

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS

**PETROGRAFIA E DATAÇÃO U-PB (LA-ICP-MS) DE
ZIRCÃO DE GRANITOS E GREISEN DO MACIÇO
GRANÍTICO MANDIRA, SP, PROVÍNCIA GRACIOSA**

Paulo Thomas Koch

Orientador: Prof. Dr. Silvio R. F. Vlach
Co-orientador: Prof. Dr. Miguel A. S. Basei

MONOGRAFIA DE TRABALHO DE FORMATURA

(TF-10/38)

TF
K76
PT.p

SÃO PAULO
2010

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS

**PETROGRAFIA E DATAÇÃO U-PB (LA-ICP-MS) DE ZIRCÃO
DE GRANITOS E GREISEN DO MACIÇO GRANÍTICO MANDIRA, SP,
PROVÍNCIA GRACIOSA**



Paulo Thomas Koch

Orientador: Prof. Dr. Silvio R. F. Vlach

Coorientador: Prof. Dr. Miguel A. S. Basei

MONOGRAFIA DE TRABALHO DE FORMATURA

(TF-10/38)

DEDALUS - Acervo - IGC



30900028394

São Paulo

2010

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer a todos os professores que contribuíram de forma direta e indireta para minha formação acadêmica, especialmente ao meu orientador Prof. Dr. Silvio R. F. Vlach e meu coorientador Prof. Dr. A. S. Basei que me acompanharam durante um ano inteiro de dificuldades e superações.

Agradeço também a todos os funcionários do Instituto de Geociências, em especial aos técnicos Key, Walter, Maurício e Vasco, que me auxiliaram sempre que foi preciso.

Agradeço também a FAPESP, sem a qual este projeto não seria viável.

Sou grato eternamente aos meus amigos e namorada, que me proporcionaram momentos inesquecíveis sem os quais não teria conseguido atingir a meta de ser feliz neste curso.

Agradeço principalmente a minha família, que me apoio e me incentivou desde minha infância, nunca fazendo cobranças muito pesadas, mas ao mesmo tempo sempre me mostrando a direção certa a ser seguida.

RESUMO

A Província Graciosa de granitos e sienitos de “tipo-A”, S-SE do Brasil, é uma das províncias magmáticas mais importantes formadas ao final do Neoproterozóico. Na província ocorrem plútons e ocorrências vulcânicas correlatas, cujas idades, tanto relativas quanto absolutas, ainda não são conhecidas com a precisão e acurácia necessárias para a elaboração de modelos petrogenéticos e tectônicos mais elaborados. Para o Maciço Granítico Mandira, objeto de estudo deste trabalho, ainda não existem determinações U/Pb em cristais de zircão.

O objetivo específico do presente trabalho é a determinação de idades de cristalização de rochas graníticas e de *greisen* associados do Maciço Mandira, com a utilização do método U-Pb em frações de zircão, por LA-ICP-MS. Foram selecionadas duas amostras de granitóides, uma representativa da associação alcalina e outra da associação aluminosa, além de uma amostra representativa de zonas de alteração hidrotermal, que ocorrem tipicamente associadas aos granitos da associação aluminosa.

Ferramentas de apoio, como petrografia microscópica, análise de imagens ópticas, de elétrons retro-espalhados (BSE) e de cátodo-luminescência (CL) de concentrados de zircão permitiram analisar e interpretar variações micro-estruturais e composicionais dos cristais de zircão, relacionadas, entre outros, a zonamentos composicionais, presença de núcleos herdados, inclusões, processos de dissolução e sobrecrecimentos. A utilização destas ferramentas possibilitou a localização correta dos pontos a serem analisados isotopicamente.

Das 25 análises para a amostra representativa da associação aluminosa, três com discordâncias mais elevadas foram rejeitados, e sete com discordâncias superiores a 2% resultaram em idades discordantes. Os dados concordantes dentro do intervalo de erro sugerem, admitindo a existência de três populações, idades de 560 ± 5 Ma, 584 ± 4 Ma e 605 ± 5 Ma, com clara concentração dos resultados em torno de 583-585 Ma, que deve representar a melhor idade para a cristalização magmática dos cristais analisados.

Para a amostra da associação alcalina foram analisados 22 pontos, quatro deles apresentaram discordâncias mais elevadas e foram rejeitados, enquanto dois com discordâncias superiores a 2% resultaram em idades discordantes. Admitiu-se como idade mais certa a de 577 ± 9 Ma, gerada pela média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$.

As análises obtidas para o mica *greisen* foram consideradas inadequadas para a obtenção de dados geocronológicos pela sistemática U/Pb, uma vez que a proporção relativa de Pb comum é muito elevada.

Os resultados obtidos são similares aos dados pré-existentes representativos do magmatismo da província e contribuem significativamente para o posicionamento cronológico do Maciço Granítico Mandira, visto que são as primeiras determinações geocronológicas adequadas para o maciço.

ABSTRACT

The Graciosa Province of "Type-A" granites and syenites S-SE Brazil, is one of the most important igneous provinces formed in the end of the Neoproterozoic Era. In the province occur plutons and volcanic correlated events. Their ages, both relative and absolute, are not known with precision and accuracy required for the development of elaborated petrogenetic and tectonic models. For the Mandira Granite Massif, object of the present study, there are no U/Pb determinations for zircon crystals.

The specific objective of this work is to determine the crystallization ages of granites and greisen associated to Mandira Massif, using the U-Pb method on zircon fractions with LA-ICP-MS. We selected two samples of granitoids, one is representative of the alkaline association, and the other is representative of the aluminous association. The third sample is representative of hydrothermal alteration zones, which occur typically associated with granites of the aluminous association.

Support tools, such as petrographic microscopy and analysis of optical, electron back-scattered (BSE) and cathode-luminescence (CL) images of zircon concentrates, helped to analyze and interpret micro-structural and compositional variations in zircon crystals, like compositional zoning, presence of inherited cores, inclusions, dissolution processes and overgrowths. The use of these tools allowed the correct location of points to be isotopically analyzed.

25 tests were made for the sample representative of the aluminous association, three with the highest discordances were rejected, and seven with a discordance of more than 2% resulted in discordant ages. Concordant data within the range of error suggest, admitting the existence of three populations, ages of 560 ± 5 Ma, 584 ± 4 Ma and 605 ± 5 Ma, with a clear concentration of results around 583-585 Ma, which should represent the best age for magmatic crystallization of the analyzed crystals.

For the sample of the alkaline association, 22 points were analysed, four of them had high discordances and were rejected, while two had discordances over 2%, which resulted in discordant ages. The age of 577 ± 9 Ma, generated by the weighted average of $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ ages, was assumed to be the most certain for this sample.

The analysis obtained for the mica greisen were considered inadequate to obtain U-Pb geochronological data, since the relative proportion of common Pb is very high.

The results are similar to pre-existing data representative of the magmatism of the province, and contributes significantly to the chronological positioning of the Mandira Granite Massif, since they are the first geochronological determinations suitable for this massif.

Sumário

1	INTRODUÇÃO	1
2	OBJETIVOS.....	2
3	FUNDAMENTAÇÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
3.1	A Província Graciosa: uma síntese do conhecimento.....	3
3.2	O Maciço Mandira	5
3.3	Sistema U-Pb em geocronologia	7
4	MATERIAIS E MÉTODOS	8
4.1	Petrografia microscópica.....	8
4.2	Preparação das amostras	8
4.3	Obtenção de imagens de cátodo-luminescência (CL), elétrons retro-espalhados (BSE) em modo composicional e topográfico, e luz transmitida (LT)	10
4.4	Análises isotópicas com LA-ICP-MS	11
5	DESENVOLVIMENTO DO TRABALHO	12
6	RESULTADOS OBTIDOS E INTERPRETAÇÕES.....	13
6.1	Petrografia geral	13
6.1.1	Biotita Sienogranito (Amostra MAN-14).....	13
6.1.2	Riebeckita álcali-feldspato granito (Amostra MAN-13A)	16
6.1.3	Mica greisen (Amostra MAN-F16B)	18
6.2	Morfologia e micro-estruturas de zircão: análise de imagens CL, BSE e LT.....	21
6.2.1	Imagens de catodo-luminescência e luz transmitida.....	21
6.2.2	Imagens de elétrons retro-espalhados	26
6.3	Análises isotópicas e datação U/Pb.....	29
6.3.1	Sienogranito com biotita (MAN-14)	29
6.3.2	Álcali-feldspato granito com riebeckita (MAN-13A)	34
6.3.3	Mica greisen (MAN-F16B).....	38
7	Considerações finais e conclusões.....	38
7.1	Idades de cristalização magmática.....	38
7.2	Comparação com os dados disponíveis e implicações para a geocronologia da Província Graciosa	39
7.3	Sugestões para refinamentos posteriores	41
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	42

1 INTRODUÇÃO

A determinação de idades adequadas de cristalização de rochas ígneas é essencial para a identificação da estratigrafia dos eventos que tomaram parte na formação de províncias magmáticas.

A Província Graciosa de granitos e sienitos de “tipo-A”, S-SE do Brasil, é uma das províncias magmáticas mais importantes formadas ao final do Neoproterozóico (Gualda & Vlach 2007a). Na província afloram quase uma vintena de plútons, maciços e/ou complexos intrusivos, além de ocorrências vulcânicas correlatas, cujas idades, tanto relativas quanto absolutas, ainda não são conhecidas com a precisão e acurácia necessárias para a elaboração de modelos petrogenéticos e tectônicos mais elaborados. De fato, os dados geocronológicos disponíveis sugerem que a província foi formada durante um amplo intervalo de tempo, entre ca. 560 e 620 Ma (cf. revisão em Vlach *et al.* submetido). Um dos problemas observados está no fato de que as determinações U/Pb em frações de cristais de zircão, em geral obtidas com o método ID-TIMS (isotope dilution - thermal ionization mass spectrometry), das rochas graníticas resulta sistematicamente em pontos discordantes, fator que limita o seu valor interpretativo. Estes últimos autores por sua vez, com base em determinações U/Pb similares, mas concordantes, em amostras de rochas dioríticas contemporâneas aos granitos e sienitos, sugerem, por sua vez, que a colocação e cristalização de magmas na província tenha ocorrido durante um intervalo de tempo relativamente pequeno, próximo a 580 Ma. Certamente são necessários dados de qualidade para definir com maior precisão a cronologia deste magmatismo.

Adicionalmente, não existem ainda determinações U/Pb em cristais de zircão para diversas ocorrências. Este é o caso do Maciço Granítico Mandira (Oliveira 1989), que aflora no extremo NE da província, na região SE do estado de São Paulo, uma importante ocorrência da Província Graciosa, caracterizada, adicionalmente pela ocorrência de variedades de hidrotermalitos, principalmente *greisens*. Esta monografia pretende cobrir parte desta lacuna, adicionando dados geocronológicos para amostras selecionadas deste maciço. A proposta inicial pretendia aplicar o método convencional ID-TIMS em frações de zircão selecionadas e convenientemente tratadas de forma a tentar minimizar problemas de discordância. Entretanto, a disponibilização recente da metodologia de análise pontual *in situ* com LA-ICP-MS (*Laser ablation – Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry*) no Instituto nos fez redirecionar a abordagem no sentido de explorar o potencial deste método para a determinação de idades absolutas de cristalização de zircão em rochas graníticas. Além disso, o fato da análise por LA-ICP-MS ser pontual permite que sejam evitadas zonas indesejadas, tornando os resultados mais precisos.

2 OBJETIVOS

O objetivo específico do presente trabalho é a datação de rochas graníticas e de *greisen* associados do Maciço Mandira, com a utilização do método U-Pb em frações de zircão com o método LA-ICP-MS.

No maciço afloram rochas das associações aluminosa (subalcalina) e alcalina de granitos do “tipo-A” (Gualda & Vlach 2007a, Vlach & Gualda 2007, ver também revisão a seguir). Assim foram selecionadas duas amostras, uma representativa da associação alcalina, que corresponde a um álcali-feldspato granito peralcalino e outra representativa da associação aluminosa, que corresponde a um biotita sienogranito. Adicionalmente, foi selecionada uma amostra de um *mica greisen*, representativo de zonas de alteração hidrotermal/metassomáticas que ocorrem tipicamente associadas aos granitos da associação aluminosa.

Para alcançar este objetivo, foram aplicadas diversas ferramentas, como petrografia microscópica, obtenção de concentrados de zircão, análise de imagens ópticas, de elétrons retro-espalhados (BSE) e de cátodo-luminescência (CL) de frações de zircão e obtenção de análises isotópicas.

3 FUNDAMENTAÇÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 A Província Graciosa: uma síntese do conhecimento

A Província Graciosa de granitos e sienitos de “tipo-A” reúne diversos complexos, maciços e plútons distribuídos desde a região SE do estado de Santa Catarina até o extremo SE do estado de São Paulo (Gualda & Vlach 2007a, cf. Figura 1). As rochas graníticas e sieníticas são predominantes, ocorrendo subordinadamente rochas gabro-dioríticas. Rochas vulcânicas ácidas e básico-intermediárias constituem uma típica associação bimodal contemporânea, que aflora junto a alguns complexos intrusivos ou toma parte de bacias vulcanossedimentares também contemporâneas (Kaul 1997, Gualda & Vlach 2007b).

Os complexos, maciços e plútons da província possuem forma grosseiramente elíptica, com eixo maior orientado na direção SW-NE, acompanhando grosso modo os contrafortes da Serra do Mar, e se colocaram em níveis crustais relativamente rasos, durante regimes tectônicos extensionais (Kaul 1997, Gualda & Vlach 2007b).

As rochas plutônicas são intrusivas em rochas do “Maciço Joinville”, definido por Hasui *et al.* (1975), que tem como limites a Faixa de Dobramentos Ribeira a norte e o Cinturão Dom Feliciano a sul. O termo “Maciço Joinville” foi abandonado por Basei *et al.* (1992), que o dividiu em três unidades tectônicas distintas: Microplaca Curitiba a norte, Microplaca Luis Alves a sul e Cinturão Granitóide Costeiro a leste. A Microplaca Curitiba é composta por granulitos e migmatitos gerados durante o Ciclo Transamazônico (2.2-1.8 Ga) e migmatizados durante o Ciclo Brasileiro (620-650 Ma). A Microplaca Luís Alves é composta por gnaisses granulíticos de idade Paleoproterozóica a Arqueana e o Cinturão Granitóide Costeiro é constituído essencialmente por monzogranitos porfíricos e leucogranitos a duas micas, gerados durante o evento Brasileiro (615-570 Ma).

O estudo realizado por Siga Jr. *et al.* (1994, ver também Kaul 1997), sugere que o magmatismo da Província Graciosa esteja relacionado ao rearranjo crustal ocasionado após a colisão entre o Cinturão Granitóide Costeiro e o bloco formado pelas microplacas Luis Alves e Curitiba, sendo a colisão ocasionada durante o final do então denominado Ciclo Brasileiro.

As idades de colocação e cristalização do magmatismo na província ainda são sujeitas a debates (cf. Vlach *et al.* 2006, revisão em Vlach *et al.* submetido). Os dados existentes sugerem um intervalo entre ca. 570 e 610 Ma tanto para as rochas intrusivas quanto para as rochas extrusivas (cf. também Siga Jr. *et al.* 1994). Idades U-Pb em frações de zircão de rochas dioríticas contemporâneas, que ocorrem associadas a alguns plútons da província, em grande parte concordantes com valores entre 580 e 583 (± 3) Ma (Vlach *et al.*

2006), são consideradas por estes autores como as melhores idades de referência para a província (Vlach *et al.* 2006).

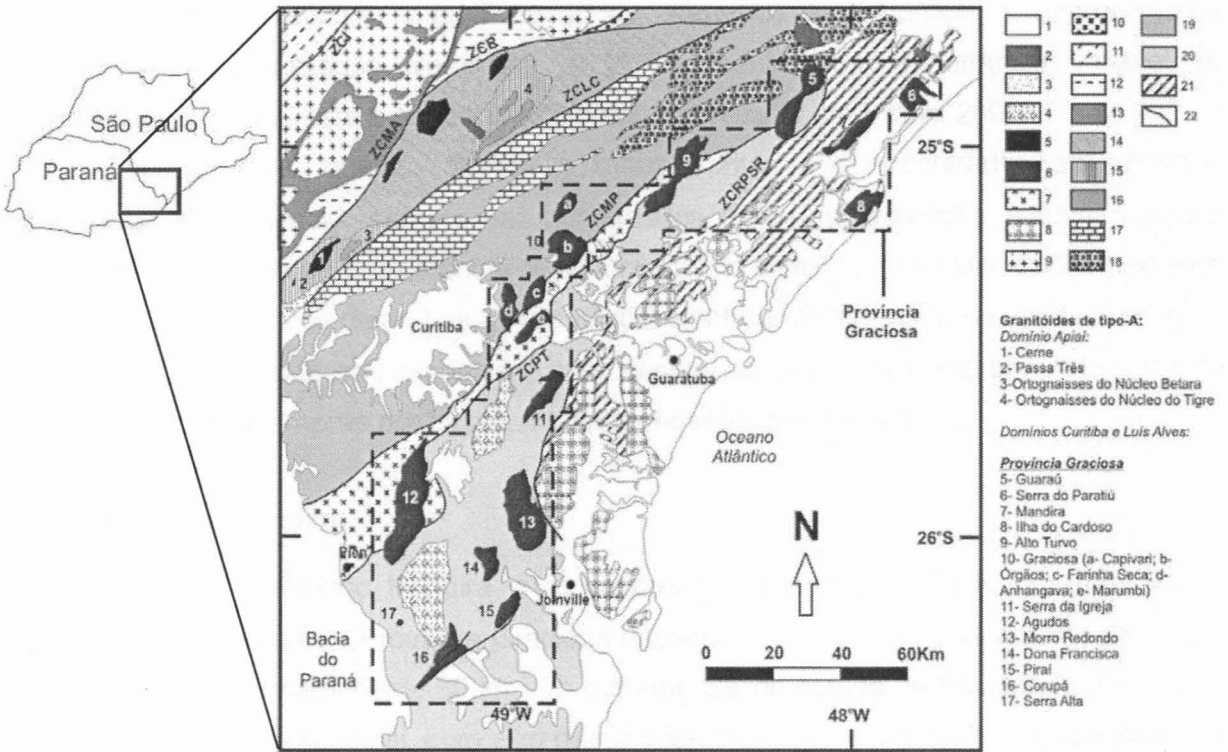


Figura 1. Mapa geológico esquemático das principais unidades geológicas do sul-sudeste brasileiro (adaptado e modificado de Prazeres Filho *et al.*, 2003 e Heilbron *et al.*, 2004): 1-Coberturas Fanerozóicas; 2-Complexos alcalinos mesozóicos; 3-Bacia Eopaleozóica; 4-Bacias Neoproterozóicas; [Neoproterozóico] 5-Stocks graníticos de características de tipo-A do Domínio Apiaí; 6-Granitos e sienitos de tipo-A da Província Graciosa; 7-Batólito cálcio-alcalino Piên-Mandirituba; 8-Batólito Paranaguá; DOMÍNIO APIAÍ: 9-Batólito Três Córregos e Stocks graníticos menores; 10-Formação Iporanga; 11-Grupo Itaiacoca; 12-Subgrupo Lageado; [Mesoproterozóico] 13 - Formação Águas Claras; 14-Formação Votuverava; [Paleoproterozóico] 15-Formação Perau; 16-Núdeos granito-gnáissicos alcalinos (tipo-A); DOMÍNIO CURITIBA: [Neoproterozóico] 17-Formação Capiru; 18-Sequência Turvo-Cajati; [Paleoproterozóico] 19-Complexo Atuba; DOMÍNIO LUÍS ALVES: [Arqueano-Paleoproterozóico] 20-Complexo Granulítico de Santa Catarina; DOMÍNIO PARANAGUÁ: [Neoproterozóico] 21-Metassedimentos protomiloníticos (Sequência Rio das Cobras); 22-Zonas de cisalhamento (ZCI: Zona de Cisalhamento Itapirapuá; ZCMA: Morro Agudo; ZCR: Ribeira; ZCLC: Lancinha-Cubatão; ZCMP: Mandirituba-Piraquara; ZCRPSR: Rio Palmital-Serrinha; ZCPT: Piên-Tijucas.

As rochas graníticas e sieníticas da província são reunidas em duas associações petrográficas com características contrastantes, denominadas associação alcalina e aluminosa respectivamente (Vlach *et al.* 1991, Gualda & Vlach 2007b).

A associação alcalina é composta por álcali-feldspato sienitos metaluminosos que evoluem para álcali-feldspato granitos peralcalinos, todos de natureza *hypersolvus*. Olivina, clinopiroxênio e anfibólios cálcicos são os minerais máficos típicos das rochas metalumionosas, enquanto riebeckita e egrina caracterizam as variedades peralcalinas. A

associação aluminosa (subalcalina), por sua vez, é composta predominantemente por biotita sieno- e monzo-granitos de natureza *subsolvus* e caráter metaluminoso a marginalmente peraluminoso. Horblenda acompanha a biotita nas variedades mais máficas deste grupo. Estas associações refletem a participação de diferentes áreas-fontes localizadas 1) na crosta, para a associação aluminosa; e 2) no manto, com importância variável de contaminação crustal, para a associação alcalina (cf. revisão em Vilalva 2007).

Gabros, raros, quartzo dioritos e monzodioritos são encontrados em diversas ocorrências da província, sempre em quantidades muito subordinadas e com relações estruturais indicativas de coexistência e mistura parcial entre líquidos básico-intermediários e graníticos ou sieníticos de ambas as associações petrográficas (Vlach & Gualda 2007a).

As rochas vulcânicas associadas são constituídas essencialmente por variedades de riolitos e subordinadamente por basaltos e andesi-basaltos (Góis Jr 1995).

3.2 O Maciço Mandira

O Maciço Granítico Mandira, alvo do presente trabalho, compõe uma das várias ocorrências plutônicas da Província Graciosa (Gualda & Vlach 2007a). O maciço aflora por uma área de aproximadamente 50 km² no extremo SE do estado de São Paulo (Figura 1), apresentando forma elipsoidal, com eixo maior orientado na direção N40E. O contato deste plúton com suas encaixantes é brusco, discordante e circunscrito a nível epizonal, caracterizando um contato intrusivo (IPT 1982).

As rochas encaixantes, a NW, são variedades gnáissico-migmatíticas do complexo costeiro, enquanto, para NE, o contato se dá com os metassedimentos de baixo grau do Complexo Turvo-Cajati (Silva & Algarte 1981a). Para SW aflora um gabro hidrotermalizado, com coloração rosada, cujas relações de contato com o plúton não são bem definidas. O maciço é cortado na direção NW pelos rios Mandira e Itapitangui, que se encaixam em zonas de falha de porte regional, e que possuem amplas planícies aluviais, também presentes em seus afluentes (IPT 1981).

O maciço foi mapeado em algum detalhe pelo IPT (1981), que individualizou duas suítes diferenciadas, denominadas Acaraú (γA) e Mandira (γM). Esta segunda suíte foi adicionalmente dividida em três subunidades designadas γM , $\gamma M1$ e $\gamma M2$. No trabalho de IPT (1986) a divisão foi mantida, mas as suítes e subunidades foram consideradas como unidades independentes. O trabalho de maior detalhe no maciço é devido a Oliveira (1989), que manteve a divisão proposta, a menos da unidade $\gamma M2$, reconhecida como a própria unidade γM alterada hidrotermalmente.

Assim, Oliveira (1989) caracteriza as unidades mapeadas como segue:

Unidade Mandira (γM) é a mais expressiva em área, formada por álcali-feldspato granitos *hipersolvus* leuco- a hololeucocráticos cinzentos a rosados, com estruturas maciça

ou orientada e texturas equi- a inequigranulares de granulação média. As rochas apresentam natureza peralcalina e contêm mesopertita e/ou ortoclásio pertítico, quartzo, riebeckita, zircão, fluorita e esfalerita, minerais opacos, biotitas e stilpnomelano.

MAPA GEOLÓGICO DO MACIÇO GRANÍTICO MANDIRA

Adaptado de Oliveira M.C.B. 1989.

Petrologia do Maciço Granítico Mandira - SP

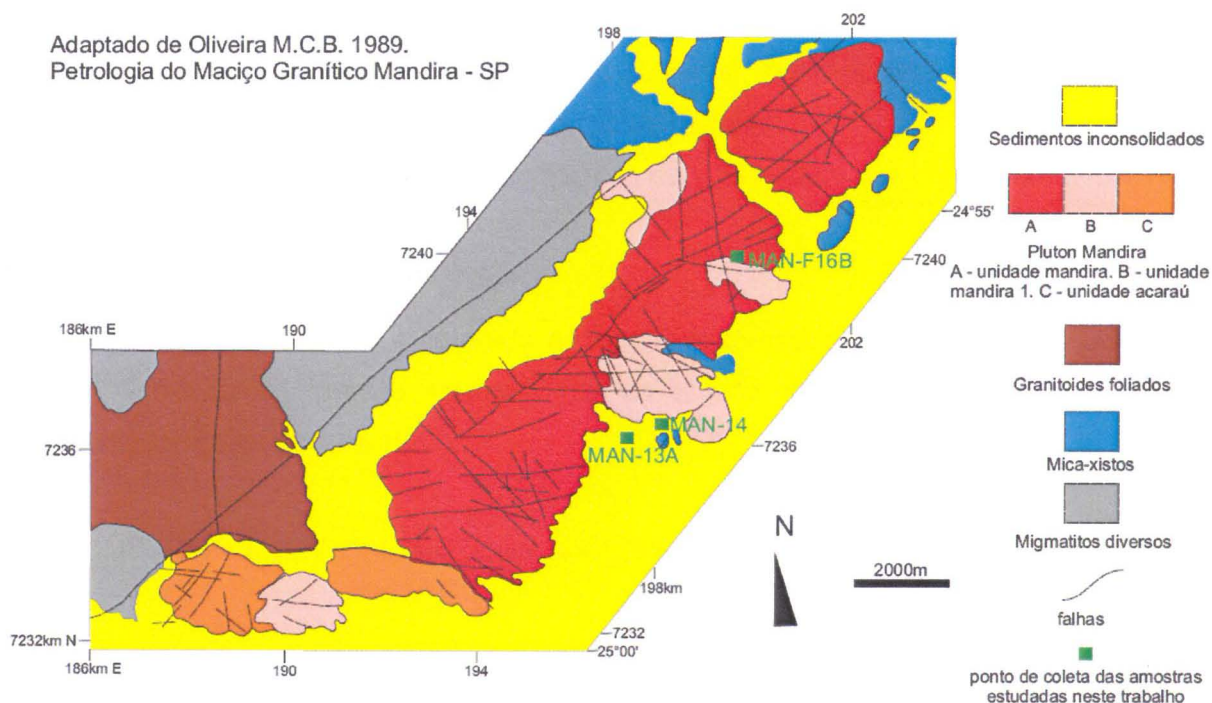


Figura 2. Mapa geológico do Maciço Granítico Mandira, adaptado de Oliveira M.C.B. 1989.

Unidade Mandira 1 ($\gamma M1$) aflora em quatro *stocks*; inclui sienogranitos e álcali-feldspato granitos *subsolvus*, leuco- a hololeucocráticos cinzentos claros a rosados, com estrutura maciça ou orientada e texturas desde equigranulares até porfíricas, estas últimas incluindo tipos *rapakivi*. São rochas marginalmente peraluminosas, contendo mesopertita ou feldspato potássico pertítico, quartzo e oligoclásio. Biotita verde e localmente hornblenda são os máficos típicos, acompanhados por allanita, opacos, fluorita, zircão, apatita e possível stilpnomelano.

A *Unidade Acaraú* (γA) aflora em dois *stocks* orientados W-E no extremo SW do maciço. São rochas de aspecto "*charnockítico*", dado pela coloração em tons de verde ou cinza esverdeado, estrutura maciça ou orientada e texturas equi- a inequigranulares ou mesmo porfíricas de granulação média a grossa. São álcali-feldspato granitos *hipersolvus* com ortoclásio pertítico ou mesopertítico, quartzo e Fe-hastingsita, acompanhados por allanita, minerais opacos, fluorita, titanita, zircão, esfalerita e apatita. Trata-se de rochas moderadamente metaluminosas, entretanto anfibólio sódico é descrito em algumas das amostras estudadas.

Rochas metassomáticas e *greisens* afloram em algumas áreas do maciço, particularmente associadas à *Unidade Mandira 1*. Foram descritas por Oliveira (1989) como metassomatitos quartzo-feldspáticos, *greisens* e granitos albitizados.

Os *greisens* apresentam estrutura maciça, cor cinza escura e textura heterogranoblástica com granulação fina a média. São constituídos por quartzo e mica branca, acompanhados por biotita verde, albita e minerais como esfalerita, zircão, fluorita, allanita, magnetita, ilmenita, galena, pirita e calcopirita. Algumas ocorrências apresentam granada, cassiterita e carbonatos de ETR, ou ainda topázio.

Não existem informações geocronológicas para as rochas que constituem o maciço

3.3 Sistema U-Pb em geocronologia

A geocronologia U-Pb é baseada no decaimento radioativo de ^{238}U para o isótopo estável ^{206}Pb e de ^{235}U para o estável ^{207}Pb , de acordo com as seguintes equações de decaimento radioativo (Faure 1987):

$$^{238}_{92}\text{U} \rightarrow ^{206}_{82}\text{Pb} + 8\alpha + 6\beta^- + 47,4\text{MeV}/\text{atom} \leftrightarrow ^{206}_{82}\text{Pb} = ^{206}_{82}\text{Pb}_0 + ^{238}_{92}\text{U} \times \exp(^{238}\lambda_{\text{U}}t - 1) \quad (\text{Eq. 1})$$

$$^{235}_{92}\text{U} \rightarrow ^{207}_{82}\text{Pb} + 7\alpha + 4\beta^- + 45,2\text{MeV}/\text{atom} \leftrightarrow ^{207}_{82}\text{Pb} = ^{207}_{82}\text{Pb}_0 + ^{235}_{92}\text{U} \times \exp(^{235}\lambda_{\text{U}}t - 1) \quad (\text{Eq. 2})$$

Em que t é o tempo decorrido, Pb_0 é a quantidade inicial do isótopo de Pb e λ é a constante de decaimento radioativo: $^{238}\lambda_{\text{U}} = 15.5125\text{E-}11 \text{ a}^{-1}$ e $^{235}\lambda_{\text{U}} = 98.4850\text{E-}11 \text{ a}^{-1}$ (Steiger & Jäger 1977). Assim, as determinações das concentrações isotópicas de U e Pb em minerais geram duas idades independentes: $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ e $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$. Estes dados são expressos na forma de gráficos $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ vs. $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ onde valores concordantes (valores para os quais as idades obtidas são iguais considerando os erros analíticos), representam idealmente sistemas fechados, onde não houve ganho ou perda de U e/ou Pb após a cristalização do mineral considerado. Em geral nas situações em que a discordância de dados não é crítica, costuma-se também adotar a idade $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ como representativa do sistema, uma vez que a abundância isotópica do ^{238}U é muito superior a do ^{235}U , o que resulta em determinações analíticas mais precisas e acuradas no primeiro caso.

O mineral mais utilizado na geocronologia U-Pb é o zircão (ZrSiO_4), pois ele incorpora U em sua estrutura durante a cristalização, em substituição ao Zr. Além disso, o zircão incorpora pouco ou nenhum Pb durante esta fase. Outros minerais também muito utilizados são monazita, titanita, allanita, xenotima, baddeleyita e perovskita (Machado & Simonetti 2001).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Após uma análise da literatura e das amostras disponíveis para o maciço, foram selecionadas as amostras MAN-14, MAN-13A e MAN-F16B representativas de um biotita sienogranito, um riebeckita álcali-feldspato granito, e um mica *greisen*, respectivamente. Estas amostras foram coletadas em etapas de campo conduzidas pelo orientador e alunos de graduação e pós-graduação em 2008 e a sua localização está representada na Figura 2.

Para o desenvolvimento da monografia e tratamento das amostras escolhidas foram utilizados diversos métodos analíticos, os quais são detalhados a seguir.

4.1 Petrografia microscópica

Para caracterização das amostras selecionadas e comparação futura com dados de amostras similares de outras ocorrências da província, elas foram descritas ao microscópio petrográfico no Laboratório de Microscopia Petrográfica do Departamento de Mineralogia e Geotectônica (GMG) do Instituto de Geociências da Universidade de São Paulo. Algumas feições observadas foram documentadas digitalmente no Laboratório de Óptica do mesmo instituto, utilizando o microscópio Olympus BXP50, com câmera Olympus C5050 acoplada.

Nas descrições foi enfatizada a mineralogia e as texturas gerais observadas nas amostras estudadas, enfocando-se especialmente os cristais de zircão e as texturas relacionadas a este mineral, objetivando definir o contexto textural deste mineral, bem como detectar possíveis micro-estruturas.

4.2 Preparação das amostras

Esta fase foi realizada no Centro de Pesquisas Geocronológicas (CPGeo) da Universidade de São Paulo. As amostras preparadas possuíam massa inicial de aproximadamente 5kg cada. Informações mais detalhadas sobre o processo de obtenção de concentrados de zircão podem ser encontradas em Passarelli *et al.* (2009).

O primeiro passo realizado foi a cominuição das amostras, feita inicialmente com marreta, a seguir com britador de mandíbulas e, finalmente, moinho de disco. O produto, com granulação fina a muito fina, foi peneirado mecanicamente utilizando-se de peneiras com aberturas de 0,25 mm, 0,149 mm e 0,059 mm. O material acima de 0,149 mm retornou ao moinho, enquanto o material abaixo desta granulação foi coletado em duas alíquotas distintas, uma com granulação entre 0,149mm e 0,059mm, e outra com granulação menor que 0,059mm. Este procedimento visou à obtenção da maior quantidade possível de material situado na fração entre 0,149 mm e 0,059mm, recomendada para a obtenção de

concentrados de zircão com alto grau de liberação e sem causar o fraturamento destes cristais.

A concentração de minerais pesados foi feita em mesa vibratória, que separa os minerais por densidade utilizando vibração e pressão de água. Na mesa, “caminhos” diferentes de minerais são formados em função da densidade dos minerais que constituem o concentrado. Os “caminhos” com maior concentração de minerais pesados (minerais com densidades superiores a do Bromofórmio) são coletados pela “caneca 1” enquanto os de menor densidade são coletados na “caneca 2”. Para o método, interessa a fração coletada na “caneca 1”.

Depois de seco, o material coletado na “caneca 1” foi submetido a um imã de mão para extração dos minerais fortemente magnéticos, como magnetita. O restante foi ao Separador Isodinâmico Frantz, com ângulo de inclinação lateral de 10° e frontal de 10° - 15° , e amperagem 0,5 A. O concentrado não magnético corresponde ao produto de interesse, por agregar os minerais utilizados para datação U-Pb.

Na etapa seguinte, a fração não magnética passou por um processo de separação por líquidos densos. Inicialmente, utilizou-se bromofórmio ($d = 2,81 \text{ g/cm}^3$), para eliminar minerais de baixa densidade, como o quartzo e o plagioclásio. Os concentrados resultantes, um leve ($d < 2,81 \text{ g/cm}^3$), outro pesado ($d > 2,81 \text{ g/cm}^3$), foram lavados com álcool e secados. A fração pesada sofreu novo processo de separação, com Iodeto de Metileno ($d = 3,32 \text{ g/cm}^3$), resultando em dois concentrados: flotado e decantado, posteriormente lavados com acetona. Os minerais de interesse como o zircão, a monazita e a titanita são concentrados na fração decantada.

O produto decantado retornou ao separador magnético Frantz, agora com variação da amperagem em função do mineral de interesse. Para a obtenção de concentrados de zircão foi aplicada amperagem de 1,0 A, mantendo-se, em geral, inclinação lateral de 10° . Além do zircão, faziam parte do concentrado não magnético, particularmente nas amostras MAN-14 e MAN-F16B, apatita e sulfetos; estes últimos foram eliminados por dissolução e lavagem em solução de HNO_3 , concentrada a 50%.

A etapa seguinte correspondeu ao processo de catação de minerais sob lupa binocular. Os cristais foram selecionados considerando hábito, cor, dimensão, fraturamento e quantidade de inclusões. Foram selecionados cerca de 100 cristais de zircão para cada uma das amostras, os quais foram dispostos manualmente, em recipiente específico preenchido com resina epóxi. Após o endurecimento da resina o recipiente foi retirado. O resultado deste processo foi uma montagem em resina, com zircões representativos das três amostras selecionadas expostos em uma das faces. A seguir, esta face foi polida com utilização de lixas e pasta de diamante e recoberta com um fina película de carbono (ca. 250 nm) em metalizador e encaminhada para obtenção de imagens de catodo-luminescência.

4.3 Obtenção de imagens de cátodo-luminescência (CL), elétrons retro-espalhados (BSE) em modo composicional e topográfico, e luz transmitida (LT)

O efeito de cátodo-luminescência, ou seja, emissão de luz quando um material é submetido a um feixe eletrônico, depende de controles estruturais e composicionais (cf. Marshall 1988). No caso do zircão são relevantes particularmente as transições eletrônicas de elementos terras raras e vibração de íons de U presentes na estrutura. Padrões de variação em imagens CL permitem analisar e interpretar variações micro-estruturais e composicionais dos cristais, relacionadas, entre outros, a zonamentos composicionais, presença de núcleos herdados, inclusões, sobrecrecimentos e processos de dissolução, o que torna estas imagens uma ferramenta muito útil para a localização dos pontos a serem analisados isotopicamente *in situ*.

As imagens BSE em modo composicional refletem as diferenças do coeficiente de retro-espalhamento eletrônico, as quais são função direta do número atômico (Z) médio da região analisada (Goldstein *et al.* 1992). Assim, quanto maior o número atômico médio de uma determinada região, ou seja, quanto maior proporcionalmente for a abundância de elementos com maior Z, maior será a emissão de elétrons retro-espalhados e mais clara esta região aparecerá na imagem (Corfu *et al.* 2003). Desta forma, estas imagens refletem variações composicionais e permitem detectar adequadamente os zonamentos presentes nos cristais e, naturalmente, a presença de inclusões de outras fases. No caso de zircão são particularmente relevantes variações nos teores dos elementos terras raras pesados (ETRP), Y, Hf e Fe (Hanchar & Miller 1993).

As imagens de catodo-luminescência foram adquiridas em microscópio eletrônico de varredura (MEV) FEI, modelo QUANTA 250, do CPGeo, que conta com detector de catodo-luminescência Centaurus. As condições analíticas utilizadas foram de 20 KV, 60 nA e 5 μm para a voltagem de aceleração da coluna, corrente e diâmetro do feixe eletrônico respectivamente. As imagens foram adquiridas com uma resolução de 1024 vs. 768 pixels. As imagens BSE, por sua vez, foram adquiridas posteriormente no Laboratório de Microsonda Eletrônica, com o equipamento JEOL-JXA8600S, sob condições de 15 KV, 20 nA e 1 μm para a voltagem de aceleração, corrente e diâmetro do feixe eletrônico, com resolução de 512 vs. 512 pixels.

Durante o processo de aquisição das imagens BSE foram observadas feições sugestivas de processos de dissolução em zonas marginais de alguns cristais, com textura de tipo “esponja”. Foram então obtidas algumas imagens BSE em modo topográfico sob as mesmas condições para confirmá-las. Também foram efetuadas análises por espectrometria de dispersão de energia (EDS), simultaneamente a aquisição das imagens BSE em modo composicional, tendo em vista a identificação da composição mineralógica de inclusões.

Embora imagens CL e BSE sejam de enorme valia para a identificação de variações micro-estruturais e composicionais em cristais, deve ser destacado que elas refletem apenas a parte mais superficial destes (ca. 4 μm) e não permitem avaliar variações mais internas dos cristais. O método analítico LA-ICP-MS (ver a seguir) amostra regiões bem mais profundas dos cristais selecionados, as características das quais não são, infelizmente, registradas adequadamente nestas imagens.

Neste sentido, foram também obtidas imagens de luz transmitida (LT) com lupa binocular, no CPGeo. Estas imagens são mais úteis para visualização de feições internas do cristal, particularmente micro-fraturamentos e micro-inclusões.

As imagens obtidas foram tratadas e otimizadas em relação ao contraste e brilho com auxílio dos programas Windows Picture Manager^(TM) e Paint^(TM).

4.4 Análises isotópicas com LA-ICP-MS

A partir das imagens CL e LT foram selecionados em média 26 pontos para análise para cada amostra selecionada. Foi dada preferência para áreas com zonamento oscilatório regular e fino de cristais prismáticos idiomórficos, evitando-se zonas com fraturas, inclusões, núcleos herdados e possíveis sobrecrescimentos ou zonas contendo poros em bordas cristalinas.

As análises foram efetuadas no CPGeo, com o equipamento Neptune, da Thermo Scientific. O espectrômetro deste sistema possui analisador de energia e analisador de massa de setor magnético. O sistema de detecção é equipado com nove coletores de tipo *Faraday*, seis *multi ion counting* (MIC) e um *Secondary Electron Multiplier* (SEM, ver detalhes em Sato *et al.* 2009).

As análises foram realizadas *in situ*, a partir da remoção de materiais sólidos por abrasão sob feixe de luz laser. O laser é do tipo Excimer (ArF), com comprimento de onda de 193 nm e frequência de 6 Hz. A energia aplicada ao feixe foi de 5mJ. A abertura do feixe de luz incidente foi de ca. 30 μm para as amostras MAN-14 e MAN-13A e ca. 20 μm para a amostra MAN-F16B. O carreamento do material abradado para a chama é feito com gás composto por He + Ar. Cada análise é efetuada em um intervalo de aproximadamente 1 minuto. O cristal de zircão padrão GJ-1 foi analisado em média a cada 10 determinações dos cristais estudados, para a correção e otimização das razões obtidas. Este padrão é utilizado para correções analíticas, pois se trata de um cristal homogêneo, sem zonamento ou estruturação interna visível, e com idade bem definida ($608,5 \pm 1,5$ Ma; Jackson *et al.* 2004)

As razões $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$, $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ quantificadas foram utilizadas para o cálculo dos resultados geocronológicos, calculados com o programa Isoplot/Ex (Ludwig 1999). Todos os dados e resultados se referem a um nível de confiança de 95 %. A partir destes resultados

foram construídos diversos diagramas, com o mesmo programa, que ilustram a concordância e espalhamento dos resultados.

5 DESENVOLVIMENTO DO TRABALHO

A programação proposta no projeto inicial sofreu uma alteração quanto ao método de datação. A proposta inicial era a de utilizar o método ID-TIMS, porém os cristais a serem analisados possuem muitas inclusões e fraturas, e por se tratar de um método que envolve dissolução total dos cristais analisados, era provável que os resultados gerados não fossem confiáveis. O fato da análise por LA-ICP-MS ser pontual permite que sejam evitadas zonas indesejadas, tornando os resultados mais precisos. Esta alteração também teve como intuito explorar o potencial deste método disponibilizado recentemente no Instituto de Geociências, para a determinação de idades absolutas de cristalização de zircão em rochas graníticas.

A etapa de preparação das amostras não foi comprometida, havendo alterações apenas na fase final, que incluiu montagem de *mount* e obtenção de imagens de catodo-luminescência, luz transmitida e elétrons retro-espalhados.

Estudos bibliográficos sobre os métodos aplicados e o magmatismo granítico da província, com ênfase na geocronologia, ocorreram durante todo o projeto. A preparação de amostras foi realizada em abril, maio e junho. As etapas de petrografia microscópica e caracterização petrográfica e mineralógica das amostras selecionadas foram concluídas em agosto. As análises por LA-ICP-MS foram conduzidas no mês de agosto, e os resultados avaliados e tratados nos dois meses seguintes. No mês de outubro foram obtidas as imagens de elétrons retro-espalhados, e deu-se início a comparação dos resultados com dados pré-existentes e a produção desta monografia.

O cronograma abaixo exhibe as atividades realizadas.

Atividades realizadas	2010							
	Abr	Mai	Jun	Jul	Ago	Set	Out	Nov
Estudos bibliográficos								
Preparação de amostras								
Petrografia microscópica								
Imagens ópticas e catodo-luminescência								
Imagens de elétrons retro-espalhados								
Análises isotópicas								
Avaliação, tratamento e interpretação dos dados								
Comparação dos resultados com a literatura								
Monografia								

6 RESULTADOS OBTIDOS E INTERPRETAÇÕES

6.1 Petrografia geral

As amostras selecionadas para o estudo são descritas brevemente a seguir a título de caracterização petrográfica geral, com ênfase na descrição de cristais de zircão. Detalhes petrográficos das rochas graníticas e *greisens* associados do Maciço Mandira são encontrados em Oliveira (1989).

6.1.1 Biotita Sienogranito (Amostra MAN-14)

Esta amostra foi coletada em afloramento próximo ao contato entre sedimentos e um dos corpos da denominada *Unidade Mandira 1* (cf. Figura 2). Esta rocha representa uma variedade desta unidade, que foi descrita por Oliveira (1989) como constituída de sienogranitos e álcali-feldspato granitos *subsolvus* de natureza marginalmente peraluminosa. Trata-se assim de uma variedade típica da associação aluminosa (subalcalina) da Província Graciosa, como definido por Vlach *et al.* (1991) e Gualda & Vlach (2007b).

Macroscopicamente, a amostra não apresenta sinais evidentes de alteração. Apresenta colocação cinza a cinza rosada, estrutura maciça, textura porfirítica e Índice de Cor (IC) = 7. Os fenocristais constituem ca. 20% em volume da amostra e correspondem predominantemente a feldspato alcalino subidiomórfico; são tabulares, por vezes com contornos algo arredondados e exibem localmente textura tipo *rapakivi*. A matriz, de granulação fina a média, apresenta coloração cinza médio e é composta por feldspato alcalino, quartzo, plagioclásio e biotita, esta em geral concentrada em agregados máficos.

Ao microscópio petrográfico, observa-se que a amostra é composta essencialmente por feldspato potássico (51%), quartzo (25%), plagioclásio (15%) e biotita (4%), enquanto epídoto (2%), zircão (1%), opacos (1%), apatita (1%), clorita (<1%) e allanita (<1%) ocorrem como minerais acessórios e/ou de alteração. Esta rocha é classificada com base no diagrama Q-A-P da IUGS (Le Maitre 1989) como sienogranito com biotita.

Os fenocristais de feldspato potássico são pertíticos, idiomórficos a subidiomórficos, tabulares, com geminação de Carlsbad dominante e bordas arredondas e sinuosas (Fotomicrografia 1). Estes fenocristais encontram-se sericitizados e possuem inclusões de quartzo, zircão (Fotomicrografia 2), opacos, apatita e principalmente biotita.

Na matriz, os cristais de feldspato potássico, com lamelas de exsolução menos abundantes, são predominantemente idiomórficos, tabulares, possuem contatos retilíneos com os cristais vizinhos, e inclusões de apatita e biotita. O plagioclásio possui teor de anortita máximo igual a 29% (determinado opticamente), apresenta-se geminado, zonado e saussuritizado em graus variáveis. São cristais subidiomórficos, com contatos sinuosos, e

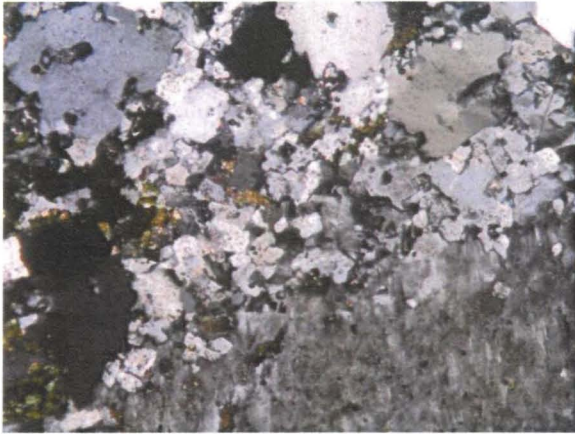
apresentam inclusões de biotita. O quartzo é xenomórfico, límpido, e aparece tipicamente intersticial ao feldspato alcalino, plagioclásio e aos glomérulos de biotita. Extinção levemente ondulante e inclusões aciculares de apatita são comuns.

O mineral máfico principal nesta amostra é a biotita, que ocorre na forma de glomérulos, em geral com alguns milímetros de diâmetro, mas por vezes até ca. 1cm. Cristais isolados também ocorrem, seja intersticialmente aos feldspatos, seja na forma de inclusões. Localmente a biotita encontra-se parcialmente substituída por clorita, e epidoto ocorre com alguma frequência associado aos glomérulos micáceos.

Os minerais acessórios são apatita, zircão, minerais opacos e allanita. Os cristais de apatita são aciculares muito finos e ocorrem na forma de inclusões esparsas na matriz. Os opacos são xenomórficos e ocorrem principalmente na forma de inclusões em cristais de plagioclásio e feldspato potássico. Os cristais de allanita são amarelados, prismáticos, idiomórficos, chegam a mais de 0,3mm em alguns casos e possuem fraturas e inclusões em abundância (Fotomicrografia 4).

Nesta amostra foi possível detectar duas gerações distintas de cristais de zircão, que diferem entre si quanto à morfologia, cor e zonamento. A geração A, aparentemente menos abundante, é constituída por cristais idiomórficos bipiramidais, em que as faces prismáticas são pouco desenvolvidas ou mesmo ausentes (Fotomicrografias 3 e 6). Estes cristais apresentam microfraturas em abundância, são amarelados e têm, em média, 0,1mm de comprimento ao longo do eixo c. A geração mais abundante (B) é constituída por cristais prismáticos alongados, com em média 0,2 mm de comprimento, que ocorrem muitas vezes nos aglomerados máficos, gerando por vezes halos pleocróicos em cristais de biotita. Apresentam zonamento composicional, são incolores, translúcidos e possuem poucas ranhuras e fraturas (Fotomicrografia 5).

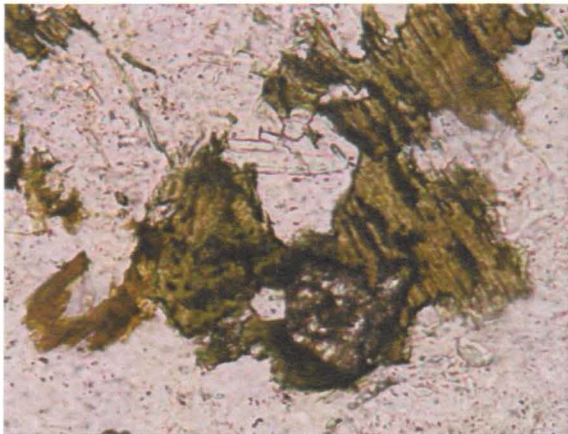
Prancha 1: Fotomicrografias do sienogranito MAN-14



Fotomicrografia 1 – Contato sinuoso entre fenocristal de feldspato alcalino e matriz composta por feldspato alcalino, quartzo, plagioclásio e biotita.
Lado maior da foto igual a 1,63mm.
Polarizadores cruzados.



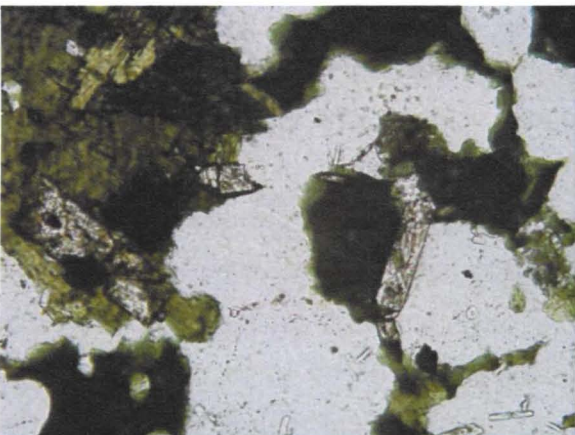
Fotomicrografia 2 – Cristal de zircão incluído em fenocristal de feldspato alcalino (provável geração B).
Lado maior da foto igual a 0,65mm.
Luz plano polarizada.



Fotomicrografia 3 – Zircão (geração A) gerando halo pleocrítico em biotita, ambos incluídos em fenocristal de feldspato alcalino.
Lado maior da foto igual a 0,32mm. Luz plano polarizada.



Fotomicrografia 4 – Cristal de allanita idiomórfico fraturado ao centro, em contato com biotita primária verde, quartzo e pequeno cristal arredondado de zircão acima.
Lado maior da foto igual a 1,04mm. Polarizadores cruzados.



Fotomicrografia 5 – Cristais de zircão idiomórficos alongados da geração B em contato com quartzo e biotita secundários.
Lado maior da foto igual a 0,81mm.
Luz plano polarizada.



Fotomicrografia 6 – Cristais de zircão da geração A incluídos em cristal castanho claro de biotita (direita), e cristal idiomórfico de allanita (esquerda).
Lado maior da foto igual a 1,30mm.
Luz plano polarizada.

6.1.2 Riebeckita álcali-feldspato granito (Amostra MAN-13A)

Esta amostra foi coletada em região próxima a amostra anterior, perto do contato entre sedimentos inconsolidados e um corpo da *Unidade Mandira* (Figura. 2), a qual é descrita por Oliveira (1989) como constituídas de álcali-feldspato granitos *hipersolvus* leucocráticos de natureza peralcalina. Pertence, portanto, a associação alcalina da Província Graciosa, na subdivisão proposta por Vlach *et al.* 1991 e Gualda & Vlach 2007b.

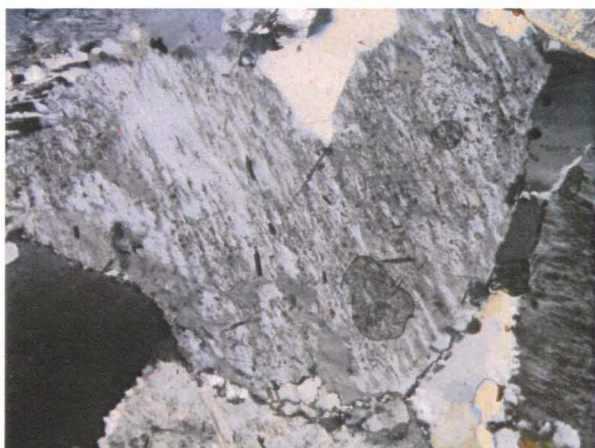
Macroscopicamente, a amostra apresenta-se com aspecto inalterado. Tem coloração cinzenta clara a média, estrutura maciça e textura de aspecto porfíritico, com IC próximo a 5. Os megacristais são de riebeckita tabular, podem ultrapassar 1 cm de comprimento e constituem menos de 5 % em volume da amostra. A matriz, com granulação fina a média, é composta por quartzo xenomórfico, branco a acinzentado e de aspecto sacaroidal, feldspato branco, xenomórfico; astrofilita acicular com até 0,8 cm de comprimento, reconhecida facilmente pela sua coloração amarelo ouro, e riebeckita xenomórfica a idiomórfica, apresentando formas desde aciculares até prismáticas.

Ao microscópio petrográfico, observa-se que a amostra é composta volumetricamente por mesopertita 62%, quartzo 30% e riebeckita 4%, enquanto astrofilita 2%, albita 2%, opacos <1% e zircão <1% ocorrem como minerais acessórios. Classifica-se no diagrama Q-A-P como álcali-feldspato granito (Le Maitre 1989).

A mesopertita é xenomórfica, com bordas arredondadas por vezes substituídas por albita, e contatos sinuosos. Os cristais apresentam-se sericitizados e albitizados, gerando texturas do tipo *patch* (Fotomicrografia 13), *swapped rims* e *albita-chessboard*, texturas típicas de substituição parcial por albita tardi- a pós-magmática. Apresentam inclusões de riebeckita e astrofilita aciculares, minerais opacos e zircão. O quartzo ocorre em agregados de vários grãos xenomórficos, com contatos mútuos sinuosos, em geral límpidos e não deformados, e tamanhos bastante variados, normalmente dispostos em interstícios entre mesopertita e riebeckita. Inclusões de riebeckita e astrofilita são raras.

A riebeckita é o mineral máfico mais importante e aparece com padrão de pleocroísmo típico em tons que variam de castanho claro a azul marinho. Constitui cristais idiomórficos a xenomórficos que aparecem de três formas distintas: na forma de aglomerados de cristais finos a médios (Fotomicrografia 14), como cristais isolados de até 5mm, ou ainda como cristais aciculares muito finos inclusos em cristais de quartzo e especialmente mesopertita. Os cristais de astrofilita são idiomórficos a subidiomórficos, por vezes fibrorradiados, e assim como a riebeckita, ocorrem como cristais isolados milimétricos (Fotomicrografia 15), aglomerados de cristais finos a muito finos ou acículas muito finas inclusas em cristais de quartzo e pertita (Fotomicrografia 16). Apresentam tipicamente pleocroísmo invertido, em tons de amarelo ouro a amarelo pálido.

Prancha 2: Fotomicrografias do álcali-fedspato granito MAN-13A



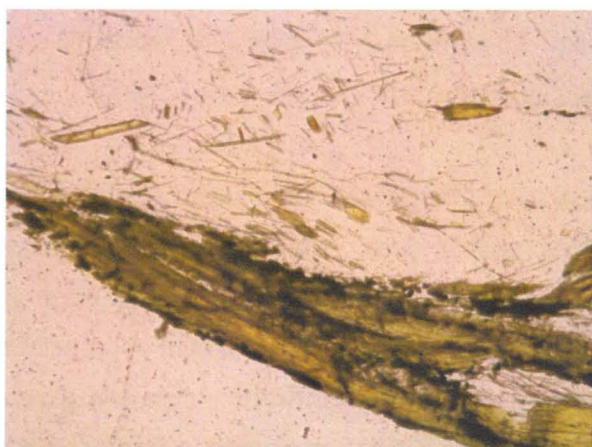
Fotomicrografia 13 – Mesopertita xenomórfica do tipo *patch* com inclusões aciculares e bordas substituídas por albita, em contato com quartzo e outros cristais de mesopertita. Lado maior da foto igual a 2,03mm. Polarizadores cruzados.



Fotomicrografia 14 – Aglomerado de cristais xenomórficos finos de riebeckita em contato com cristais de quartzo e pertita. Lado maior da foto igual a 3,25mm. Luz plano polarizada.



Fotomicrografia 15 – Cristal subidiomórfico isolado de astrofilita em contato com cristais de quartzo. Lado maior da foto igual a 2,03mm. Luz plano polarizada.



Fotomicrografia 16 – Na metade superior da foto acículas muito finas de astrofilita incluídas em cristal de quartzo; na metade inferior é mostrado aglomerado de cristais de astrofilita. Lado maior da foto igual a 0,81mm. Luz plano polarizada.



Fotomicrografia 17 – Cristais idiomórficos de zircão amarelos esverdeados, porosos, microfraturados. Lado maior da foto igual a 0,81mm. Luz plano polarizada.



Fotomicrografia 18 – Cristal euédrico prismático de zircão incolor, translúcido, com poucas inclusões e fraturas, no contato entre mesopertita e riebeckita. Lado maior da foto igual a 0,65mm. Luz plano polarizada.

A albita é tardi- a pós-magmática, idiomórfica a xenomórfica, muito fina, e ocorre na forma de bordas albiticas e *swapped rims*, além de constituir lamelas em pertitas *patch e chessboard*. Os minerais opacos presentes na amostra são muito finos, xenomórficos, e ocorrem exclusivamente na forma de inclusões em cristais de pertita.

A amostra apresenta comparativamente, poucos cristais de zircão, os quais podem ser reunidos em duas gerações: uma composta por cristais euédricos losangulares, com até 0,4mm de comprimento (média de 0,05mm), de coloração amarelo esverdeada, porosos, muito fraturados (Fotomicrografia 17), e a outra composta por cristais euédricos prismáticos de até 0,15mm, translúcidos, incolores, com poucas inclusões e fraturas (Fotomicrografia 18).

6.1.3 Mica greisen (Amostra MAN-F16B)

Esta amostra foi coletada em região prospectada pelo IPT na década de 80, em afloramento próximo ao contato entre a *Unidade Mandira* e a *Unidade Mandira 1* (Figura 2). Esta rocha representa uma variedade da *Unidade Mandira 1*, constituída por metassomatitos que foram descritos por Oliveira (1989) como metassomatitos quartzo-feldspáticos, *greisens* e granitos albitizados.

Macroscopicamente a amostra é pouco alterada. Apresenta coloração cinza a esverdeada média, com estrutura maciça e textura inequigranular xenomórfica com granulometria fina a média e IC = 18. A identificação dos minerais em amostra de mão é dificultada devido a granulometria e ausência de forma dos cristais.

Ao microscópio petrográfico observa-se que a amostra é composta volumetricamente por quartzo (53%), plagioclásio e/ou albita (20%), micas coloridas (15%) e feldspato potássico (6%), enquanto mica branca (2%), esfalerita (2%), albita (2%), opacos (1%), zircão (<1%) e apatita (<1%) ocorrem como minerais acessórios.

O quartzo ocorre em duas gerações distintas. Os cristais da primeira geração são xenomórficos, possuem granulometria fina a média, contatos lobados e inclusões de micas aciculares (Fotomicrografia 7), enquanto os cristais da segunda geração, mais tardios, são xenomórficos, muito finos, arredondados, possuem texturas intergranular e intragranular e ocorrem juntamente com as micas secundárias, em zonas de alteração. Os cristais de plagioclásio são geminados segundo a Lei da Albita, xenomórficos, possuem bordas arredondadas e encontram-se parcialmente substituídos por albita, quartzo e micas (Fotomicrografia 10). O feldspato alcalino encontra-se sericitizado, sendo também substituído por albita, quartzo e micas; de fato, restam apenas vestígios de cristais reliquias.

O mineral máfico mais abundante na amostra é a biotita, que também pode ser separada em duas gerações distintas, uma constituída por cristais finos, com pleocroísmo em tons de amarelo a castanho, ocorre em agregados (Fotomicrografia 8), e outra,

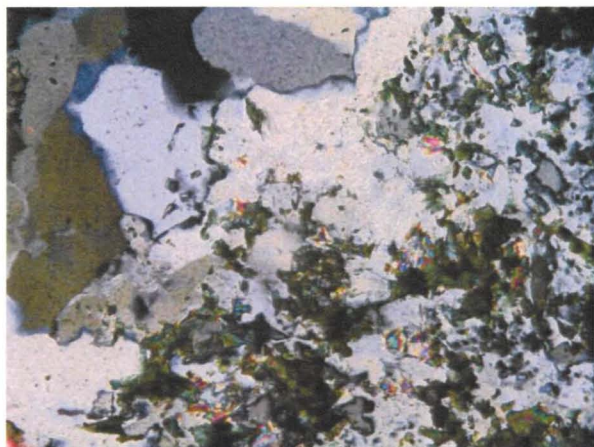
secundária, formada por cristais aciculares muito finos, com pleocroísmo variando em tons de verde claro e verde oliva. Estes últimos apresentam texturas fibrorradiada e intersticial, e ocorrem associados ao quartzo da segunda geração (Fotomicrografia 9).

A mica branca é sempre secundária e possui características texturais e distribuição semelhantes a da biotita verde, ocorrendo em zonas de alteração em substituição a cristais de plagioclásio e principalmente feldspato potássico.

Outros minerais incluem esfalerita idiomórfica a xenomórfica, com cores vermelhas a alaranjadas e dimensões da ordem de 0,2mm e minerais opacos associados. A albita é secundária e ocorre substituindo cristais de plagioclásio e feldspato alcalino primários, formando franjas albiticas e/ou distribuindo-se intersticialmente (Fotomicrografia 11). Os minerais opacos são xenomórficos, arredondados, e ocorrem de forma esparsa na amostra. Cristais aciculares muito finos de apatita ocorrem como inclusões em cristais de quartzo primários.

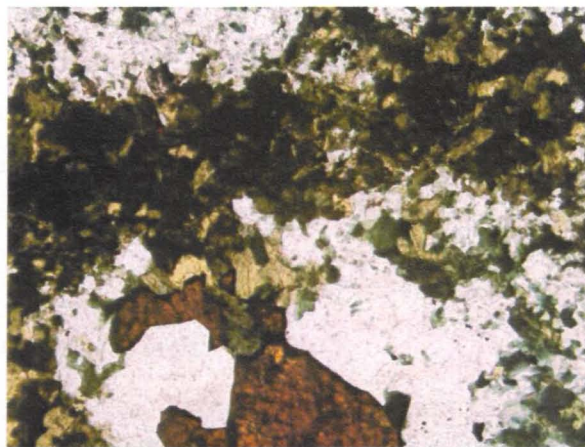
Cristais de zircão ocorrem como prismas idiomórficos a subidiomórficos, pouco alongados, com comprimento médio de 0,1mm. Estes prismas apresentam zonamento composicional, possuem microfraturas e inclusões em abundância, e não geram halos pleocróicos significativos quando em contato com biotita (Fotomicrografia 12).

Prancha 3: Fotomicrografias do mica *greisen* MAN-F16B



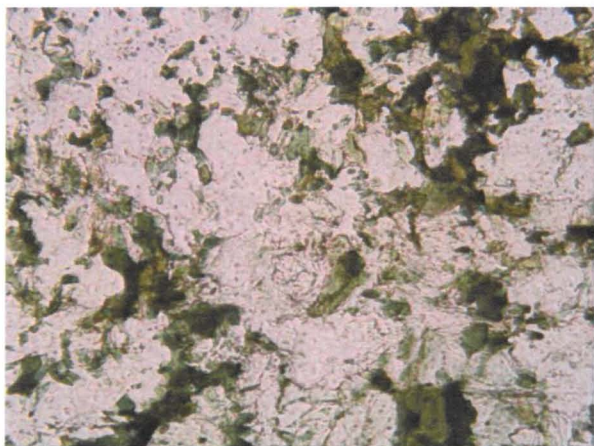
Fotomicrografia 7 – Contato entre quartzo ígneo e minerais secundários muito finos (quartzo, biotita, mica branca e albita).

Lado maior da foto igual a 0,81mm.
Polarizadores cruzados.



Fotomicrografia 8 – Biotita primária amarelada e biotita secundária verde oliva. Na parte inferior da foto cristal subidiomórfico de esfalerita

Lado maior da foto igual a 1,30mm.
Luz plano polarizada.



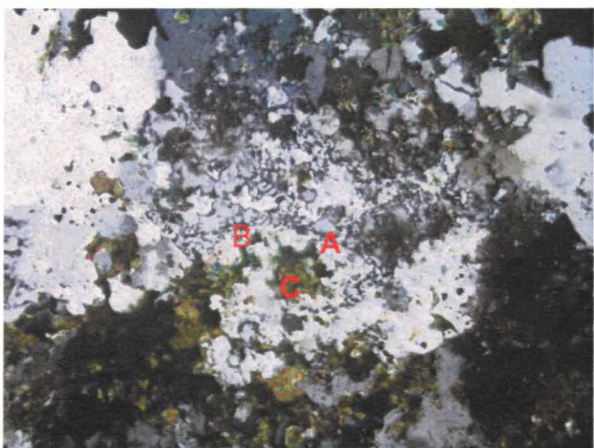
Fotomicrografia 9 – Quartzo, biotita e muscovita secundários. A biotita e a muscovita exibem textura fibrorradiada.

Lado maior da foto igual a 0,65mm.
Luz plano polarizada.



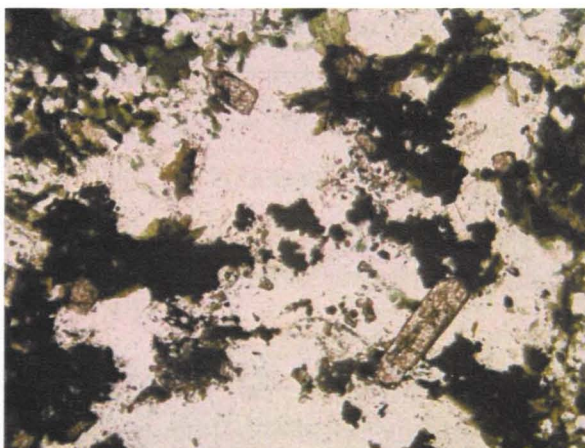
Fotomicrografia 10 – Plagioclásio (A) parcialmente substituído por albita (B) e micas (C).

Lado maior da foto igual a 1,30mm.
Polarizadores cruzados.



Fotomicrografia 11 – Vestígios de feldspato potássico (A) substituído por franjas albiticas (B) e micas (C).

Lado maior da foto igual a 1,30mm.
Polarizadores cruzados.



Fotomicrografia 12 – Cristais de zircão em meio à biotita e quartzo primários.

Lado maior da foto igual a 1,30mm.
Luz plano polarizada.

6.2 Morfologia e micro-estruturas de zircão: análise de imagens CL, BSE e LT

As imagens CL, BSE e LT obtidas foram importantes para a identificação de características morfológicas, micro-estruturais e variações composicionais dos cristais de zircão estudados, as quais possibilitaram selecionar cristais e zonas cristalinas mais adequadas para as análises isotópicas quantitativas com LA-ICP-MS e comparar os resultados geocronológicos às texturas observadas. Algumas das características julgadas relevantes são detalhadas a seguir.

6.2.1 Imagens de catodo-luminescência e luz transmitida

Foram obtidas e tratadas vinte imagens de catodo-luminescência, sendo seis delas para cristais da amostra MAN-14, sete da amostra MAN-13A e sete da amostra MAN-F16B e diversas imagens de luz transmitida não polarizada. Como ressaltado no capítulo materiais e métodos, as imagens CL são representativas da parte mais superficial dos cristais, enquanto as imagens LT permitem visualizar as propriedades através de todo o cristal.

Alguns exemplos são ilustrados nas imagens da prancha 4, na qual são apresentados aspectos mais gerais, e nas figuras 3 a 5, em que se apresentam imagens CL de detalhe de cristais selecionados e analisados. É interessante observar que nas imagens CL e LT obtidas na montagem de grãos, as diferentes gerações texturais observadas nas etapas de petrografia em seções delgadas, não puderam ser identificadas completamente.

Os zonamentos mais característicos observados nestas imagens são os do tipo oscilatório, identificados por finas alternâncias muito regulares, entre zonas mais claras e escuras de espessuras variáveis. Este tipo de micro-estrutura é mais comum nas zonas intermediárias e bordas cristalinas e é normalmente interpretado como representativo de cristalização magmática (Corfu *et al.* 2003), por outro lado o centro dos cristais apresentava maior homogeneidade, com zonamento oscilatório pouco marcado ou inexistente (fig. 3.3, 3.4, 3.5, 5.11 e 5.13). Estas características parecem indicar que a cristalização dos zircões evoluiu, inicialmente, de ambientes de relativa calma para ambientes em que as variações dos parâmetros intensivos e extensivos de cristalização foram mais acentuadas e/ou velozes. Um outro tipo de zonamento observado com alguma frequência é o setorial (*hour-glass*), que aparece em alguns cristais, sempre combinado com o zonamento oscilatório mais fino (prancha 4 - imagem CL1 e fig. 4.6). Este tipo de zonamento também é de origem primária e de natureza mais tipicamente magmática.

Outro aspecto relevante é a presença constante de micro-inclusões, as quais aparecem em geral mais escuras nas imagens, algumas certamente de apatita (fig.3.5), outras não identificadas. É interessante observar que por vezes estas inclusões acompanham o zonamento oscilatório observado nos cristais hospedeiros e que, de outras vezes, orientam o seu maior alongamento paralelamente ao eixo cristalográfico do zircão.

A partir das imagens de CL foi possível inferir áreas com zonamento composicional ígneo, núcleos herdados (prancha 4 - imagem CL 1), bordas de sobrecrecimento, inclusões e fraturas profundas. Estas imagens foram interpretadas e comparadas com as de luz transmitida, que auxiliaram na detecção de inclusões e fraturas mais profundas, além de delinear melhor os contornos dos cristais. A utilização conjunta destas imagens foi de grande importância para locação dos pontos de análise nas áreas com maior confiabilidade. As Imagens de elétrons retro-espalhados obtidas permitiram, juntamente com as imagens em detalhe de CL, descrever feições morfológicas e texturais de cristais de zircão das amostras analisadas.

Zonas marginais, possivelmente sobrecrecidas também são observadas em vários dos cristais (fig.4.6, 5.12), particularmente das rochas graníticas. Adicionalmente, diversos cristais apresentam evidências sugestivas de processos de dissolução e precipitação mais tardia, observando-se zonas cristalinas distintas que apresentam contatos mútuos interlobados em forma de cúspide ou ainda zonas que cortam e se sobrepõem ao zonamento primário dos cristais (fig. 3, 4 e 5).

Normalmente, para as análises isotópicas quantitativas foram selecionadas as regiões internas, mais homogêneas, ou as regiões com zonamento oscilatório regular dos cristais selecionados.

A partir das imagens de CL foi possível inferir áreas com zonamento composicional ígneo, núcleos herdados (prancha 4 - imagem CL 1), bordas de sobrecrecimento, inclusões e fraturas profundas. Estas imagens foram interpretadas e comparadas com as de luz transmitida, que auxiliaram na detecção de inclusões e fraturas mais profundas, além de delinear melhor os contornos dos cristais. A utilização conjunta destas imagens foi de grande importância para locação dos pontos de análise nas áreas com maior confiabilidade. As Imagens de elétrons retro-espalhados obtidas permitiram, juntamente com as imagens em detalhe de CL, descrever feições morfológicas e texturais de cristais de zircão das amostras analisadas.

Zonas marginais, possivelmente sobrecrecidas também são observadas em vários dos cristais (fig.4.6, 5.12), particularmente das rochas graníticas. Adicionalmente, diversos cristais apresentam evidências sugestivas de processos de dissolução e precipitação mais tardia, observando-se zonas cristalinas distintas que apresentam contatos mútuos interlobados em forma de cúspide ou ainda zonas que cortam e se sobrepõem ao zonamento primário dos cristais (fig. 3, 4 e 5).

Normalmente, para as análises isotópicas quantitativas foram selecionadas as regiões internas, mais homogêneas, ou as regiões com zonamento oscilatório regular dos cristais selecionados.

Prancha 4: Imagens de catodo-luminescência e luz transmitida



Imagem CL 1 – Cristais de zircão da amostra MAN-14, ilustrando diferentes morfologias de zonamento, inclusões e possível núcleo herdado.
Lado maior da foto igual a 0,9mm.



Imagem LT 1 – Cristais representativos da amostra MAN-14, ilustrando morfologias, micro-fraturamentos e inclusões diversas.
Lado maior da foto igual a 1,13mm.

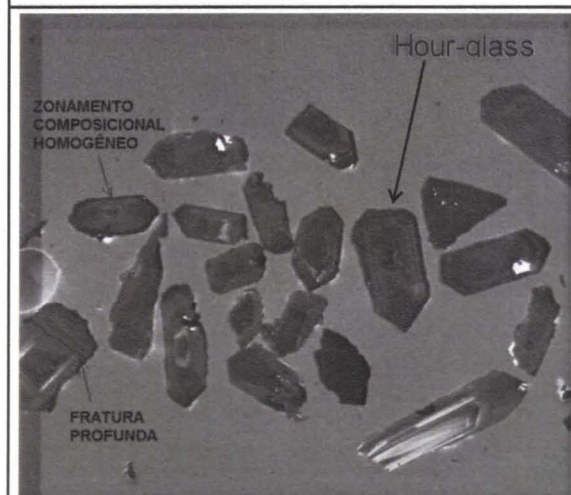


Imagem CL 2 – Cristais de zircão da amostra MAN-13A, ilustrando aspectos morfológicos e zonamentos.
Lado maior da foto igual a 1,7mm.



Imagem LT 2 – Cristais de zircão representativos da amostra MAN-13A, ilustrando aspectos morfológicos.
Lado maior da foto igual a 1,90mm.

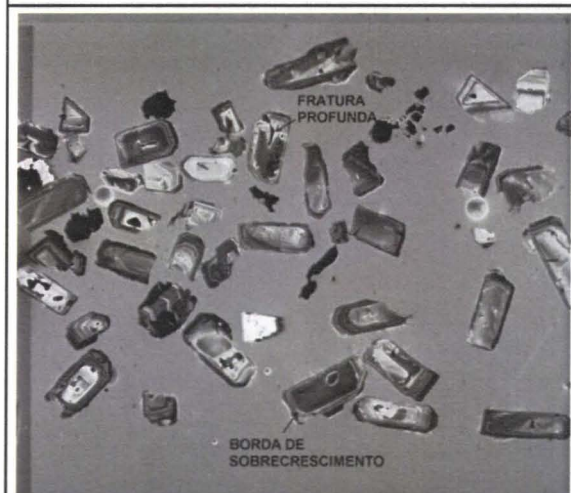


Imagem CL 3 – Cristais representativos da amostra MAN-F16B, ilustrando morfologias, zonamentos e possíveis sobrecrecimentos diversos.
Lado maior da foto igual a 1,7mm.

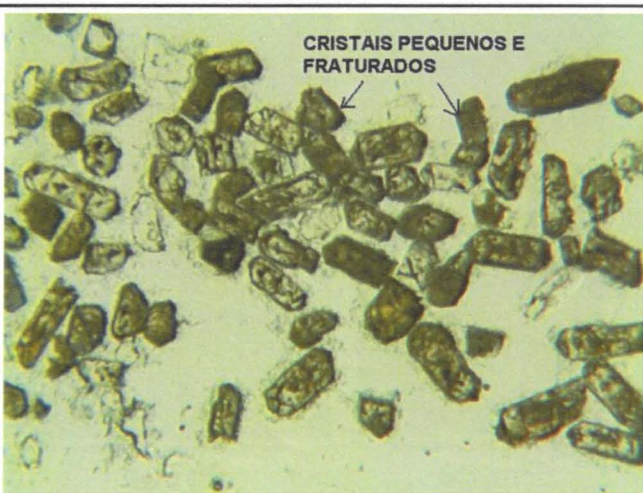


Imagem LT 3 – Cristais representativos da amostra MAN-F16B, ilustrando morfologias, micro-fraturamentos e inclusões.
Lado maior da foto igual a 1,90mm.

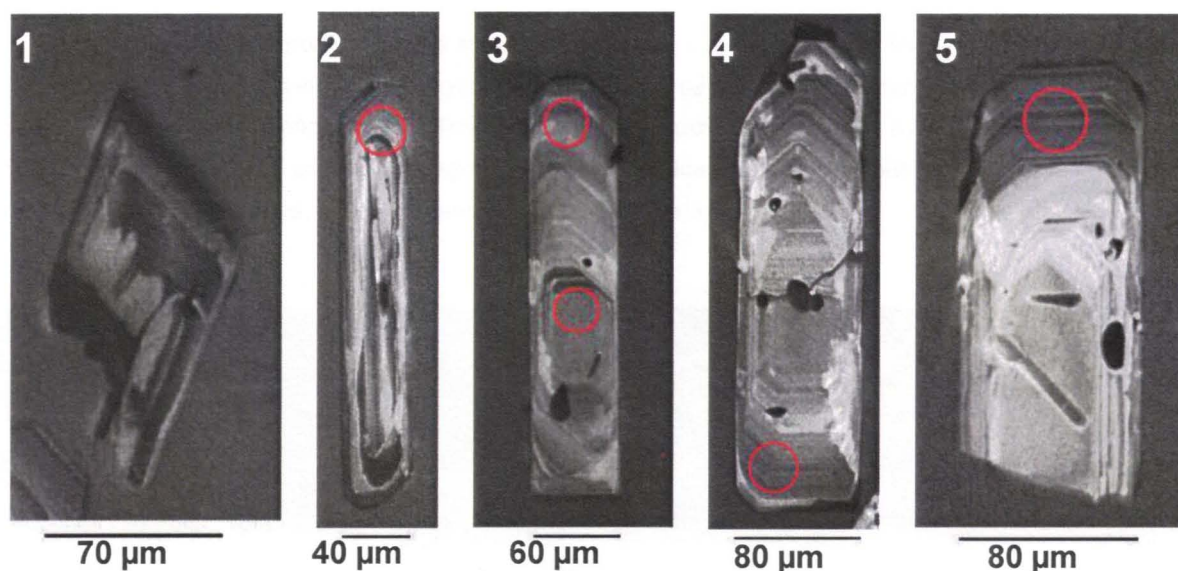


Figura 3. Detalhe de alguns cristais representativos da amostra MAN-14 analisados com LA-ICP-MS. Círculos vermelhos indicam áreas selecionadas para incidência do spot de laser.

(1) fragmento de cristal com forma distinta dos demais, com tendência a faces equidimensionais e ausência de zonamento ígneo interno. Presença de áreas claras e escuras em contato sinuoso sugerindo zonas de recristalização (Corfu et al. 2003). Este cristal se assemelha aos descritos no capítulo petrografia como geração A. (2 a 5) cristais idiomórficos, com faces prismáticas bem desenvolvidas, alongados (razão de alongação 3:1 a 6:1), com terminações piramidais pouco desenvolvidas. Estes cristais se assemelham aos descritos no capítulo petrografia como geração B. (2) Nota-se uma transformação da estruturação composicional interna, possivelmente associada a processos hidrotermais, identificada por áreas de coloração clara e contato difuso com o resto do cristal. (3-5) Fino zonamento oscilatório paralelo as bordas do cristal, enquanto o centro é mais homogêneo, não apresentando micro-estruturas internas visíveis. Nestes cristais também há traços de recristalização, embora menos visíveis, caracterizados por zonas claras com contatos sinuosos. (4) Fina borda escura envolvendo o cristal sugere um sobrecrecimento rico em U. (5) Indusão idiomórfica de apatita no centro do cristal.

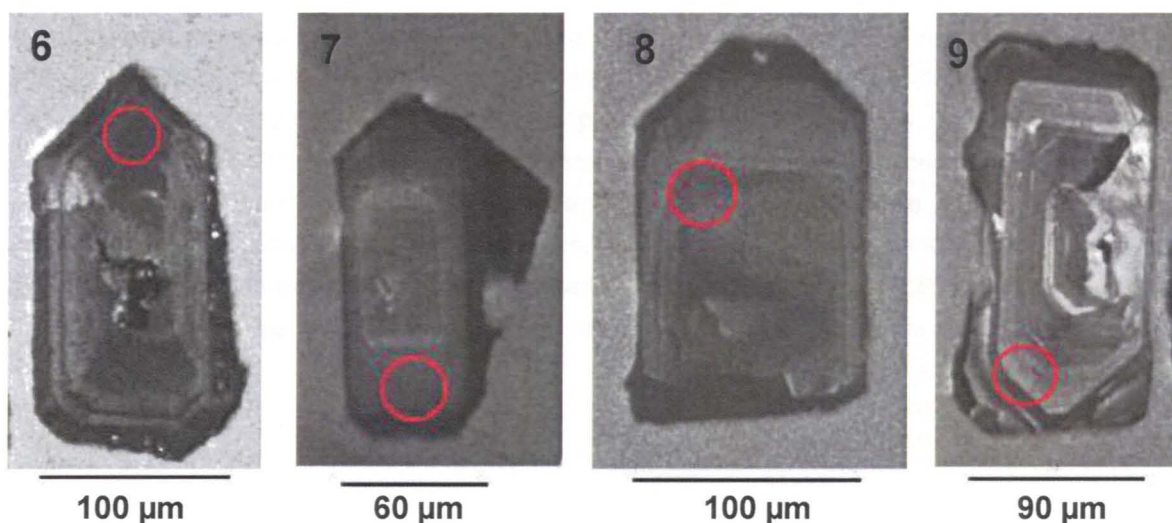


Figura 4. Detalhe de cristais de zircão da amostra MAN-13A analisados com LA-ICP-MS. Círculos vermelhos indicam áreas selecionadas para a incidência do feixe laser.

(6) Cristal marcado por zonamento setorial, núcleo escuro irregular, possivelmente reabsorvido e borda de sobrecrecimento escura, com pontuações mais claras, indicativas de porosidade (micro-estrutura em “esponja”). (7) Cristal com núcleo idiomórfico zonado envolto por borda de sobrecrecimento fina irregular, mais escura; (8) fragmento de cristal mostrando núcleo idiomórfico zonado e borda de sobrecrecimento regular acompanhando o zonamento do núcleo; (9) núcleo idiomórfico com zonamento oscilatório, fraturado e com porções recristalizadas (mais claras) que cortam o zonamento original. A borda, mais rica em U, possui constituição interna heterogênea e limites bastante irregulares, sugerindo reabsorção ainda no estágio magmático.

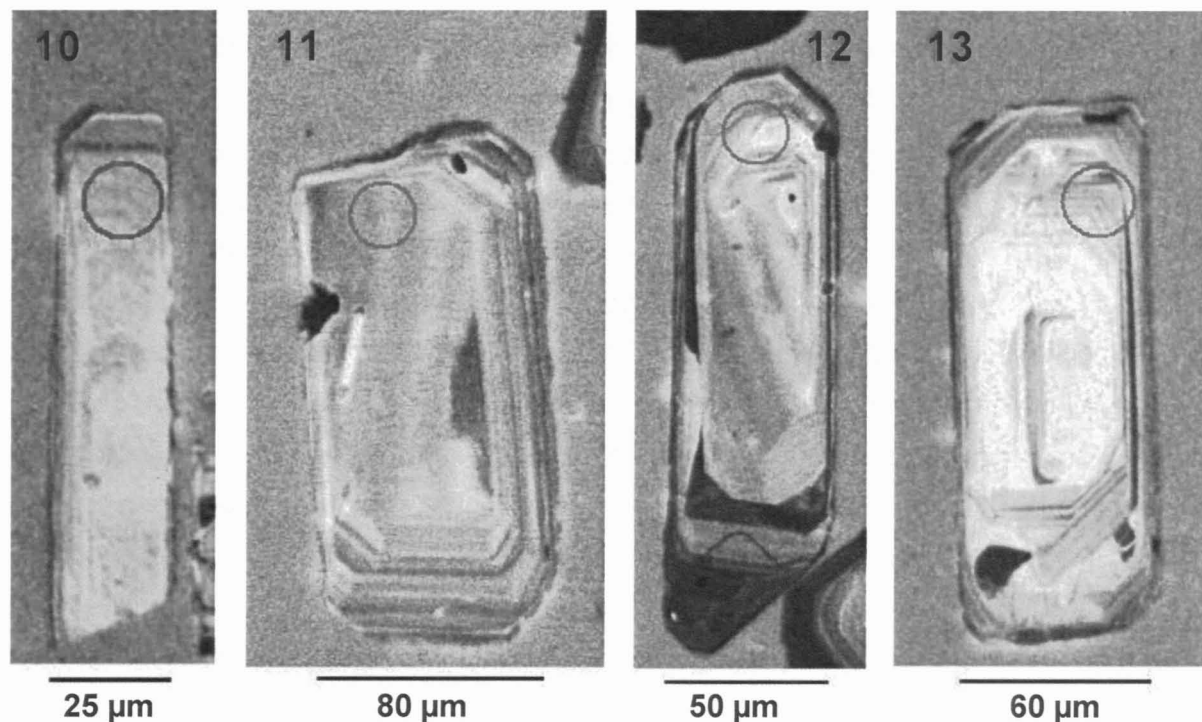


Figura 5. Detalhe de cristais de zircão da amostra MAN-F16B analisados com LA-ICP-MS. Círculos vermelhos indicam áreas selecionadas para a incidência do feixe laser.

(10) Fragmento de cristal idiomórfico alongado (razão de alongação mínima 4:1), sem terminações piramidais desenvolvidas, e com poucas indusões. Nota-se que houve uma intensa recristalização, indicada pela coloração clara difundida em todo o cristal, que mascara o zonamento ígneo. (11) Cristal idiomórfico tabular pouco alongado (razão de alongação 2:1). Núcleo homogêneo com indusão idiomórfica prismática, sem zonamento e com manchas que sugerem recristalização, que passa lateralmente para uma região onde o zonamento oscilatório predomina. (12) Cristal idiomórfico medianamente alongado (razão de alongação 3:1). Diferentemente dos outros cristais, há uma forte sugestão de que há um núcleo herdado, idiomórfico, claro, envolto por borda de sobrecrecimento fina escura com terminações retas, que por sua vez é envolto por uma borda fina regular. (13) cristal idiomórfico tabular medianamente alongado (razão de alongação 2,5:1) com fino zonamento composicional, com áreas bastante perturbadas por recristalização, a julgar pela forte luminescência clara.

6.2.2 *Imagens de elétrons retro-espalhados*

Foram obtidas imagens de BSE para complementar a caracterização das variações micro-estruturais e composicionais de cristais selecionados de zircão das amostras estudadas e identificar, através de sistema EDS, as inclusões mais comuns observadas.

Imagens representativas das amostras estudadas aparecem nas figuras 6 a 8. Estas imagens destacam novamente os zonamentos oscilatórios observados nas imagens CL. Nestas imagens destaca-se que os zonamentos oscilatórios mais marcados envolvem diferenças de número atômico médio, portanto diferenças composicionais significativas, que devem envolver particularmente elementos relativamente pesados como U, Th e Hf. Os zonamentos observados em CL devem então refletir, pelo menos em parte, estas variações.

Entre os aspectos que merecem ser destacados, está a presença típica de inclusões, por vezes irregulares, com aspecto corroído, de monazita, fosfato de terras raras leves, Th e U, somente em cristais da amostra do álcali-feldspato granito (MAN-13A). Na mesma amostra, alguns cristais apresentam bordas relativamente ricas em micro-poros, como demonstrado na imagem topográfica (fig. 7.5), os quais indicam processos significativos de dissolução, eventualmente acompanhados por precipitação. Estas bordas são composicionalmente diferentes e possivelmente mais ricas em U e/ou Th, como sugerido na imagem de modo composicional, em que estas bordas são tipicamente mais claras. Estas são evidências típicas de processos tardios, possivelmente pós-magmáticos, que envolveram reação entre cristais magmáticos e fluidos residuais presentes no sistema (Geisler *et al.* 2007).

Na amostra do biotita sienogranito, os zonamentos composicionais detectados nas imagens BSE (fig. 6) são menos acentuados e, de forma geral, os cristais são composicionalmente mais homogêneos, como também evidenciado nas imagens CL. As inclusões, particularmente as maiores, são predominantemente de feldspatos (feldspato potássico e albita) e quartzo, as quais apresentam contornos arredondados ou irregulares.

Ja no caso do greisen, nota-se novamente zonamentos oscilatórios muito finos e bem marcados. Os cristais apresentam também grande quantidade de inclusões, poros e intenso micro-fraturamento.

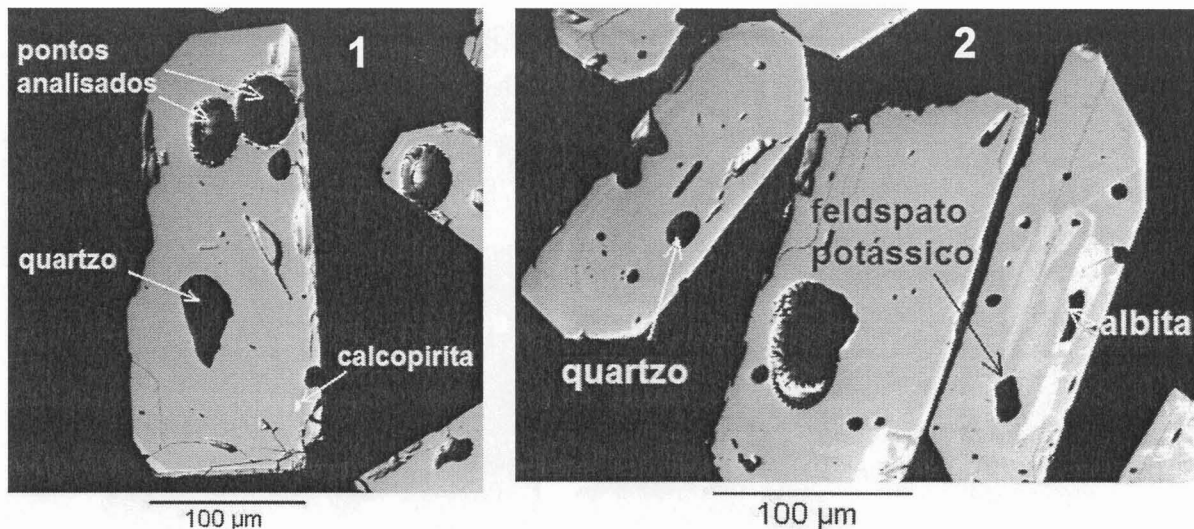


Figura 6. Imagens BSE (1-2) em modo composicional de cristais de zircão representativos da amostra MAN-14. As inclusões anotadas foram identificadas com EDS. 1: cristal subidiomórfico tabular, com inclusões de quartzo e calcopirita e fina borda inferior de zona com maior número atômico médio; 2: cristais idiomórficos a subidiomórficos, com muitas inclusões arredondadas (feldspato potássico, albita e quartzo predominantes) e suaves zonamentos oscilatórios.

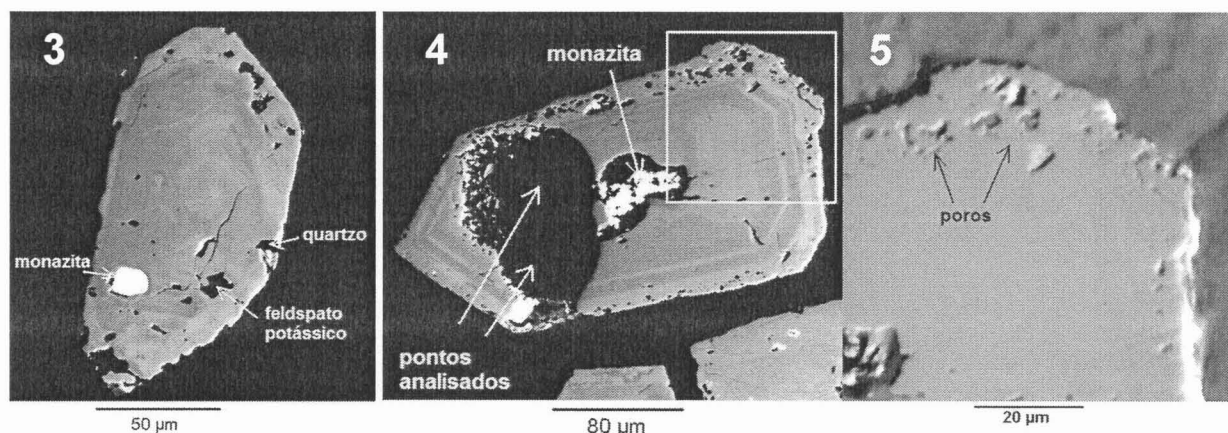


Figura 7. Imagens BSE em modo composicional (3-4) e topográfico (5) representativas de cristais da amostra MAN-13A. (3) cristal subidiomórfico com zonamentos oscilatório e complexo, contendo inclusões de monazita, feldspato potássico e quartzo nas zonas intermediárias e borda. Notar borda externa mais clara com diversos micro-poros e micro-inclusões. (4) Cristal com núcleo contendo inclusão irregular de monazita, zona intermediária externa com zonamento oscilatório melhor marcado e borda externa mais clara rica em micro-inclusões e micro-poros. O quadrado branco ilustra a área detalhada na imagem (5). (5) Imagem em modo topográfico, destacando a quantidade significativa de micro-poros (baixos topográficos) nas zonas de borda claras do cristal, sugerindo processos de dissolução e eventualmente reprecipitação.

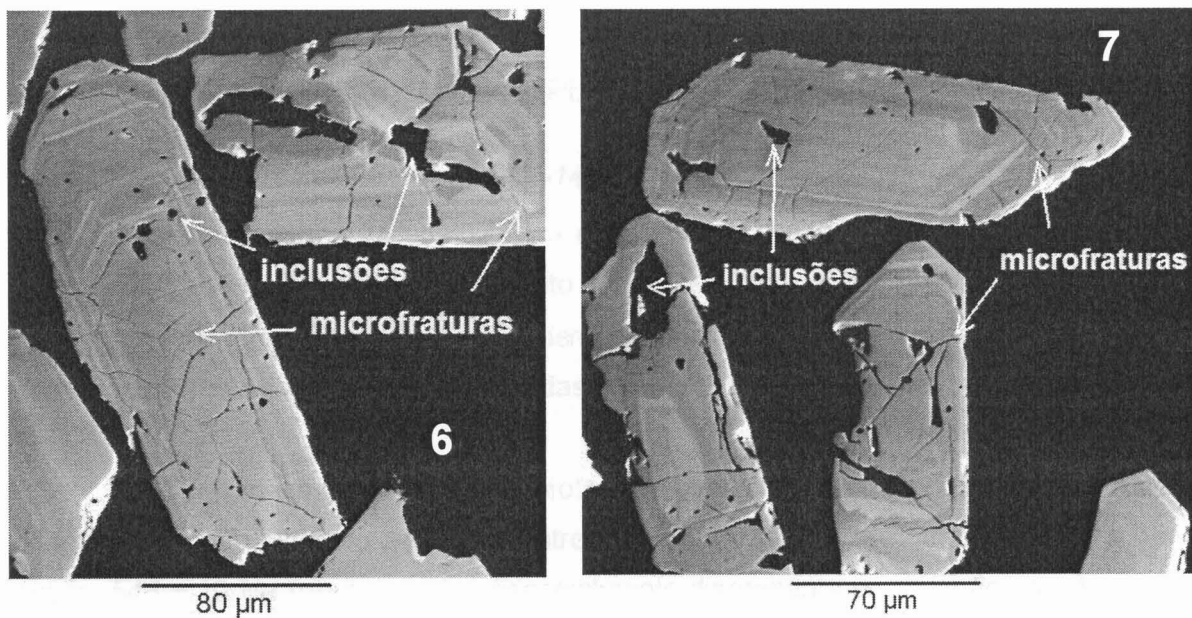


Figura 8. . Imagens BSE (6-7) em modo composicional de cristais de zircão representativos da amostra MAN-F16B. 6: cristais idiomórficos a subidiomórficos com bordas irregulares, zonamento composicional oscilatório regular, diversas microfraturas e inclusões; 7: cristais idiomórficos a subidiomórficos com zonamento oscilatório, inclusões grandes e fraturas profundas.

6.3 Análises isotópicas e datação U/Pb

6.3.1 Sienogranito com biotita (MAN-14)

Foram analisados 25 pontos para esta amostra, três entre eles, com discordâncias mais elevadas foram rejeitados, enquanto 7 análises, com discordâncias superiores a 2%, resultaram em idades discordantes. Os demais resultados são individualmente concordantes dentro dos erros analíticos e dos erros das constantes de decaimento radioativo (cf. Tabela 1).

No diagrama da Figura 9 são plotados apenas os dados concordantes. Estes se distribuem em um intervalo de idades entre 548 e 612 Ma. A idade concordante mais jovem obtida, 548 ± 10 Ma (ponto 19,1) é especialmente discrepante em relação aos demais, que se situam entre 570 (pto 22,1) e 612 Ma. É interessante notar que este resultado foi obtido em um cristal pequeno, perfeitamente idiomórfico, translúcido e de coloração pouco mais escura, livre de inclusões e micro-fraturas e não foram observadas micro-estruturas que possam indicar diferenças mais significativas dos demais cristais analisados na amostra.

Com exceção dos dados dos pontos 19,1 e 22,1, os resultados situam-se entre 580 e 612 Ma. É importante ressaltar que os pontos analisados com idades mais antigas não correspondem nas imagens analisadas a possíveis núcleos herdados, assim como não há associação entre bordas de sobrecrecimento ou feições indicativas de mecanismos de dissolução/precipitação com as idades mais jovens obtidas. Na figura 10 apresentam-se as distribuições estatísticas dos resultados geocronológicos obtidos, para idades concordantes e para as idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$, estas últimas incluindo dados discordantes, mas não rejeitados.

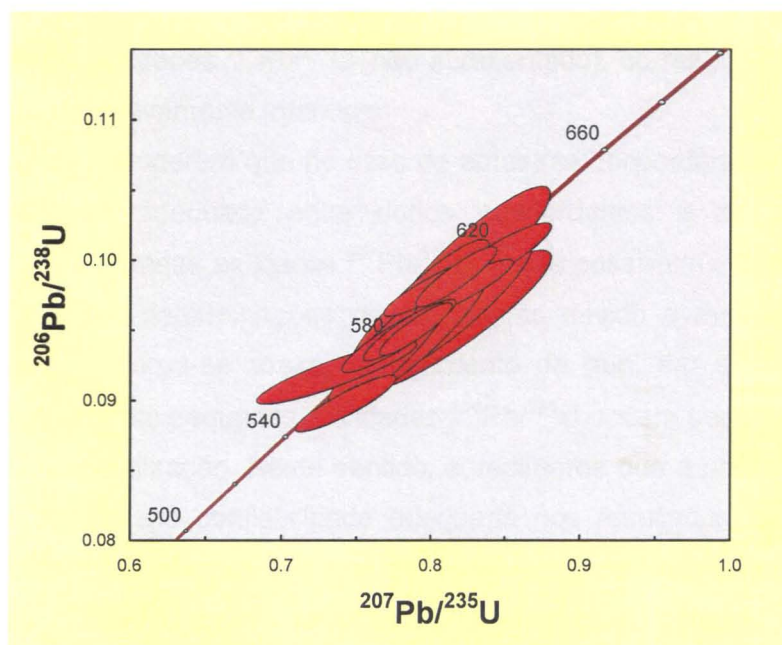


Figura 9. Diagrama de concórdia, ilustrando a distribuição dos pontos que resultam em idades individuais concordantes da amostra MAN-14.

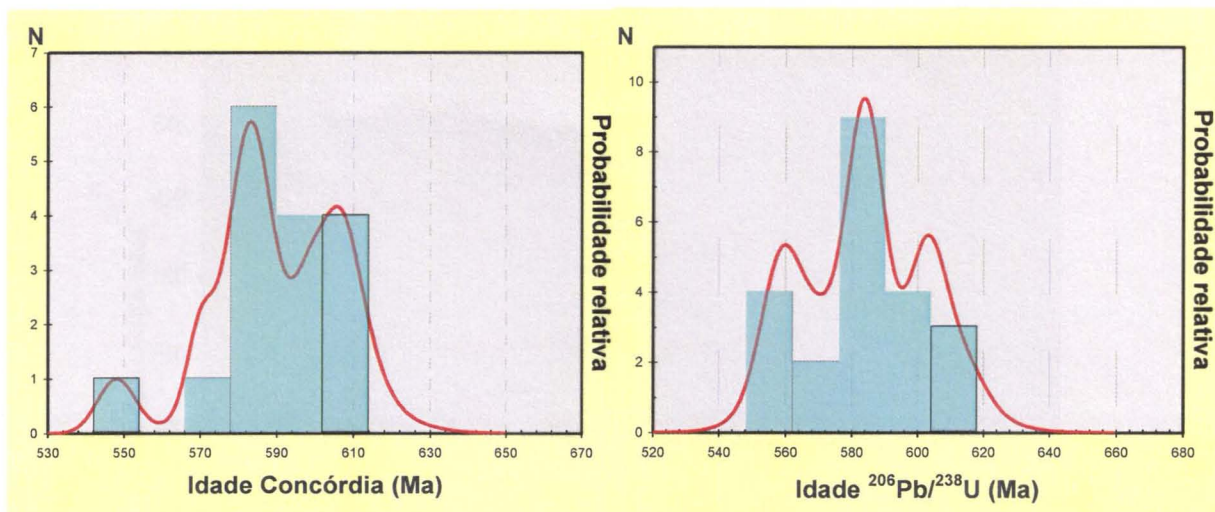


Figura 10. Diagramas ilustrando a distribuição dos resultados obtidos e a função densidade de probabilidade das idades para as idades concórdia e $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$.

A análise dos diagramas revela em ambos os casos máximos de probabilidade em ca. 583-585 Ma e concentrações menores em ca. 560 e 603-605 Ma. No caso das idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ estes dois últimos valores são melhor marcados, enquanto as idades concordantes acentuam um pouco os valores próximos a 604, havendo uma única análise, como já adiantado, em ca. 548 Ma.

A título de exercício, foram também elaborados diagramas correlacionando idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ e $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ com as idades concordantes obtidas, os quais idealmente deveriam resultar perfeitamente lineares e com coeficiente angular 1. Na Figura 11 ilustra-se o diagrama envolvendo as idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ e concórdia. Os dados resultam em uma correlação quase perfeita, com coeficiente de determinação (R^2) = 0,95. No caso do diagrama envolvendo as idades $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ (não apresentado), os resultados indicam valores para (R^2) = 0,83, significativamente inferiores.

Estes resultados sugerem que no caso de amostras concordantes, dentro dos erros, existe correlação mais adequada entre dados concordantes e as idades individuais $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ quando comparadas as idades $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$, o que possivelmente está associado ao maior erro analítico nas determinações destas últimas devido a menor abundância dos isótopos envolvidos. Reforça-se assim, o argumento de que, em situações em que há discordâncias relativamente pequenas, as idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ podem ser mais representativas das idades reais de cristalização. Neste sentido, acreditamos que a utilização criteriosa das idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ resulta em confiabilidade adequada nos resultados finais em situações envolvendo discordâncias pequenas e que as densidades de probabilidade apresentadas para os resultados $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ devem ser mais representativas do conjunto analítico.

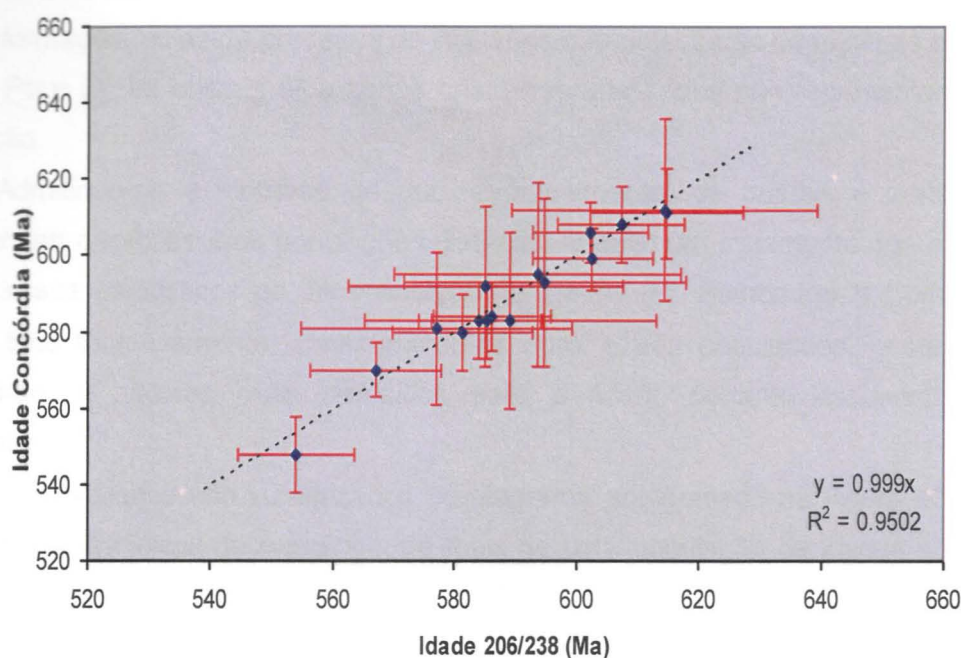


Figura 11. Correlação entre as idades concórdia e $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$, mostrando correlação aproximadamente linear, como esperado. Amostra MAN-14.

Na Figura 12 apresentam-se, respectivamente as médias ponderadas obtidas para as populações de idades concordantes e $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$. As idades médias obtidas são 587 ± 10 e 582 ± 8 Ma, respectivamente, valores similares dentro dos intervalos de erros.

Estas estimativas resultam, entretanto, em elevados valores para o MSWD (*Mean Square Weighted Deviation*) e probabilidades iguais a zero, indicando que um número variável de dados situa-se fora do intervalo definido pela média e respectivo erro.

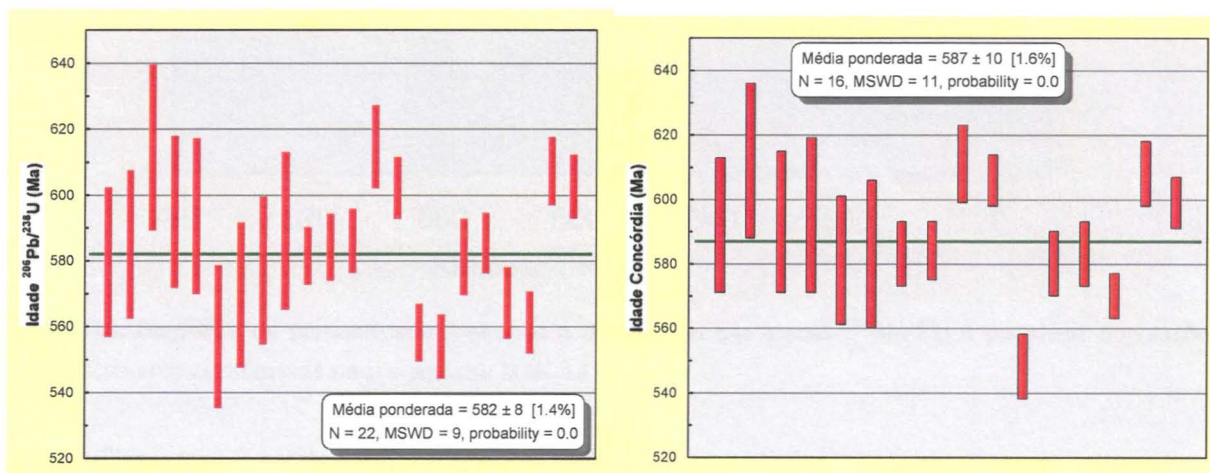


Figura 12. Diagramas de barras e idades médias ponderadas calculadas para o conjunto de idades concordantes e de idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ obtidas para a amostra MAN-14

Estas variações podem ser devidas: (1) a erros analíticos reais superiores aos computados, (2) questões micro-estruturais e/ou variações composicionais que resultaram

na abertura do sistema (e.g., metamictização, dissolução preferencial acompanhada ou não por neoformação, ou ainda presença de inclusões não detectadas de minerais portadores de U e/ou Pb e (3) os cristais e/ou zonas cristalinas analisados não representam uma única população.

Admitindo-se a hipótese de que, eventualmente, os cristais e zonas cristalinas representam gerações e/ou populações distintas, foi feito um tratamento dos dados através de processos estatísticos de deconvolução de idades (cf. Sambridge & Compston 1994). Isto foi feito tentativamente, considerando-se duas e três populações, neste último caso obtendo-se os valores mais reduzidos para o *Misfit*, portanto estatisticamente mais significativo.

Os resultados são sumarizados no diagrama apresentado na Figura 13 e sugerem, caso a premissa inicial de existência de mais de uma população de idades seja correta, 3 frações distintas, com idades de 560 ± 5 Ma, 584 ± 4 Ma e 605 ± 5 Ma, em frações relativas de 26, 47 e 27 %, respectivamente para um Misfit de 0,55. A consideração apenas de idades concordantes não modifica este quadro, embora proporcionalmente diminua a fração próxima a 584 e aumente a fração de 605 Ma.

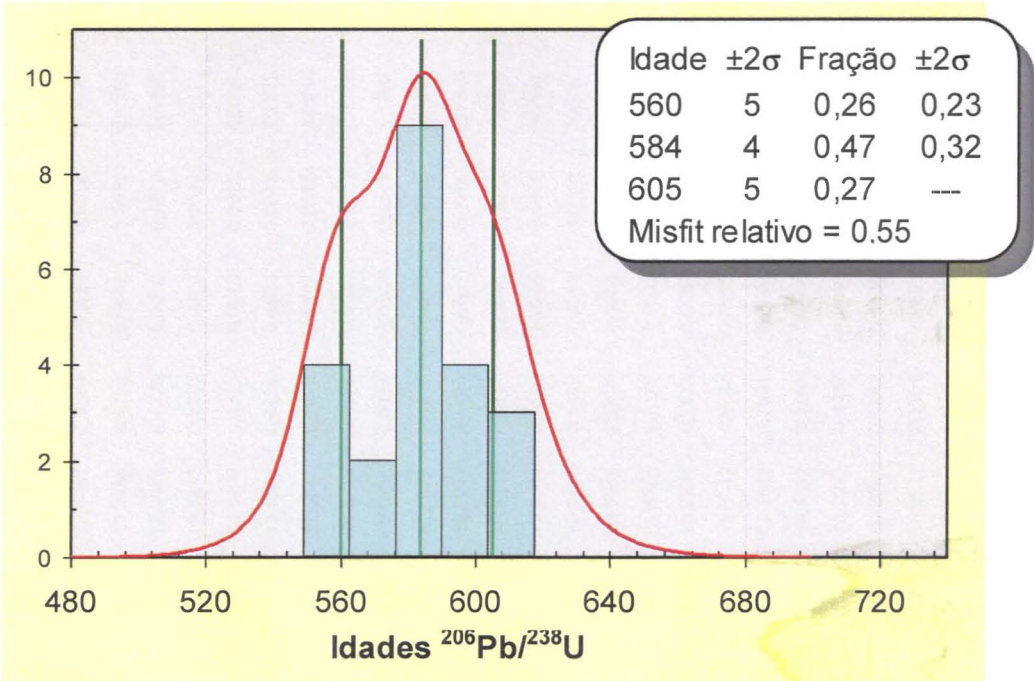


Figura 13. Diagrama de probabilidade ilustrando a distribuição das idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ e possíveis populações estatisticamente significativas para a amostra MAN-14.

Em suma, independentemente das complexidades potencialmente envolvidas durante processos de cristalização e transformações mais tardias do magma granítico original ou ainda questões analíticas, os resultados indicam uma clara concentração de idades em torno de 583-585 Ma, que deve representar a melhor idade para a cristalização magmática dos cristais analisados.

Tabela 1. Dados analíticos e idades isotópicas U/Pb em cristais de zircão obtidos com LA-ICP-MS. Amostra Man-14, Maciço Mandira.

Ponto	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	2 σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	2 σ	Er_Cor	$^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$	2 σ	$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	2 σ	$^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	2 σ	T6-8	2 σ	T7-5	2 σ	T7-6	2 σ	% Cid	TCd	2 σ	Obs.
Analísado																					
1,2	0,8020	0,0394	0,0941	0,0039	0,90	10,6301	0,4360	0,0615	0,0016	1,0976	0,0019	580	23	598	22	649	56	97	--	--	Dc
2,1	0,7940	0,0372	0,0950	0,0038	0,90	10,5288	0,4253	0,0602	0,0013	0,8116	0,0012	585	23	593	21	606	48	99	592	21	
3,1	0,8256	0,0441	0,1000	0,0043	0,90	10,0005	0,4275	0,0610	0,0018	0,8262	0,0011	614	25	611	24	633	64	99	612	24	
4,1	0,7919	0,0386	0,0966	0,0039	0,90	10,3472	0,4205	0,0600	0,0016	0,9229	0,0011	595	23	592	22	599	56	100	593	22	
5,1	0,8131	0,0447	0,0964	0,0040	0,90	10,3693	0,4315	0,0618	0,0023	0,9101	0,0010	594	24	604	25	661	80	98	595	24	
6,1	0,8224	0,0622	0,0896	0,0038	0,90	11,1588	0,4791	0,0673	0,0043	1,1215	0,0012	553	23	609	34	842	132	91	--	--	R
7,1	0,8393	0,0454	0,0902	0,0037	0,90	11,0841	0,4499	0,0647	0,0021	1,2836	0,0012	557	22	619	25	759	70	90	--	--	Dc
8,1	0,7959	0,0369	0,0924	0,0037	0,90	10,8258	0,4358	0,0625	0,0014	1,3116	0,0011	570	22	595	21	687	48	96	--	--	Dc
9,1	0,7722	0,0355	0,0936	0,0038	0,90	10,6806	0,4334	0,0604	0,0013	1,1708	0,0009	577	22	581	20	611	48	99	581	20	
10,1	0,8165	0,0520	0,0957	0,0041	0,90	10,4511	0,4449	0,0624	0,0028	1,9447	0,0015	589	24	606	29	682	97	97	--	--	Dc
11,1	0,7937	0,0365	0,0928	0,0037	0,90	10,7742	0,4336	0,0627	0,0014	1,1740	0,0008	572	22	593	21	694	47	96	--	--	R
12,1	0,8106	0,0426	0,0924	0,0038	0,90	10,8216	0,4477	0,0633	0,0022	2,0758	0,0014	570	23	603	24	714	74	95	--	--	R
13,1	0,7904	0,0137	0,0944	0,0015	0,90	10,5944	0,1648	0,0603	0,0008	0,5911	0,0003	581	9	591	8	610	30	98	--	--	Dc
14,1	0,7819	0,0229	0,0948	0,0017	0,90	10,5447	0,1887	0,0598	0,0015	0,6912	0,0003	584	10	587	13	591	53	100	583	10	
15,1	0,7877	0,0235	0,0952	0,0016	0,90	10,5079	0,1810	0,0602	0,0017	0,4341	0,0002	586	10	590	13	604	60	99	584	9	
16,1	0,8425	0,0309	0,1001	0,0021	0,90	9,9947	0,2118	0,0607	0,0020	0,5907	0,0003	615	12	621	17	624	70	99	611	12	
17,1	0,7992	0,0257	0,0979	0,0016	0,90	10,2134	0,1672	0,0597	0,0016	1,0664	0,0006	602	9	596	14	587	59	99	606	8	
18,1	0,7493	0,0158	0,0904	0,0015	0,90	11,0569	0,1783	0,0601	0,0010	0,6272	0,0003	558	9	568	9	600	35	98	--	--	Dc
19,1	0,7423	0,0275	0,0897	0,0016	0,90	11,1443	0,2021	0,0608	0,0019	0,4738	0,0003	554	10	564	16	625	69	98	548	10	
20,1	0,7749	0,0289	0,0943	0,0020	0,90	10,6001	0,2202	0,0608	0,0018	0,7933	0,0005	581	12	583	16	625	65	100	580	10	
21,1	0,7895	0,0202	0,0950	0,0015	0,90	10,5213	0,1697	0,0610	0,0013	0,4567	0,0003	585	9	591	11	634	44	99	583	10	
22,1	0,7366	0,0437	0,0920	0,0018	0,90	10,8753	0,2147	0,0602	0,0028	0,4028	0,0003	567	11	560	25	606	99	99	570	7	
23,1	0,7585	0,0186	0,0910	0,0016	0,90	10,9924	0,1904	0,0601	0,0014	0,3930	0,0003	561	9	573	11	602	52	98	--	--	Dc
24,1	0,8168	0,0223	0,0988	0,0017	0,90	10,1241	0,1789	0,0609	0,0016	0,3248	0,0003	607	10	606	12	629	56	100	608	10	
25,1	0,8219	0,0272	0,0980	0,0017	0,90	10,2056	0,1724	0,0608	0,0019	0,4557	0,0004	603	10	609	15	625	67	99	599	8	

Notas: 2 σ : erros absolutos; Er_Cor = correlação entre os erros; T6-8, T7-5, T7-6, TCd = idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$, $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$, $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ e concórdia (Ma);

% Cid = % condordância T6-8/T7-5; Dc = ponto discordante; R = análise rejeitada

6.3.2 Álcali-feldspato granito com riebeckita (MAN-13A)

Foram analisados 22 pontos desta amostra, quatro deles com discordâncias mais elevadas foram rejeitados, enquanto duas análises, com discordâncias superiores a 2%, resultaram em idades discordantes. Os demais resultados são individualmente concordantes dentro dos erros analíticos e dos erros das constantes de decaimento radioativo (cf. Tabela 2).

No diagrama da Figura 14 são plotados apenas os dados concordantes. Estes se distribuem em um intervalo de idades entre 549 e 614 Ma. Na figura 15 apresentam-se as distribuições estatísticas dos resultados geocronológicos obtidos, para idades concordantes e para as idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$, estas últimas incluindo dados discordantes, mas não rejeitados.

A análise dos diagramas revela que para idades concordantes os máximos de probabilidade são de aproximadamente 555 e 580 Ma, enquanto para idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ onde os picos de frequência são mais evidentes, os máximos são de 562 e 588 Ma.

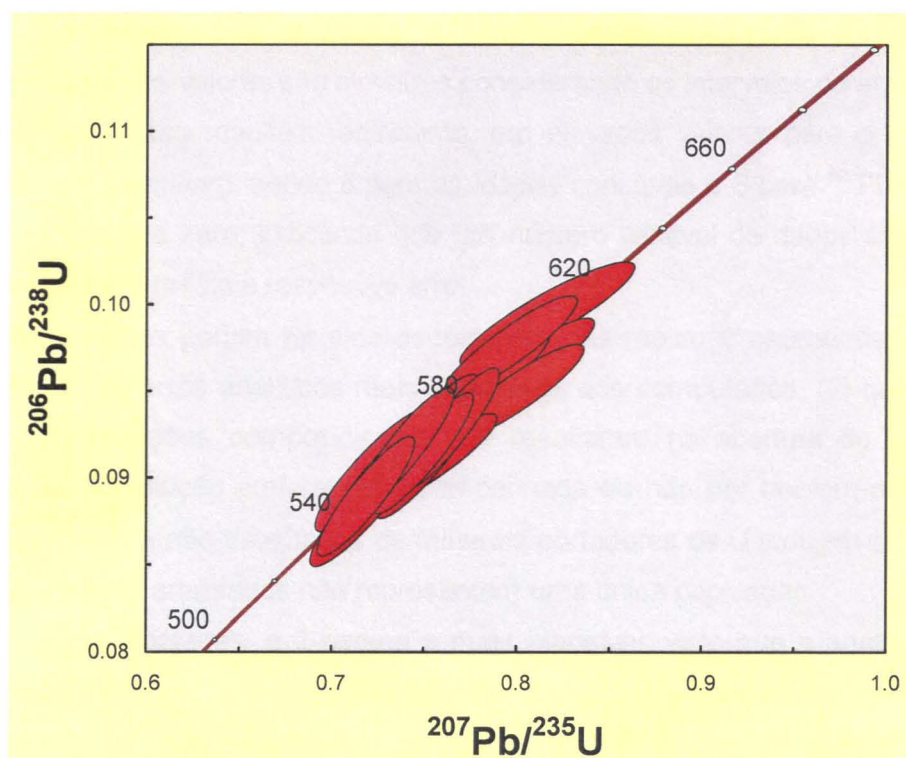


Figura 14. Diagrama de concórdia, ilustrando a distribuição dos pontos que resultam em idade individuais concordantes da amostra MAN-13A.

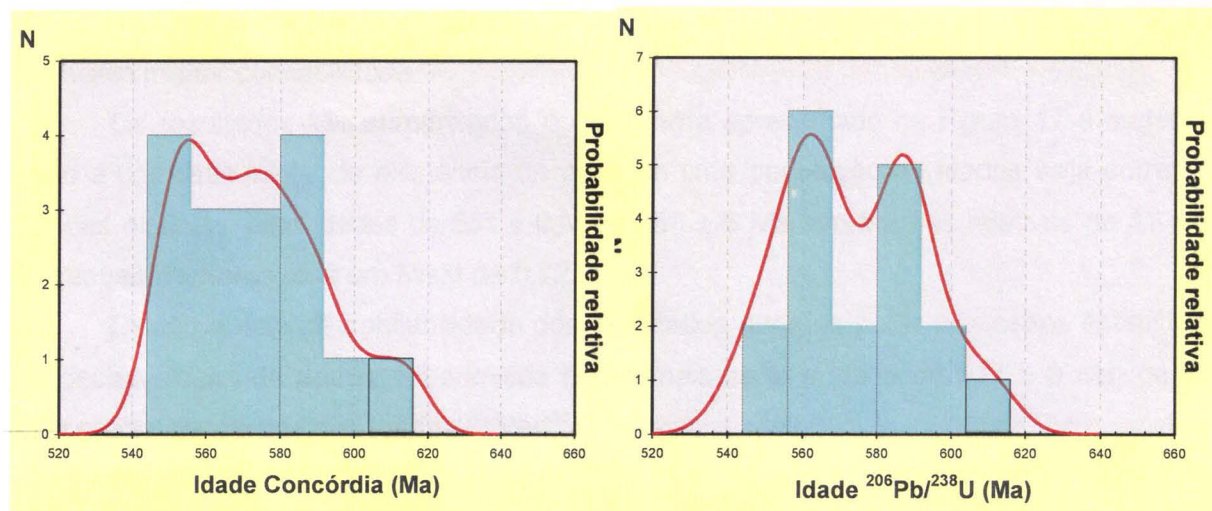


Figura 15. Histogramas ilustrando a distribuição dos resultados e a função densidade de probabilidade das idades para as idades concórdia e $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$.

Na Figura 16 são apresentadas as médias ponderadas obtidas para as populações de idades concordantes e de $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$, sendo elas 573 ± 10 e 577 ± 9 Ma, respectivamente. Estes valores são similares considerando os intervalos de erros.

Estas estimativas resultam, entretanto, em elevados valores para o MSWD (*Mean Square Weighted Deviation*), sendo 8 para as idades concórdia e 6 para $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$, além de probabilidades iguais a zero, indicando que um número variável de dados situa-se fora do intervalo definido pela média e respectivo erro.

Estas variações podem ter sido decorrentes das mesmas causas descritas para a amostra anterior: (1) erros analíticos reais superiores aos computados, (2) questões micro-estruturais e/ou variações composicionais que resultaram na abertura do sistema (e.g., metamictização, dissolução preferencial acompanhada ou não por neoformação, ou ainda presença de inclusões não detectadas de minerais portadores de U e/ou Pb e (3) os cristais e/ou zonas cristalinas analisados não representam uma única população.

Entre estas hipóteses, a 2 parece a mais plausível, visto que a análise de seções delgadas em microscópio óptico permite afirmar que a rocha passou por um processo de alteração hidrotermal, que resultou em geração e transformação de minerais, e que nas análises de catodo-luminescência e elétrons retro-espalhados foi possível reconhecer texturas nos cristais de zircão, também indicativas de hidrotermalismo, como bordas de sobrecrecimento e feições indicativas de processo de dissolução, além de texturas indicativas de recristalização.

Assim como para a amostra anterior foi feito um tratamento dos dados através de processos estatísticos de deconvolução de idades (cf. Sambridge & Compston 1994). Isto foi feito considerando-se duas populações, porém os valores de *Misfit* obtidos para esta

amostra são mais altos em comparação à amostra MAN-14, indicando que estes resultados possuem menor confiabilidade.

Os resultados são sumarizados no diagrama apresentado na Figura 17 e sugerem, caso a premissa inicial de existência de mais de uma população de idades seja correta, 2 frações distintas, com idades de 561 ± 6 Ma e 594 ± 6 Ma, em frações relativas de 41 e 59 %, respectivamente para um Misfit de 0,72.

Devido a falta de confiabilidade dos resultados gerados pelos processos estatísticos de deconvolução de dados, foi admitida como mais certa a idade de 577 ± 9 Ma, gerada pela média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$.

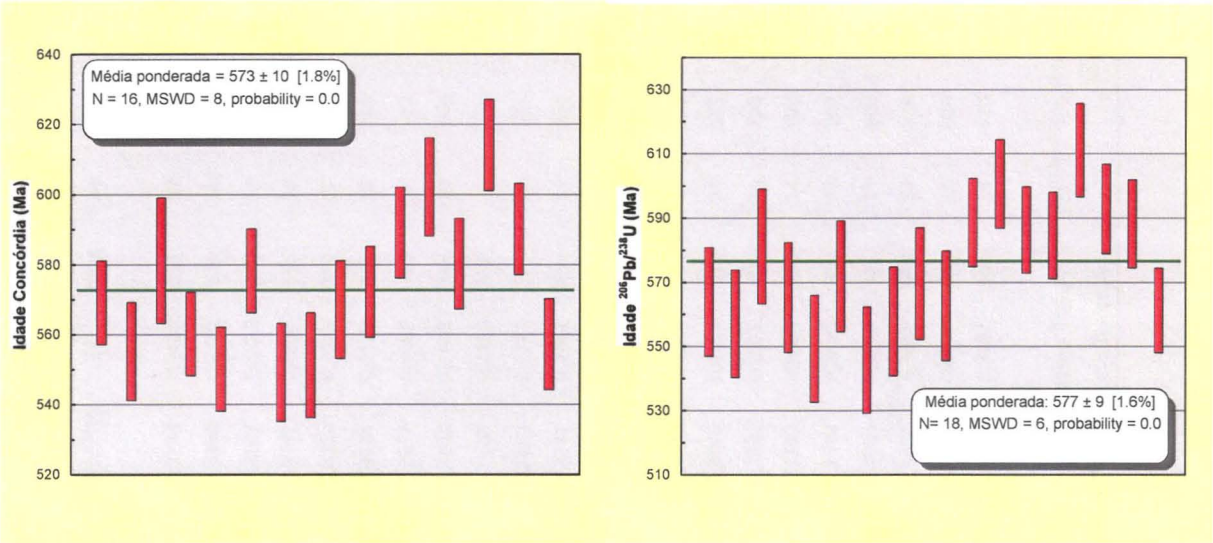


Figura 16. Diagramas de barras e idades médias ponderadas calculadas para o conjunto de idades concordantes e de idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ obtidas para a amostra MAN-13A.

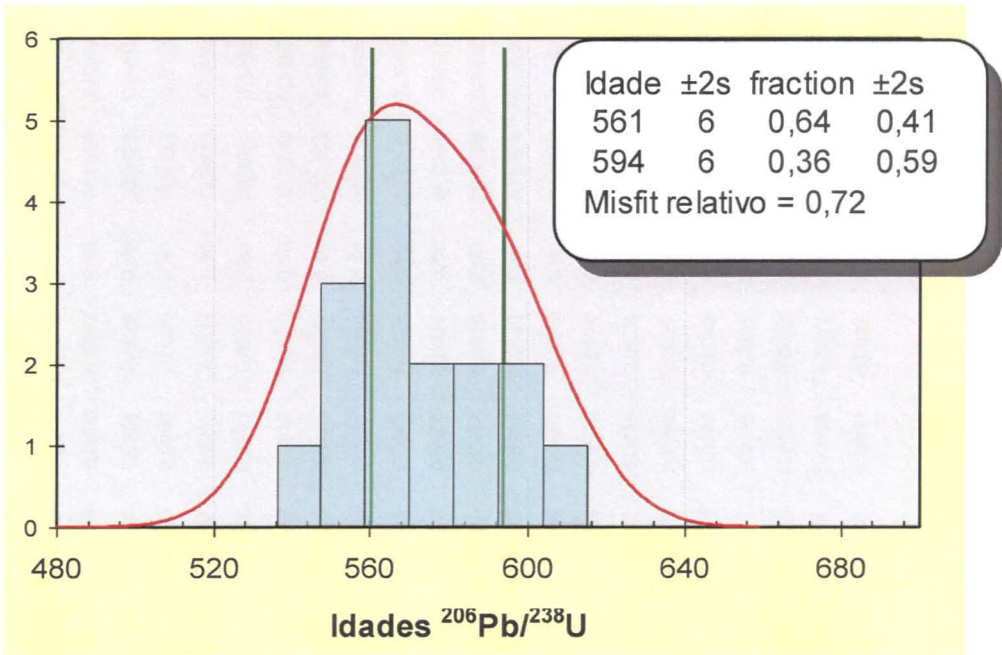


Figura 17. Diagrama de probabilidade ilustrando a distribuição das idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$, calculadas a partir de processos estatísticos de deconvolução de idades, para a amostra MAN-13A.

Tabela 2. Dados analíticos e idades isotópicas U/Pb em cristais de zircão obtidos com LA-ICP-MS. Amostra Man-13A, Maciço Mandira.

Ponto analisado	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	2 σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	2 σ	Er_Cor	$^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$	2 σ	$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	2 σ	$^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	2 σ	T6-8	2 σ	T7-5	2 σ	T7-6	2 σ	% Cid	TCd	2 σ	Obs.
1,1	0,4252	0,0183	0,0560	0,0019	0,90	17,8689	0,6117	0,0564	0,0017	0,3798	0,2450	351	12	360	13	461	64	98	--	--	R
2,1	0,7036	0,0226	0,0850	0,0027	0,90	11,7615	0,3705	0,0604	0,0009	0,4108	0,2722	526	16	541	13	613	33	97	--	--	R
3,1	0,7486	0,0224	0,0914	0,0029	0,90	10,9421	0,3441	0,0588	0,0005	0,4887	0,3330	564	17	567	13	554	19	99	569	12	
4,1	0,7074	0,0552	0,0900	0,0030	0,90	11,1152	0,3694	0,0584	0,0041	0,8391	0,5890	555	18	543	33	539	148	98	--	--	R
5,1	0,7286	0,0237	0,0902	0,0029	0,90	11,0818	0,3504	0,0591	0,0009	0,4213	0,3045	557	17	556	14	564	34	100	555	14	
6,1	0,7785	0,0346	0,0943	0,0030	0,90	10,6027	0,3411	0,0609	0,0020	0,3524	0,2629	581	18	585	20	629	69	99	581	18	
7,1	0,7387	0,0222	0,0916	0,0029	0,90	10,9145	0,3457	0,0590	0,0006	0,3272	0,2507	565	17	562	13	559	21	99	560	12	
8,1	0,7181	0,0215	0,0889	0,0028	0,90	11,2481	0,3560	0,0591	0,0006	0,3053	0,2428	549	17	550	13	564	24	100	550	12	
9,1	0,7631	0,0222	0,0927	0,0029	0,90	10,7826	0,3405	0,0596	0,0004	0,3840	0,3160	572	17	576	13	582	13	99	578	12	
10,1	0,7165	0,0235	0,0883	0,0028	0,90	11,3246	0,3596	0,0582	0,0008	0,2633	0,2245	545	17	549	14	532	29	99	549	14	
11,1	0,7214	0,0250	0,0904	0,0029	0,90	11,0660	0,3527	0,0592	0,0011	0,2581	0,2282	558	17	552	15	568	38	99	551	15	
12,1	0,7491	0,0240	0,0923	0,0029	0,90	10,8288	0,3452	0,0592	0,0008	0,2627	0,2412	569	17	568	14	567	30	100	567	14	
13,1	0,7512	0,0229	0,0912	0,0029	0,90	10,9678	0,3488	0,0591	0,0006	0,2319	0,2214	562	17	569	13	565	23	99	572	13	
14,1	0,7812	0,0296	0,0956	0,0023	0,90	10,4618	0,2533	0,0591	0,0018	0,2910	0,3213	588	14	586	17	564	64	100	589	13	
15,1	0,7684	0,0320	0,0925	0,0024	0,90	10,8133	0,2811	0,0614	0,0020	0,3016	0,3197	570	14	579	18	646	70	99	--	--	R
16,1	0,7963	0,0292	0,0976	0,0023	0,90	10,2430	0,2465	0,0589	0,0017	0,2902	0,2957	600	14	595	16	557	63	99	602	14	
17,1	0,8055	0,0309	0,0952	0,0023	0,90	10,5038	0,2532	0,0604	0,0019	0,3140	0,3080	586	14	600	17	614	67	98	--	--	Dc
18,1	0,7999	0,0294	0,0949	0,0023	0,90	10,5356	0,2529	0,0602	0,0018	0,3668	0,3470	585	13	597	17	604	63	98	580	13	
19,1	0,8160	0,0384	0,0994	0,0025	0,90	10,0577	0,2504	0,0601	0,0025	0,3006	0,2750	611	15	606	21	602	89	99	614	13	
20,1	0,8028	0,0314	0,0963	0,0024	0,90	10,3836	0,2539	0,0596	0,0018	0,3453	0,3062	593	14	598	18	583	66	99	590	13	
21,1	0,8240	0,0321	0,0955	0,0023	0,90	10,4697	0,2547	0,0607	0,0018	0,4448	0,3799	588	14	610	18	621	65	96	--	--	Dc
22,1	0,7533	0,0290	0,0909	0,0022	0,90	10,9971	0,2714	0,0601	0,0019	0,4478	0,3704	561	13	570	17	602	67	98	557	13	

Notas: 2 σ : erros absolutos; Er_Cor = correlação entre os erros; T6-8, T7-5, T7-6, TCd = idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$, $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$, $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ e concórdia (Ma);
% Cid = % condordância T6-8/T7-5; Dc = ponto discordante; R = análise rejeitada

6.3.3 Mica greisen (MAN-F16B)

Como descrito anteriormente, os resultados para cristais de zircão do greisen selecionado do Maciço Mandira não são adequados para datação. Foram efetuadas cerca de uma dezena de medidas em diferentes cristais, as quais resultaram em razões $^{204}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ muito elevadas (até 0,30) paralelizadas por razões $^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ e $^{207}\text{Pb}/^{208}\text{Pb}$ bem baixas (até 0,11 e 0,03, respectivamente) e $^{208}\text{Pb}/^{232}\text{Th}$ entre 0,02 e 0,04.

Razões isotópicas como as medidas são totalmente inadequadas para a obtenção de dados geocronológicos adequados através da sistemática U/Pb, uma vez que a proporção relativa de Pb comum, avaliada pelo isótopo 204, e de Pb radiogênico derivado de decaimento dos isótopos de U é muito elevada.

Esta é uma situação complexa, que deve ser objeto de estudos específicos mais detalhados no futuro. Uma possível explicação pode ser a incorporação, na estrutura de cristais de zircão neoformados ou derivados por significativa dissolução de cristais originalmente magmáticos e posterior precipitação, de quantidades significativas de Pb, presentes, por exemplo em feldspatos alcalinos, e liberados para as soluções hidrotermais durante a transformação destes para micas no processo de greisenização.

7 CONSIDERAÇÕES FINAIS E CONCLUSÕES

A seguir os resultados das datações U/Pb são apresentados e comparados a dados preexistentes, com o intuito de definir suas implicações para a geocronologia da Província Graciosa. Também são expostas algumas sugestões para refinamentos posteriores.

7.1 Idades de cristalização magmática

De acordo com os resultados obtidos, a idade mais apropriada para a cristalização magmática da *Unidade Mandira 1* (γM1) do Maciço Granítico Mandira (Oliveira 1989), representada neste trabalho pela amostra MAN-14, é de 584 ± 4 Ma. Esta unidade é representativa da associação aluminosa da Província Graciosa.

A idade mais apropriada para a unidade *Unidade Mandira* (γM) (Oliveira 1989), representada neste trabalho pela amostra MAN-13A é de 577 ± 9 Ma. Esta unidade é representativa da associação alcalina da Província Graciosa.

Estes são os primeiros dados geocronológicos obtidos para o Maciço.

7.2 Comparação com os dados disponíveis e implicações para a geocronologia da Província Graciosa

Vlach *et al* (submetido) apresentam uma revisão dos dados geocronológicos disponíveis para a província graciosa. Segundo estes autores, desde o trabalho pioneiro de Cordani e Kawashita (1971) uma quantidade significativa de dados geocronológicos tem sido obtidos para a Província Graciosa. A síntese apresentada pelos autores mostra que houve mais de 30 datações para rochas intrusivas utilizando o método K-Ar em biotita e anfibólio, 12 isócronas Rb-Sr em rocha total e 13 análises U/Pb em zircão, sendo 10 delas efetuadas com o método ID-TIMS e 2 com o método SHRIMP. Estes dados foram compilados e utilizados por Vlach *et al.* (submetido) para o histograma da figura 18. Muitos desses dados não foram utilizados no histograma, especialmente os dados de K-Ar, com valores de K inapropriados em biotita e valores atmosféricos de Ar, e isócronas Rb-Sr com erros maiores que 50 Ma, apresentando idades entre 510 e 550 Ma (e.g. Cordani and Kawashita, 1971; cordani 1974; Kaul and Cordani 1994). As datações U-Pb foram todas utilizadas, embora as análises pelo método ID-TIMS apresentassem graus significativos de discordância.

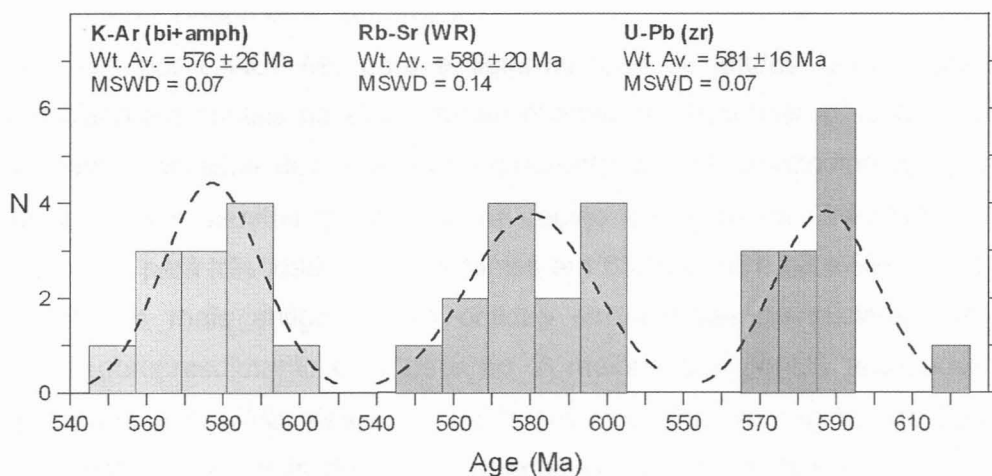


Figura 18. Histograma ilustrando a distribuição de idades K-Ar, Rb-Sr e U-Pb obtidas para a Província Graciosa (retirado de Vlach *et al.* Submetido).

Vlach *et al.* (submetido) comparam os dados descritos e concluem que apesar do espalhamento observado na figura 18, os dados utilizados dos três sistemas isotópicos são parecidos; as médias ponderadas calculadas pelo software isoplot são de 576 ± 26 , 580 ± 20 e 581 ± 16 , para os sistemas K-Ar, Rb-Sr e U-Pb respectivamente, sendo os dados equivalentes considerando um nível de confiança de 95%. Os resultados U-Pb apresentam comparativamente um menor espalhamento, com um grande número de valores obtidos por ID-TIMS no intervalo entre 585 e 595 Ma. É importante ressaltar que as duas determinações pelo método SHRIMP resultaram em idades mais jovens que 580 Ma. O espalhamento

observado para toda a província é também observado para plútons individualmente (Vlach *et al.* submetido).

Determinações de rochas vulcânicas félsicas associadas ao magmatismo da Província Graciosa não foram expressos na figura 18. Riólitos da Bacia de Campo Alegre apresentam idades de 570 ± 20 Ma (Rb-Sr em rocha total) e 589 ± 29 Ma (U-Pb, ID-TIMS), enquanto rochas similares da Bacia Guaratubinha apontam idades de 628 ± 28 Ma. e 605 ± 10 Ma. (U-Pb ID-TIMS, Siga Jr. *et al.* 1997, 1999) e 595 ± 16 Ma (U-Pb SHRIMP, Cordani *et al.*, 2000). É importante observar que estas idades se assemelham aquelas obtidas para as rochas plutônicas da Província.

Resultados concordantes obtidos para rochas gabro-dioríticas dos plútons Órgãos e Corupá da Província Graciosa apontam idades de cristalização por volta de 580 e 583 Ma, com erros menores que ca. 3 Ma (ID-TIMS). Os resultados foram considerados as melhores idades de cristalização para magmas básicos a intermediários da província. Relações estruturais de campo e evidências de mistura de magmas sugerem contemporaneidade entre estas rochas e granitos e sienitos dos mesmos maciços. Portanto estas idades também constituem valores representativos para a cristalização de rochas da Província Graciosa em geral. (Vlach *et al.* submetido).

Análises por LA-ICP-MS para a determinação de idades U-Pb e composição de elementos traço em cristais de zircão foram obtidas por Braun *et al.* (submetido). Naquele trabalho foram analisadas dez amostras representativas de monzodioritos, granitos, alcali-feldspato granitos e sienitos localizados na região da Serra da Graciosa. Os resultados obtidos apontam para três idades concordantes em 633 ± 6 , 581 ± 3 e 539 ± 4 Ma.

As idades mais antigas foram obtidas em análises de núcleos que mostravam texturas de sobrecrecimento e reabsorção. A maioria dos pontos analisados apontaram idades próximas a 581 Ma, estes pontos foram alocados em regiões de borda livres de inclusões e fraturas. Análises de ETR efetuadas nestas zonas indicam enriquecimento em elementos terras raras pesados e fortes anomalias positivas de Ce, tipicamente vistos em cristais de zircão magmáticos. A população de zircões mais jovem é dominada por grãos extremamente alterados de álcali-feldspato granitos com biotita. Estes zircões apresentam valores de ETR menos anômalos e as anomalias de Ce são muito menos evidentes, como característico em zircões hidrotermais (Braun *et al.* submetido).

Baseado em evidências texturais e geoquímicas, as três populações foram interpretadas como sendo representativas de herança (>620 Ma), magmatismo (~ 581 Ma), e alteração hidrotermal (~ 540 Ma) (Braun *et al.* submetido).

Os resultados obtidos no presente trabalho apontam idades de cristalização magmática de 584 ± 4 Ma para a associação aluminosa e 577 ± 9 Ma para a associação alcalina, sendo ambas similares aos dados pré-existentes mais representativos do

magmatismo da província. Os resultados obtidos contribuem significativamente para o posicionamento cronológico do Maciço Granítico Mandira, visto que são as primeiras determinações geocronológicas adequadas para o maciço.

7.3 Sugestões para refinamentos posteriores

Como visto nas imagens CL, BSE e LT, os cristais de zircão das três amostras são texturalmente complexos, apresentando fraturas, inclusões e poros, além de feições indicativas de herança e alteração hidrotermal. A utilização do método SHRIMP (Sensitive High Resolution Ion MicroProbe) aliada a imagens CL e LT de maior resolução permitiria que os pontos de análise fossem alocados evitando microinclusões e microfraturas pouco visíveis nas imagens utilizadas no presente trabalho. Análises obtidas pelo método SHRIMP geram furos com 2-4 μm de profundidade, portanto zonas visíveis em imagens BSE e CL. O diâmetro menor do feixe utilizado por este método, em comparação ao método LA-ICP-MS permitiria estudar separadamente diversos domínios de um mesmo cristal, tendo como resultados a caracterização cronológica do evento de cristalização magmática, bem como de processos de alteração hidrotermal e herança de cristais.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Basei M.A.S., Siga Jr. O., Machiavelli A., Mancini F. 1992. Evolução tectônica dos terrenos entre os cinturões Ribeira e Dom Feliciano (PR-SC). *Revista Brasileira de Geociências* 22: 216-221.
- Braun S., Gualda G.A.R., Bream B.R., Vlach S.R.F. Importance of LA-ICP-MS Zircon Geochronology and Geochemistry in Determining the History of Magmatic Systems: Insights from the Graciosa A-type Province, Southern Brazil. (submetido).
- Cordani U.G., Kawashita K., 1971. Estudo geocronológico pelo método Rb/Sr de rochas intrusivas no Grupo Açungui. In: SBG, Congresso Brasileiro de Geologia, 25, anais, p.105-110.
- Cordani U.G. 1974. Comentários sobre as determinações geocronológicas disponíveis nas Folhas Assunción e Curitiba. In: Monaco, O.A., Zir Filho, J.A., Valentine, N. (Eds.). Carta Geológica do Brasil ao milionésimo, Folha Assunción – SG. 21 e Curitiba SG. 22. Brasília. Departamento Nacional de Produção Mineral, 58-67.
- Cordani U.G., Kaul P.A.T., Siga Jr. O. 2000. Geochronology of the neoproterozoic granitoid complexes of the Serra do Mar, Southern Brazil. In: International Geological Congress, 31, Brazil, IUGS, CD.
- Corfu F., Hanchar J.M., Hoskin P.W.O., Kinny P. 2003. Atlas of zircon textures. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry* v.53;1, p.469-500.
- Faure G. 1987. *Principles of isotope geology*. 2ª ed. New York, 606pp.
- Geisler T., Schaltegger U., Tomaschek F. 2007. Re-equilibration of Zircon in Aqueous Fluids and Melts. *Elements*, v.3, p.43-50.
- Góis J.R. 1995. Contribuição à petrografia e geoquímica da parte setentrional do complexo vulcânico-plutônico Morro Redondo, divisa do Paraná com Santa Catarina. Dissertação de mestrado, Universidade de São Paulo, Instituto de Geociências, São Paulo.
- Goldstein J.I., Newbury D.E., Echin P., Joy D.C., Romig Jr. A.D., Lyman C.E., Fiori C., Lifshin E. 1992. Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis: a text for biologists, materials scientists, and geologists. Springer, Nova Iorque, 2a ed., 840pp.
- Gualda G.A.R. & Vlach S.R.F. 2007b. The Serra da Graciosa A-Type Granites and Syenites, southern Brazil. Part 2: Petrographic and mineralogical evolution of the alkaline and aluminous association. *Lithos*, 93: 310-327.
- Gualda G.A.R. & Vlach S.R.F. 2007a. The Serra da Graciosa A-Type Granites and Syenites, southern Brazil. Part 1: Regional setting and geological characterization. *Anais da Academia brasileira de Ciências*, v.79(3), p.405-430.
- Hanchar J.M. & Miller C.F. (1993). Zircon zonation patterns as revealed by cathodoluminescence and backscattered electron images: Implications for interpretation of complex crustal histories. *Chemical Geology*, v.110, p.1-13

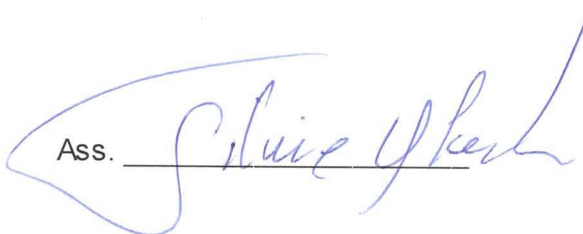
- Hasui Y., Carneiro C.D.R., Coimbra A.M. 1975. The Ribeira Folded Belt. *In: Revista Brasileira de Geociências* 5: 257-266.
- Instituto de Pesquisas Tecnológicas do estado de São Paulo (IPT) 1981. Avaliação preliminar das potencialidades minerais das rochas granitóides do estado de São Paulo. São Paulo, v.3 (IPT Relatório 15 982).
- Instituto de Pesquisas Tecnológicas do estado de São Paulo (IPT) 1982. Avaliação das mineralizações de metais bases nos granitos Mandira. São Paulo, v.1 (IPT Relatório 16 697).
- Instituto de Pesquisas Tecnológicas do estado de São Paulo (IPT) 1986. Avaliação e Definição de modelos petrogenéticos para os maciços graníticos Mandira e Guaraú. São Paulo, v.3 (IPT Relatório 24 337).
- Jackson S.E., Pearson N.J., Griffin W.L e Belousova E.A. 2004. The application of laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry to in situ U-Pb zircon geochronology. *Chem. Geol.*, 211: 47-69.
- Kaul P.F.T. 1997. O magmatismo na Serra do Mar e adjacências (Sul do Brasil) no final do Neoproterozóico e seus condicionantes tectônicos. PhD thesis, Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, 293p.
- Kaul P.F.T., Cordani U.G. 1994. Aspectos petrográficos, geoquímicos e geocronológicos dos Maciços Graníticos da Serra do Mar no Leste paranaense e vizinhanças. *In: SBG, Congresso Brasileiro de Geologia*, 38, Anais 2, p.371-373.
- Le Maitre R.W. 1989. A classification of igneous rocks and glossary of terms. Oxford: Blackwel. 193 p.
- Ludwig K.R. 1999. Using Isoplot/Ex, Version 2.01: a geochronological toolkit for Microsoft Excel. Berkeley Geochronology Center Special Publication, No. 1a: 47.
- Machado N. & Simonetti A. 2001. U-Pb dating and Hf isotopic composition of zircon by laser ablation-MC-ICP-MS. *In Laser Ablation-ICPMS in the Earth Sciences - Mineralogical Association of Canada Short Course* v.29, 121-146.
- Marshall D. J. 1988. Cathodoluminescence of geological materials. Unwin Hyman, London, 146 pp.
- Oliveira M.C.B. 1989. Petrologia do Maciço Granítico Mandira – SP. –Dissertação de mestrado, Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, 178p
- Passarelli C.R., Basei M.A.S., Siga Jr.O., Sato K., Sproesser W.M., Loios V.A.P. 2009. Dating minerals by ID-TIMS geochronology at times of in situ analysis: selected case studies from the CPGeo-IGC-USP laboratory. *An. Acad. Bras. Ciênc.* 81(1): p. 73-97.
- Sambridge M. S. & Compston W. 1994. Mixture modeling of multi-component data sets with application to ion-probe zircon ages. *Earth and Planetary Science Letters*, 128: 373–390
- Sato K., Basei M.A.S., Sproesser W.M., Onoi A.T., Kawashita K. 2009. *Protocolo de inicialização do sistema "laser ablation – multi collector – inductively coupled plasma – mass spectrometer" (LA-MC-ICP-MS) – Neptune / Manual de Operação*. Centro de Pesquisas Geocronológicas, Instituto de geociências, Universidade de São Paulo.

- Siga Jr.O., Basei M.A.S., Reis Neto J.M., Buba R.M. 1994. Maciços Graníticos da porção Sudeste do Paraná e Nordeste de Santa Catarina: geocronologia e implicações tectônicas. *In*: SBG, Congresso Brasileiro de Geologia 38 (Camboriú, SC), *Anais*, p. 400-401.
- Siga Jr. O., Basei M.A.S., Sato K., Citroni S.B., Reis Neto J.M., Harara O.M.M., Passarelli C.R., Prazeres Filho E. J., Weber W., Lima P.S., Machiavelli A. 1997. Ages and tectonic setting of alkaline-peralkaline granitoids of Paraná and Santa Catarina States, southern Brazil. *In*: South American Symposium on Isotope Geology, 1. Brazil, 1, p.301-303.
- Siga Jr. O., Basei M.A.S., Sato K., Citroni S.B., Reis Neto J.M., Weber W., Lima P.S., Sproesser W.M. 1999. Post-orogenic magmatism and sedimentation in neoproterozoic extensional regimes in the Brazilian southern region. *In*: South American Symposium on Isotope Geology, 2. Argentine, 2, p.367-370.
- Silva A.T.S.F. & Algarte J.P. 1981a. Contribuição à geologia da sequência Turvo-Cajati entre o Rio Pardo e Pariqueira-Açu, Estado de São Paulo. I. *In*: SBG, Simpósio Regional de Geologia, 3, Curitiba. *Atas* v.1, p.109-119.
- Steiger R. H. & Jager E. 1977, Subcommittee on Geochronology: Convention on the use of decay constants in geo- and cosmochemistry. *Earth Planet. Sci., Lett.* **36**: 359-362.
- Vilalva F.C.J. 2007. Petrografia e mineralogia de granitos peralcalinos: o Plúton Papanduva, Complexo Morro Redondo (PR/SC). Dissertação de mestrado, Universidade de São Paulo, p. 10-16, 38-41.
- Vlach S.R.F. & Gualda G.A.R. 2007a. Allanite and chevkinite in A-type granites and syenites of the Graciosa Province, southern Brazil. *Lithos*, **97**: 98-121.
- Vlach S.R.F., Janasi V.A., Vasconcellos A.C.B.C. 1991. O magmatismo granitóide tardi- a pós-orogênico de idade brasileira no Estado de São Paulo. *In*: Boletim do IG-USP, publicação especial, **9**: 99-101.
- Vlach S.R.F., Siga Jr.O., Gualda G.A.R., Basei M.A.S., Hyppolito T., Vilalva F.C.J. 2006. Precise zircon U-Pb (TIMS) dating of dioritic rocks and implications for the age of the Graciosa Province of A-Type granites and syenites, southern Brazil. *In*: PRONEX-UFPA/SBG-NO, Symposium on Magmatism, Crustal Evolution, and Metalogenesis of the Amazonian Craton, Workshop on A-type granites and related rocks through time (IGPC-510), *Anais*, Abstracts Volume and Field Trips Guide, p. 77.
- Vlach S.R.F., Siga Jr.O., Harara O.M., Gualda G.A.R.; Basei M.A.S., Vilalva F.C.J. Crystallization ages of the A-type magmatism of the Graciosa Province (Southern Brazil): Constraints from zircon U-Pb (ID-TIMS) dating of coeval K-rich gabbro-dioritic rocks. (Submetido).

De acordo:

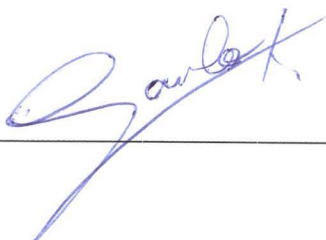
Orientador: Prof. Dr. Silvio R. F. Vlach

Ass.



Autor: Paulo Thomas Koch

Ass.



DOAÇÃO _____

TGC-USP

Data: *01/02/14*