/EDX acoplado. Estes resultados estão mostrados na seção seguinte.

5.1.2.1 – Composição química obtida via MEV/EDX

Em cada um dos grãos de zircão que correspondem às amostras ZMA25, ZBC34 e ZCOB31 foram feitas análises químicas usando o MEV/EDX. A figura 13 mostra as imagens correspondentes a cada um destes grãos. É importante ressaltar que as análises no MEV/EDX foram realizadas depois que as amostras foram atacadas quimicamente durante 18 h. Nessas imagens podem-se observar as áreas onde a densidade de traços é maior do que em outras áreas, considerando o mesmo grão.

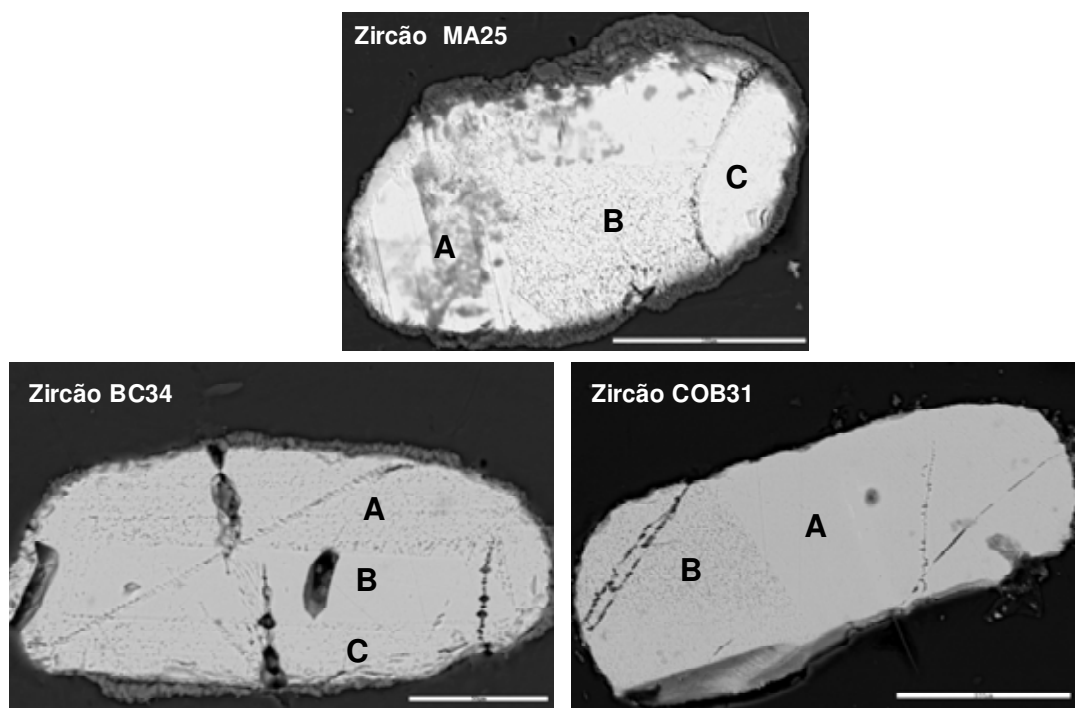


Figura 13. Imagens obtidas via MEV com aumento nominal de 1330X, 1600X e 1030X, respectivamente.

Os resultados da composição química estão mostrados na tabela 4. Na amostra ZBC34 se observa que nas áreas A e C onde a densidade de traços é alta a quantidade de SiO_2 é menor do que na área B onde a densidade de traços é aproximadamente zero. Ou seja, na área onde há traços a quantidade de SiO_2 é menor do que na área onde não há traços. Por outro lado, na amostra ZMA25 e ZCOB31 esta correlação não se mantém, porém as diferenças de SiO_2 não são significativas entre as áreas onde a densidade de traços é alta. Ou seja, o efeito de anisotropia não pode ser explicado apenas com a maior quantidade de silício (ou menor quantidade de zircônio) em cada uma das áreas onde se apresenta o fenômeno de anisotropia do ataque químico.

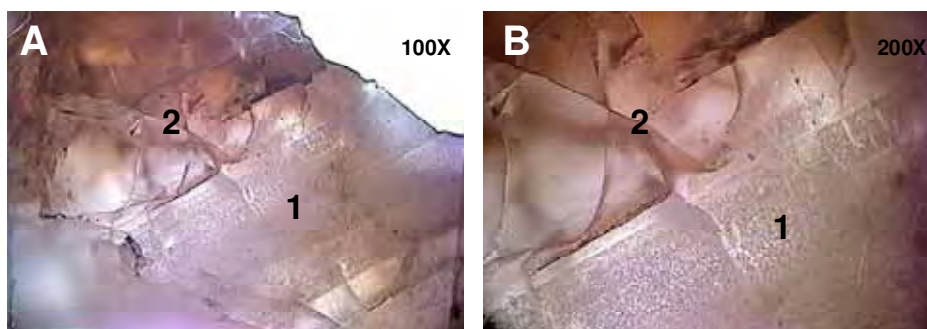
Destes resultados podemos concluir que quanto à anisotropia de ataque químico, outros elementos químicos, que escapam da resolução na sensibilidade de medidas no MEV, podem estar influenciando a ocorrência deste fenômeno. Uma análise com maior precisão poderia ser obtida com medidas via espectrômetro de massa e micro-sonda eletrônica. Pretende-se fazer esta avaliação no doutorado.

Tabela 4. Composição química obtida via MEV/EDX.

Amostra	ZMA25			ZBC34			ZCOB31	
Área	A	B	C	A	B	C	A	B
ZrO ₂ (%)	67,05 ±	67,97 ±	67,82 ±	67,35	68,11	67,99	68,41	67,94
	0,20	0,18	0,15	± 0,16	± 0,16	± 0,25	± 0,41	± 0,31
SiO ₂ (%)	31,52 ±	31,42 ±	31,11 ±	31,58	31,62	31,63	30,73	31,08
	0,18	0,14	0,07	± 0,07	± 0,10	± 0,09	± 0,61	± 0,33
HfO ₂ (%)	1,42 ±	0,95 ±	1,07 ±	1,29 ±	1,06 ±	0,95 ±	1,14 ±	1,14 ±
	0,09	0,24	0,22	0,17	0,05	0,02	0,13	0,11

5.1.3 - Anisotropia de ataque químico em um monocristal de zircão

Com a finalidade de aprofundar o conhecimento do fenômeno de anisotropia de ataque o monocristal de zircão que é um cristal de zircão com crescimento regular e homogêneo, cedida pelo Dr. Luiz Felipe Ribeiro do IG/UNESP-Rio Claro, mostrado na figura 05 foi analisado. Trata-se. Foi realizado um corte na face prismática deste monocristal e o mesmo foi submetido a um ataque químico padrão por 4 horas para que se pudesse observar se o efeito de anisotropia de ataque químico se reproduziria mesmo em um monocristal. Esperava-se que este efeito não existisse em monocristais. No entanto, na figura 14 observa-se que a anisotropia de ataque químico existe mesmo em monocristais de zircão. As figuras 14A e 14B possuem aumento nominal de 100X (A) e 200X (B), respectivamente. Nestas figuras pode-se observar que na área 1 os traços já foram revelados durante o ataque químico de quatro horas enquanto que na região 2 não houve revelação de traços. É importante ressaltar que este tipo de abordagem teórico-experimental do MTF em zircão é inédito.

**Figura 14.** Microscopia óptica do monocristal de zircão.

Este resultado indica que o ataque químico no zircão não é homogêneo. A revelação dos traços de fissão depende dos diferentes zoneamentos presentes no grão de zircão e este fenômeno ocorre mesmo em monocristais de zircão.

5.1.4 – Idades das formações pertencentes ao Grupo Bauru

A seguir são apresentados os resultados e discussões das idades obtidas em 32 amostras de zircão e 4 amostras de apatita do Grupo Bauru (tabelas 5 e 6). Como pode ser observado nesta tabela, as amostras foram agrupadas nas suas respectivas formações.

Os valores das constantes utilizadas para encontrar as idades por meio da equação 06 são: $\lambda = 1,55125 \times 10^{-10}$ (Lederer e Shirley, 1978), $C_{238} = 0,99275$ (Lederer e Shirley, 1978) e $\lambda_F = (8,35 \pm 0,24) \times 10^{-17}$ (Guedes et al., 2002; Guedes et al., 2003a; Guedes et al., 2003b). O valor de $N_U^V \epsilon^V$ é $0,4169 \times 10^{14}$ para CN-5 e $1,396 \times 10^{14}$ para o CN2(2-4) (Iunes et al., 2002b). O valor calculado e utilizado de R_M para a datação do zircão foi $1,94 \times 10^{-9}$ para as amostras marcadas com * na tabela 5 e $2,5 \times 10^{-9}$ para as demais amostras. Na datação da apatita o valor de R_M calculado e utilizado foi $9,81 \times 10^{-9}$.

Tabela 5. Idades das amostras de zircão.

Amostras <i>[Profundidade]</i>	NG	Fósseis	N _S	Induzidos	N _i	Idades (Ma)		P(χ ²)	L/L ₀
		ρ _S x10 ⁷		ρ _i x10 ⁶		(± 1 σ)		%	(± 1 σ) [nC]
		cm ⁻²		cm ⁻²		VMN	VMP		
Formação Presidente Prudente									
ZMA25 [49]	31	2,67	2737	0,916	2107	565 ± 122	415 ± 15	<1	0,93 ± 0,02 [14]
ZMAB26 [90]	19	2,07	1563	0,693	1064	639 ± 152	178 ± 12	<<1	1,00± 0,03 [8]
ZMAC27[135]	10	2,27	757	0,783	623	573 ± 124	465 ± 32	1	0,86 ± 0,02 [12]
ZU28 [60]	8	2,68	591	0,639	386	838 ± 200	780 ± 63	35	0,97 ± 0,01 [3]
ZUB29 [135]	3	2,09	263	0,725	233	740 ± 158	418 ± 52	<1	0,85 ± 0,04 [5]
ZCO30 [103]	5	2,06	603	0,426	235	992 ± 212	849 ± 80	15	0,99 ± 0,02 [8]
ZCOB31 [140]	2	3,48	294	0,472	227	1383 ± 230	1360 ± 161	35	0,86 ± 0,03 [9]
ZAMB6 *	18	3,56	1292	1,384	861	434 ± 104	360 ± 20	2	0,94 ± 0,03 [4]
ZAM32 [10]	10	2,63	1067	0,580	495	646 ± 216	572 ± 67	70	-
ZBV33 [78]	10	1,64	722	0,596	575	568 ± 132	505 ± 35	41	0,99 ± 0,03 [3]
ZBC34 [20]	6	3,80	784	1,153	426	684 ± 128	612 ± 47	42	1,01 ± 0,02 [4]
ZRF35 [37]	9	2,24	634	0,767	392	653 ± 147	409 ± 35	<1	0,96 ± 0,05 [2]
ZPPB14*	28	2,45	1204	0,999	662	420 ± 123	337 ± 19	4	0,92 ± 0,02 [26]
Formação Santo Anastácio									
ZPE36 [50]	8	2,33	712	0,835	663	590 ± 136	514 ± 37	65	0,98 ± 0,05 [5]
ZPEB37 [100]	11	2,42	1102	0,810	522	631 ± 135	516 ± 35	<1	0,93 ± 0,03 [7]
ZMP15*	20	3,07	975	1,275	484	420 ± 120	280 ± 20	<1	0,88 ± 0,03 [6]
ZMPB17*	17	2,51	613	1,061	411	398 ± 126	327 ± 25	32	0,90 ± 0,03 [8]

Formação Caiuá									
ZMS38 [90]	2	2,74	204	0,582	128	912 ± 178	911 ± 126	68	1,04 ± 0,02 [4]
ZMSB39 [130]	5	2,63	527	0,564	215	831 ± 195	755 ± 79	15	0,97 ± 0,05 [8]
Formação Vale do Rio do Peixe									
ZTA2*	26	2,49	1857	0,996	838	446 ± 122	341 ± 18	<1	0,95 ± 0,02 [7]
ZTA3*	10	2,27	327	0,870	192	432 ± 136	358 ± 37	27	0,92 ± 0,03 [14]
ZCG7*	21	2,94	1165	0,709	851	659 ± 161	591 ± 32	25	0,94 ± 0,02 [2]
ZFM8*	10	3,43	625	0,994	474	575 ± 130	509 ± 38	8	-
ZNP9*	7	2,85	353	1,191	234	407 ± 108	378 ± 38	20	0,92 ± 0,02 [2]
ZSE12*	15	3,45	725	1,266	481	458 ± 124	374 ± 26	20	-
ZAL13*	7	3,85	345	1,616	292	420 ± 108	364 ± 37	11	-
ZPV22*	2	2,90	72	0,750	24	599 ± 212	579 ± 146	61	-
ZPI23*	30	2,68	1693	0,825	634	545 ± 171	466 ± 26	38	0,91 ± 0,02 [7]
Formação Rio Paraná									
ZPS21*	5	2,23	220	1,047	149	339 ± 89	320 ± 38	61	-
ZMDA18*	56	2,91	3982	1,012	2233	490 ± 117	417 ± 14	<<1	0,92 ± 0,02 [20]
ZMDB19*	24	2,78	1160	1,205	816	387 ± 104	343 ± 19	32	0,93 ± 0,01 [2]
ZMDC20*	6	3,08	300	1,282	278	390 ± 94	346 ± 34	28	-

NG, número de grãos datados; ρ_s (ρ_i), densidade de traços de fissão espontânea (induzida); N_s (N_i), número de traços contados para determinar ρ_s (ρ_i); p_i , densidade de traços induzidos medidos na amostra de mica muscovita como detector externo; Idade (Ma): Valor Médio Normal, VMN, foi calculado sem considerar os erros das idades de cada grão e Valor Médio Ponderado, VMP, foi calculado considerando os erros das idades de cada grão; $P(\chi^2)$, Probabilidade do Chi quadrado. A idade foi calculada usando a equação 06. O valor calculado e utilizado de R_M para a datação do zircão foi $1,94 \times 10^{-9}$ ($\pm 4,8\%$) para as amostras marcadas com * na tabela 5 e $2,5 \times 10^{-9}$ ($\pm 4\%$) para as demais amostras. L/L_0 determina a quantidade de annealing que sofreu a amostra, utilizamos o $L_0 = (11,05 \pm 0,08)$ de Yamada et al 1995, n_c é o número de traços confinados medidos. * indica as amostras coletadas na superfície (aproximadamente 500m acima do nível do mar).

Ao se fitar as idades obtidas em cada grão, como mostrado na figura 15, o teste do Qui-quadrado através da $P(\chi^2_v)$ indica mais de uma população de idades. Por outro lado, quando agrupamos as idades individuais dos grãos por amostra, que correspondem a esta formação o valor de $P(\chi^2_v)$ mostrado na figura 16 nos indica que o conjunto de idades é estatisticamente compatível. Ou seja, todas as idades encontradas na Formação Presidente Prudente pertencem a um mesmo grupo e por tanto a uma mesma unidade geológica. Isto é corroborado quando observamos a distribuição de idades através do histograma mostrado na figura 16 onde se pode observar apenas uma população de idades. A quantidade de dados obtidos na Formação Presidente Prudente nos permite fazer uma boa interpretação geológica. O mesmo se pode fazer com as demais formações já que consideramos as idades de todos os grãos obtidas em cada uma de estas formações. Estas interpretações são relatadas na seção VII.

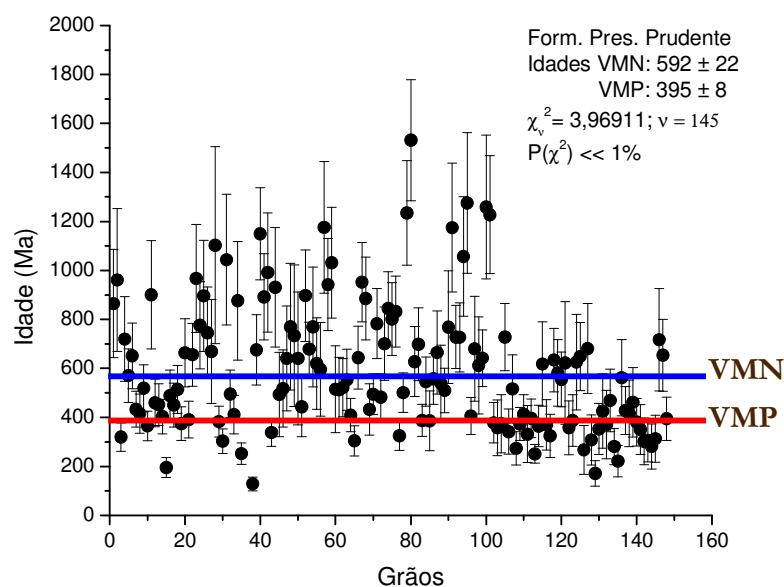


Figura 15. Distribuição de idades obtidas grão à grão na Formação Presidente Prudente.

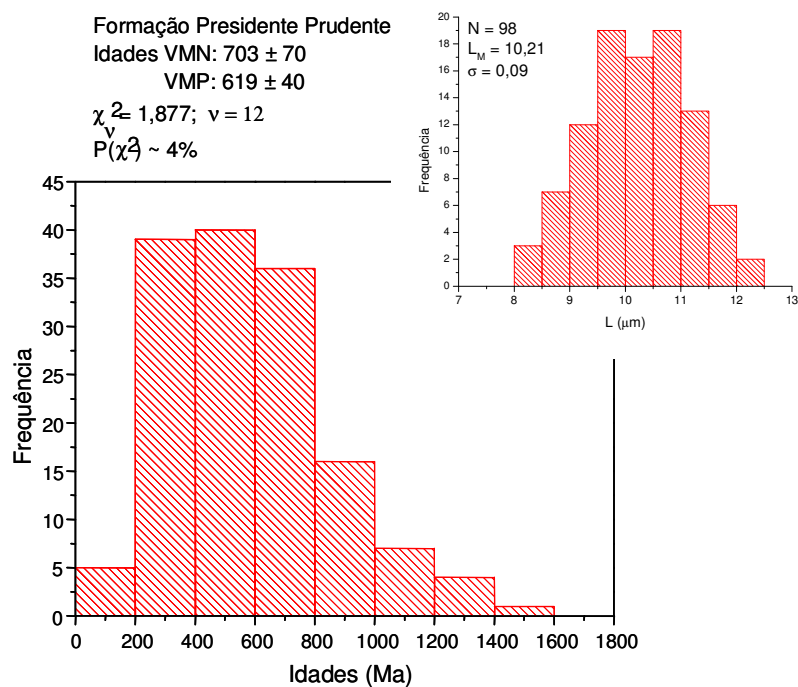


Figura 16. Distribuição de idades e dos comprimentos dos traços confinados da Formação Presidente Prudente.

Na figura 16 podemos observar a distribuição de idades obtidas em todos os grãos de zircão na Formação Presidente Prudente e o valor de $P(\chi^2_v)$ corresponde às treze idades mostradas na tabela 5. Na parte superior direita da figura 16 está em destaque a distribuição de comprimentos dos traços confinados paralelos à superfície de observação ao microscópio óptico. O comprimento dos traços está em função principalmente da temperatura e do tempo. Estes traços possuem diferentes comprimentos devido a que cada traço foi gerado em diferentes tempos, portanto os mais antigos serão mais curtos que os mais novos, este fenômeno é denominado na literatura como *annealing*. Desta forma, através da distribuição dos comprimentos, representada por um histograma, podemos obter a história térmica da região geológica onde as amostras foram coletadas. Os valores de L/L_0 (mostrados na tabela 5 representam a redução média relativa dos comprimentos) foram calculados a fim de se obter informações sobre o fenômeno de *annealing* que estas amostras foram submetidas em tempos geológicos. A média da redução relativa do comprimento dos traços confinados, L/L_0 , grau de *annealing*, nesta formação foi de $0,92 \pm 0,01$.

De forma análoga, as figuras 17, 19, 21 e 23 mostram as idades obtidas em cada grão, para as formações de Santo Anastácio, Caiuá, Vale do Rio do Peixe e Rio Paraná, respectivamente e com exceção da formação Caiuá, em todas as outras o teste do Qui-quadrado através da $P(\chi^2_v)$ indica mais de uma população de idades. Por outro lado nas figuras 18, 20, 22 e 24 mostra-se a distribuição das idades e dos comprimentos de traços confinados destas quatro formações. Estas formações apresentam apenas uma população de idades mesmo quando todas as idades obtidas em cada grão são colocadas em um histograma e testadas estatisticamente através do teste do Qui-quadrado, χ^2 . As médias das idades destas formações são: (509 ± 58) Ma, (854 ± 58) Ma, (493 ± 28) Ma e (448 ± 16) Ma, respectivamente. Quanto ao grau de *annealing*, as médias são: $0,92 \pm 0,02$, $0,98 \pm 0,03$, $0,92 \pm 0,01$ e $0,92 \pm 0,01$, respectivamente.

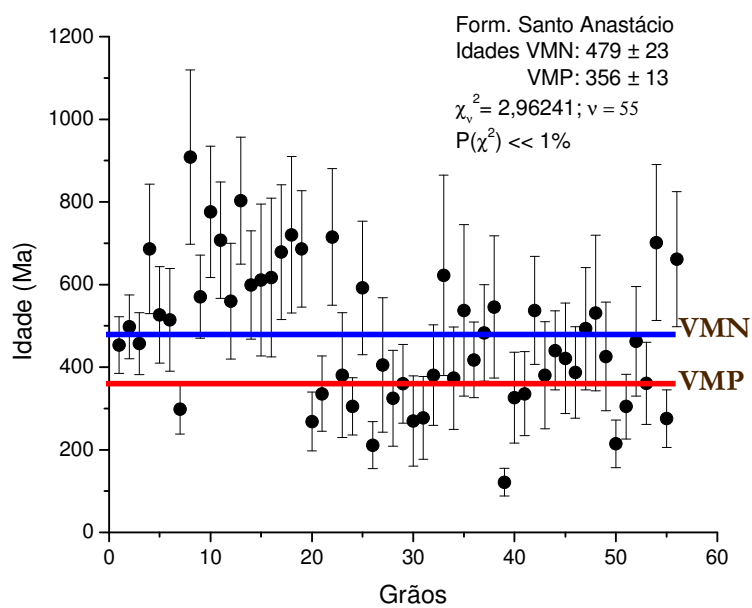


Figura 17. Distribuição de idades obtidas grão à grão na Formação Santo Anastácio.

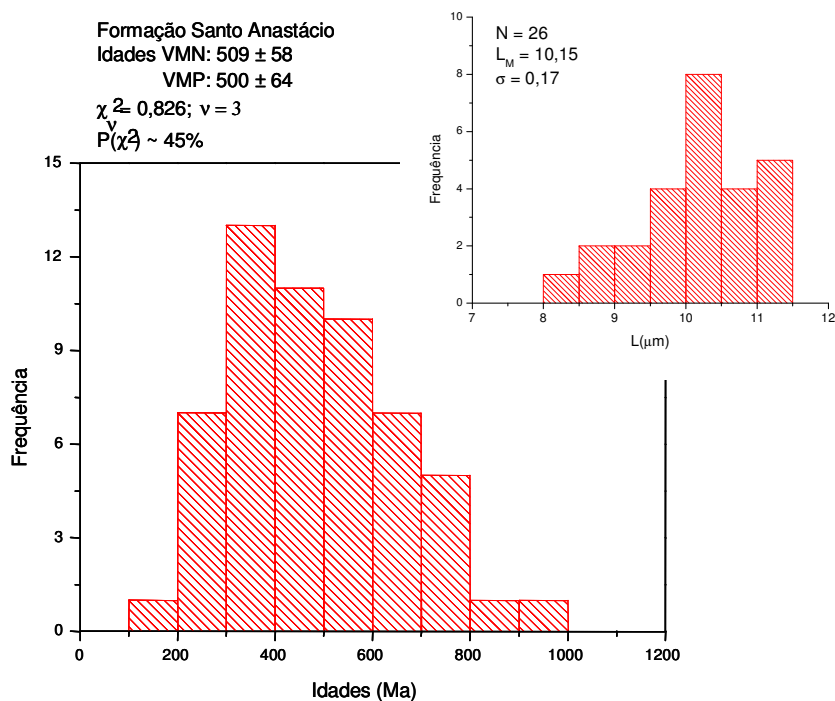


Figura 18. Distribuição de idades e dos comprimentos dos traços confinados da Formação Santo Anastácio.

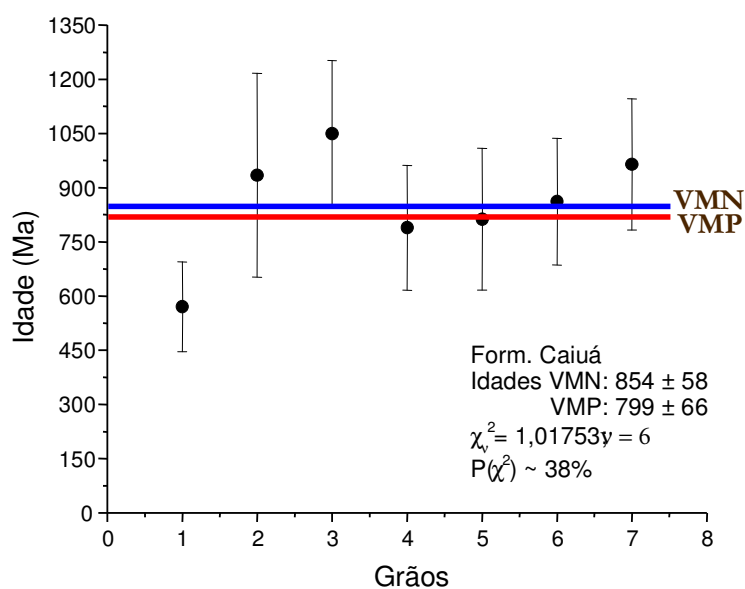


Figura 19. Distribuição de idades obtidas grão à grão na Formação Caiuá.

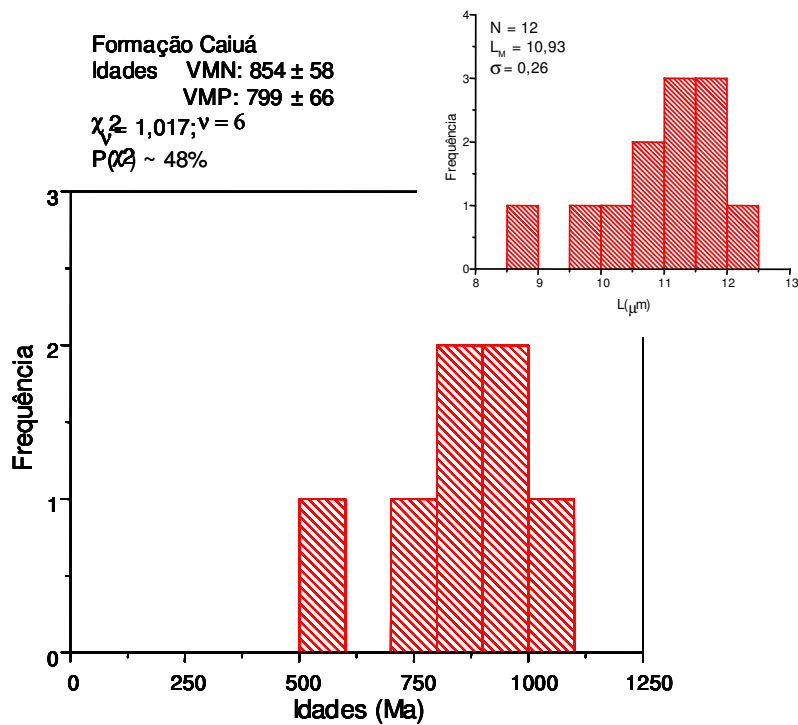


Figura 20. Distribuição de idades e dos comprimentos dos traços confinados da Formação Caiuá.

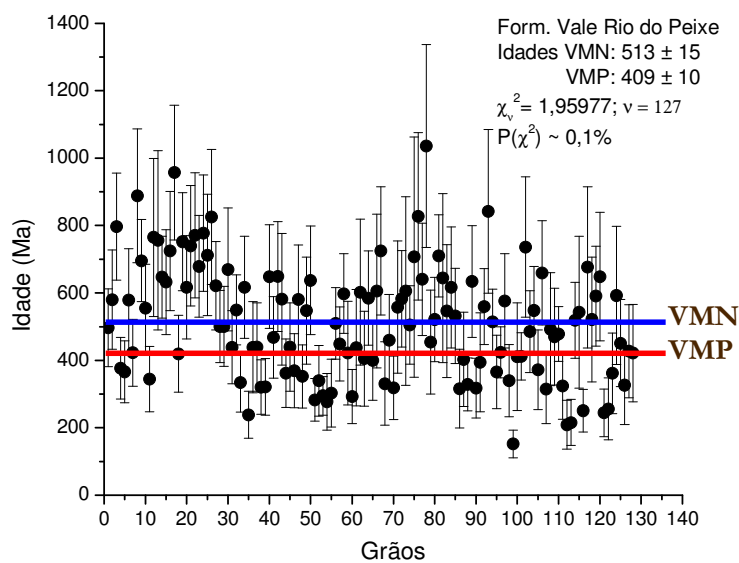


Figura 21. Distribuição de idades obtidas grão à grão na Formação Vale do Rio do Peixe.

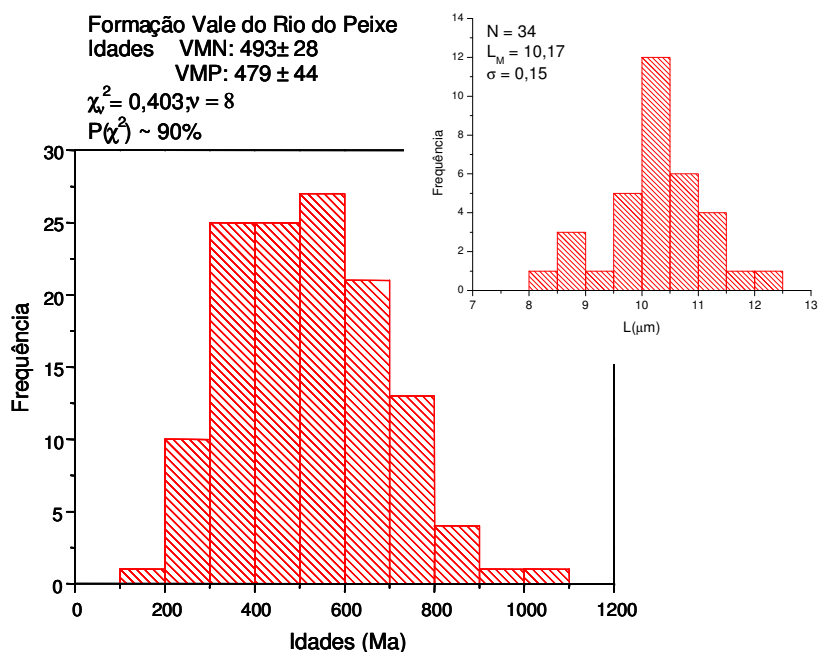


Figura 22. Distribuição de idades e dos comprimentos dos traços confinados da Formação Vale do Rio do Peixe.

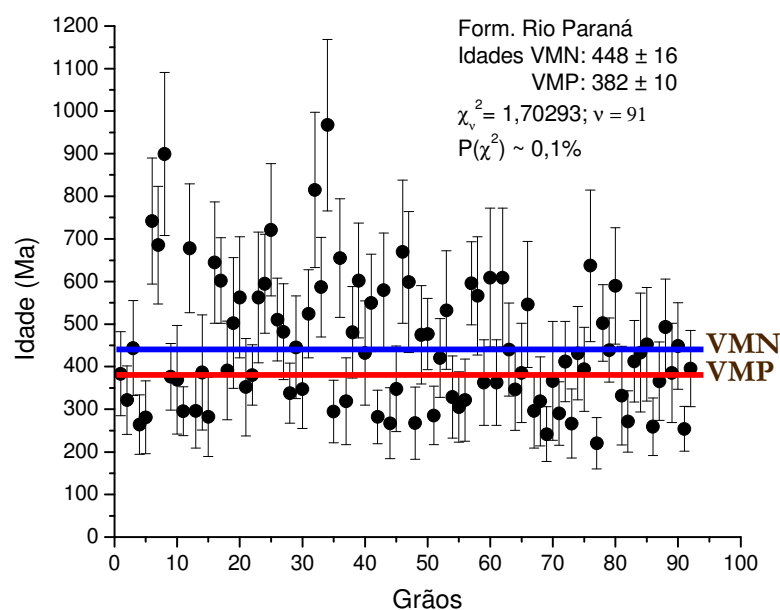


Figura 23. Distribuição de idades obtidas grão à grão na Formação Rio Paraná.

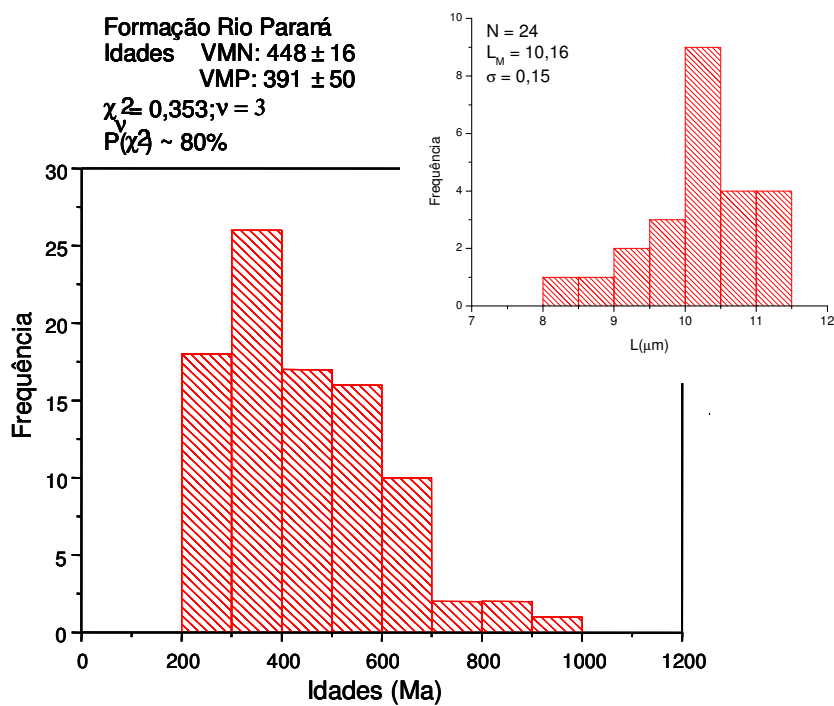


Figura 24. Distribuição de idades e dos comprimentos dos traços confinados da Formação Rio Paraná.

No lado superior direito das figuras 16, 18, 20, 22, 24 e 26 está em destaque o histograma dos comprimentos dos traços confinados (paralelos á superfície de observação ao microscópio, eixo-C) correspondentes a cada formação. No caso da figura 25 e 26 pode-se observar a distribuição de idades obtidas das cinco formações em cada grão e quando agrupado por amostra, respectivamente. A partir destas figuras pode-se analisar as histórias térmicas de cada uma das formações. Analisando estes histogramas é possível observar que o valor médio dos comprimentos nas 5 formações são estatisticamente compatíveis a exceção da formação Caiuá (figura 20). Isto pode estar indicando que a fonte de embasamento que deu origem a esta formação é diferente das outras.

Por outro lado, das figuras 16, 18, 22 e 24 pode-se observar que os histogramas são diferentes, isto é cada formação pode ter tido a sua própria fonte com a sua respectiva história térmica ou poderia haver ocorrido uma mistura delas em épocas diferentes. Ou seja, esta análise mostra que cada formação teria se originado em diferentes épocas através de drenagens independentes.

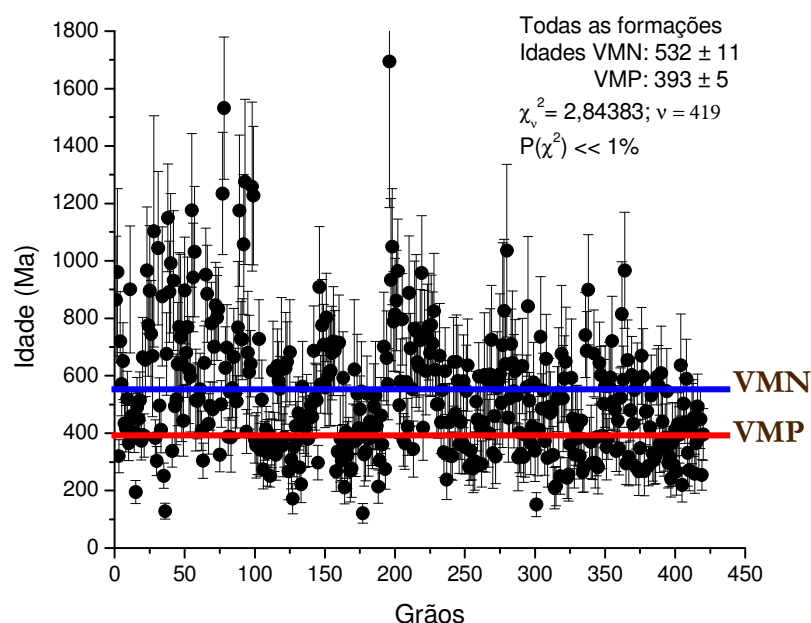


Figura 25. Distribuição de idades obtidas grão a grão na área total de pesquisa.

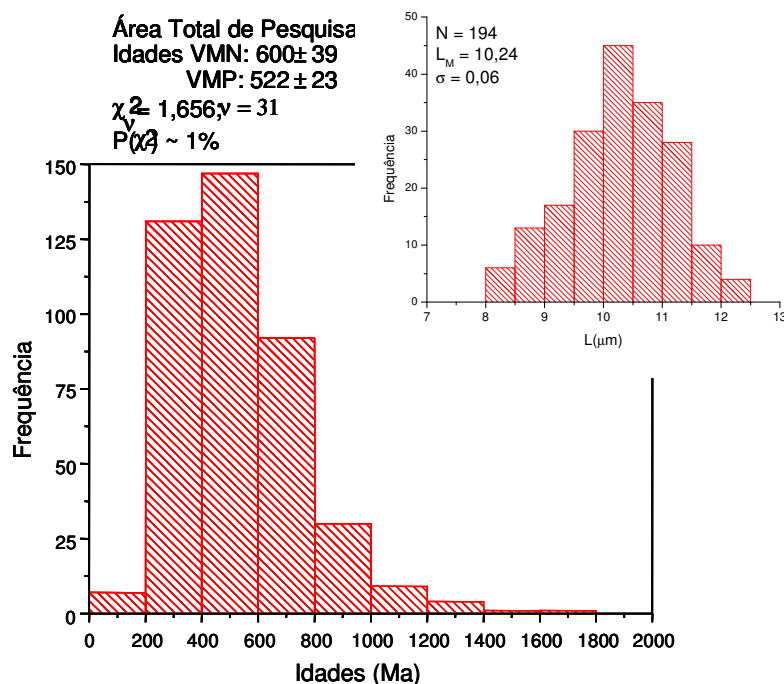


Figura 26. Distribuição de idades e dos comprimentos dos traços confinados da área total de pesquisa.

Na figura 26 mostramos a distribuição das idades obtidas na área total de pesquisa. Nesta figura podemos observar que o valor de $P(\chi^2_v)$ é $\sim 1\%$ o que nos indica que há uma mistura de populações de idades que correspondem às cinco formações. A distribuição dos comprimentos dos traços confinados indica uma média no grau de *annealing* de toda área de estudo de $0,93 \pm 0,01$. O fato de termos 1% no teste estatístico do Qui-quadrado ainda nos permite encarar toda esta região, o Grupo Bauru, como sendo uma grande unidade geológica composta por várias formações. Assim através do histograma total, mostrado na parte superior da figura 26, podemos obter a história térmica global desta região. Para fazer isto é necessário obter-se as idades e as histórias térmicas das possíveis diferentes fontes que deram origem ao Grupo Bauru. Este é um estágio que será feito através de outra tese que pode ser de mestrado e/ou doutorado.

Tabela 6. Idades das amostras de apatita.

Amostra	NG	Fósseis $\rho_s \times 10^6$ cm^{-2}	N_s	Induzidos $\rho_i \times 10^6$ cm^{-2}	N_i	Idade Apar. (Ma)($\pm 1 \sigma$)	L/L_0 ($\pm 1 \sigma$) [n_C]	Idade Corr. (Ma) ($\pm 1 \sigma$)
Formação Presidente Prudente								
ABN5	16	0,59	235	1,36	263	28 ± 3	$0,76 \pm 0,03$ [4]	$37 \pm 3,8$
Formação Vale do Rio do Peixe								
ACG7	26	0,68	442	1,20	318	$37 \pm 3,4$	$0,75 \pm 0,01$ [2]	$49 \pm 4,5$
APB10	13	0,88	287	2,14	349	$27 \pm 2,8$	-	-
AAL13	6	0,47	70	1,66	62	$18 \pm 3,2$	-	-

NG, número de grãos datados; ρ_s (ρ_i), densidade de traços de fissão espontânea (induzida); N_s (N_i), número de traços contados para determinar ρ_s (ρ_i); ρ_i , densidade de traços induzidos medidos na amostra de mica muscovita como detector externo; Idade Apar. (Ma), obtida sem considerar os comprimento dos traços confinados; Idade Corr. (Ma), obtida através da correção feita através do comprimento dos traços confinados; L/L_0 determina a quantidade de annealing que sofreu a amostra, $L_0 = (16,26 \pm 0,08)$ de Tello et al, 2006, n_C é número de traços confinados medidos. O valor de R_M é $9,81 \times 10^{-9}$ ($\pm 4\%$).

Na tabela 6 mostram-se as idades obtidas no mineral apatita. A partir da análise das idades obtidas nas amostras de apatita podemos observar que o valor médio das idades aparentes na formação de Presidente Prudente e a formação do Vale do Rio do Peixe são estatisticamente compatíveis. Ou seja, aparentemente as fontes poderiam ter sido as mesmas. Esta idade é observada em um dos pulsos tectônicos da Serra do Mar, porém não podemos ser conclusivos devido à pouca quantidade de dados em apatita. Esse pulsos tectônicos estão descritos em Tello et al, 2003, Tello et al, 2005, Tello et al, 2006. As idades corrigidas (na apatita) foram calculadas para podermos ter apenas uma idéia da idade da fonte, em geral pelo fato de estarmos estudando uma bacia esta idade pode ser uma mistura de muitas fontes. Cabe ressaltar que esta é a razão pela qual não calculamos as idades corrigidas no zircão.

VI – INTERPRETAÇÃO GEOLÓGICA DAS IDADES

Com a finalidade de auxiliar na interpretação geológica, introduziu-se a tabela 7 onde mostra-se idades em amostras de zircão e apatita obtidas na plataforma sul-americana no sudeste do estado de São Paulo. É importante deixar claro que estes dados foram obtidos em um estágio anterior ao que se fez na região do Grupo Bauru.

Tabela 7. Idades das amostras de zircão e apatita do sudeste do estado de São Paulo.

Amostra	NG	Espontâneos		Induzidos		Idade do zircão (Ma)		P(χ^2)	Idade da
(altura)		$\rho_s \times 10^7$	N _s	$\rho_i \times 10^6$	N _i	(± 1 σ)		%	apatite (Ma)
m		cm ⁻²		cm ⁻²		VMN	VMP		(± 1 σ)
<u>Serra da Mantiqueira Alta</u>									
CT-5 (1306)	8	1,93	451	0,654	500	474 ± 50	398 ± 36	5	123 ± 20
CT-1 (1324)	25	2,06	621	0,824	1218	388 ± 17	350 ± 21	90	160 ± 27
EA-13 (1391)	27	2,18	724	1,35	1269	285 ± 19	244 ± 14	5	-
CT-3 (1077)	26	2,40	1118	1,22	1796	342 ± 25	280 ± 14	1	130 ± 21
CT-31 (723)	26	2,12	1045	0,813	1160	426 ± 23	384 ± 20	80	96 ± 16
<u>Serra da Mantiqueira Baixa</u>									
CT-4 (944)	20	1,49	398	1,06	1022	131 ± 14	82 ± 6	< 1	58 ± 8
<u>Serra do Mar</u>									
TF-40 (1063)	24	3,12	1352	1,39	1753	319 ± 23	276 ± 14	2	-
TF-39 (1063)	26	1,16	854	0,208	556	420 ± 39	353 ± 26	10	67 ± 9
TF-20* (0)	22	1,84	769	0,379	944	363 ± 19	315 ± 19	25	10 ± 1
<u>Plateau de Jundiá</u>									
CT-30 (1288)	34	2,02	1512	0,832	2131	397 ± 24	336 ± 15	1	243 ± 15
CT – 28 (659)	11	1,97	271	1,06	466	303 ± 23	264 ± 23	60	160 ± 21

<u>Ilha Bela</u>									
TF-42A (45)	29	2,10	1236	3,13	2037	118 ± 9	100 ± 5	5	53 ± 7
TF-42B (45)	28	1,70	1002	3,03	1726	116 ± 18	82 ± 4	5	23 ± 3
TF-44 (0)	32	2,67	1307	5,29	2248	84 ± 4	75 ± 3	30	-

NG, número de grãos datados; ρ_s (ρ_i), densidade de traços de fissão espontânea (induzida); N_s (N_i), número de traços contados para determinar ρ_s (ρ_i); ρ_i , densidade de traços induzidos medidos na amostra de mica muscovita como detector externo; Idade do zircão (Ma): Valor Médio Normal, VMN, foi calculado sem considerar os erros das idades de cada grão e Valor Médio Ponderado, VMP, foi calculado considerando os erros das idades de cada grão; $P(\chi^2)$, Probabilidade do Chi quadrado; Idade da apatita de *Tello et al.* (2005). A idade do zircão foi calculada usando a equação 3. O valor de R_M é de $1,27 \times 10^{-9}$ ($\pm 4.8\%$) para as amostras TF-39 e TF-20 e para as outras amostras o valor de R_M é de $1,94 \times 10^{-9}$ ($\pm 4.8\%$). * Amostra coletada na linha costeira.

A seguir são realizadas as interpretações geológicas das idades obtidas para as formações Presidente Prudente, Santo Anastácio, Caiuá, Vale do Rio do Peixe e Rio Paraná.

6.1 – Formação Presidente Prudente

A figura 16 mostra o histograma de idades desta bacia. Uma hipótese para esta formação é que ela estava subindo desde 1,5 bilhões de anos atrás e assim, recebeu zircões (junto com os detritos durante a erosão dos embasamentos) que entraram na janela de retenção dos traços (isoterma de $\sim 240^\circ\text{C}$ em tempos geológicos) desde esta época

Como pode ser visto no histograma, a formação de Presidente Prudente especificamente tem um pico acentuado de idades entre 600 e 800 Ma, que pode ser relacionado com o Brasileiro. É interessante notar que os depósitos relacionados com o soerguimento de 600 Ma devem ter idades maiores que 600 Ma, já que a parte erodida estava acima do que soergueu e, portanto é mais velha. Porém, se a porção levantada for grande em relação ao que estava acima, se tem uma quantidade pequena de detritos com idades maiores ou próximas àquela do soerguimento.

Pode ser observado, também, que neste histograma há uma quantidade boa de grãos com idades entre 700 Ma e 1,5 Ba. Provavelmente isto reflete algum soerguimento da fonte nesta época. Este soerguimento não é encontrado na fonte porque já foi erodido. Por outro lado, as idades abaixo de 600 Ma podem estar relacionados com o soerguimento seguido de erosão ocorrido em 400 Ma na Serra da Mantiqueira Alta (ver tabela 6). Idades menores que 300 Ma podem estar relacionados com soerguimento e erosão ocorrido em 300 Ma na região

de Jundiá (Tabela 7, amostra EA-2). Por outro lado, mesmo que a quantidade de grãos com idades menores que 200 Ma seja pouca, podemos inferir que estas podem estar vinculadas com a abertura do Atlântico Sul.

Na última coluna da tabela 5 têm-se a medida relativa da quantidade de *annealing* (encurtamento do traço por efeitos da temperatura) que sofreu cada amostra. Na formação Presidente Prudente, em 13 amostras, nas quais foi possível medir traços confinados, a quantidade de annealing possui média de 8% (ver tabela 5). É importante notar que todas as amostras dentro desta formação foram coletadas em diferentes profundidades. No entanto, na amostra ZMAC27 e ZCOB31 que foram coletadas a 135 e 140 m de profundidade, respectivamente, pode-se observar que houve um annealing de aproximadamente 14%. Este resultado é muito interessante já que esta medida pode estar nos indicando que a partir de 135 m de profundidade houve um hidrotermalismo acentuado, ou seja, a temperatura atingiu ~ 220 °C em tempos geológicos.

6.2 – Formação Santo Anastácio

Do histograma correspondente às amostras ZPE36, ZPEB37, ZMP15 e ZMPB17 mostrado na figura 18, pode-se colocar a hipótese de que a maior parte dos detritos, com zircões cujas idades são maiores do que 600 Ma, podem estar ligados aos soerguimentos ocorridos no Brasileiro. Deste histograma, também, podemos observar que há detritos com idades acima de 400 Ma que podem ser vinculados com os levantamentos ocorridos na Serra da Mantiqueira alta (amostras CT-5 e CT-31 da tabela 7), Serra do Mar (amostra TF-39 da tabela 7) e Jundiá (amostra CT-30 da tabela 7). O histograma desta formação, também, mostra uma quantidade relativamente boa de idades acima de 600 Ma o que pode ser ligado com a formação de Presidente Prudente. Existe apenas um grão com idade menor do que 300 Ma, porém o teste do χ^2 nos indica que nesta formação há apenas uma população de idades.

Os dados de *annealing* nesta formação (~ 8%) mostram que esta região não foi muito estável do ponto de vista termo-tectônico. Este fato, também pode estar ligado a um hidrotermalismo nesta formação.

6.3 – Formação Caiuá

O histograma desta formação está mostrado na figura 20. Mesmo que a quantidade de grãos nesta formação seja pouca (8 grãos com suas respectivas idades), podemos fazer uma

interpretação geológica. Da distribuição de idades nesta região podemos observar que todas elas são maiores do que 400 Ma. O valor médio acima de 800 Ma indica que esta formação possui detritos com idades de até 1 Ba. Este resultado nos fornece elementos para inferir que esta formação é mais antiga do que a formação de Presidente Prudente e Santo Anastácio, nesta ordem. Estas três formações estão vinculadas com detritos com idades acima de 900 Ma, porém cada uma de elas possui uma idade média diferente.

Dos dados de annealing mostrados na última coluna da tabela 5 podemos observar que esta formação foi estável do ponto de vista termo-tectônico. Isto porque mesmo a amostra ZMSB39 coletada de uma profundidade de 130 m possui annealing aproximadamente zero.

6.4 – Formação Vale do Rio do Peixe

Do histograma das idades correspondente a nove amostras coletadas em afloramentos desta formação, mostrado na figura 22, pode-se fazer uma interpretação similar à realizada para a Formação Santo Anastácio (veja 6.2). Isto é embasado na distribuição das idades que em ambas é muito parecida e na idade média obtida nas mesmas. Portanto, existe a hipótese de que a maior parte dos detritos, com zircões cujas idades são maiores do que 600 Ma, podem estar ligados aos soerguimentos ocorridos no Brasileiro. Deste histograma, também, podemos observar que há detritos com idades acima de 400 Ma que podem ser vinculados com os levantamentos ocorridos na Serra da Mantiqueira alta (amostras CT-5 e CT-31 da tabela 7), Serra do Mar (amostra TF-39 da tabela 7) e Jundiaí (amostra CT-30 da tabela 7). O histograma desta formação, também, mostra uma quantidade relativamente boa de idades acima de 600 Ma o que pode ser ligado com a formação de Presidente Prudente. Os dados de *annealing* desta formação indicam ~ 8%.

6.5 – Formação Rio Paraná

Das quatro amostras desta formação, três foram coletadas no Parque Estadual do Morro do Diabo, localizado em Teodoro Sampaio, estado de São Paulo. De forma análoga, as formações Santo Anastácio e Vale do Rio do Peixe, a distribuição das idades da Formação Rio Paraná, mostrado na figura 24, fortalece a hipótese de que a maior parte dos detritos, com zircões cujas idades são maiores do que 600 Ma, podem estar ligados aos soerguimentos ocorridos no Brasileiro. Deste histograma, também, podemos observar que há detritos com idades acima de 400 Ma que podem ser vinculados com os levantamentos ocorridos na Serra

da Mantiqueira alta (amostras CT-5 e CT-31 da tabela 7), Serra do Mar (amostra TF-39 da tabela 7) e Jundiá (amostra CT-30 da tabela 7). Em relação ao annealing, apresenta média de 8%.

De forma geral, pode-se notar que os histogramas das cinco formações são semelhantes, porém a Formação Caiuá tem características diferentes sendo que as amostras analisadas pertencem à mesma bacia, o Grupo Bauru. Por outro lado, temos que as idades de cada uma destas formações é: Presidente Prudente (703 ± 70) Ma, Santo Anastácio (509 ± 58) Ma, Caiuá (854 ± 58) Ma, Vale do Rio do Peixe (493 ± 28) Ma e Rio Paraná (448 ± 16) Ma. As idades das formações Caiuá e Presidente Prudente possuem idades estatisticamente compatíveis enquanto que estas são maiores do que as idades das demais formações o que é geologicamente compatível quando observamos a secção geológica mostrada em Paula e Silva et al., 2005. Isto nos leva à hipótese de que estes detritos tenham sido levados por diferentes sistemas de drenagem por tanto estas formações podem ser tomadas como independentes. Esta hipótese é compatível com estudos geológicos e geofísicos recentemente feitos nesta área, como por exemplo, Paula e Silva et al., 2005; Godoy et al., 2006; Fernandes et al., 2007.

Finalmente podemos fazer uma interpretação global da área total de pesquisa focalizando as possíveis fontes que forneceram detritos às cinco formações que fazem parte do Grupo Bauru. Na figura 26 mostramos o histograma global correspondente às idades de todos os grãos, agrupados por amostra, analisados na área de pesquisa. Este histograma nos permite observar que as fontes podem ter sido várias, entre as principais podemos colocar a Serra da Mantiqueira, Serra do Mar, Jundiá, Arco de Ponta Grossa, Serra da Canastra e possivelmente os Andes os quais teriam fornecido os detritos com idades menores do que 120 Ma.

VII – PROPOSTA DE UMA NOVA METODOLOGIA DE MTF SEM O USO DE REATOR NUCLEAR

Dado que a quantidade de partículas alfa que emana dos núcleos dos átomos presentes na rede cristalina do zircão é relativamente alta, fizemos um experimento para estudar dois efeitos: *i*) a uniformidade de urânio na superfície do zircão e *ii*) verificar a possibilidade de determinar a quantidade de urânio em cada grão. Este segundo implicaria na

possibilidade de evitar a irradiação das amostras no reator nuclear para realizar a datação das amostras de zircão.

A amostra JP coletada na região de João Pessoa, PB, (cortesia da empresa Millennium Inorganic Chemicals) foi utilizada neste estudo. Esta amostra foi submetida a 16 horas de ataque químico padrão do zircão. A amostra foi então justaposta a um detector de partículas alfa, o CR-39 (PADC – Carbonato Polialil Diglicol) e ficou em exposição durante 2 meses ($t = 0,16666$ anos). Nesse período de exposição, os átomos de U nos grãos correspondentes a cada uma das amostras sofreram decaimento natural emitindo partículas alfas. Estas foram detectadas no CR-39 deixando traços latentes. Estes podem ser observados ao microscópio óptico após um ataque químico padrão.

O ataque químico padrão no CR-39 é feito através de uma solução de NaOH a 6,25 N a uma temperatura de 70 °C durante 400 minutos. A figura 27 mostra o CR-39 com os traços revelador (27A) e os grãos de zircão respectivos (27B). O que pode ser observado da figura 27 é que a imagem especular de cada grão de zircão fica refletida no CR-39.

Na figura 27A, correspondente a imagem especular da amostra JP de zircão, podemos observar que a densidade de traços de partículas alfa é uniforme em quase todos os grãos. Assim sendo, com este experimento podemos responder a nossa primeira questão. Há uniformidade, em média, na distribuição de urânio nos grãos de zircão.

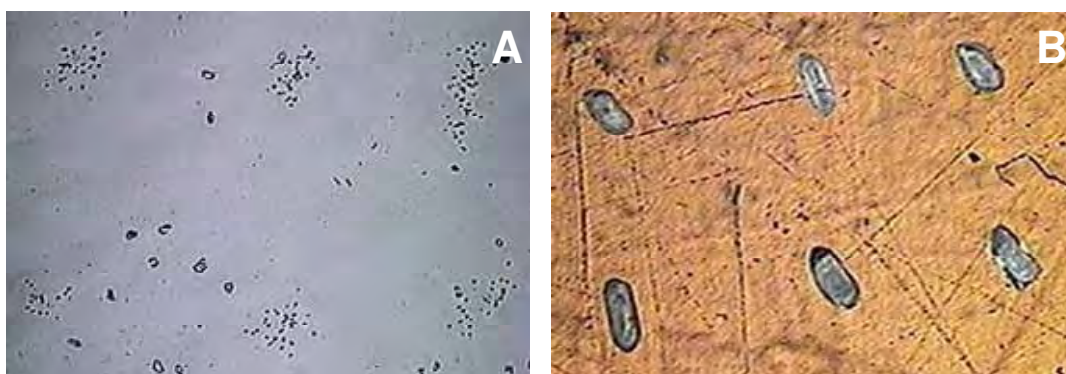


Figura 27. CR-39 justaposto na amostra JP após 2 meses de exposição (A) e grãos respectivos de zircão da amostra JP (B).

Por outro lado podemos medir a densidade de traços de partículas alfa para determinar a quantidade de ^{238}U que possui cada grão de zircão através da seguinte equação 07 modificada de Palenik et al (2003):

$$\rho_\alpha = 8 {}^{238}\text{N} [\exp(\lambda_1 t) + 1] + 7 {}^{235}\text{N} [\exp(\lambda_2 t) + 1] + 6 {}^{232}\text{N} [\exp(\lambda_3 t) + 1] \quad (07)$$

Onde ρ_α é a quantidade de traços de partículas alfa que podem ser medidos no detector CR-39, ${}^{238}\text{N}$, ${}^{235}\text{N}$ e ${}^{232}\text{N}$ é a quantidade de ${}^{238}\text{U}$, ${}^{235}\text{U}$ e ${}^{232}\text{Th}$, respectivamente. Os dois últimos isótopos podem ser colocados em função do ${}^{238}\text{U}$. O primeiro através da relação isotópica natural do ${}^{238}\text{U}$ e ${}^{235}\text{U}$ e o segundo através de uma medida da razão Th/U na região onde se coletou a amostra. As constantes λ_1 , λ_2 e λ_3 correspondem às constantes de decaimento para ${}^{238}\text{U}$, ${}^{235}\text{U}$ e ${}^{232}\text{Th}$, cujos valores são, $1,55 \times 10^{-10}$, $9,85 \times 10^{-10}$ e $4,93 \times 10^{-11}$, respectivamente. O tempo t que corresponde ao tempo que a amostra de zircão ficou justaposta ao CR-39 foi de 2 meses ($t = 0,16666$ anos).

Para tanto, foi necessário fazer uma relação entre as quantidades de ${}^{238}\text{U}$, ${}^{235}\text{U}$ e ${}^{232}\text{Th}$, deixando os termos ${}^{235}\text{N}$ e ${}^{232}\text{N}$ em função de ${}^{238}\text{N}$ (equação 08). O valor de ρ_α medido no CR-39 foi de $1,64 \pm 0,11$ ($\times 10^5$) traços/cm². Enfim, o valor de ${}^{238}\text{N}$ encontrado foi $3,72 \times 10^{14}$ átomos.

$${}^{238}\text{N} = \frac{\rho_\alpha}{t[8\lambda_1 + 0,05\lambda_2 + 27,52\lambda_3]} \quad (08)$$

Com este valor podemos determinar a idade através da equação 09. Abaixo se encontra descrita sua dedução:

$$\begin{aligned} \rho_S &= \left(\frac{\lambda_F}{\lambda_\alpha} \right) {}^{238}\text{N} (e^{\lambda_\alpha t} - 1) \\ \frac{\rho_S}{\left(\frac{\lambda_F}{\lambda_\alpha} \right) {}^{238}\text{N}} + 1 &= (e^{\lambda_\alpha t}) \\ \lambda_\alpha t &= \ln \left[1 + \left(\frac{\lambda_\alpha}{\lambda_F} \right) \frac{\rho_S}{{}^{238}\text{N}} \right] \end{aligned} \quad t = \frac{1}{\lambda_\alpha} \ln \left[1 + \left(\frac{\lambda_\alpha}{\lambda_F} \right) \frac{\rho_S}{{}^{238}\text{N}} \right] \quad (09)$$

Onde ρ_s é a densidade média de traços de fissão espontânea medidos na amostra JP, λ_α e λ_f são as constantes de decaimento alfa e de fissão do ^{238}U e ^{238}N é quantidade de átomos de ^{238}U . O valor de ρ_s medido foi de $1,81 \pm 0,13 (X10^7)$ traços/cm². Utilizando esta equação foi obtida uma idade média de **560 ± 38 Ma**, que é compatível com a idade da amostra JP, determinada através do MTF em zircão com utilização do reator nuclear. Ou seja, com este resultado, mesmo sendo preliminar, podemos concluir que o MTF sem irradiação é possível, o que responde a segunda questão levantada no início desta seção. A figura 28 mostra a distribuição de idades obtidas para a amostra JP e em destaque na parte superior direita mostramos os resultados obtidos para a mesma amostra através do MTF no zircão com o uso do reator nuclear. Pode ser observado da figura 28 que os histogramas de idades são semelhantes, o que nos indica que esta metodologia pode ser uma alternativa de datação.

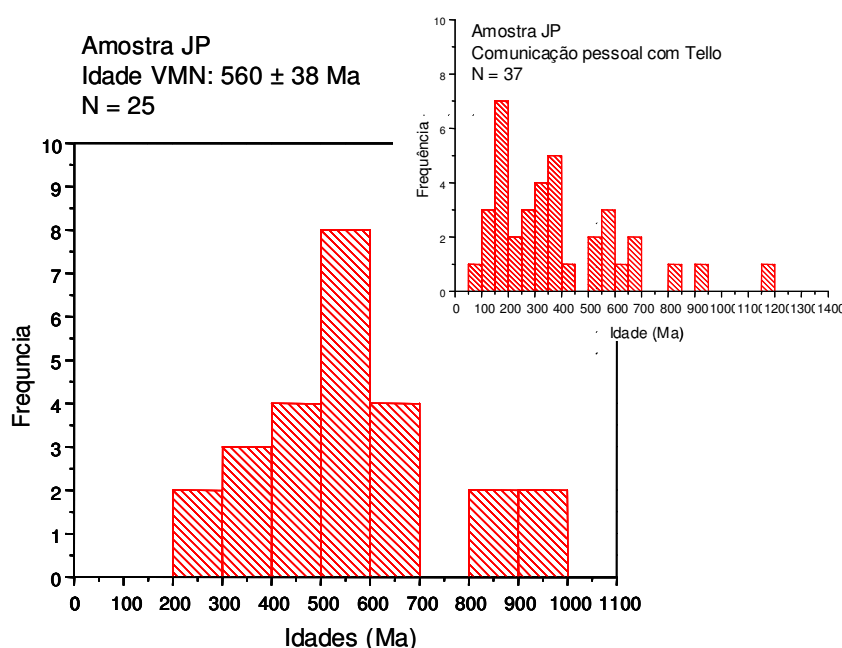


Figura 28: Distribuição das idades da amostra JP obtidas através de uma nova proposta de metodologia de MTF sem uso do reator nuclear.

Cabe ressaltar que esta nova metodologia para obter idades sem necessidade do uso do reator nuclear para irradiar as amostras ainda está no início. Existe a necessidade de realizar medidas de quanto radônio pode estar se perdendo das cadeias radiativas tanto do ^{238}U como do ^{232}Th . Também é necessário medir a quantidade de tório natural de cada grão de zircão, para que com isto possa-se utilizar o CR-39 como espectrômetro de partículas alfa. Com isto

evitar-se-ia a medida de urânio e tório em um espectrômetro de massa, tornando esta metodologia possível de ser utilizada em qualquer laboratório onde o acesso ao reator nuclear e espectrômetro de massa seja difícil.

Este estudo teórico experimental, também, é inédito a nível mundial e espera-se que este possa se tornar relevante dentro da comunidade científica.

VIII – CONCLUSÕES

Os resultados contribuem significativamente no melhor entendimento da termo-tectônica do Grupo Bauru, especificamente nas formações Presidente Prudente, Santo Anastácio, Caiuá, Vale do Rio do Peixe e Rio Paraná. Segundo estes resultados inéditos de idades obtidos através do MTF em zircão, estas formações são independentes. Ainda serão realizadas novas separações de minerais nas amostras que foram descartadas (23 amostras) por não possuírem quantidade suficiente de grãos (de zircão e apatita) para a datação.

No que se refere ao MTF em zircão pode-se afirmar que este é um poderoso ferramental para melhor entender a termocronologia de regiões de interesse geológico. Isto porque este mineral pode ser usado como termo-cronômetro cuja temperatura de fechamento (~ 220 °C) em tempos geológicos é maior que a da apatita (~ 120 °C). Um resultado interessante é o fato de termos determinado um annealing (apagamento parcial dos traços no zircão) de até 15% em amostras da formação de Presidente Prudente o que pode estar indicando um hidrotermalismo acentuado a uma profundidade maiores que 130 m. Cabe ressaltar que atualmente existem poços de água nesta região pelos quais emana água quente (aproximadamente 70 °C, na boca do poço).

O estudo metodológico realizado através da caracterização da superfície do zircão, via diferentes técnicas como microscopia óptica, espectrometria Raman e MEV, se mostrou promissor como auxílio ao MTF em apatita e zircão. Estes estudos permitem concluir que se a superfície do grão possui uma área onde os traços estejam distribuídos uniformemente, então podemos datar este grão mesmo que o resto dele esteja com impurezas ou possua outros elementos químicos que impeçam a revelação dos traços ou mesmo que a sua superfície de parte de este grão esteja totalmente danificada. Isto porque, de acordo com os resultados, onde há traços a microscopia óptica, a espectroscopia micro-Raman e o MEV indicam que aquela área (por menor que seja) é efetivamente zircão.

Com esta metodologia podemos aproveitar maior quantidade de grãos de zircão e não somente aqueles chamados aqui de “grãos homogêneos”. Este resultado é importante porque nem todos os concentrados de zircão (após a separação de minerais) possuem uma quantidade razoável deste tipo de grãos.

Um outro resultado relevante é que a metodologia descrita nesta dissertação pode ser aplicada em amostras de poços de exploração de hidrocarbonetos onde a quantidade de grãos de zircão é muito pequena.

Quanto ao estudo da anisotropia do ataque químico os resultados ainda não nos permitem concluir o que pode estar causando este fenômeno, porém estes grãos também podem ser datados através do Método do Detector Externo. Novas avaliações utilizando espectrômetro de massa e Ressonância Magnética Nuclear, RMN, serão realizadas para descrever melhor este fenômeno.

A proposta da nova metodologia do MTF sem o uso do reator nuclear está colocada. O resultado obtido, mesmo sendo preliminar, permite-nos concluir que a datação por este método sem irradiação é possível. Ainda existem muitas pesquisas a serem realizadas no sentido de que se possa mensurar as partículas alfa que estão sendo perdidas através da difusão do ^{222}Rn . Esta nova metodologia também pode ser auxiliada com o Grupo de pesquisa em materiais, em colaboração com o Prof. Dr. Carlos José Leopoldo Constantino, onde se está pesquisando novos polímeros que sejam mais eficientes do que o CR-39 na detecção de partículas alfa.

IX – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BARBARAND, J., CARTER, A., WOOD, I., HURFORD, T.,. Compositional and structural control of fission-track annealing in apatite. *Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.)* 198, 107-138, 2003.

BIGAZZI, G., HADLER, J. C., IUNES, P. J., OSORIO A., A. M., Fission Track DS/DI measurement in artificial glass at conditions free from fading and radiation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, **53**, 67-70, 1991a.

CARLSON, W.D., DONELICK, R.A., KETCHAM, R.A. Variability of apatite fission-track annealing kinetics I: Experimental results. *Am. Mineral.* 84, 1213-1223, 1999.

CROWLEY, K.D., M. CAMERON, AND R.L. SHAEFER. Experimental studies of annealing of etched fission tracks in fluor apatite. *Geoch. Cosmoch.* Vol 55 pp.1449-1465, 1991.

CURVO, E.A.C., J.C. HADLER NETO, P.J. IUNES, S. GUEDES, C.A. TELLO S., S.R. PAULO, P.C. HACKSPACHER, R. PALISSARIA, P.A.F.P. MOREIRA, On epidote fission track dating, *Radiation Measurements*, 39, 641 – 645, 2005.

CURVO, E. A. C., Estudo da datação por traços de fissão em epídoto, Dissertação de Mestrado, UNICAMP, Campinas, SP, 50p., 2002.

FERNANDES L.A., A.B. CASTRO, G. BASILICI. Seismites in continental sand sea deposits of the Late Cretaceous Caiuá Desert, Bauru Basin, Brazil. *Sedimentary Geology*, v. 199, p. 51-64, 2007.

FERNANDES L.A. Mapa litoestratigráfico da parte oriental da Bacia Bauru (PR, SP, MG), escala 1:1.000.000, *Boletim Paranaense de Geociências*, n. 55, p. 53-66, 2004.

FERNANDES, L. A. & COIMBRA, A. M. Revisão estratigráfica da parte oriental da Bacia Bauru (neocretáceo), *Revista Brasileira de Geociências*, 30(4):717-728, 2000.

FERNANDES L. A. & COIMBRA A.M. Grupo Caiuá (Ks): revisão estratigráfica e contexto deposicional. *Rev. Brás. Geociências*, 24(3): 164-176, 1994.

FLEISCHER, R. L.; PRICE, P. B.; WALKER, R. M. Nuclear tracks in solids: Principles and Applications. *University of California Press*, Berkeley, 1975.

FLEISHER R.L., PRICE P.B. AND WALKER R.M., The ion explosion spike mechanism for formation of charged particle tracks in solids. *Journal Appl. Phys.* v. 36, p. 3645-3652, 1965h.

FLEISCHER, R. L.; PRICE, P. B. Charged particle tracks in glass. *J. Appl. Phys.* 34. pg. 903–2904, 1963a.

FRACALOSSI, C. P., Uso da termocronologia por traços de fissão em apatita no reconhecimento de áreas de recarga e análises isotópicas de $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ em águas subterrâneas do Aquífero Itararé no município de Americana (SP), Dissertação de Mestrado, UNESP, Rio Claro, SP, 94p., 2007.

GARVER J.I. Etching zircon age standards for fission-track analysis. *Radiation Measurements*, v. 37, p. 47-53, 2005.

GLEADOW, A. J. W.; DUDDY, I. R. A natural long-term track annealing experiment for apatite. *Nucl. Tracks*. 5. pg. 169–174, 1981.

GODOY M.C.T. F., A. ZANARDO, P.X.P. MARTIN-COHEM, M.C. PERUSI, I. TSUCHGIA. Características dos cimentos dos depósitos sedimentares da bacia de Bauru: Região de Presidente Prudente-SP. *Revista Brasileira de Geociências*, v. 25(1), p. 27-36, 2006.

GREEN, P.F., I.R. DUDDY, A.J.W. GLEADOW, P.R. TINGATE AND G.M. LASLETT. Thermal annealing of fission tracks in apatite, 1. A qualitative description. *Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.)*, 59, 237-253, 1986.

GUEDES O., S., J.C. HADLER N., P.J. IUNES, P.J., K.M.G. OLIVEIRA, M.H. KAKAZU, J.E.S. SARKIS, S.R. PAULO AND C.A. TELLO S. Spontaneous-fission decay constant of ^{238}U measured by nuclear track techniques without neutron irradiation. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, v. 25, p. 117-122, 2003b.

GUEDES O., S., J.C. HADLER N., P.J. IUNES, A. ZUÑIGA G., C.A. TELLO S. AND S.R. PAULO. The use of the U(n,f) reaction dosimetry in the determination of the λ_f value through fission-track techniques. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, v. 496, p. 215-221, 2003a.

GUEDES O., S., HADLER N., J.C., IUNES, P.J., BURKE, A. K., KAKAZU, M.H., SARKIS, J.E.S., PAULO, S.R., TELLO S., C.A. Determination of the ^{238}U spontaneous fission decay constant without neutron irradiation. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 253: 73-76, 2002.

HACKSPACHER, P., RIBEIRO B., L.F., RIBEIRO M., C.S., FETTER, A.H., HADLER N., J.C., TELLO S., C.A., DANTAS, E.L. Consolidation and Break-up of the South American Plateform in Southeastern Brazil: Tectonothermal and Denudation Histories. *Gondwana Research*, v. 7, p. 91-101, 2004.

HADLER N., J.C., P.J.IUNES., S.R.PAULO AND C.A.TELLO S. Obtainment of thermal histories for sets of geologically compatible localities by using apatite fission track analysis. *Revista de Física Aplicada e Instrumentação*, v.10, n. 1: p.1-10, 2005.

HUENE F.VON. Carta de F.von Huene ao Dr.Euzébio de Oliveira. *Mineração e Metalurgia*, 4(22): 190, 1939.

HURFORD, A. J., GREEN, P. F. A reappraisal of neutron dosimetry and uranium-238 λ_F values in fission track dating, *Nuclear Tracks*, Vol 5, Nos 1/2, 53-61, 1981.

IUNES P.J., G. BIGAZZI, J.C. HADLER N., M.A. LAURENZI, M.L. BALESTRIERI, P. NORELLI, A. M. OSÓRIO A, S. GUEDES O., C.A. TELLO S.AND S.R. PAULO. Fission-track dating of Jankov Moldavite using U and Th thin films neutron dosimetry. Em In Press na *Radiation Measurements*. 2005.

IUNES, P.J., J.C. HADLER N., G. BIGAZZI, C.A. TELLO S., S. GUEDES O. AND S.R. PAULO. 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*, v. 187, p. 201-211, 2002b.

IUNES, P. J. **Utilização da dosimetria de neutrons através de filmes finos de urânio e de tório naturais da datação de minerais com o método de traços de fissão** (1999), 70p. (Tese de doutorado) - IFGW/UNICAMP, Campinas, SP, Brasil, 1999.

LASLETT, G.M., GREEN, P.F., DUDDY, I.R., GLEADOW A.J.W. Thermal annealing of fission tracks in apatite 2. A quantitative analysis. *Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.)*, v. 65, p. 1-13, 1987.

LEDERER, C.M. AND V. S. SHIRLEY. *Table of Isotopes*, Seventh edition. John Wiley and Sons, Inc., New York, USA. 1523 p., 1978.

MENNEKEN M., NEMCHIN, A.A., GEISLER, T., PIDGEON, R.T. AND WILDE, S.A. Hadean diamonds in zircon from Jack Hills, Western Australia, *Nature*, 448, 917-920, 2007.

MURAKAMI, M., YAMADA, R., TAGAMI, T. Short-term annealing characteristics of spontaneous fission tracks in zircon: A qualitative description. *Chem. Geol. (Isot. Geosc. Sect.)* 227, 214-222, 2006.

NAESER, C. W.; GLEADOW, A. J. W.; WAGNER, G. A. Standardization of fission-track data reports. *Nucl. Tracks*. 3. pg. 133–136, 1979b.

NASDALA, L., ZHANG, M., KEMPE, U., PANCZER, G., GAFT, M., ANDRUT, M. AND PLOTZE, M. Spectroscopic methods applied to zircon. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, v. 53, p. 427-467, 2003.

NICOLA, H. H. AND RUTT, H. N. *J. Phys. C: Solid St. Phys.*, v. 10, p. 1335, 1974.

OSÓRIO A., A. M., P.J. IUNES, G. BIGAZZI, J.C. HADLER N., M.A. LAURENZI, P. NORELLI, C.A. TELLO S., S. GUEDES O. AND S.R. PAULO. Fission-track dating of Macusanite glasses with Plateau and Size Correction methods. *Radiation Measurements*. **36**: 407-412, 2003.

OSÓRIO A., A. M., P.J. IUNES, G. BIGAZZI, J.C. HADLER N., M.A. LAURENZI, P. NORELLI, C.A. TELLO S., S. GUEDES O. AND S.R. PAULO). Fission-track dating of Macusanite glasses using natural uranium and thorium thin films neutron dosimetry. *Geotemas*, **4**, 125-127, 2002.

PALENIK C. S., NASDALA, L., EWING, R. C.. Radiation damage in zircon. *American Mineralogist*, v.88, p.770-781, 2003.

PAULA E SILVA F., C. HUNGKIANG, M.R. CAETANO.CHANG. Estratigrafia de superfície do Grupo Bauru (K) no estado de São Paulo. *Revista Brasileira de Geociências*, v.35 (1), p.77-88, 2005.

PAULA E SILVA F., CHANG H. K., CAETANO-CHANG M. R. Perfis de referência do Grupo Bauru (K) no estado de São Paulo, *Geociências*, v. 22, N. Especial, p. 21-32, 2003.

PEREIRA, M.J. & FEIJÓ F.J. Bacia de Santos. *Boletim Geociências Petrobrás*, 8(1):219-234, 1994..

PRICE, P. B.; WALKER, R. M. Fossil tracks of charged particles in mica and the age of minerals. *J. Geophys. Res.* 68. pg. 4847–4862, 1963a.

PRICE, P. B.; WALKER, R. M. A new detector for heavy particle studies. *Phys. Lett.* 3. pg. 113–115, 1962a.

PRICE, P. B.; WALKER, R. M. Observations of charged–particle tracks in solids. *J. Appl. Phys.* 33. pg. 3400–3406, 1962b.

PRICE, P. B.; WALKER, R. M. Chemical etching of charged–particle tracks in solids. *J. Appl. Phys.* 33. pg. 3407–3412, 1962c.

PRICE, P. B.; WALKER, R. M. Observation of fossil particle tracks in natural micas. *Nature*. 196. pg. 732–734, 1962d.

RAVENHURST, C.E., RODEN-TICE, M.K., MILLER, D.S. Thermal annealing of fission tracks in fluorapatite, chlorapatite, manganoapatite, and Durango apatite: experimental results. *Canadian Journal of Earth Ciencias*, 40, 995-1007, 2003.

SCHUMANN, W. *Rochas e Minerais*, Editora Ao Livro Técnico S/A, p. 32 e 60, 1985. ISBN 3-405-12724-6

STORZER, D., WAGNER G. A. Correction of thermally lowered fission track ages of tektites. *Earth. Planet. Sci. Lett.*, 5: 463-468, 1969.

TAGAMI, T., CARTER A., AND HURFORD J. Natural long-term annealing of the zircon fission-track system in Vienna Basin deep borehole samples: Constrains upon the partial annealing zone and closure temperatures, *Chem. Geol. (Isot. Geosc. Sect.)*, v. 130, p. 147-157, 1996a.

TAGAMI, T., ITO, H., NISHIMURA, S. Thermal annealing characteristics of spontaneous fission tracks in zircon. *Chem. Geol. (Isot. Geosc. Sect.)*, v. 80, p. 159-169, 1990.

TELLO S., C.A., R. PALISSARI, J.C. HADLER N., P.J. IUNES, S. GUEDES, E.A.C. CURVO AND S.R. PAULO. Annealing experiments on induced fission tracks in apatite: I. Measurements of horizontal-confined-track lengths and track densities in basal sections and randomly oriented grains. *American Mineralogist*, v. 91, p. 252-260, 2006.

TELLO S., C. A., HADLER N., J.C., IUNES, P.J., GUEDES, S., HACKSPACHER, P.C., RIBEIRO B., L.F., PAULO, S.R., OSÓRIO A., A. M. Thermochronology of the South American platform in the State of São Paulo, through apatite fission tracks. *Radiation Measurements*, v.39, n.6: p.635-640, 2005.

TELLO S., C. A., HACKSPACHER, P. C., HADLER N., J. C., IUNES, P. J., GUEDES S., RIBEIRO B., L. F., PAULO, S. R. Recognition of Cretaceous, Paleocene and Neogene Tectonic Reactivation, through Apatite Fission-Track Analysis, in Precambrian areas of the Southeast Brazil: Association with the South Atlantic Ocean Opening. *Journal of South American Earth Science*, v. 15, p. 765-774, 2003.

UTSUNOMIYA, S., PALENIK C. S., VALLEY, J. W., CAVOSIE, A. J., WILDE, S. A. AND SWING, R. C. Nanoscale occurrence of Pb in an Archean zircon. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, v. 68, n. 22, p. 4679-4686, 2004.

YAMADA K., TAGAMI, T., SHIMOBAYASHI, N. Experimental study on hydrothermal annealing of fission tracks in zircon. *Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect)*, v. 201, p. 351-357, 2003.

YAMADA R., YOSHIOKA T., WATANABE K., TAGAMI T., NAKAMURA H., HASHIMOTO T., NISHIMURA S. Comparison of experimental techniques to increase the number of measureable confined fission tracks in zircon. *Chemical Geology, Isotopic Geoscience Section*, v. 149, p. 99-107, 1998.

YAMADA, R., TAGAMI, T., NISHIMURA, S., ITO, H. Annealing kinetics of fission tracks in zircon: an experimental-study. *Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect)*, v. 122, p. 249-258, 1995.

YOUNG, D. A. Etching of radiation damage in lithium fluoride. *Nature*. 182. pg. 375–377, 1958.

WAGNER, G.A. AND P. VAN DEN HAUTE, Fission-track dating. *Kluwer Acad., Norwell, Mass.*, v. 6, 285p., 1992.

ZHANG, M., SALJE, E.K.H., FARNAN, I., GRAEME-BARBER, A., DANIEL, P., EWING, R.C., CLARK, A.M., LEROUX, H. *Journal of Physics-Condensed matter*, 12, 1915-1925, 2000.