

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS

**Processos de geração de zircão em granulitos de alta pressão da Klippe
Carvalhos, Orógeno Brasília Meridional**

Monografia

Nº de projeto: 24/20

Aluno: Gyovana Patrícia Gonçalves Costa

Orientador: Cauê Rodrigues Cioffi

SÃO PAULO
2024

Gyovana Patricia Gonçalves Costa

**Processos de geração de zircão em granulitos de alta pressão da Klippe
Carvalhos, Orógeno Brasília Meridional**

Trabalho de Formatura apresentado ao Curso
de Geologia do Instituto de Geociências da
Universidade de São Paulo como pré-requisito
para a obtenção do Título de Bacharel em
Geologia.

Orientador: Cauê Rodrigues Cioffi

SÃO PAULO

2024

Em memória de Lindinha, minha irmãzinha de quatro patas que me acompanhou por 16 anos de muito amor e mordidinhas, esteve lá para me ver entrando na escola, no ensino médio e na faculdade, mas que infelizmente não vai poder me receber de rabinho abanando depois da formatura. E a minha vó Georgina, ou vovó Gina, que nos deixou em 2012, mas que está olhando para mim lá de cima, cuidando do jeitinho que só ela sabia fazer, eternas saudades.

AGRADECIMENTOS

Nascida em Mato Grosso e residente de São Paulo desde 2019, concluir esse trabalho e o curso como um todo, em tempos de pandemia e readaptação pós-pandemia, enfrentando um diagnóstico desde o ensino médio, foi uma jornada e tanto, mas que de forma alguma realizada sozinha, e sim com o apoio de diversas pessoas importantíssimas pra mim, a quem dedicarei meus mais sinceros agradecimentos.

Em primeiro lugar, não têm como ser outro senão à minha família. Branquinha, que sempre me apoiou em tudo que me propus a fazer desde que comecei a andar e falar, com seus abraços matinais e marmitinhas de comidas gostosas, fazendo com que enfrentar os dias mais puxados fosse fichinha. Cheia de conselhos e um amor reconfortante que somente uma mãe poderia proporcionar. Minguito, meu alicerce e maior exemplo, que sempre adoçou meus dias com um suquinho de laranja da hora e sua energia sem igual às 6 da matina, sempre a disposição de ajudar, sendo a prova viva que ações falam mais que mil palavras, meu coração se enche com seu amor e cuidado, pai, Polynha, minha melhor amiga da vida, minha alma gêmea, minha irmã, que a todo momento esteve ali para alimentar minhas ideias malucas e de alguma forma colocar algum juízo na minha cabeça, com as nossas voltas pra casa cheias de beyoncé e cafezinhos. Douglas, vizinho de placenta, meu irmão gêmeo, meu porto seguro, que com sua calmaria, humor único e bom senso, sempre trouxe o melhor de mim, sempre disposto a escutar os desabafos de uma universitária cansada e me distrair do caos.

À minha família mato-grossense, vovó Lau, Téia, Titau, que mesmo distantes de corpo, mas próximos de coração, terem me proporcionado uma infância e adolescência felizes, que fizeram com que eu chegasse até aqui. Mônica, minha lua, iluminando minha vida com seu brilho único, apoio incondicional e carinho por onde vou. Stella, minha estrelinha guia, com sua presença constante e apoio desde o primeiro dia, trazendo felicidade à minha vida. Vocês são a razão de eu não ter desistido no meio e ter me permitido aprender com as falhas e frustrações nesses 23 longos anos.

Agradecimentos mais que especiais ao meu orientador, Cauê Rodrigues Cioffi, e também a professora Brenda Chung da Rocha, por todas as oportunidades, apoio e confiança nesses quase dois anos, por toda a paciência e didática, mostrando como a geologia pode ser bonita e descontraída, mesmo entre os prazos corridos e cianitas. Aos professores do IGc-USP, pelas aulas e trocas cheias de conhecimento e fascínio, fazendo com que eu me apaixonasse cada vez mais pela geologia, muito obrigada por todo apoio e

paciência: Rogério Guitarrari Azzone, Renato de Moraes, Gergely Szabó, Eliane Del Lama, Adriana Alves, entre muitos outros que com cada palavra me inspiraram a continuar. Aos funcionários que são a alma do instituto, ao Samuca pela imensa ajuda com a preparação das minhas amostras e em todo o curso. Marcos e Laísa pelo auxílio e ensino na microssonda, à Camila, da litoteca, sempre disposta a em animar com conversas e conselhos. A Hellen, da pesquisa, pelo carinho e cuidado, me proporcionando oportunidades e soluções mesmo nos momentos difíceis. A todos que disponibilizaram mesmo que um pouquinho do próprio tempo para me ajudar seja no que fosse. Por fim, mas não menos importante, agradeço à FAPESP (Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo) pelo projeto de iniciação científica (2023/0862-6) e pelo Projeto de Pesquisa (2021/09437-9).

À minha família de São Paulo, que sinceramente a Gyovana de 18 anos jamais achou ser capaz de encontrar, Guilimi (Julia), Brabu (Rafaela), Samuel Limão (Samuel), Epinha (Gabriela), Isa (Isabela), Rapa (Tomaz), Peaches (Vitor), Roxy (Mariane), Flora (Larissa), Gryto (Otávio), Igo (Igor) entre muitos outros que guardarei no coração. Muito obrigada pelas conversas, surtos compartilhados, festinhas, fofocinhas e cafezinhos que deixam tudo mais suportável nos momentos mais difíceis da graduação, sem vocês, provavelmente eu não duraria um dia.

Manter uma vida acadêmica agitada entre agendamentos médicos, cirurgias e inúmeros procedimentos não foi uma tarefa fácil e ainda não é. Só foi possível chegar até aqui saudável e com energia para concluir essa etapa e continuar perseguindo meu sonho devido ao excepcional suporte que eu tive desde o dia do meu diagnóstico por conta de todos os profissionais da saúde (viva o SUS!) que sempre garantiram meu bem-estar, ainda que não saiba o nome de todos, recordo do rosto de cada um. À Dra. Luciana Hoffman e a Luciana Castelli, duas mulheres excepcionais e inspiradoras que me incentivam até hoje com tanto cuidado e carinho desde os 17 anos, e que considero parte da família e importantes nesta jornada, meus sinceros agradecimentos.

RESUMO

As características químicas e físicas do zircão ($ZrSiO_4$), em particular sua capacidade de incorporar diversos elementos traço (e.g., U, Th, Hf, ETR), o tornam um mineral extremamente útil e amplamente utilizado em investigações petrológicas, geoquímicas e geocronológicas. Em ambientes metamórficos, o zircão pode ser gerado de diferentes maneiras, incluindo cristalização sub-solidus e cristalização a partir de fundidos, entre outros processos. Compreender os processos responsáveis pela geração de zircão em condições metamórficas é fundamental para a interpretação das idades obtidas por métodos geocronológicos e para associação das idades com a evolução metamórfica. O presente projeto de pesquisa pretende investigar os processos de geração de zircão em granulitos félsicos de alta pressão da Klippe Carvalhos (Orógeno Brasília Meridional), a partir de uma abordagem petrocronológica integrada incluindo geocronologia U-Pb em zircão e geoquímica de elementos traço em zircão e granada. Espera-se avançar no entendimento de processos de geração de zircão em ambientes de alta temperatura e alta pressão e contribuir para compreensão da evolução tectônica do Orógeno Brasília Meridional.

Palavras-chave: Petrocronologia; Zircão; Klippe Carvalhos; U-Pb; Granulitos.

ABSTRACT

The chemical and physical characteristics of zircon (ZrSiO_4), particularly its ability to incorporate various trace elements (e.g., U, Th, Hf, REE), make it an extremely useful and widely used mineral in petrological, geochemical, and geochronological investigations. In metamorphic environments, zircon can be generated in different ways, including sub-solidus crystallization and crystallization from melts, among other processes. Understanding the processes responsible for zircon generation under metamorphic conditions is essential for interpreting ages obtained through geochronological methods and for associating those ages with metamorphic evolution. The present research project aims to investigate zircon generation processes in high-pressure felsic granulites from the Carvalhos Klippe (Southern Brasília Orogen), using an integrated petrochronological approach that includes U-Pb zircon geochronology and trace element geochemistry of zircon and garnet. The goal is to advance our understanding of zircon generation processes in high-temperature and high-pressure environments and contribute to the understanding of the tectonic evolution of the Southern Brasília Orogen.

Keywords: Petrochronology; Zircon; Carvalhos Klippe; U-Pb; Granulites.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	1
2. METAS E OBJETIVOS.....	1
3. LEVANTAMENTO BIBLIOGRÁFICO.....	2
3.1. Geologia Regional.....	2
3.1.1. Orógeno Brasília Meridional.....	2
3.1.2. Sistema de Nappes Andrelândia.....	2
3.1.3. Klippe Carvalhos.....	4
3.2. Granulitos de alta pressão.....	4
3.3. Petrocronologia de zircão.....	5
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	7
4.1. Separação mineral.....	7
4.2. Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	8
4.3. Geocronologia U-Pb (LA-ICP-MS).....	8
4.4. Análises de elementos traço (LA-ICP-MS).....	8
5. RESULTADOS.....	9
5.1. Petrografia.....	9
5.1.1. Amostra KC-40A.....	9
5.1.2. Amostra CK-4C.....	10
5.1.3. Amostra CK-13.....	11
5.2. Texturas internas do zircão.....	12
5.3. Geocronologia U-Pb.....	16
5.4. Elementos traços em zircão e granada.....	18
6. INTERPRETAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....	21
7. CONCLUSÕES.....	23
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	25

1. INTRODUÇÃO

O zircão ($ZrSiO_4$) é um mineral acessório comumente encontrado na natureza em uma grande variedade de rochas, incluindo rochas ígneas, sedimentares e metamórficas, sendo muito relevante para estudos petrocronológicos por apresentar a capacidade de incorporar uma série de elementos menores e traço (e.g., U, Th, Hf, ETR), retendo informações químicas e isotópicas que podem ser utilizadas em uma ampla variedade de investigações geoquímicas e geocronológicas (e.g., Finch e Hanchar, 2003; Hoskin e Schaltegger, 2003; Rubatto, 2017). O zircão fornece detalhes não só sobre protólitos, mas também sobre a evolução de temperatura, deformação, fluidos, fusão parcial e cristalização do fundido silicático, permitindo a reconstrução de processos crustais.

As idades de zircão, obtidas por métodos geocronológicos, podem ser associadas a condições de pressão e temperatura a partir de correlações texturais, químicas e utilização de termômetros baseados em elementos traço (e.g., Kohn, 2016). Nos últimos 20 anos, o particionamento de elementos terras raras (ETR) entre zircão e granada tem sido amplamente utilizado na tentativa de associar idades U-Pb e metamorfismo (Rubatto, 2002; Rubatto e Hermann, 2007; Taylor *et al.*, 2015, 2017). O termo zircão metamórfico tem sido utilizado na literatura para designar o zircão formado em rochas metamórficas a partir de diferentes processos, incluindo cristalização a partir de fundidos, cristalização sub-solidus devido a difusão de Zr e Si liberados por reações metamórficas, precipitação a partir de fluidos aquosos e recristalização de zircão proveniente dos protólitos (e.g., Fraser *et al.*, 1997; Hoskin e Black, 2000; Möller *et al.*, 2003; Geisler *et al.*, 2007; Rubatto, 2017).

No entanto, devido aos limites de cada método, seja químico, textural ou isotópico, é importante ressaltar que a efetividade do estudo petrocronológico acontece a partir da utilização integrada de métodos e interpretações, para assim permitir estabelecer as condições *P-T-t* (pressão-temperatura-tempo) e inferir sob quais condições e por qual processo o zircão se forma em rochas metamórficas.

2. METAS E OBJETIVOS

A partir dos resultados das análises e por meio de uma abordagem integrada de geocronologia U-Pb em zircão e geoquímica de elementos traço em zircão e granada, bem como a investigação textural a partir de petrografia e imagens de microscopia eletrônica, pretende-se compreender os processos de geração do zircão metamórfico e associar as idades obtidas com as condições metamórficas. Dessa forma, entende-se a importância de ampliação de dados para uma melhor compreensão e avanço no que diz respeito aos processos petrogenéticos responsáveis pela geração de zircão em ambientes de alta temperatura e alta pressão, contribuindo simultaneamente com a evolução de metodologias

desenvolvidas para estudos petrocronológicos e compreensão da evolução tectônica do Orógeno Brasília Meridional.

3. LEVANTAMENTO BIBLIOGRÁFICO

3.1. Geologia Regional

3.1.1. Orógeno Brasília Meridional

O Orógeno Neoproterozóico Brasília, que se estende por mais de 1000 km ao longo da margem oeste/sudoeste do Cráton São Francisco, tem sua porção sul (Figura 1) originada da subducção em direção oeste da margem passiva do paleocontinente São Francisco sob o bloco Paranapanema. Essa colisão resultou na formação de uma pilha de *nappes* ediacaranas sin-metamórficas, compreendendo três domínios principais, do superior ao inferior, respectivamente: (i) uma nappe superior ocidental, conhecida como Nappe Socorro-Guaxupé, que constitui a raiz de um arco magmático hospedado na margem ativa do bloco Paranapanema; (ii) nappes subjacentes de sequências metassedimentares relacionadas à margem ativa, denominado Sistema de Nappes Andrelândia; (iii) sequências psamo-pelíticas relacionadas à margem passiva do paleocontinente São Francisco, denominado Sistema de Nappes Carrancas. Estas últimas estão localizadas sob o Sistema de Nappes de Andrelândia (Campos Neto e Caby, 1999; Janasi, 2002; Trouw *et al.*, 2000; Vinagre *et al.*, 2014; Campos Neto *et al.* 2021).

3.1.2. Sistema de Nappes Andrelândia

O Sistema de Nappes Andrelândia é cavalgado pelo domínio de arco magmático da Nappe Socorro-Guaxupé e cavalga o domínio de margem continental passiva representado pela Nappe Carrancas e pelo Grupo São Vicente. Estruturalmente está localizado sob a Nappe Socorro-Guaxupé, e internamente está subdividido em três alóctones: (i) O alóctone superior, composto pelas Nappe Três Pontas e Nappe Varginha, e *klippen* associado (i.e. Klippe Carvalhos, Aiuruoca e Serra Negra) (Campos Neto e Caby, 2000). Esse alóctone é predominantemente composto por metapelitos e metagrauvacas metamorfizados em fácies granulito de alta pressão, com uma assembléia mineral característica que inclui rutilo, granada, cianita e ortoclásio. Nas rochas maficas associadas, a assembleia mineral de pico metamórfico é composta por granada, clinopiroxênio, plagioclásio e quartzo (Reno *et al.*, 2009; Campos Neto *et al.*, 2010; Cioffi *et al.*, 2012; Motta e Moraes, 2017); (ii) O alóctone intermediário, denominado Nappe Liberdade, é constituído por micaxistos de fácies anfibolito ao longo de sua base. O pico metamórfico varia de 700 a 640 °C, sob pressões de

10 a 7,5 kbar, do seu ponto mais baixo para o topo, respectivamente; e (iii) O alóctone inferior, conhecido como Nappe Andrelândia, é majoritariamente composto por metapelitos e metagrauvacas em fácies anfibolito. As condições de pico metamórfico situam-se em cerca de 670 °C e 9 kbar para os micaxistas com presença de estaurolita na base da nappe, e aproximadamente 660 °C e 10 kbar para os micaxistas sem estaurolita no topo da sequência metassedimentar. Essa subdivisão estratigráfica do Sistema de Nappes Andrelândia revela uma complexidade geológica que é crucial para a compreensão das interações e evoluções tectônicas na região (Santos *et al.*, 2004; Motta e Moraes, 2017).

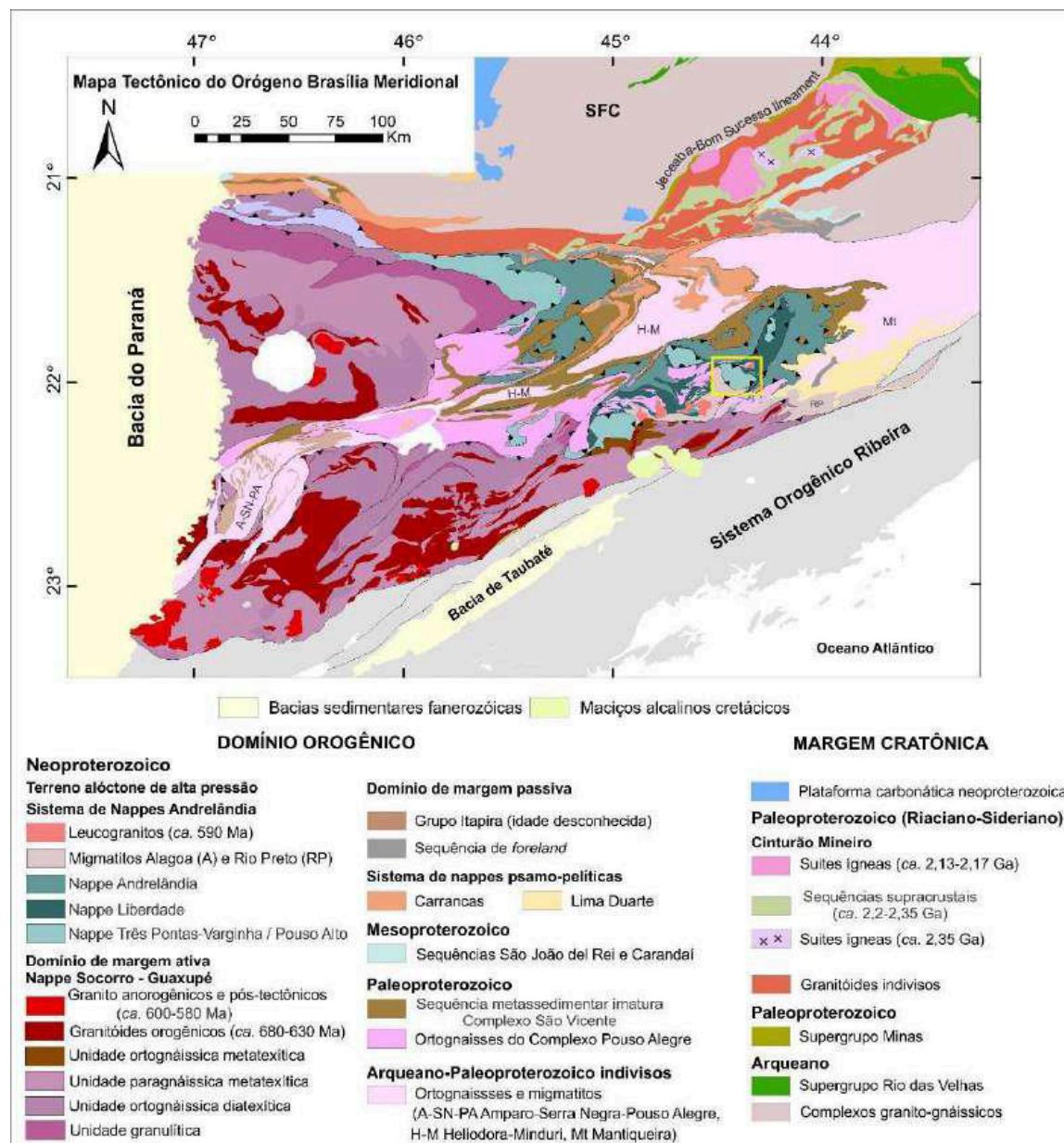


Figura 1. Mapa tectônico do Orógeno Brasília Meridional retirado de Campos Neto *et al.* (2020). O amarelo representa a área de estudo.

3.1.3. Klippe Carvalhos

A Klippe Carvalhos, inserida no Sistema de Nappes Andrelândia – o objeto de estudo do atual projeto de pesquisa – cavalga a Nappe Liberdade ao longo de uma zona milonítica. A *klippe* é dividida em duas unidades tectono-metamórficas principais: uma unidade inferior e, superior. Os *klippen* associados presentes no alóctone superior do Sistema de Nappes Andrelândia foram estudados por diversos autores que relataram idades de pico metamórfico variando entre > 650 a 605 Ma (Reno *et al.*, 2009; Campos Neto *et al.*; 2010; Motta e Moraes, 2017). Para a Klippe Carvalhos, as condições de pico variam de 825 a 900 °C e 12 a 16 kbar (Campos Neto *et al.*, 2010; Cioffi *et al.*, 2012; Reno *et al.*, 2012) e idade de ca. 618 Ma, foi obtida a partir de análise de grãos de monazita que predominam na matriz do granulito e em associação com biotita retrogressiva.

As rochas que compõem a *klippe* são predominantemente rochas de origem metassedimentar, de fácies granulito de alta pressão, com assembleia típica de Qz + Ky + Kfs pertítico + Rt. A sua unidade inferior, que abrange a porção noroeste da *klippe*, apresenta rochas de textura granoblástica com porfiroblastos de granada, cianita e feldspato alcalino, com camadas finas subordinadas ricas em biotita, contendo leucossomas de espessura milimétrica a centimétrica.

O rutilo ocorre como cristais de escala milimétrica inclusos em granada e cianita, ou na matriz, como monazita e zircão. Silimanita, biotita e muscovita podem ocorrer como acessórios também na matriz e definir a foliação principal da rocha. Na unidade superior, os principais litotipos observados são gnaisses heterogêneos e bandados, com assembleia mineral típica de Rt + Ky + Grt + Kfs.

3.2. Granulitos de alta pressão

Em geral, para O'Brien e Rötzler (2003), duas variedades distintas de granulito HP (*high-pressure*) são reconhecidas no metamorfismo regional. A primeira variedade se forma em condições de alta e ultra-alta temperatura (muitas vezes acima de 1000 °C) e é caracterizada pelo tipo granulito encontrado no Maciço Granulítico da Saxônia, na Alemanha. Uma segunda variedade de granulito HP abrange rochas que entraram no campo *P-T* (pressão-temperatura) da fácie granulito através da fácie eclogito, ou em pressões próximas às do campo eclogito, e assim representam partes de complexos subductados que não foram rapidamente exumados e sofreram reações como um resultado do reequilíbrio parcial de geotérmicas perturbadas.

No entanto, no momento de se determinar as condições de pico P - T dessas rochas e os mecanismos pelos quais estas foram subductadas, ocorrem adversidades devido ao seu resfriamento, em que alguns componentes podem ser apagados por difusão, dificultando a utilização de geotermobarômetros de forma efetiva. Por outro lado, a exumação rápida em combinação com o resfriamento rápido permite que ocorra a preservação de composições de minerais relacionados ao pico metamórfico. No entanto, devido ao aumento de temperatura durante o processo de descompressão, em granulitos derivados de eclogitos, pode-se perder os registros de temperaturas mais baixas. Nesses casos, as trajetórias P - T deduzidas tendem a apresentar uma descompressão isotermal e não um aquecimento durante a descompressão.

De forma geral, os granulitos de alta pressão podem chegar a pressões correspondentes a profundidades do manto devido à subducção seguida de rápida exumação, enquanto os granulitos formados a partir de eclogitos apresentam uma trajetória diferente, influenciados pelo relaxamento termal e aquecimento durante a descompressão. Dessa maneira, é essencial a compreensão dos fatores que controlam as condições P - T , a duração dessas condições e os eventos que levam à exposição subsequente das rochas na superfície.

3.3. Petrocronologia de zircão

O zircão, presente em rochas metamórficas, é um mineral versátil que pode se formar em diversas condições, mantendo informações cruciais relacionadas a tempo, temperatura, elementos-traço e assinaturas isotópicas. Essas características fazem do zircão uma ferramenta valiosa na interpretação petrogenética de dados geocronológicos. No entanto, interpretar essas informações pode apresentar desafios, dada a diversidade de fontes e processos envolvidos (Rubatto, 2017).

As correlações texturais podem ser feitas a partir de inclusões em minerais, cujo crescimento e/ou composição podem se associar a evolução metamórfica, como a granada. A granada é um dos minerais mais importantes e utilizados para a termobarometria, enquanto o zircão é um excelente geocronômetro. Como consequência, a partir da coexistência entre estes dois minerais, a granada emerge como uma fase hospedeira crucial para traçar perfis compostionais e definir trajetórias P - T em função de seu crescimento, com o aumento de pressão e/ou temperatura, oferecendo uma base sólida para mapear a evolução metamórfica (Pyle e Spear, 1999, 2003). No que diz respeito ao zircão, sua capacidade de servir como um geocronômetro permite datar inclusões nos minerais hospedeiros, resultando em idades máximas de formação do mineral hospedeiro,

ou idades mínimas para a geração das inclusões diagnósticas se datados os zircões que apresentarem inclusões desses minerais. Apesar da aplicação desse método se mostrar promissor, tais correlações fornecem apenas os limites de idades e não pontos de uma trajetória ao longo do tempo.

Os métodos de correlação de domínios químicos das fases minerais acessórias e metamórficas principais são largamente utilizados na petrocronologia. Para o zircão baseiam-se principalmente nas concentrações de elementos terras-raras. De maneira geral, as interpretações são focadas em duas características: (i) o comportamento das anomalias de Eu, uma vez que o elemento se concentra em altas quantidades em grãos de plagioclásio, portanto sua presença ou ausência tende a controlar as anomalias de Eu no zircão. Dessa forma, anomalias negativas de Eu são interpretadas como zircões formados em assembleia rica em plagioclásio, enquanto que anomalia positiva de Eu indica justamente o contrário, zircão concomitante com o consumo e/ou desaparecimento de plagioclásio em condições de alta pressão (e.g., Rubatto, 2002); (ii) e a inclinação dos padrões normalizados de elementos terras raras médios (ETRM) e pesados (ETRP) no contexto de crescimento ou consumo de granada. Zircões formados em assembleia com ausência de granada apresentarão um enriquecimento em terras raras médios e pesados com padrões ETRP com forte inclinação positiva. Já quando formado após ou durante a formação de granada, tendem a apresentar padrões de elementos terras raras pesados horizontalizados (Rubatto 2002; Hermann e Rubatto 2003; Rubatto e Hermann 2007; Hokada e Harley 2004; Kelly e Harley 2005; Buick *et al.* 2006; Taylor *et al.* 2015). No entanto, a granada é estável em grande parte da trajetória P-T, então os zircões empobrecidos em terras raras pesados podem apresentar grande variação, visto que podem ter se formado após a nucleação dos grãos de granada.

Já a correlação entre idades e temperaturas é comumente realizada a partir do teor de Ti no zircão. O conteúdo de Ti no zircão tem relação direta com a temperatura. Estudos experimentais possibilitaram o desenvolvimento de calibrações do termômetro, o qual uma das principais funcionalidades é inferir temperaturas a partir de cristais isolados, pois a grande parte das rochas terrestres apresenta atividade alta de SiO_2 e fase Ti presente (Watson *et al.*, 2006). No entanto, ao aplicar para rochas com graus metamórficos inferiores ou superiores a um intervalo que abrange fácies anfibolito superior a granulito inferior, é necessário cautela. De todo modo, devido à lenta difusão de Pb e Ti nos cristais de zircão, os domínios de zircão podem preservar idades de U-Pb e temperaturas baseadas no termômetro Ti em praticamente qualquer condição metamórfica (Rubatto, 2002). Devido aos limites que cada método apresenta singularmente, é importante ressaltar que a efetividade

do estudo está na utilização integrada dos métodos supracitados, para assim permitir estabelecer as condições P - T - t e inferir sob quais condições e por qual processo o zircão se forma em rochas metamórficas.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. Separação mineral

As cinco amostras selecionadas para essa pesquisa, coletadas anteriormente em etapa de campo, foram tratadas no Laboratório de Tratamento de amostras (LTA) do IGc-USP, com finalidade de concentração do zircão para análises posteriores. Para isso, foram utilizados métodos padrões de separação de minerais pesados. Inicialmente realizou-se uma fragmentação inicial com o auxílio de um britador de mandíbulas. Após isso, foi realizada a moagem das amostras em moinho de disco e peneiramento gradual das partículas, obtendo-se três frações: 60-100 mesh, 100-250 mesh e < 250 mesh, sendo as duas últimas objetos de interesse para as próximas etapas.

As frações peneiradas foram então para a mesa separadora do tipo Wilfley, para lavagem dos grãos e concentração de minerais densos. Após secagem, foi utilizado um imã de mão para retirar minerais magnéticos do concentrado, como magnetita. A próxima etapa consistiu na passagem pelo separador magnético do tipo Frantz, ajustado a uma amperagem de 0,4A para a retirada de minerais remanescentes não separados na etapa anterior, como granada. Em seguida, com o uso de uma capela de exaustão, foi realizado o processamento dos minerais não magnéticos em bromofórmio (densidade = 2,89 g/cm³) para separação dos minerais mais densos, realizado no Laboratório de Separação e Preparação do Centro de Pesquisas Geocronológicas (LSP-CPGEO) do IGc - USP, sob a supervisão do técnico Vasco Antonio P. Loios. Por fim, os minerais não magnéticos foram novamente levados à capela de exaustão para o processamento em iodeto de metileno (densidade = 3,32 g/cm³), obtendo-se um concentrado de grãos mais densos que 3,32 g/cm³, o qual foi submetido a observação na lupa para constatar a existência de zircão.

A catação dos cristais de zircão na lupa para a montagem dos mounts foi realizada no Laboratório de Separação do Centro de Pesquisas Geocronológicas (CPGEO) do IGc - USP (Figura 2). Foi constatado que três amostras selecionadas eram ricas em grãos de zircão, sendo possível a separação de aproximadamente 250 grãos por amostra. Duas amostras adicionais, muito ricas em cianita, mostraram-se bastante desafiadoras, uma vez que não foi possível separar a cianita do concentrado de minerais pesados. Essas amostras não foram utilizadas no presente trabalho.



Figura 2. Fotomicrografia de zircões presentes nas amostras A) KC-40, B) CK-4C e C) CK-13.

4.2. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A obtenção das imagens de catodoluminescência (CL) foi realizada utilizando um microscópio eletrônico de varredura (MEV), FEI Quanta 250 FEG-VP, do Centro de Pesquisas Geocronológicas (CPGeo – USP). As imagens obtidas foram utilizadas na investigação das estruturas internas dos cristais de zircão, que foram posteriormente analisados por LA-ICP-MS (*laser ablation-inductively coupled plasma-mass spectrometry*)

4.3. Geocronologia U-Pb (LA-ICP-MS)

As análises isotópicas U-Pb no zircão foram realizadas através de LA-ICP-MS utilizando um espectrômetro Thermo-Fisher Neptune Plus MC-ICP-MS, acoplado a um sistema de ablação a laser ArF Excimer Photon Machines Analyte G2 193 nm, no Centro de Pesquisas Geocronológicas (CPGeo), do IGc-USP. As condições analíticas pré-estabelecidas pelo laboratório foram de 20 μm de diâmetro do spot e uma taxa de repetição de 6Hz. O material de referência GJ-1 (Jackson et al., 2004), foi utilizado como padrão primário e o zircão Plešovice (Sláma et al., 2008) como padrão secundário para checagem da acurácia e precisão dos dados. Os dados foram processados utilizando uma tabela excel *in-house*. As análises do padrão secundário Plešovice produziram uma idade média $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ de $336,9 \pm 1.9$ Ma ($n = 14$).

4.4. Análises de elementos traço (LA-ICP-MS)

As análises de elementos traço em zircão e granada com o objetivo de estabelecer correlações entre os domínios químicos destes minerais, foram obtidas por LA-ICP-MS (*laser ablation-inductively coupled plasma-mass spectrometry*), utilizando um sistema de ablação a laser CETAC LSX-2134 G2+ acoplado a um espectrômetro de massas Thermo Scientific iCAP Q ICP-MS, no Laboratório de Química do NAP Geoanalítica (IGc-USP). O spot utilizado foi de $50 \mu\text{m}$ e o vidro de referência NIST-610 foi utilizado como padrão

primário de calibração. Como padrões secundários para checagem da acurácia e precisão dos dados foram utilizados o vidro de referência BCR-2 e o zircão GJ-1. Os dados foram processados utilizando o software Iolite 4 (Paton *et al.*, 2011).

5. RESULTADOS

5.1. Petrografia

A descrição microscópica das rochas representa extrema importância na caracterização e compreensão textural entre as fases metamórficas principais e acessórias. A petrografia de três seções polidas com 40-50 µm de espessura, referentes a granulitos félscicos (KC-40A, CK-4C e CK-13), foram realizadas no Laboratório de Microscopia Petrográfica do NAP Geoanalítica-USP, utilizando os microscópios da marca OLYMPUS (BXP-50) e Zeiss (Axioplan). As fotomicrografias foram realizadas no Laboratório Didático de Microscopia Petrográfica – LDMP do Instituto de Geociências da Universidade de São Paulo (IGc-USP).

5.1.1. Amostra KC-40A

A rocha é um biotita-granada granulito félscico com textura nematoblástica (Opx) e matriz inequigranular fina a média de textura granoblástica (Pl+Qz) (Figura 3B). A composição mineralógica é constituída por: Pl (25%), Qz (24%), Grt (12%), Bt (10%), Opx (10%), Opq (10%), Cpx (3%), Rt (2%), Zrn (2%) e Ky (2%) (abreviações minerais segundo Whitney e Evans, 2010). Entre as texturas observadas, destacam-se a presença de ribbons de quartzo (Figura 3A) que apresentam contatos lobados gerados por recristalização dinâmica em alta temperatura por migração de borda de grão com temperatura mínima de 500 a 600 °C e, texturas coroníticas (Figura 3C-D), formadas principalmente por granada, quartzo e clinopiroxênio, que circundam grãos de ortopiroxênio em contato com plagioclásio. Sua paragênese é resultado da reação Opx + Pl → Grt + Cpx + Qz.

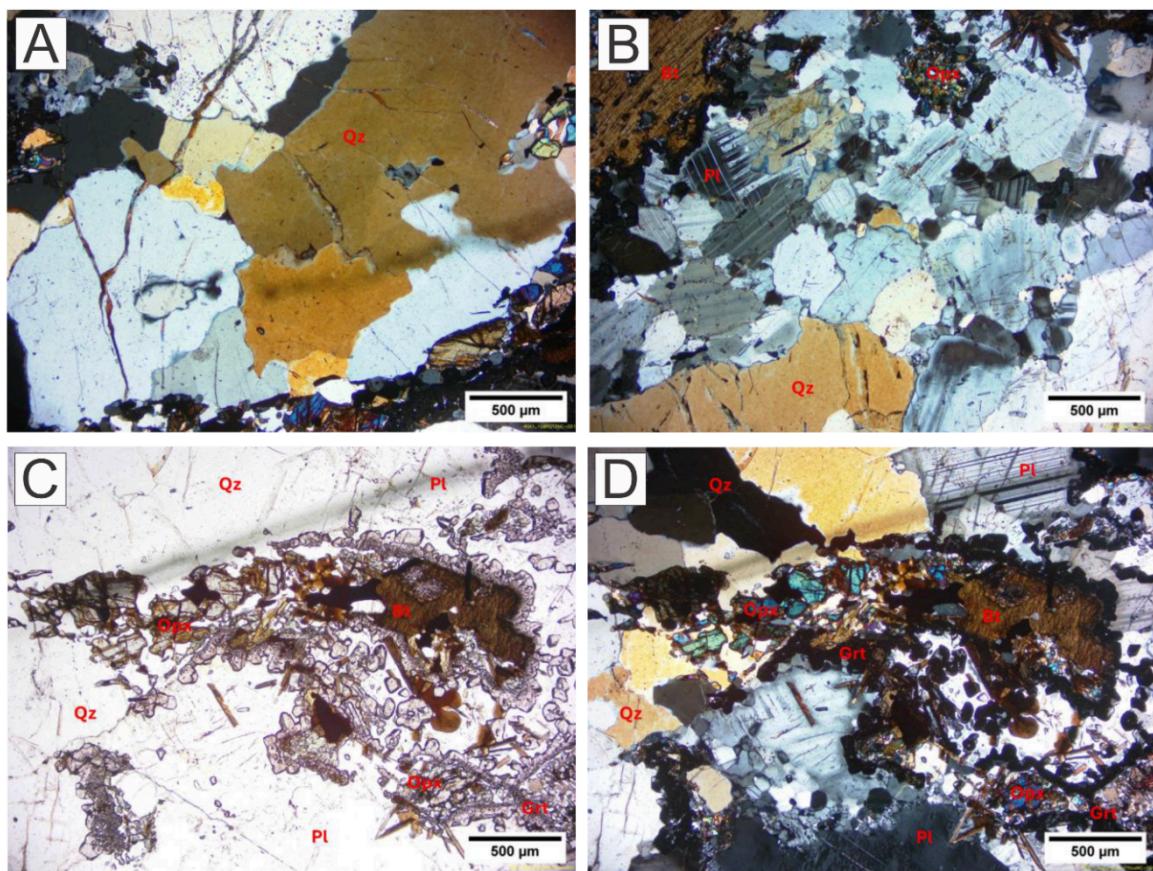


Figura 3. Fotomicrografias da amostra KC-40 A) *ribbon* de quartzo com contatos lobados por recristalização por migração de borda de grão, com polarizadores cruzados; B) matriz inequigranular granoblástica em que predominam quartzo e plagioclásio, com polarizadores cruzados; C) textura coronítica formada predominantemente por granada, com polarizadores paralelos; D) Idem ao item anterior, com polarizadores cruzados.

5.1.2. Amostra CK-4C

A rocha é um granada-biotita gnaisse félsico fino a médio com cianita, de estrutura foliada e textura granoblástica (Qz+Kfs). A composição mineralógica é constituída por: Qz (30%), Kfs (28%), Pl (15%), Bt (13%), Grt (8%), Ky (2%), Opq (2%), Zrn (2%), Rt (1%), e Ms (1%). A granada apresenta inclusões de biotita, que estão em continuidade com a foliação principal (Figura 4A). O quartzo e o feldspato sofreram recristalização dinâmica por migração de borda de grãos (Figura 4B), enquanto a muscovita ocorre tanto nos interstícios dos grãos de feldspato quanto inclusa, podendo indicar uma fase tardia.

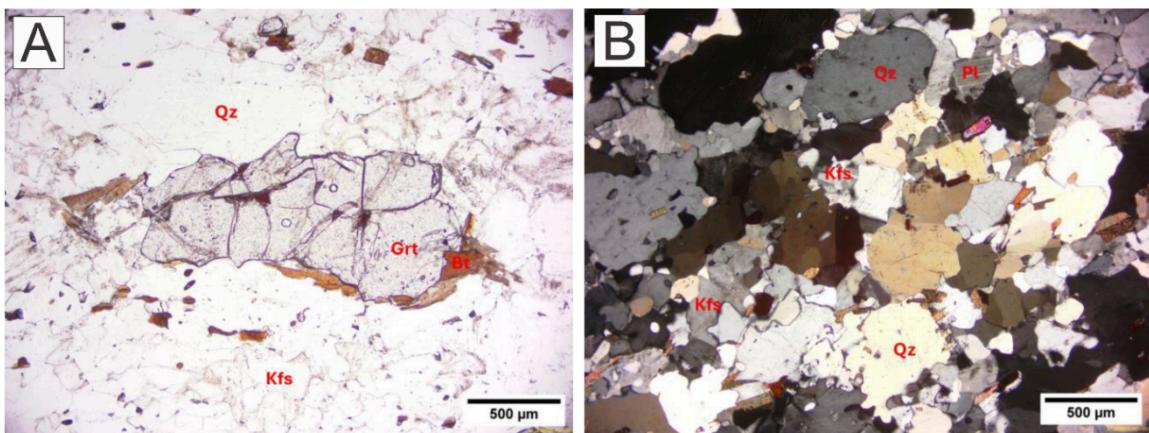


Figura 4. Fotomicrografias da amostra CK-4C A) granada com associação e inclusão de biotita com polarizadores paralelos; B) matriz quartzo-feldspática com recristalização por migração de borda de grão, com polarizadores cruzados.

5.1.3. Amostra CK-13

A rocha é um granada-biotita gnaisse com cianita que apresenta porfiroblastos de granada de até ~ 0,5 cm com matriz inequigranular fina a média de textura lepidogranoblástica (Qz+Kfs+Pl). A composição mineralógica é constituída por: Kfs (30%), Bt (25%), Qz (20%), Pl (14%), Grt (14%), Ky (5%), Rt (1%) e Zrn (1%). O Quartzo sofreu recristalização dinâmica por migração de borda de grãos com temperatura mínima de 500 a 600 °C, observado nos contatos dos ribbons de quartzo, e se associa na matriz com o microclínio. A cianita é subeuédrica e se associa com a biotita e apresenta inclusões de quartzo (Figura 5A). Já os porfiroblastos de granada são xenomórficos e, devido à sua forte associação com a biotita, há indicação de uma reação de substituição da granada pela forma em que os grãos de biotita estão dispostos, consumindo-a (Figura 5B). As inclusões de biotita na granada que apresentam continuidade com a foliação principal (Figura 5B). Há também sombras de deformação com a biotita no entorno desses grãos de granada.

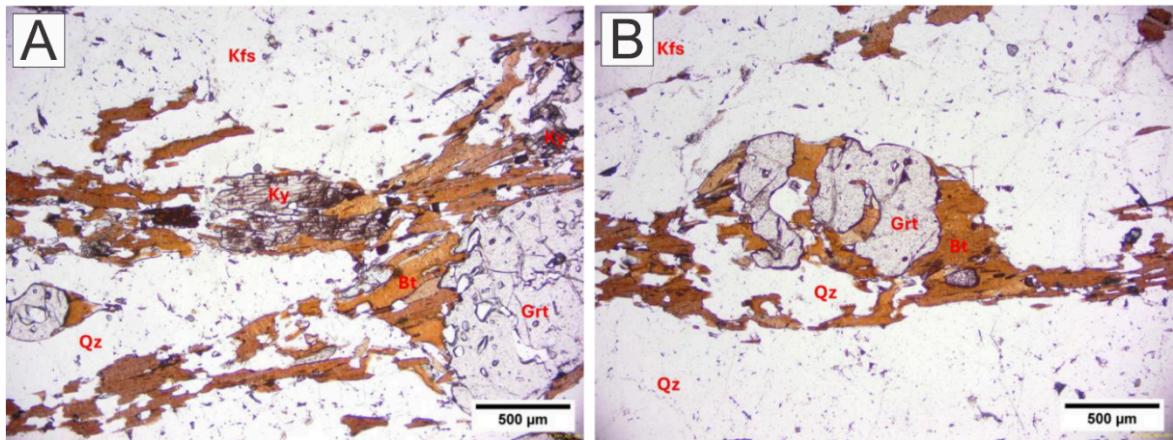


Figura 5. Fotomicrografias da amostra CK-13 A) associação entre a cianita e a biotita; B) granada xenomórfica em reação de consumo pela biotita. Polarizadores paralelos.

5.2. Texturas internas do zircão

A investigação das texturas externas do zircão é geralmente fornecida através de microscopia, permitindo a observação de propriedades como cor, grau de transparência ou opacidade, morfologia externa e a presença de inclusões, fraturas ou alterações. Por outro lado, seu reconhecimento é mais bem fornecido a partir de técnicas como catodoluminescência (CL) ou imagem de elétrons retroespalhados (BSE), uma vez que minerais como zircão emitem CL ao serem bombardeados com elétrons.

O imageamento CL é útil na identificação de regiões de crescimento dos zircões devido à sua alta variação na intensidade da emissão de CL e às variações de cor, possibilitando a localização para análises geocronológicas. Enquanto isso, apesar de ambas as técnicas demonstrarem características semelhantes (Miller, 1993; Koschek, 1993) e, na identificação de inclusões, por exemplo, a imagem BSE é amplamente utilizada como ferramenta de estudo de zonações em minerais acessórios com Hf e U, atuando como elementos responsáveis pelas variações de intensidade no zircão crustal (Wayne e Sinha 1988, 1992; Krinsley e Manley 1989, Paterson *et al.* 1989, 1992a, b; Paterson e Stephens 1992, Miller *et al.* 1992; Hanchar e Miller 1993).

Para o estudo das texturas internas, foram obtidas imagens CL de alta resolução dos cristais. A forma dos cristais pode ser afetada pela sua composição e temperatura do ambiente em que foi cristalizado, como acontece com os zircões metamórficos que apresentam variações em suas texturas por conta da dependência de suas condições físico-químicas e, da duração do próprio evento metamórfico, causando modificações sobre as estruturas pré-existentes ou no crescimento de novos zircões. Outro fator seria a

velocidade de cristalização que influencia no alongamento dos grãos, como, por exemplo, os zircões esqueletais representando um crescimento rápido em rochas maficas e alcalinas.

Na amostra KC-40, os grãos apresentam, majoritariamente, razão de tamanho que varia entre 1:2 a 1:4, sendo prismáticos e levemente achatados, com domínios de baixa resposta CL e zoneamento oscilatório pela extensão do grão (Figura 6b, d e f), com em zircões com núcleos herdados de protólitos ígneos. Os grãos a, e, h e i revelam variações na resposta CL, no entanto, com zoneamento oscilatório preservado em toda extensão do grão. No grão g, ainda é possível observar sobreposições de crescimento com variações na resposta CL e, zoneamento oscilatório. Na amostra CK-4C, os cristais são alongados e com baixa resposta CL, prismáticos e com zoneamento oscilatório (Figura 7d, l, o, p), com razão de tamanho varia entre 1:3 a 1:5. Há texturas caóticas, combinando o sobrecrescimento com aparente estruturas de fluxo (Figura 7k, h e q).

Nos grãos de zircão da amostra CK-13 é possível observar um padrão que consiste em núcleos que apresentam alta resposta CL em cinza claro, com zoneamento oscilatório (Figura 8c, d, e, m, t, r, x, z, aa, ad, ap), onde há uma frente de recristalização nos contatos assimétricos com o domínio da borda do grão, que exibe uma resposta CL ainda mais clara (Figura 8c, d, e, m, t, aa-ap). O domínio da borda representa o sobrecrescimento, homogêneo, com baixa resposta CL em cinza escuro e, sobrepondo o zoneamento oscilatório, possui zoneamento setorial devido às diferenças compostionais e químicas. Por outro lado, há grãos com núcleo com resposta CL baixa, semelhante ao da borda, diferenciando-se pelo zoneamento e frente de recristalização fina com maior resposta CL, obtendo um aspecto mais claro (Figura 8a, f, h, v, x).

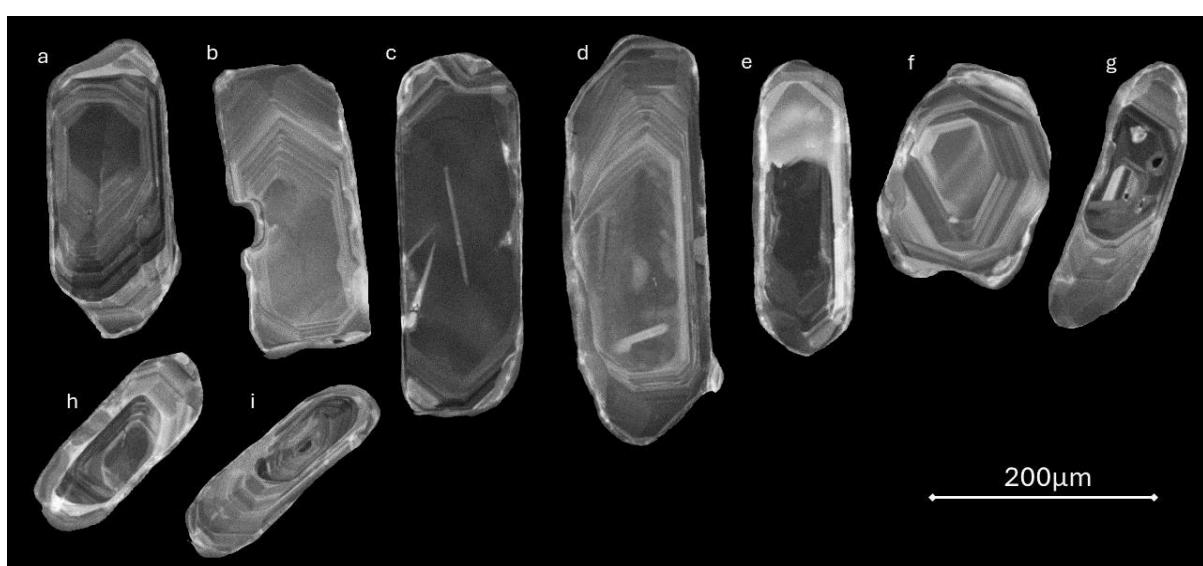


Figura 6. Imagens de CL de grãos de zircão provenientes de granada granulito (KC-40A).

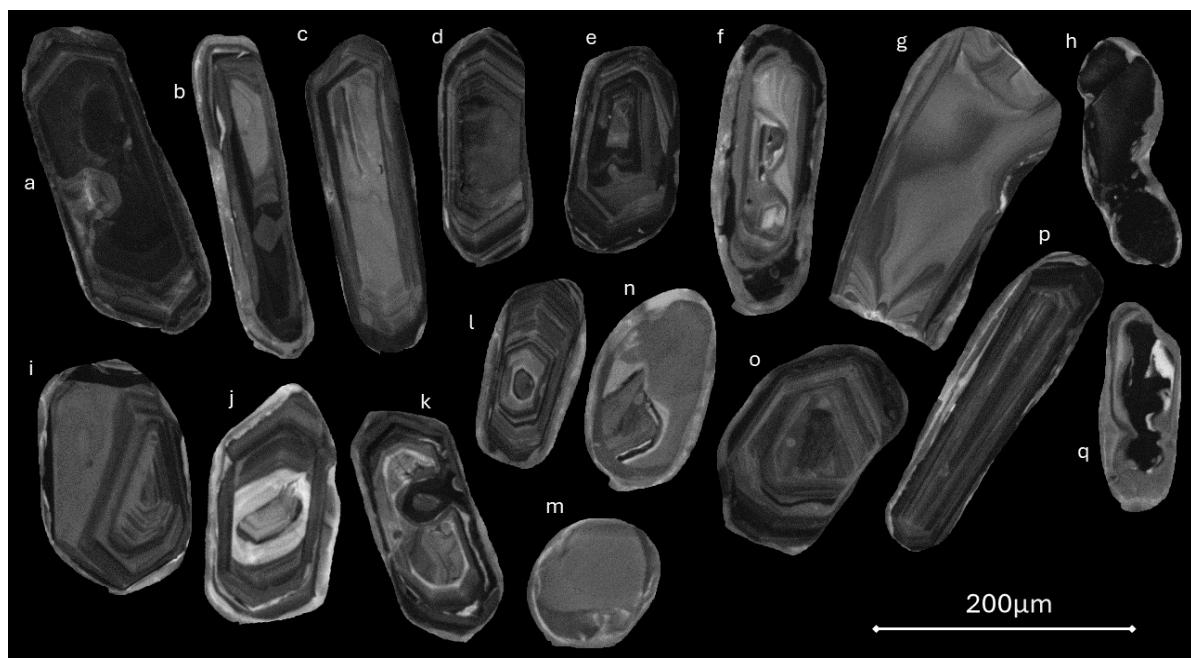


Figura 7. Imagens de CL de grãos de zircão provenientes de Grt gnaisse félscico (CK-4C).

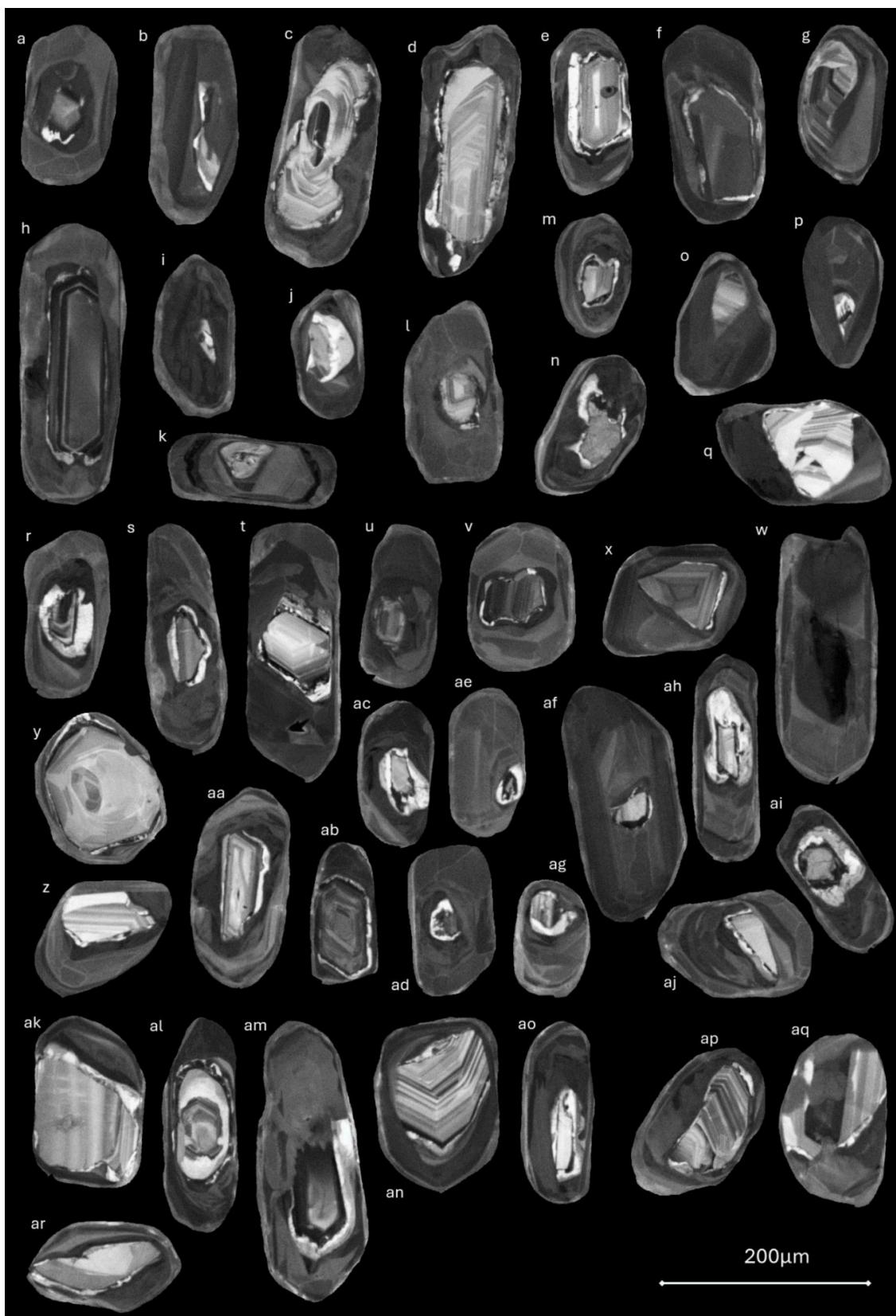


Figura 8. Imagens de CL de grãos de zircão provenientes de Grt-Bt-Pl gnaisse (CK-13), demonstrando texturas internas características.

5.3. Geocronologia U-Pb

O granada granulito félscio (KC-40A) apresenta idades paleoproterozóicas, variando de 2119 ± 37 a 1993 ± 29 Ma, obtidas em núcleos e bordas com zoneamento oscilatório (Figura 9A) e altas razões Th/U (0,2 - 1,1). Sete análises de um conjunto concordante que varia de 2095 ± 34 a 2021 ± 37 Ma forneceram uma idade concórdia de 2073 ± 7 Ma (MSWD = 0,43; Figura 9A). O granada-biotita gnaisse félscio (CK-4C) produziu idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ variando de 823 ± 11 a 651 ± 8 Ma. Todos os grãos apresentam zoneamento oscilatório característico de zircão ígneo herdado (Figura 9B), provavelmente zircões detriticos do protólito metassedimentar que presentam razões Th/U principalmente entre 0,1 e 0,4.

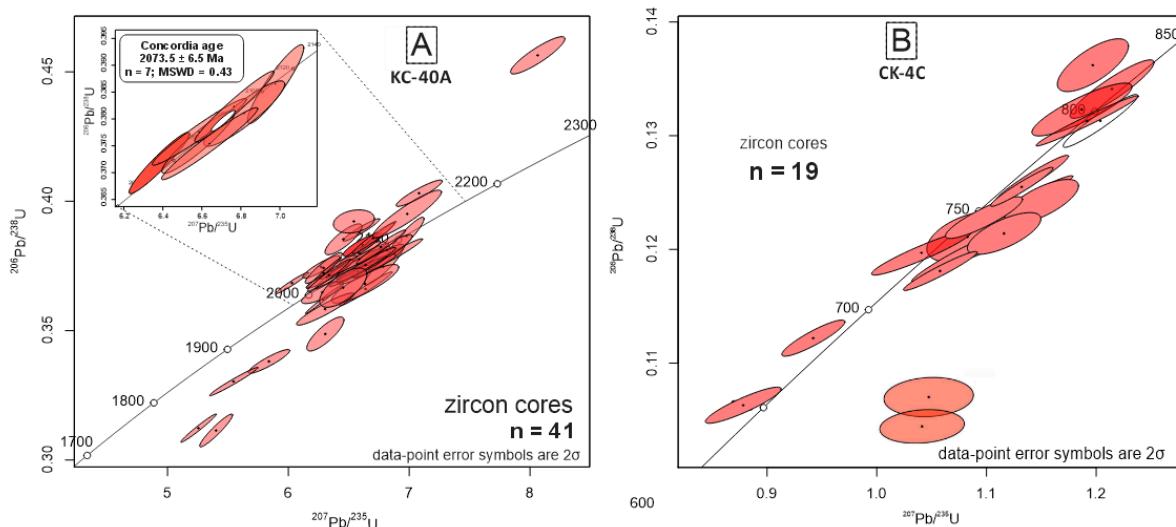


Figura 9. Diagramas concórdia demonstrando os resultados das análises de U-Pb dos zircões por LA-ICP-MS das amostras CK-4C (A) e KC-40 (B).

O granada-biotita-plagioclásio gnaisse com cianita (CK-13) produziu idades em núcleos de zircão variando entre ca. 2440 ± 43 Ma a 655 ± 12 Ma (Figura 10A) com um conjunto principal entre ca. 800 e 700 Ma (Figura 10B) e razões Th/U variando de 0,04 e 1,44 (média = 0,53). As bordas sobrecrescidas com zoneamento setorial e baixa resposta de catodoluminescência (Figura 8) produziram idades concordantes entre ca. 635 e 595 Ma e geralmente apresentam baixas razões Th/U (Figura 10D) variando entre 0,006 e 0,030 (média = 0,013).

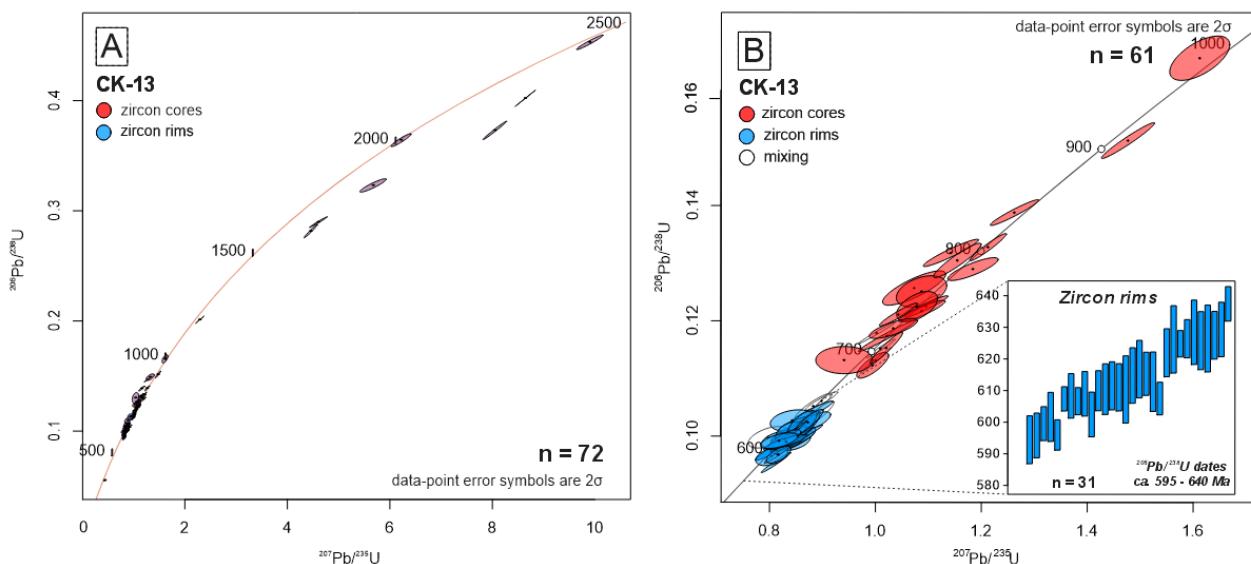


Figura 10. Diagramas concórdia demonstrando os resultados das análises de U-Pb dos zircões por LA-ICP-MS da amostra do granada-biotita-plagioclásio gnaisse (CK-13).

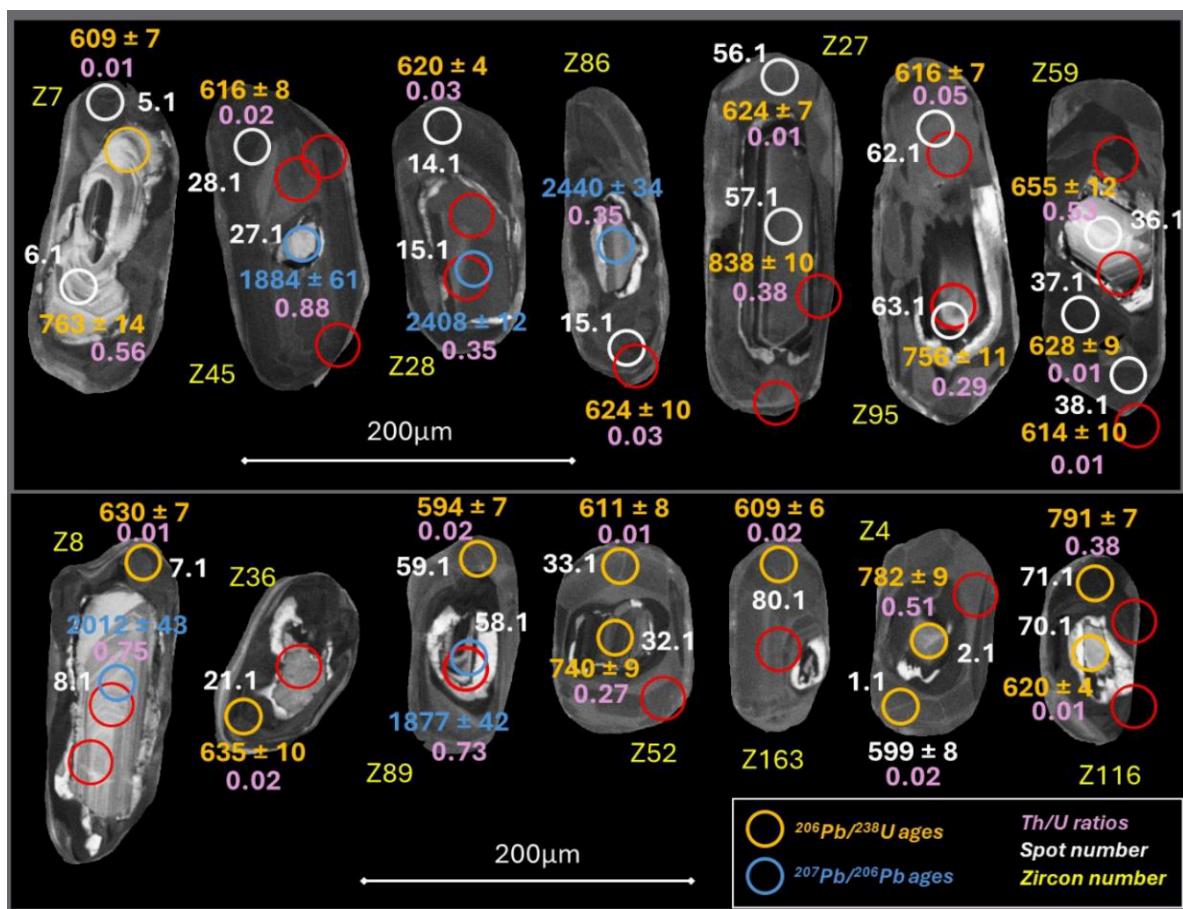


Figura 11. Imagens de CL de grãos de zircão representativos do granada-biotita-plagioclásio gnaisse com cianita (CK-13), com localização das análises U-Pb e de elementos traço.

5.4. Elementos traços em zircão e granada

Foram realizadas análises de elementos traços em grãos de zircão das amostras KC-40 e CK-13 e em granada da amostra CK-13. Os grãos de zircão da amostra KC-40 apresentam núcleos com padrões de elementos terras raras homogêneos e típicos de zircões magmáticos, com anomalia positiva de Ce, anomalia negativa de Eu e padrões de elementos terras raras pesados inclinados (média $Gd_N/Yb_N = 0,07$) (Figura 12). Na amostra CK-13 é possível observar dois padrões de elementos terras raras (ETR) distintos. Núcleos de zircão com enriquecimento de elementos terras-raras pesados, revelando padrões de elementos terras raras pesados inclinados (média $Gd_N/Yb_N = 0,07$) e bordas de zircão que tendem a apresentar padrões de elementos terras raras pesados horizontalizados (média $Gd_N/Yb_N = 0,38$), sugerindo formação durante ou após a formação da granada (Figura 13).

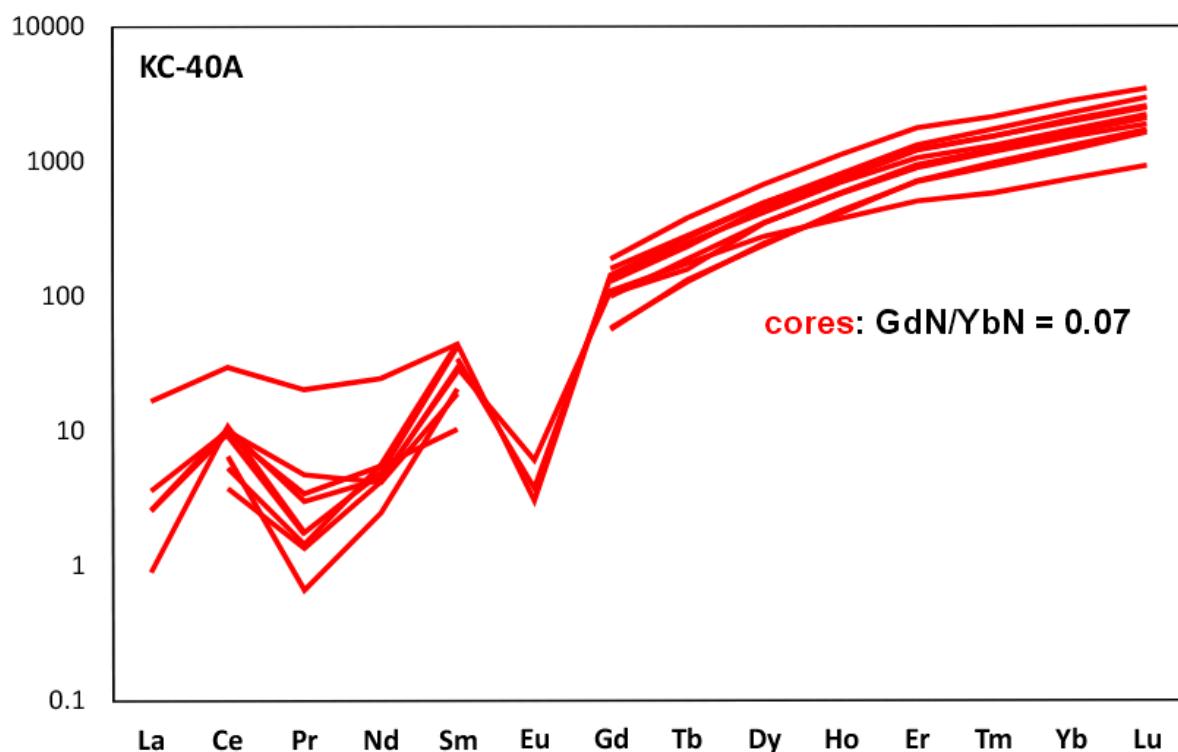


Figura 12. Padrões elementos terras raras normalizados pelo condrito de zircão na amostra KC-40^a ($n = 12$), normalizado para valores de condrito de McDonough e Sun (1995).

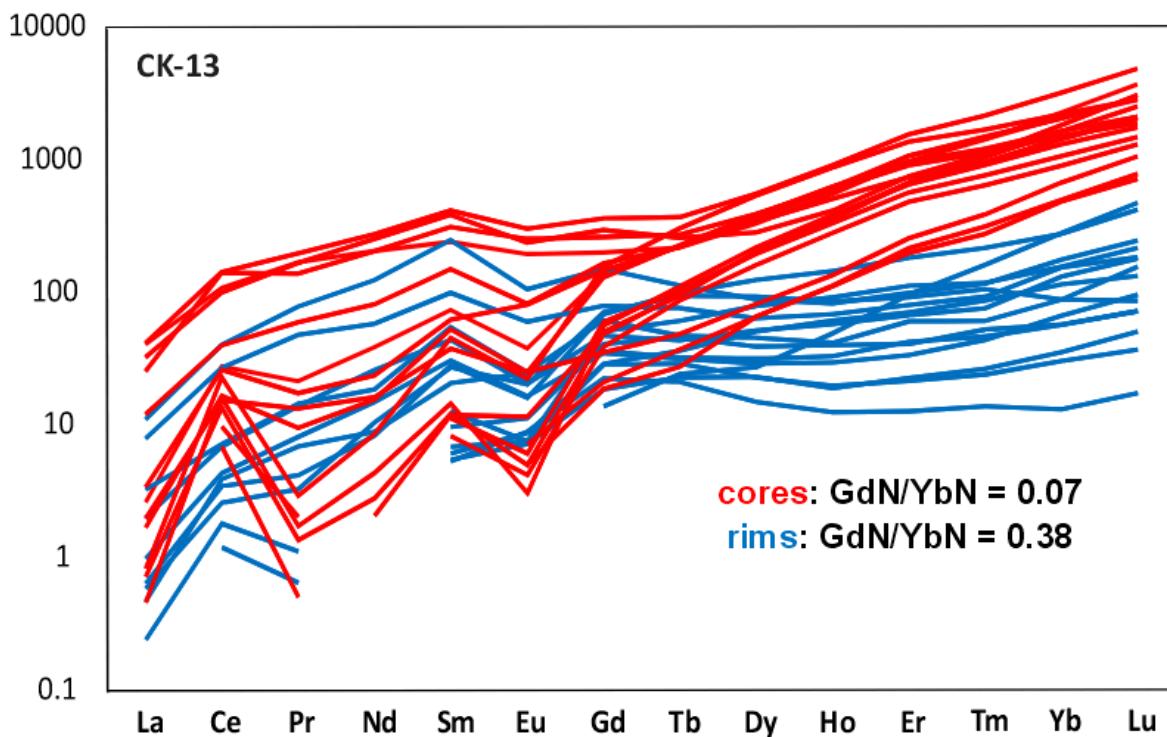


Figura 13. Padrões elementos terras raras normalizados pelo condrito de zircão na amostra CK-13 ($n = 73$) normalizado para valores de condrito de McDonough e Sun (1995).

O conteúdo de Ti tem correlação direta com a temperatura e, devido à lenta difusão de Pb e Ti nos cristais de zircão, os domínios de zircão poderão preservar idades de U-Pb e temperaturas baseadas no termômetro Ti em praticamente qualquer condição metamórfica (Rubatto, 2002). O termômetro de Ti em zircão é baseado no princípio de que a incorporação de Ti em zircão é dependente de T (Watson e Harrison 2005; Ferry e Watson 2007). Ele é capaz de produzir T em cristais isolados, porque na maioria das rochas da crosta, a atividade de SiO_2 é alta e uma fase Ti está presente. Aplicado pela primeira vez a zircões detriticos do Arqueano Inferior de origem magmática (Watson e Harrison 2005), tal termômetro também provou ser uma ferramenta útil em zircões magmáticos e metamórficos. Foi aplicado o termômetro para inferir temperaturas relacionadas ao pico metamórfico. Os grãos de borda da amostra CK-13 apresentam teores de Ti que indicam temperaturas que variam de 710 a 810 °C e núcleos 720 a 1515 °C para o pico.

O porfiroblasto de granada analisado da amostra CK-13 exibe um padrão de empobrecimento em elementos terras-raras pesados do núcleo (média $\text{Gd}_N/\text{Yb}_N = 0,26$) para a borda (média $\text{Gd}_N/\text{Yb}_N = 2,43$) do cristal e anomalias de Eu negativa mais pronunciada nas suas bordas (Figura 14). Os núcleos exibem maior conteúdo de Y e Yb (Figura 14)

(média Y = 1137 ppm e Yb = 117 ppm) e bordas demonstrando o contrário, com empobrecimento (média Y = 227 ppm e Yb = 7 ppm).

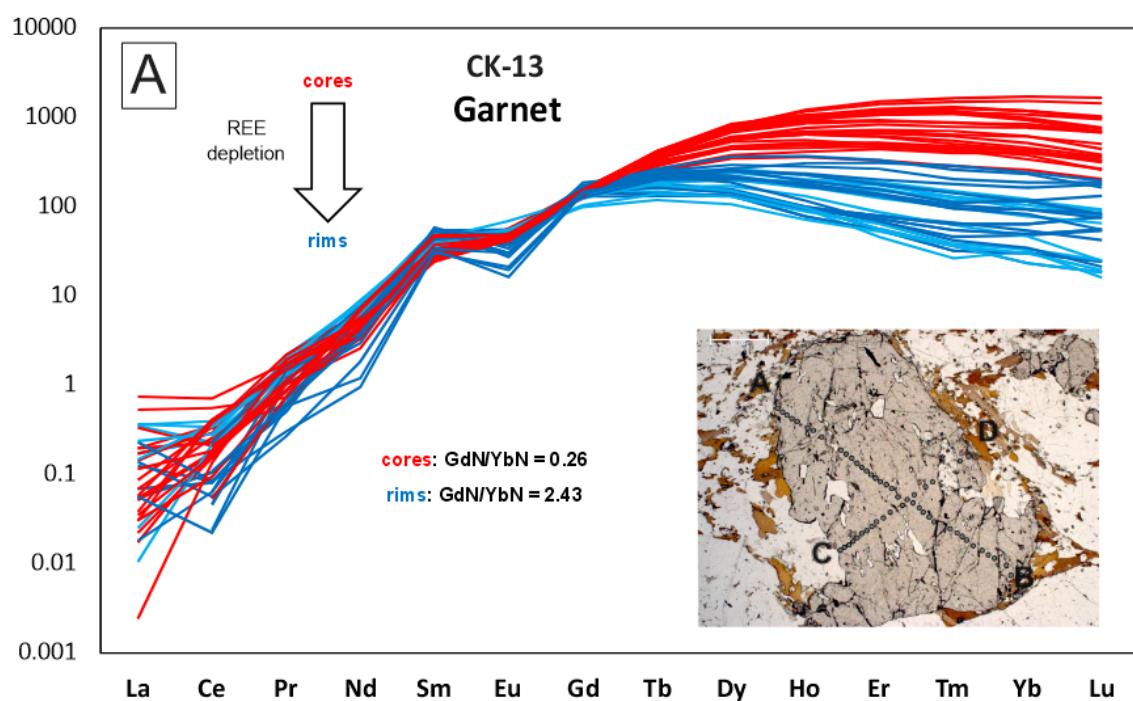


Figura 13. Padrões de elementos terras raras de granada normalizados pelo condrito de McDonough e Sun (1995) ($n = 54$).

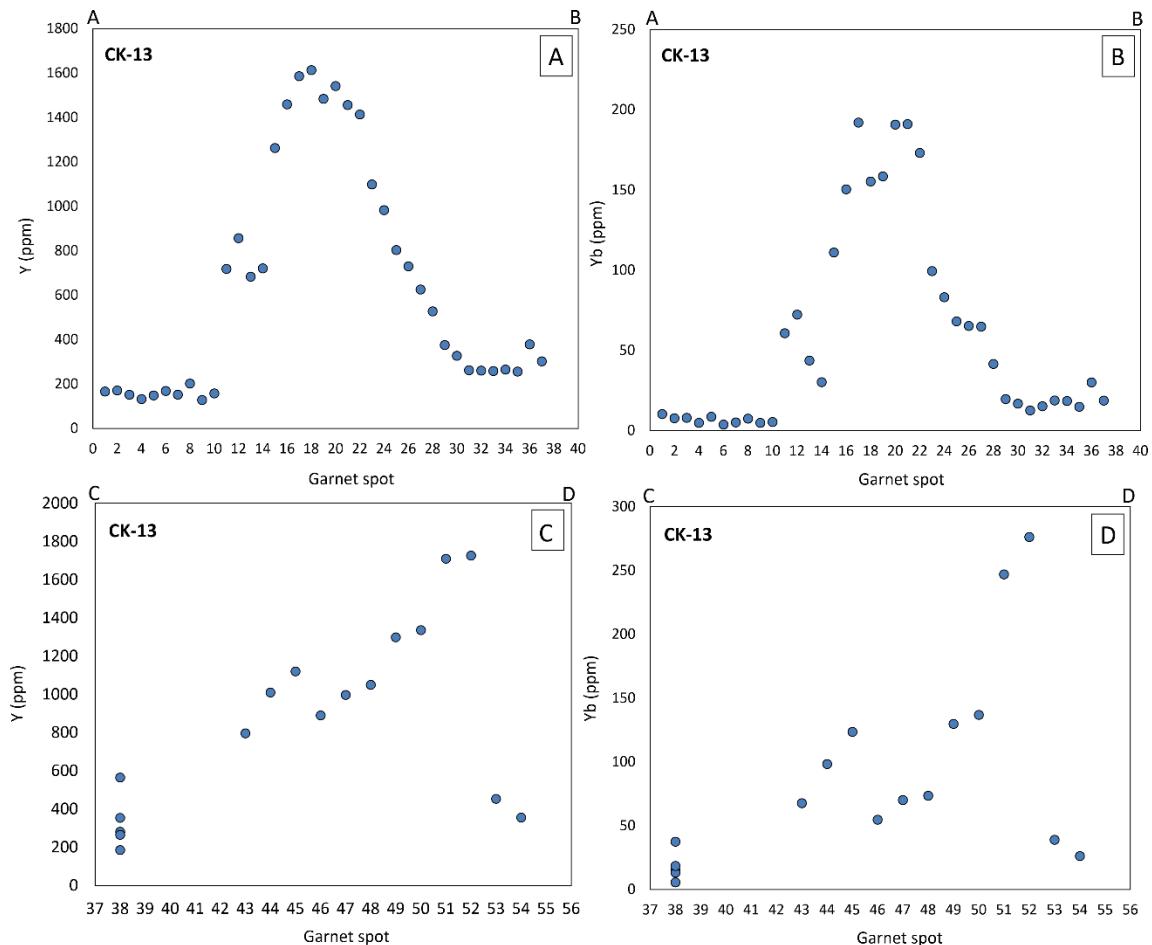


Figura 14. Variação no teor de Y e Yb nos domínios de borda do zircão da amostra CK-13. (A e B, n = 37) perfil A-B e (C e D, n = 17) perfil C-D.

6. INTERPRETAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

As proporções Th/U de cristais de zircão são rotineiramente usadas para ajudar a entender seu mecanismo de crescimento. Uma observação comum é que a maioria dos zircões metamórficos tem razões $\text{Th}/\text{U} < 0,1$, exceto em rochas metamórficas de alta e ultra-alta temperatura (UHT), onde essa razão é frequentemente $> 0,1$ (e.g., Harley *et al.*, 2007; Kelly e Harley, 2005; Kelsey e Hand, 2015; Korhonen, Clark, Brown, Bhattacharya e Taylor, 2013; Rubatto, 2017; Vavra, Schmid e Gebauer, 1999). No entanto, as razões para essa variação no Th/U do zircão nem sempre são claras. Nas bordas dos zircões (ca. 635 a 595 Ma) do granada-biotita-plagioclásio gnaisse com cianita (CK-13) as razões variam desde 0,006 a 0,030, verificando sua origem metamórfica, enquanto os núcleos (ca. 900 e 700 Ma) sugerem grãos herdados com razões que variam entre 0,04 e 1,44.

A granada é um hospedeiro importante para Y e elementos terras raras pesados, como Yb em rochas metamórficas de alto grau, pois esses elementos são fortemente

particionados nela durante o metamorfismo da fácie granulito (e.g., Yakymchuk *et al.*, 2017). Consequentemente, o crescimento do porfiroblasto de granada promove um fracionamento químico progressivo e pode afetar drasticamente a distribuição de Y e/ou Yb, como pode ser observado nos domínios do núcleo externo para as bordas da granada que apresentam empobrecimento desses elementos devido à evolução progressiva do metamorfismo, concomitantemente com as bordas de zircão.

A amostra CK-13 foi a única das amostras que apresentou zircões com espessas bordas Neoproterozóicas, relacionadas ao metamorfismo de fácie granulito de alta pressão, e, portanto, com potencial para aplicação de métodos petrocronológicos baseados no particionamento de REE entre granada e zircão. O particionamento de REE entre zircão e granada tem sido amplamente aplicado para inferir relações de equilíbrio entre eles, comparando coeficientes de distribuição aparentes (zircão/granada DREE) com dados empíricos (e.g., Kelly e Harley, 2005; Rubatto, 2002) e experimentais (e.g., Rubatto e Hermann, 2007; Taylor *et al.*, 2015), comumente ilustrados em gráficos de elementos terras raras normalizados pelo condrito. Taylor *et al.* (2017) introduziram um método alternativo para comparar amostras naturais com dados experimentais para avaliar o equilíbrio de DREE (zircão-granada) em rochas metamórficas de alto grau, usando um gráfico de matriz de log (DYb/DGd) vs. log (DYb) de cada análise de zircão contra todas as diferentes composições de granada, em vez de um valor médio para núcleos e bordas. Esta nova abordagem foi aplicada à granada da amostra CK-13 para avaliar o equilíbrio zircão-granada e distinguir o zircão herdado magmático e o zircão metamórfico não herdado com mais confiança.

Os dados empíricos do presente estudo são comparados aos dados experimentais de Taylor *et al.* (2015) a 900–1000 °C, 7 kbar e Rubatto e Hermann (2007) realizados em pressão mais alta (800–1000 °C, 20 kbar) (Figura 15). Os dados de bordas de zircão, quando plotados contra os núcleos da granada demonstram forte dispersão (Figura 15A). Por outro lado, quando plotados contra a borda da granada (Figura 15B), demonstram uma tendência linear paralela aos dados experimentais de Rubatto e Hermann (2007), realizados em altas pressões de 800–1000 °C e 20 kbar. Portanto, o conjunto de gráficos revela o equilíbrio entre as bordas do zircão com a borda da granada, com menor dispersão dos dados Dslope quando comparado ao manto da granada.

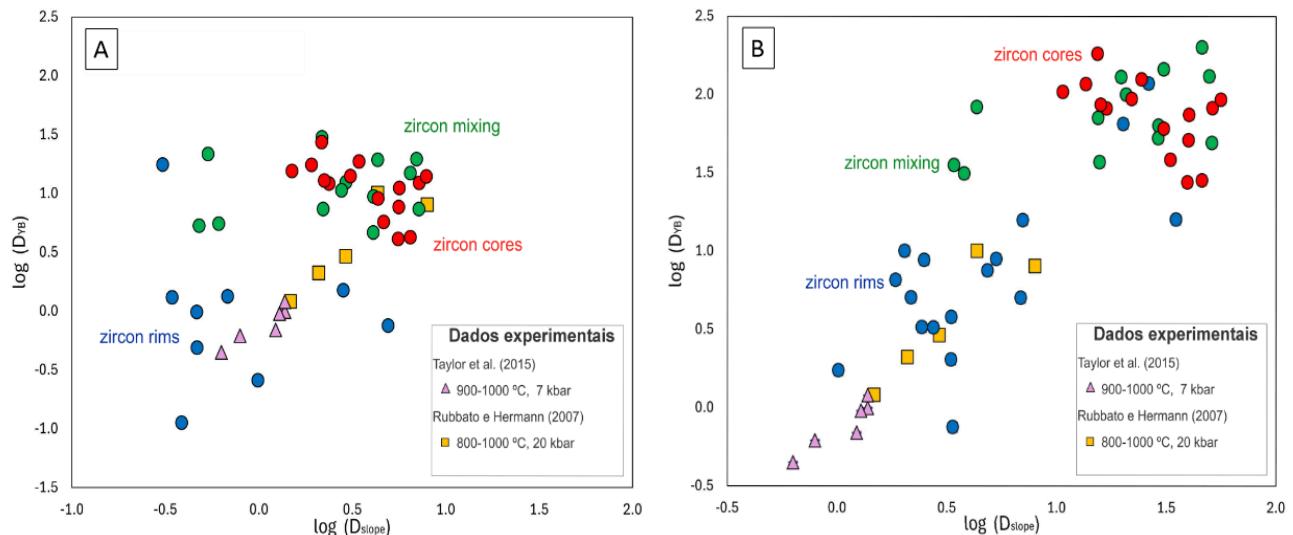


Figura 15. Array plot (zircon/garnet) dos dados empíricos do granada-biotita gnaisse com cianita (CK-13) para todos os domínios de zircão contra (A) núcleos e (B) borda da granada. Valores experimentais de Taylor et al. (2015) e Rubatto e Hermann (2007) utilizados para comparação.

7. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos permitiram as seguintes conclusões:

- Os cristais de zircão da amostra de granulito felsico coronítico (KC-40) apresentam estruturas internas e assinaturas químicas, tanto razões Th/U quanto padrões de elementos terras raras, típicos de zircão magmático e produziram uma idade concórdia de ca. 2075 Ma. Esses resultados sugerem que a amostra seja relacionada ao embasamento paleoproterozóico da Klippe Carvalhos e que as texturas coroníticas de Grt+ Cpx+ Qtz ao redor de Opx e Pl tenham sido geradas durante resfriamento isobárico do protólito sob condições de alta pressão.
- Na amostra do granada granulito felsico fino (CK-4C), os cristais de zircão não apresentam bordas sobrecrestadas espessas indicando uma baixa geração de zircão nessas composições durante o evento metamórfico. Os núcleos de zircão analisados apresentam idades entre ca. 820 e 650 Ma e razões Th/U relativamente elevadas entre 0,1 e 0,4, sugerindo uma origem detritica. Esses dados apontam para uma fonte dos sedimentos na margem ativa do sistema orogênico.
- Os cristais de zircão do granada-biotita gnaisse com cianita (CK-13) apresentam bordas sobrecrestadas espessas indicando uma alta geração de zircão nessas composições durante o evento metamórfico. Os núcleos apresentam assinaturas químicas, tanto razões Th/U quanto padrões de elementos terras raras, típicos de

zircão magmático e produziram idades variando de ca. 2440 a 655 Ma, com um conjunto principal entre ca. 800 e 700 Ma, indicando fontes para o sedimento tanto na margem ativa quanto na margem passiva do sistema orogênico. As assinaturas de elementos terras raras das bordas de zircão indicam equilíbrio com as bordas de granada e os teores de Ti indicam temperatura de formação entre 710 e 810 °C durante o resfriamento pós pico metamórfico em fácies granulito de alta pressão entre ca. 635 e 595 Ma.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Buick, I.S., Allen, C., Pandit, M., Rubatto, D., Hermann, J., 2006. The Proterozoic magmatic and metamorphic history of the Banded Gneiss Complex, central Rajasthan, India: LA-ICP-MS U-Pb zircon constraints, *Precambrian Research*, Volume 151, Issues 1–2, 2006, Pages 119-142, ISSN 0301-9268, <https://doi.org/10.1016/j.precamres.2006.08.006>.
- Campos Neto M. C., Caby, R., 1999. Neoproterozoic high-pressure metamorphism and tectonic constraint from the nappe system south of the São Francisco Craton, southeast Brazil. *Precambrian Research*, 97(1-2), pp.3-26.
- Campos Neto, M.C. Caby, R., 2000. Terrane accretion and upward extrusion of high-pressure granulites in the Neoproterozoic nappes of Southeast Brazil: Petrological and structural constraints. *Tectonics* 14, 669-687.
- Campos Neto, M.C., Cioffi, C.R., Moraes, R., Motta, R.G., Siga Jr, O., Basei, M.A.S., 2010. Structural and metamorphic control on the exhumation of high-P granulites: The Carvalhos Klippe example, from the oriental Andrelândia Nappe System, southern portion of the Brasília Orogen, Brazil. *Precambrian Research* 180, 125-142.
- Campos Neto, M.C., Cioffi, C.R., Westin, A., Rocha, B.C., Frugis, G. L., Tedeschi, M., Pinheiro, M.A.P., 2020. O Orógeno Brasília Meridional. In: Bartorelli, A., Teixeira, W., Brito-Neves, B.B. (Eds). *Geocronologia e Evolução Tectônica do Continente Sul-Americano: a contribuição de Umberto Giuseppe Cordani*, São Paulo, pp. 146-180.
- Cioffi, C.R., Campos Neto, M.C., Rocha, B.C., Moraes, R., Henrique-Pinto, R., 2012. Geochemical signatures of metasedimentary rocks of high-pressure granulite facies and their relation with partial melting: Carvalhos Klippe, Southern Brasília Belt, Brazil. *Journal of South American Earth Sciences* 40, 63-76.
- Ferry, J. M., E. B. Watson. 2007. "New thermodynamic models and revised calibrations for the Ti-in-zircon and Zr-in-rutile thermometers." *Contributions to Mineralogy and Petrology* 154, no. 4: 429-437.
- Finch, R.J., Hanchar, J.M., 2003. Structure and chemistry of zircon and zircon-group minerals. *Reviews in mineralogy and geochemistry*, 53, 1-25.
- Fraser, G., Ellis, D., Eggins, S., 1997. Zirconium abundance in granulite-facies minerals, with implications for zircon geochronology in high-grade rocks. *Geology* 25, 607–610.

Bin, F., Page, F. Z., Cavosie, A. J., Fournelle, J., Kita, N. T. Lackey, J. S., Wilde, S. A., Valley, J. W. 2008. "Ti-in-zircon thermometry: applications and limitations." *Contributions to Mineralogy and Petrology* 156, no. 2: 197-215.

Geisler, T., Schaltegger, U., Tomaschek, F., 2007. Re-equilibration of zircon in aqueous fluids and melts. *Elements* 3, 43- 50.

Hanchar, J. M., Miller, C. F., 1993. Zircon zonation patterns as revealed by cathodoluminescence and backscatteredelectron images: Implications for interpretation of complex crustal histories. *Chem Geol* 110:1-13

Harley, S. L., Nigel, K. M., Moller, A., 2007. Zircon Behaviour and the Thermal Histories of Mountain Chains. *Elements.*; 3 (1): 25–30. doi: <https://doi.org/10.2113/gselements.3.1.25>.

Hermann, J., Rubatto, D., 2003. Relating zircon and monazite domains to garnet growth zones: age and duration of granulite facies metamorphism in the Val Malenco lower crust. *J. Metam. Geol.*, 21 (2003), pp. 833-852.

Hokada, T., Harley, S.L., 2004. Zircon growth in UHT leucosome: constraints from zircon-garnet rare earth elements (REE) relations in Napier Complex, East Antarctica. *Journal of Mineralogical and Petrological Sciences*, 99(4), pp.180-190.

Hoskin, P.W., Schaltegger, U., 2003. The composition of zircon and igneous and metamorphic petrogenesis. *Reviews in mineralogy and geochemistry* 53, 27-62

Hoskin, P.W.O., Black, L.P., 2000. Metamorphic zircon formation by solid-state recrystallization of protolith igneous zircon. *Journal of Metamorphic Geology* 18, 423-439.

Jackson, S. E., Pearson, N. J., Griffin, W. L., Belousova, E. A., 2004. The application of laser ablation-inductively coupled plasma-mass spectrometry to in situ U-Pb zircon geochronology, *Chemical Geology*, Volume 211, Issues 1–2, Pages 47-69, ISSN 0009-2541, <https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2004.06.017>.

Janasi, V.A., 2002. Elemental and Sr-Nd isotope geochemistry of two Neoproterozoic mangerite suites in SE Brazil: implications for the origin of the mangerite-charnockite-granite series. *Precambrian Research* 119, 301-327.

Kelly, N.M., Harley, S.L., 2005. An integrated microtextural and chemical approach to zircon geochronology: refining the Archaean history of the Napier Complex, east Antarctica. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 149, pp.57-84.

Kelsey, D. E., Hand, M. 2015. On ultrahigh temperature crustal metamorphism: Phase equilibria, trace element thermometry, bulk composition, heat sources, timescales and tectonic settings. *Geoscience Frontiers*, 6(3), 311-356.

Korhonen, F. J., Clark, C., Brown, M., Bhattacharya, S., Taylor, R. 2013. How long-lived is ultrahigh temperature (UHT) metamorphism? Constraints from zircon and monazite geochronology in the Eastern Ghats orogenic belt, India, *Precambrian Research*, Volume 234, Pages 322-350, ISSN 0301-9268, <https://doi.org/10.1016/j.precamres.2012.12.001>.

Koschek, G., 1993. Origin and significance of the SEM cathodoluminescence from zircon. *J Microsc* 171:223-232

Krinsley, D.H, Manley, C.R., 1989. Backscattered electron microscopy as an advanced technique in petrography. *J Geol Educ* 37:202-209

Miller, C.F., Hanchar, J.M., Wooden, J.L., Bennett, V.C., Harrison, T.M., Wark, D.A., Foster, D.A., 1992. Source region of a granite batholith: Evidence from lower crustal xenoliths and inherited accessory minerals. *Trans Roy Soc Edinburgh* 83:49- 62

Möller, A., O'Brien, P.J., Kennedy, A., Kröner, A., 2003. Linking growth episodes of zircon and metamorphic textures to zircon chemistry: an example from the ultra high-temperature granulites of Rogaland (SW Norway). *Geological Society, London, Special Publications* 220, 65-81.

Motta, R.G., Moraes, R., 2017. Pseudo- and real-inverted metamorphism caused by the superposition and extrusion of a stack of nappes: a case study of the Southern Brasília Orogen, Brazil. *International Journal of Earth Sciences* 106 (7), 2407- 2427.

O'Brien, P.J., Rotzler, J., 2003. High-pressure granulites: formation, recovery of peak conditions and implications for tectonics. *Journal of Metamorphic Geology*, 21, 3-20.

Paterson, B.A., Rogers, G., Stephens, W.E., 1992a. Evidence for inherited Sm-Nd isotopes in granitoid zircons. *Contrib Mineral Petrol* 111:378-390

Paterson, B.A., Stephens, W.E., 1992. Kinetically induced compositional zoning in titanite: Implications for accessory phase/melt partitioning of trace elements. *Contrib Mineral Petrol* 109:373-385

Paterson, B.A., Stephens, W.E., Herd, D.A., 1989. Zoning in granitoid accessory minerals as revealed by backscattered electron imagery. *Mineral Mag* 53:55-62

Paterson, B.A., Stephens, W.E., Rogers, G., Williams, I. S., Hinton, R. W., Herd, D. A., 1992b. The nature of zircon inheritance in two granite plutons. *Trans Roy Soc Edinburgh: Earth Sci* 83:459-471

Paton, C., Hellstrom, J., Paul, B., Woodhead, J. and Hergt, J. 2011. Iolite: Freeware for the visualisation and processing of mass spectrometric data. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*. doi:10.1039/c1ja10172b.

Pyle, J.M., Spear, F. S., 1999. Yttrium zoning in garnet: Coupling of major and accessory phases during metamorphic reactions. *Geological Materials Research* 1, 1-49.

Pyle, J.M., Spear, F.S., 2003. Four generations of accessory-phase growth in low-pressure migmatites from SW New Hampshire. *American Mineralogist* 88, 338-351.

Reno, B.L., Brown, M., Kobayashi, K., Nakamura, E., Piccoli, P.M., Trouw, R.A.J., 2009. Eclogite-high-pressure granulite metamorphism records early collision in West Gondwana: new data from Southern Brasília Belt, Brazil. *Journal of the Geological Society of London* 166, 1013-1032.

Reno, B.L., Piccoli, P.M., Brown, M., Trouw, R.A.J., 2012. In situ monazite (U-Th)-Pb ages from the Southern Brasília Belt, Brazil: constraints on the high-temperature retrograde evolution of HP granulites. *Journal of Metamorphic Geology* 30, 81- 112.

Rubatto, D., 2002. Zircon trace element geochemistry: partitioning with garnet and the link between U-Pb ages and metamorphism. *Chemical Geology* 184, 123-138.

Rubatto, D., 2017. Zircon: the metamorphic mineral. *Reviews in mineralogy and geochemistry*, 83, 261-295

Rubatto, D., Hermann, J., 2007. Experimental zircon/melt and zircon/garnet trace element partitioning and implications for the geochronology of crustal rocks. *Chemical Geology*, 241, 38-61.

Santos, L.P., Campos Neto, M.C., Grohmann, C.H., 2004. Metamorphic path constrained by metapelitic rocks from the inner Airuoca-Andrelândia nappe, south of the São Francisco craton, SE Brazil. *Journal of South American Earth Sciences* 16, 725-741.

Sláma, J., Kosler, J., Condon, D. J., Crowley, J. L., Gerdes, A., Hanchar, J. M., Horstwood, M. S. A., Morris, G. A., Nasdala, L., Norberg, N., Schaltegger, U., Schoene, B., Tubrett, M. N., Whitehouse, G. A. 2008. Plešovice zircon — A new natural reference material for U–Pb and Hf isotopic microanalysis, *Chemical Geology*, Volume 249, Issues 1–2, Pages 1–35, ISSN 0009-2541, <https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2007.11.005>.

Taylor, R.J.M., 2017. Interpreting granulite facies events through rare earth element partitioning arrays. *Journal of Metamorphic Geology* 35, 758-775.

Taylor, R.J.M., Harley, S.L., Hinton, R.W., Elphick, S., Clark, C., Kelly, N.M., 2015. Experimental determination of REE partition coefficients between zircon, garnet and melt: A key to understanding high-T crustal processes. *Journal of Metamorphic Geology*, 33, 231-248

Trouw, R.A.J., Heilbron, M., Ribeiro, A., Paciullo, F., Valeriano, C.M., Almeida, J.C.H., Tupinambá, M., Andreis, R.R., 2000. The central segment of Ribeira Belt. In: Cordani, U.G., Milani, E.J., Thomaz-Filho, A., Campos, D.A. (Eds.) Tectonic Evolution of South America. pp. 287-310. 31st International Geological Congress. Rio de Janeiro, Brasil.

Vavra, G., Schmid, R., Gebauer, D., 1999. Internal morphology, habit and U-Th-Pb microanalysis of amphibolite-to-granulite facies zircons: geochronology of the Ivrea Zone (Southern Alps). Contributions to Mineralogy and Petrology, 134, pp.380-404.

Vinagre, R., Trouw, R.A.J., Mendes, J.C., Duffles, P., Peternel, R., Matos, G., 2014. New evidence of a magmatic arc in the Southern Brasília Belt, Brazil: The Serra da Água Limpa batholith (Socorro-Guaxupé Nappe). Journal of South American Earth Sciences 54, 120-139.

Watson, E.B., Wark, D.A., Thomas, J.B., 2006. Crystallization thermometers for zircon and rutile. Contributions to Mineralogy and Petrology 151, 413-433.

Wayne, D.M., Sinha, A.K., 1988. Physical and chemical response of zircons to deformation. Contributions to Mineralogy and Petrology 98:109-121

Wayne, D.M., Sinha, A.K., 1992. Stability of zircon U-Pb systematics in a greenschist-grade mylonite: an example from the Rockfish Valley fault zone, central Virginia, USA. J Geol 100:593-603

Whitney, D.L., Evans, B.W., 2010. Abbreviations for names of rock-forming minerals. Am. Mineral., 95 (2010), pp. 185-187

Woodhead, J., Hellstrom, J., Hergt, J., Greig, A. & Maas, R. 2007. Isotopic and elemental imaging of geological materials by laser ablation Inductively Coupled Plasma mass spectrometry. Journal of Geostandards and Geoanalytical Research, 31, p. 331-343.

Yakymchuk, C., Kirkland, C. L., Clark, C. 2018. Th/U ratios in metamorphic zircon. Journal of Metamorphic Geology, 36(6), 715–737. doi:10.1111/jmg.12307