

**ESTUDO DO ANNEALING DE TRAÇOS
DE FISSÃO EM APATITAS, TANTO EM
SEÇÕES BASAIS COMO EM SEÇÕES
SEM ORIENTAÇÃO PREFERENCIAL, A
PARTIR DO COMPRIMENTO E DA
DENSIDADE DE TRAÇOS DE FISSÃO**

Autor: Carlos Alberto Tello Sáenz ✓

**ESTUDO DO ANNEALING DE TRAÇOS DE FISSÃO EM
APATITAS, TANTO EM SEÇÕES BASAIS COMO EM
SEÇÕES SEM ORIENTAÇÃO PREFERENCIAL, A
PARTIR DO COMPRIMENTO E DA DENSIDADE DE
TRAÇOS DE FISSÃO**

Parceira do Presidente da Banca.

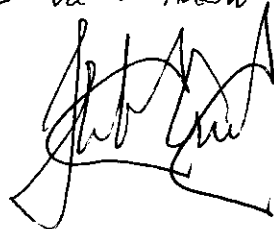
*Este exemplar corresponde à redação final da tese de
doutorado defendida pelo aluno Carlos Alberto Tello
Saenz e aprovada pela Comissão Julgadora.*

As 26 de outubro de 1998

Aluno: Carlos Alberto Tello Sáenz.

Orientador: Julio Cesar Hadler Neto.

Co - Orientador: Sérgio Roberto de Paulo.



**Tese apresentada no Instituto de Física Gleb Wataghin da Universidade Estadual
de Campinas, para obtenção do título de Doutor em Física.**

UNICAMP - INSTITUTO DE FÍSICA GLEB WATAGHIN

Junho - 1998

5823919

UNIDADE	IFGW
N.º CHAMADA:	
V	Ex.
NUMERO	BC/36005 / 1155/IF
PROJ	395198
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	R\$ 11,00
DATA	10/12/98
N.º CPD	

CM.00119569-5

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DO IFGW - UNICAMP

Sa16e

Sáenz, Carlos Alberto Tello

Estudo do annealing de traços de fissão em apatitas, tanto em seções basais como em seções sem orientação preferencial, a partir do comprimento e da densidade de traços de fissão / Carlos Alberto Tello Sáenz. - Campinas, SP : [s.n.], 1998.

Orientador: Júlio Cesar Hadler Neto.

Co-Orientador: Sérgio Roberto de Paulo.

Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Física "Gleb Wataghin".

1. Cristais. 2. Traços de partículas (Física Nuclear).
3. Fissão nuclear. I. Hadler Neto, Júlio Cesar. II. Paulo, Sérgio Roberto de. III. Universidade Estadual de Campinas. Instituto de Física "Gleb Wataghin".
- IV. Título.

Instituto de Física "Gleb Wataghin"

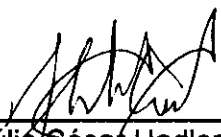
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

Secretaria de Pós-Graduação

CAIXA POSTAL 6165
CEP 13083-970 – Campinas-SP - Brasil
Tel: (019) 788-5305
Fax: (019) 289-2424

MEMBROS DA COMISSÃO JULGADORA DA TESE DE DOUTORADO DE CARLOS ALBERTO TELLO SÁENZ APRESENTADA E APROVADA AO INSTITUTO DE FÍSICA "GLEB WATAGHIN", DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS, EM 16/06/98.

COMISSÃO JULGADORA:



Prof. Dr. Júlio César Hadler Neto (Orientador do Candidato) - IFGW/UNICAMP



Prof. Dr. Sérgio Roberto de Paulo – DF/UFMT



Prof. Dr. Peter Hackspacher – IF/UNESP/Rio Claro-SP



Prof. Dr. Koji Kawashita – IF/USP



Prof. Dr. José Augusto Chinellato – IFGW/UNICAMP

**Dedico esta tesis, com profundo cariño, a la
memória de mi tio Amado Tello Rivadeneyra**

e

Ao meu filho Humberto.

AGRADECIMENTOS

Prof. Dr. Gilberto Amaral, Prof. Dr. Giulio Bigazzi, pela efetiva colaboração suprimindo as amostras de apatitas que foram estudadas neste trabalho.

À Dra. Ivone Mulako Sato, Vera Lúcia Salvador e Marcos A. Escapin pela valiosa colaboração na obtenção da composição química das apatitas.

À Dra. Marina Koskinas pela colaboração efetiva na irradiação das amostras estudadas neste trabalho.

À Berenice López Milla pelo apoio nos momentos de insegurança.

À Yuko Yoshimoto pelo constante apoio na realização desta tese.

Às entidades CAPES, CNPq e FAEP, por seu auxílio financeiro.

À Ana e em geral à todas as pessoas que de alguma forma ou outra ofereceram sua colaboração.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao Prof. Dr. Julio pela amizade, dedicação, orientação e acima de tudo pela compreensão nos momentos mais difíceis.

Ao Sérgio pela valiosa co-orientação na realização deste trabalho.

Ao Pedro pela amizade, pela dedicação e constante apoio na realização deste trabalho.

Ao Agustin, Sandro, Rodrigo, Walter, Ana Milen, Viviane e Edson pela amizade e auxílio incansável durante a realização deste trabalho.

A Tereza, a Sandra, Marignes, Armando pelo apoio total.

A observação e a experiência podem e devem restringir drasticamente a extensão das crenças admissíveis, porque de outro modo não haveria ciência.

Thomas S. Kuhn.

Las ideas geniales nacen del pueblo y van hacia él.

César Vallejo.

ÍNDICE

RESUMO	2
1.-INTRODUÇÃO	3
1.1.- Método dos Traços de Fissão (MTF)	3
1.2.- Annealing de traços de fissão	4
1.3.- Fenômenos que influenciam o processo de annealing em apatitas	8
1.3.1.- Anisotropia	8
1.3.2 Gaps	8
1.3.3.- Composição química	9
1.4.- Modelos	10
1.4.1.- Modelo de Green et al	10
1.4.2.- Modelo de Crowley et al.	15
1.4.3.- Modelo de Carlson	16
1.5.-Objetivos da tese	28
2.- PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	30
2.1.- Composição química da apatita A-1	30
2.2 Irradiação e tratamento térmico	31
2.3 Polimento	33
2.4.- Ataque Químico	34
2.5.- Observação ao microscópio óptico e identificação da face basal	366
3.- RESULTADOS E DISCUÇÕES	39
3.1.- Resultados das medidas efetuadas na amostra Durango para tratamentos térmicos de 1h e na amostra A-1 para tratamentos térmicos de 1, 10, 100 e 1000 h.	39
3.2.- Discussão dos resultados	42
4.- DESCRIÇÃO DOS RESULTADOS A PARTIR DOS MODELOS DE CROWLEY ET AL. E DE CARLSON	47
5.- CONCLUSÕES	52
REFERÊNCIAS	54

ABSTRACT

We studied the annealing of fission track in apatite aiming two goals: to be able to produce an experimental data set that is more complete than those found in the literature and to contribute to a better understanding of this process. We measured superficial density of fission tracks and restricted length measurements to the tracks totally confined inside the apatite bulk. To determine the annealing degree these measurements were performed both in the basal face as in faces chosen at random, where there is no preferential orientation. We analyzed at the microscope neutron induced fission tracks in approximately 60 samples that had been previously heated at 1, 10, 100 and 1,000 hours for some constant temperatures in the interval between 150 and 600°C.

Increasing the thermal treatment intensity the shape of the relative track density reduction d ($d = \rho/\rho_0$, the ratio of the track densities between a sample submitted to thermal treatment and another not heated) is similar to that of the relative length reduction r ($r = L/L_0$, where L and L_0 are the track length corresponding to the samples where ρ and ρ_0 were measured, respectively) for $d > 0.5$. A strong difference in the behaviour of these curves appears for $d < 0.5$, where d can be measured but the measurement of r is very difficult because the confined tracks apparently disappeared. We utilized the d curve to describe the r one where the latter could not be measured, assuming, then, that their shapes are alike for severe annealings, also.

We observed that two models found in the literature (Carlson, 1990 and Crowley et al., 1991) describe well our data set, although the former had been criticized. Otherwise, Carlson's model has parameters that can be physically interpreted. Then, if it works this means a meaningful improvement for the understanding of the influence of annealing on the reconstruction of the latent tracks, regions of a mineral that was damaged by fission fragments.

RESUMO

Neste trabalho se estudou o annealing de traços de fissão em apatitas com a finalidade de se obter um melhor entendimento deste processo e apresentar um conjunto de dados experimentais mais completo que os existentes na literatura. Para isto foram medidas as densidades superficiais de traços e os comprimentos de traços confinados tanto em seções basais como em seções sem orientação preferencial (SOP) para determinar o grau de annealing (apagamento dos traços) de traços de fissão induzida em amostras de apatitas aquecidas em aproximadamente 60 tratamentos térmicos diferentes em tempos de 1, 10, 100, e 1000 horas a temperaturas constantes, entre 150 e 600 °C .

A forma da curva de redução da densidade d ($d = \rho/\rho_0$, onde ρ é a densidade de traços em amostras que foram submetidas a tratamentos térmicos e ρ_0 é a densidade em amostras não aquecidas) é relativamente parecida com a da redução de comprimentos r ($r = L/L_0$, onde L e L_0 são comprimentos de traços nas amostras onde foram medidas ρ e ρ_0 respectivamente) para valores de $d > 0.5$ aparecendo uma diferença forte no comportamento destas duas curvas quando $d < 0.5$. Nesta faixa de annealing a curva de d está livre de problemas que fazem com que a descrição da curva de r seja bastante complicada em termos físicos. Este fato foi utilizado para descrever a redução de r a partir da curva que descreve a redução de d .

Utilizamos dois modelos existentes na literatura (Carlson, 1990 e Crowley et al., 1991) para descrever nossos conjuntos de dados experimentais obtendo como resultado que ambos os modelos descrevem bem nossos resultados. No caso do modelo de Carlson, que havia sido refutado anteriormente, a partir de conjuntos de dados onde foram efetuadas apenas medidas de r , os parâmetros envolvidos podem ser interpretados fisicamente, obtendo-se com isto um avanço significativo no entendimento da reconstrução da zona danificada pela passagem dos fragmentos de fissão depois que esta é submetida a tratamentos térmicos.

1.-INTRODUÇÃO

1.1.- Método dos Traços de Fissão (MTF)

Em geral os minerais contém algumas ppm de urânio como impureza. O ^{238}U , isótopo mais abundante do urânio natural, tem uma vida média de aproximadamente 9.9×10^{15} anos para se fissionar espontaneamente, e quando este evento ocorre, os fragmentos de fissão sendo altamente carregados, se afastam em direções opostas, liberando ≈ 200 Mev de energia dentro da estrutura do mineral, ionizando e deslocando os átomos que se encontram nas vizinhanças de suas trajetórias. Os átomos ionizados se afastam devido à repulsão coulombiana, dando origem a uma zona desarranjada denominada traço latente.

Os traços latentes, os quais são produzidos cumulativamente no mineral durante sua história geológica, possuem um comprimento da ordem de algumas dezenas de micra, e um diâmetro, da ordem de Angstroms.

Se uma superfície do mineral é polida e submetida a um ataque químico conveniente, os traços latentes que se estenderam até a superfície, por serem mais reativos ao ataque químico que o resto do mineral, ficam amplificados com um diâmetro de algumas micra, e podem ser observados ao microscópio óptico comum.

Fazendo uma contagem destes traços de fissão espontânea e conhecendo a concentração de átomos de urânio, N_u , e a eficiência de contagem, ϵ , pode-se obter a idade do mineral. Na prática para evitar a medida de N_u e ϵ , uma parte do mineral é aquecida para apagar todos os traços espontâneos e em seguida irradia-se com neutrons térmicos, em um reator nuclear, para induzir a fissão do isótopo ^{235}U (este isótopo aparece na natureza numa razão constante, η , com o isótopo ^{238}U). Desta forma contando os traços de fissão induzida, ρ_i , e os de fissão espontânea (traços fósseis), ρ_s , nas respectivas frações da amostra, podemos obter a idade, T , do mineral a partir da seguinte equação:

$$T = \frac{1}{\lambda} \ln \left[1 + \frac{\lambda \sigma_0 \phi_0}{\lambda_f \eta} \left(\frac{\rho_S}{\rho_I} \right) \right] \quad (1.1)$$

onde:

λ é a constante de decaimento total do ^{238}U .

σ_0 é a seção de choque do ^{235}U para fissão por neutrons térmicos .

λ_f é a constante de decaimento por fissão espontânea do ^{238}U .

O que foi resumido aqui resultou dos trabalhos pioneiros desenvolvidos por Fleisher, Price e Walker no início dos anos sessenta (Price and walker, 1962 a, b, c, d; Fleisher and Price, 1963; Price and walker, 1963). Uma boa síntese dos problemas e das possíveis aplicações do MTF podem ser encontrados em Fleisher et al., 1975 e Wagner and Van den Haute, 1992.

1.2.- Annealing de traços de fissão

Alguns estudos efetuados no final da década de 60 demonstraram que os traços de fissão são sensíveis a tratamentos térmicos (por exemplo Bigazzi, 1967; Wagner, 1968). Ou seja o traço latente que resulta da fissão espontânea é um fenômeno reversível, já que os átomos que foram deslocados durante a formação do traço podem retornar ao seu lugar de origem depois da amostra sofrer um determinado tipo de tratamento térmico. Este fenômeno de apagamento do traço é denominado na literatura como annealing. O que se observou foi que as idades de amostras que sofreram annealing durante suas histórias geológicas era menor que suas idades de formação. Isto ocorre porque o annealing faz com que os traços sofram uma redução no seu comprimento, acarretando em uma diminuição na eficiência de observação de traços fósseis em relação aos traços induzidos que não sofreram annealing. Desta forma a idade obtida pela equação 1.1 é na verdade uma idade aparente, a qual pode ser corrigida para se obter a “idade de traços de fissão”, ou seja a idade em que os traços de fissão começaram a ser retidos na amostra.

Existem dois métodos de correção que levam em conta o annealing parcial que sofreu a amostra para encontrar sua idade de traços de fissão: O método de correção pelo tamanho dos traços, “Size Correction Method” (Storzer and Wagner, 1969), e o método de correção pelo plateau, “Método do Plateau” (Storzer and Poupeau, 1973).

No primeiro método, o tamanho médio dos traços de fissão espontânea é comparado com o tamanho médio dos traços induzidos. Do grau de redução do tamanho dos traços, a densidade original pode ser obtida usando-se uma correlação, estabelecida experimentalmente, entre redução de densidade e redução do tamanho devido ao annealing. Tais curvas de correlação, são denominadas curvas de correção por tamanho.

No segundo método se usa o fato de haver uma maior estabilidade térmica dos traços de fissão parcialmente apagados em relação aos traços induzidos. Com o aumento do annealing, os traços vão ficando cada vez mais resistentes ao tratamento térmico. Neste método duas porções da amostra a ser datada, uma contendo traços fósseis e a outra traços induzidos, são simultaneamente tratadas termicamente no laboratório, com condições de tempo e temperatura controladas. Quando a razão ρ_s/ρ_I se estabiliza, os traços induzidos estão em condição de annealing semelhante aos fósseis e se terá atingido a idade de “Plateau”, que é a idade corrigida. Para identificar a região onde acontece o “Plateau” são requeridos no mínimo três pontos.

A natureza dos fenômenos físico-químicos que ocorrem durante o annealing vem sendo estudada desde a década de 70 (por exemplo, Haack, 1972; Dakowsky et al., 1974; Bertagnolli et al., 1981; Crowley, 1985; Bigazzi et al., 1988; Carlson, 1990) mas ainda hoje não é bem conhecida. Porém se sabe que dependendo da história térmica da região onde foi coletada uma amostra, alguns traços sofrem maior annealing que outros. Ou seja pode-se obter informações sobre a história térmica do mineral a partir da distribuição de comprimentos de traços de fissão. A história térmica é um parâmetro importante em alguns

estudos geológicos, por exemplo na prospeção de petróleo (Gleadodw et al., 1983), e na extração de minerais (Naeser, 1984; Etniman et al., 1984)

A geração de hidrocarbonetos em rochas sedimentares depende substancialmente do intervalo de temperaturas ao qual foram expostas as matérias orgânicas aterradas. O intervalo de temperatura onde ocorre a geração máxima de hidrocarbonetos líquidos é 60-125 °C que é coincidentemente o intervalo no qual os traços de fissão na apatita sofrem annealing em tempos geológicos.

A grosso modo, se a reserva que contém hidrocarbonetos foi submetida a temperaturas maiores que ≈ 125 °C em tempos geológicos, ela conterà basicamente gás. Se ela no entanto, foi submetida a temperaturas menores que ≈ 60 °C, conterà carvão.

Assim a temperatura máxima a que foram submetidas as reservas que contem hidrocarbonetos é um fator importante na maturação de tais detritos. Muitos indicadores de paleotemperaturas máximas são utilizados rotineiramente, sendo que o mais importante deles é a medida da reflectância da vitrinita (ver por exemplo, Kanstler et al., 1978). Outro fator importante na geração de hidrocarbonetos líquidos é a história térmica da jazida. Possíveis variações da temperatura através do tempo podem ser obtidas através da história do enterro, via o chamado “Lithospheric Stretching Model” (ver por exemplo, Hegarty et al., 1988).

A análise de traços de fissão em apatitas pode fornecer a informação de qual a última vez em que a jazida esteve a temperaturas maiores que 125 °C se for o caso e/ou a história térmica desta jazida dentro da janela de retenção de traços (que é a janela de geração máxima de líquidos hidrocarbonetos). Assim, o estudo de annealing de traços de fissão em apatita fornece uma nova ferramenta que pode permitir a redução de custos na perfuração de poços de petróleo. Ou seja este ferramental fornece informações se a partir de um determinado ponto, a perfuração deve ou não prosseguir quando o objetivo é a extração de hidrocarbonetos líquidos.

É claro que, diante da importância de tal sentença quanto maior o número de informação, melhor. Assim, a utilização conjunta de ferramentais baseados em diferentes princípios parece o mais indicado. Diante da potencial importância econômica, os estudos de annealing de traços de fissão foram mais dedicados à apatita do que a outros minerais.

Nos primeiros trabalhos experimentais realizados em annealing de traços de fissão em apatitas (por exemplo, Naesser and Faul, 1969; Wagner and Reimer, 1972; Nagpul et al., 1974), os resultados foram apresentados em termos de um conceito empírico denominado “Lei de Arrhenius”. Neste caso, gráficos de arrhenius são retas que passam por pontos $\ln t$ vs T^{-1} (Onde t e T são tempo e temperatura, respectivamente) responsáveis pelo mesmo grau de redução na densidade dos traços.

Hoje os modelos mais utilizados se baseiam na redução do comprimento dos traços em função de t e T . Este enfoque, adotado a partir da década passada, se deve ao fato de que as informações contidas em um traço (que é misturada com as informações contidas nos outros no caso de medidas de densidade de traços) podem ser melhor aproveitadas que no caso da densidade.

Abaixo serão descritos os modelos surgidos a partir de conjuntos de dados que levam em conta a redução de comprimento dos traços com o tempo e a temperatura. Antes disto porém, nos dedicaremos a uma breve descrição dos fenômenos que mais influenciam o processo de annealing de traços de fissão em apatitas.

1.3.- Fenômenos que influenciam o processo de annealing em apatitas.

1.3.1.- Anisotropia.- A apatita é um mineral cuja estrutura cristalina é hexagonal, sendo que o eixo C do cristal é orientado na direção paralela à uma das faces prismáticas.

No final da década do 70 e primeira metade da de 80 (Green and Durrani, 1977; Green, 1981; Laslet et al., 1984) foi mostrado que os traços latentes paralelos ao eixo C são mais resistentes ao annealing do que em outras direções. Em Green et al., 1986, se mostrou experimentalmente que a anisotropia é mais notável quando o annealing é maior. Em Donelick., 1991, foi apresentado um modelo empírico, baseado na simetria da estrutura cristalina da apatita, que quantifica a dependência do comprimento médio do traço de fissão com sua orientação cristalina. Para obter este modelo, os comprimentos dos traços confinados e seus ângulos com respeito ao eixo C, foram medidos para diferentes tratamentos de annealing e estes dados foram graficados em um sistema de coordenadas polares. O modelo é fundamentado na hipótese de que os comprimentos dos traços confinados quando graficados desta forma são distribuídos ao redor de uma elipse. Esta elipse tem como semi-eixos, o comprimento médio dos traços paralelos (semi-eixo maior) e perpendiculares (semi-eixo menor) ao eixo C. O que se observa dos dados experimentais é que a diferença entre o comprimento médio dos traços paralelos e perpendiculares ao eixo C, não é muito significativa quando o annealing é fraco (comprimentos maiores que $12\mu\text{m}$). Esta diferença vai se acentuando conforme o annealing vai aumentando (comprimentos menores que $12\mu\text{m}$), porém nesta região o modelo “estoura” (Carlson, 1993b).

1.3.2 Gaps.- Pouco se conhece a respeito da estrutura de um traço de fissão que não sofreu ataque químico. O pouco que se sabe a este respeito resultou dos estudos de dispersão de raios x, para baixos ângulos, feitos em traços formados por ions pesados em silicatos (Dartyge et al., 1978, 1981). Estes estudos sugerem que traços latentes são compostos de grandes agrupamentos de defeitos atômicos ou “defeitos estendidos”, os quais estão interligados por um grande número de “defeitos pontuais” muito pequenos. Durante o

annealing, primeiro são removidos os defeitos pontuais ficando os defeitos estendidos separados por regiões restauradas. Isto conduz ao conceito de “gap” relacionado com o processo de ataque químico de traços que sofreram annealing. O ataque químico é impedido de prosseguir em seu caminho ao longo do traço devido a presença de regiões restauradas. No trabalho de Green et al., 1986, este efeito foi observado na apatita de Durango.

1.3.3.- Composição química.- Estudos experimentais demonstraram que o annealing depende da composição química da apatita. Por exemplo em Green et al., 1986, uma cloroapatita pura, contendo traços fósseis de $\approx 15\mu\text{m}$, foi submetida a um processo de annealing a uma temperatura de 370°C durante uma hora sendo que o comprimento dos traços não foi alterado. Porém, neste trabalho está mostrado que este tratamento térmico é suficiente para apagar completamente os traços em uma fluorapatita. A composição química da apatita está dada essencialmente por $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{F},\text{OH},\text{Cl})_2$. Segundo Green et al., 1986 o parâmetro da composição química mais importante no que se refere ao annealing é a razão Cl/F.

Em Crowley et al., 1991, há um conjunto de dados de annealing, realizados em 2 apatitas com diferentes composições químicas: Uma estrôncio-fluorapatita, e uma fluorapatita pura. A conclusão deste trabalho é que o processo de annealing nestas duas apatitas é aproximadamente o mesmo.

No trabalho de Ravenhurst et al., 1992, também se apresentaram evidências experimentais de que a cloro-apatita é mais resistente ao annealing que a fluor-apatita. Porém a maioria das apatitas na natureza se apresentam como flúorapatitas.

1.4.- Modelos

1.4.1.- Modelo de Green et al.

A dinâmica do annealing de traços de fissão em apatitas foi amplamente estudada e estabelecida por um grupo australiano, depois de laboriosos trabalhos experimentais (Green et al., 1986; Laslett et al., 1987; Duddy et al., 1988; Green et al., 1989).

O modelo proposto pelo grupo australiano é fundamentado sobre um conjunto de dados experimentais, obtidos submetendo amostras de apatitas, contendo traços latentes de fissão induzida, a diferentes tempos de tratamentos térmicos à temperaturas constantes (Green et al., 1986). Eles usaram a amostra Durango apatita, a qual pode ser considerada como amostra padrão dentro da análise de traços de fissão em apatitas (AFTA). Aproximadamente 80 combinações de tempo e temperatura foram realizadas. Todas as medidas de comprimentos foram efetuadas apenas em traços confinados paralelos à superfície de observação. Os traços confinados são aqueles que se encontram totalmente dentro da superfície do mineral, freqüentemente localizados embaixo de algum traço que chega até a superfície de observação ou atravessando fraturas naturais da rede cristalina da apatita, o qual faz possível que o ataque químico chegue até eles.

O ponto de partida do modelo empírico, criado pelo grupo australiano, é a “lei de Arrhenius”, a qual se expressa matematicamente como:

$$\ln(t) = A + BT^{-1} \quad (1.2)$$

Onde A e B são constantes no caso em que a energia de ativação é constante. A energia de ativação, que está ligada com o parâmetro B, é a energia necessária para que as combinações de defeitos que fazem parte do traço latente retornem ao seu lugar de origem.

O grupo australiano considerou que A e B poderiam ser expressos como função de r (Laslett et al., 1987), ou seja:

$$\ln(t) = A(r) + B(r)T^{-1} \quad (1.3)$$

O ajuste mais significativo estatisticamente que resultou do tratamento dos dados experimentais está dado pela seguinte expressão:

$$\ln(t) = -28.12 + \frac{[g(r) + 4.87]}{0.000168} T^{-1} \quad (1.4)$$

onde:

$$g(r) = \frac{\left[\frac{1 - r^{2.7}}{2.7}\right]^{0.35} - 1}{0.35} \quad (1.5)$$

onde t está em segundos e T em graus Kelvin.

Para estender o tratamento visto nestas equações para temperaturas variáveis com o tempo, em Duddy et al., 1988, foi utilizado o chamado “Princípio do tempo equivalente”. O conceito do tempo equivalente postula que quando um traço sofre annealing até atingir um certo grau de redução, o único parâmetro que interessa frente a um novo tratamento térmico é o último valor na redução do comprimento, independente das condições de tempo e temperatura que o causaram.

Para explicar este processo, suponhamos por exemplo que a história térmica seja dada por uma reta (T vs t), que define um esfriamento linear, que é dividida em degraus definidos por intervalos de tempo, Δt_i , a temperaturas constantes, T_i . Se no início de um dado intervalo (denotado por i) o traço já havia sido encurtado a um comprimento reduzido $r_{i-1} = L_{i-1}/L_0$, e se o traço tivesse sido submetido a uma temperatura constante T_i , para que ele chegasse ao comprimento reduzido r_{i-1} ele deveria ter ficado durante um tempo equivalente, t_{eq} , que pode ser encontrado a partir da equação 1.4:

$$\ln(t_{eq}) = -28.12 + \frac{[g(r_{i-1}) + 4.87]}{0.000168} T_i^{-1} \quad (1.6)$$

No fim do intervalo i , de duração Δt_i , o comprimento reduzido do traço, r_i , pode ser calculado considerando que o traço foi submetido a um annealing à temperatura T_i em um “tempo efetivo” igual a $(t_{eq} + \Delta t_i)$, resolvendo-se a equação:

$$\ln(t_{eq} + \Delta t_i) = -28.12 + \frac{[g(r_i) + 4.87]}{0.000168} T_i^{-1} \quad (1.7)$$

Deve ser notado que novos traços de fissão são produzidos em cada um destes intervalos de tempo. Se os Δt_i são suficientemente pequenos, pode ser considerado que todos os traços foram originados ao mesmo tempo no i -ésimo intervalo. Desta forma todos os traços que pertencem a um mesmo intervalo, teriam a mesma história térmica. Assim, das aplicações sucessivas das equações (1.6) e (1.7), para os traços produzidos neste intervalo, pode-se encontrar o valor do comprimento reduzido, r , hoje.

A distribuição de comprimentos pode ser calculada conhecendo os valores de r , para os n intervalos de tempo e tomando em conta a dispersão estatística dos comprimentos dos traços. A densidade de probabilidades do comprimento do traço como função de r pode ser estimada através do comprimento de N traços utilizando a estimativa Kernel de densidade, definida por:

$$\rho_k(r) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^m n_i \frac{K(r_i)}{h_i} \quad (1.8)$$

Onde:

N é o número total de traços,

m é o número de valores diferentes de r_i obtido pelo conceito de tempo equivalente,

n_i é o número de traços cujo comprimento reduzido é igual a r_i ,

h_i é o desvio padrão que corresponde a cada valor de r_i , e

$$k(r_i) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \exp(-[r - r_i]^2 / 2h_i^2)$$

Os valores de h_i foram experimentalmente obtidos pelo grupo australiano, e os resultados foram:

$$h_i = 1.32 - 0.47r_i \quad ; \quad \text{para } 0.68 < r_i \leq 1$$

$$h_i = 6.50 - 8.10r_i \quad ; \quad \text{para } 0.43 < r_i \leq 0.68$$

$$h_i = 3 \quad ; \quad \text{para } 0 < r_i \leq 0.43.$$

A idade aparente de uma amostra de apatita pode ser calculada usando a densidade reduzida dos traços definida como:

$$d = \frac{\rho}{\rho_0}$$

onde como dissemos anteriormente ρ e ρ_0 são o número de traços por unidade de área antes e depois do annealing, respectivamente.

A relação entre a densidade reduzida e o comprimento reduzido foi obtida através dos dados de Green, 1988.:

$$d_j = r_j \quad ; \quad \text{para } 0.66 < r_j \leq 1$$

$$d_j = 2.15r_j - 0.76 \quad ; \quad \text{para } 0.35 < r_j \leq 0.66$$

$$d_j = 0 \quad ; \quad \text{para } 0 < r_j \leq 0.35$$

Assim, a densidade de traços (ρ) pode ser calculada em cada intervalo da história térmica. A idade aparente, (FTA), é a média das densidades reduzidas multiplicadas pela idade da amostra, t_0 :

$$FTA = t_0 \frac{\sum d_j}{m} \quad (1.9)$$

Por meio deste processo podemos obter a distribuição de comprimentos (equação 1.8) e a idade aparente (equação 1.9) de uma amostra de apatita cuja história térmica seja conhecida. Porém, na prática o que se tem são a idade da amostra (aparente e corrigida) e medidas de comprimentos realizadas no laboratório, com os quais podemos construir um histograma que representa a distribuição de comprimentos. O que se deseja conhecer é a história térmica responsável por esses dados.

Lutz e Omar, (1991), propuseram um modelo denominado “Modelo inverso” que complementa o modelo estabelecido pela escola australiana. No modelo inverso histórias térmicas são aleatoriamente geradas via o método de Monte Carlo, logo as distribuições de comprimentos assim como a idade aparente podem ser calculadas, para cada uma de estas histórias térmicas, usando-se as equações 1.6, 1.7, 1.8, e 1.9. Comparando estatisticamente estes resultados com os obtidos experimentalmente pode-se determinar se as histórias térmicas geradas aleatoriamente são ou não compatíveis com os dados experimentais. Ou seja, se estas histórias térmicas reproduzem tanto a distribuição de comprimentos como as idades obtidas experimentalmente.

Para obter as histórias térmicas no “Modelo inverso” usam-se “caixas” de Monte Carlo, definidas por um intervalo de temperatura e um intervalo de tempo. Ou seja para se gerar uma história térmica, sorteia-se via Monte Carlo um ponto em cada uma das caixas previamente estabelecidas. Em seguida, unem-se esses pontos por meio de semi-retas. O ponto sorteado na última caixa é unido com o ponto fixo ($t = 0 \text{ Ma}$; $T = 25^{\circ}\text{C}$) que representa a idade e a temperatura atual. Assim, este grupo de semi-retas é uma possível história térmica que vai gerar um valor da idade aparente e um histograma de comprimentos, usando o modelo da escola australiana, os quais são comparados estatisticamente com os resultados experimentais. Esta história térmica será aceita se, no caso da idade aparente, o valor está dentro de dois desvios padrões com respeito ao valor

experimental, e quando o histograma gerado é compatível com o histograma experimental quando se faz o teste do χ^2 .

Esta metodologia com algumas modificações no “Modelo inverso” foi abordada na minha tese de mestrado (Tello, 1994; Hadler et al., 1995) e foi utilizada em algumas aplicações à amostras brasileiras (Amaral et al., 1997; Hackspacher et al., 1997 ;Hackspacher et al., 1997 a, b)

Existem na literatura além do “modelo inverso” de Lutz e Omar, 1991 outras técnicas de inversão que visam inferir a história térmica a partir de resultados experimentais de traços de fissão (Corrigan, 1991; Gallagher, 1995; Willet, 1997). Porém um review ou comparação destes métodos não estão nos objetivos do presente trabalho.

1.4.2.- Modelo de Crowley et al.

Crowley et al., 1991 propuseram um modelo de annealing de traços de fissão, baseados em dados experimentais obtidos em duas apatitas com diferentes composições químicas: uma fluorapatita pura ($\text{Ca}_{4.96} \text{Fe}_{0.001} \text{Na}_{0.02} \text{Sr}_{0.01}$)_{5.01}(P_{2.98} Si_{0.02})₃ O₁₂(F_{1.00} Cl_{0.02}) e uma estrôncio fluorapatita ($\text{Ca}_{4.68} \text{Na}_{0.04} \text{Sr}_{0.22}$)_{4.97} (P_{2.98} Si_{0.03})_{3.01} O₁₂F_{1.03}. O tratamento térmico dado a estas amostras foi de 1, 10, 100, e 1000 h, a temperaturas entre 40-360 °C. O modelo de Crowley et al., 1991 visou por generalizar o modelo proposto pela escola australiana, baseado nos mesmos fundamentos empíricos, ou seja, procurando o melhor ajuste dos dados. Este modelo também tem o seu ponto de partida na “Lei de Arrhenius” :

$$\ln(t) = A + Bf(T) \quad (1.10)$$

Onde:

$$f(T) = \left[\frac{1}{T} - \frac{1}{T_c} \right];$$

$$B = B(r); A = A(r);$$

$$\frac{1}{T_c} = \text{cte.}$$

O modelo no qual se obtiveram os melhores ajustes, significativos estatisticamente, para descrever os conjuntos de dados obtidos na flúor e na estrôncio apatita está dado por:

$$g(r, \alpha, \beta) = C_0 + \frac{(C_1 \ln t + C_2)}{\left[\frac{1}{T} - C_3\right]} \quad (1.11)$$

Onde:

$$g(r, \alpha, \beta) = \frac{\left(\frac{1 - r^\beta}{\beta}\right)^\alpha - 1}{\alpha} \quad (1.12)$$

Este modelo também foi testado para descrever os dados obtidos pela escola australiana, na Durango apatita (Green et al., 1986), dando como resultado uma melhor descrição que aquela conseguida pelas equações 1.4 e 1.5.

Deve ser notado que, se na equação 1.11 fazemos $C_3 = 0$, então podemos obter o modelo da escola australiana da seguinte forma:

$$\ln(t) = -\frac{C_2}{C_1} + \frac{(g(r, \alpha, \beta) + C_0)}{C_1} T^{-1} \quad (1.13)$$

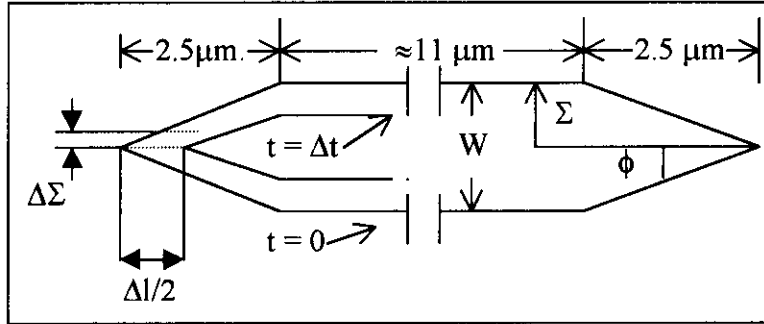
Que é análogo a equação (1.4).

Estes dois modelos empíricos (Green et al e Crowley et al) estão sendo rotineiramente usados a nível mundial, para determinar a história térmica de amostras geológicas. A nossa experiência com estes modelos é que, embora eles sejam bastante empíricos, os resultados obtidos das histórias térmicas possuem compatibilidade geológica com a região estudada.

1.4.3.- Modelo de Carlson

Outro modelo de annealing de traços de fissão em apatita foi proposto por Carlson, 1990. Neste modelo, o encurtamento radial da zona desarranjada produz um encurtamento axial em um primeiro estágio de annealing e subseqüentemente uma segmentação acelera o processo de annealing quando o raio da zona desarranjada se aproxima de zero.

Figura 1.4.3.1.- Representação esquemática do traço latente após um processo de annealing (não está em escala)



Na fig. 1.4.3.1 representamos esquematicamente a zona desarranjada assumida por Carlson como o traço latente. Nesta figura, vê-se um traço com uma parte cilíndrica no centro de aproximadamente $11 \mu\text{m}$ de comprimento, terminando nos seus extremos por duas partes cônicas com um comprimento de aproximadamente $2.5 \mu\text{m}$.

O modelo procura seguir o cálculo do comprimento, l , de um traço latente submetido a um encurtamento axial durante um evento de annealing, dado seu comprimento inicial, l_0 . Para isto Carlson acompanha um episódio de annealing (mostrado na figura 1.4.3.1) de duração Δt que produz simultaneamente um decréscimo no raio $\Delta\Sigma$ (na verdade Σ é uma fração de raio) e um decréscimo no comprimento, $\Delta l/2$ em cada extremidade. Com isto da figura 1.1 tem-se que:

$$l = l_0 + \int_0^t \left(\frac{dl}{d\tau} \right) d\tau$$

$$l = l_0 + \frac{2\left(\frac{w}{2}\right)}{\text{tg}\phi} \int_0^t \left(\frac{d\Sigma}{d\tau} \right) d\tau$$

$$l = l_0 + \frac{w}{\text{tg}\phi} \Delta\Sigma \quad (1.14)$$

Onde w é a largura inicial do traço.

O decréscimo do raio da zona desarranjada ($\Delta\Sigma$) depende principalmente da taxa de eliminação de defeitos e da distribuição inicial de defeitos. A taxa de eliminação de defeitos é tomada como sendo :

$$\frac{dN}{dt} = -C \left(\frac{kT(t)}{h} \right) \exp \left(\frac{-Q}{RT} \right) \quad (1.15)$$

Onde k é a constante de Boltzman; h é a constante de Planck; $C (> 0)$ é uma constante empírica; $Q (> 0)$ é a energia de ativação necessária para que os átomos retornem ao seu

lugar de origem; R é a constante universal dos gases; e $T(t)$ é a temperatura absoluta no tempo t .

A equação (1.15) corresponde à equação cinética para movimentos atômicos necessários para atravessar uma interface coerente proposta por Turnbull (1956) e aplicada a uma transformação cinética topotáctica por Carlson e Rosenfeld., 1981.

A distribuição inicial (traço sem sofrer annealing) de defeitos em função da distancia radial do centro do traço foi assumida por Carlson como sendo:

$$N(t = 0, \Sigma) = N_0(1 - \Sigma)^{1/n} \quad (1.16)$$

Onde n é um número positivo menor que a unidade e N_0 é a distribuição no centro do traço. Esta equação foi assumida levando-se em conta resultados experimentais de Green et al., 1986. Além disto, para valores de n no intervalo de 0.1-0.3, esta função é semelhante a uma gaussiana, a qual foi usada por Dartyge et al., 1981 e Albrecht et al., (1984, 1985) para aproximar a distribuição de defeitos no traço latente revelados pelos estudos de espalhamento de raios X a baixos ângulos, e difração de neutrons.

A quantidade $\Delta\Sigma$ na equação (1.14) pode ser expressa em termos da razão de eliminação de defeitos dado pela equação (1.15), e da distribuição inicial de defeitos, dado pela equação (1.16). Para fazer isto expressaremos a quantidade de defeitos, N , em função do raio, Σ , e em função do tempo, da seguinte forma:

$$N(t, \Sigma) = N(t = 0, \Sigma) + \int_0^t \left(\frac{dN}{d\tau} \right) d\tau \quad (1.17)$$

Substituindo a equação (1.16) na (1.17) temos:

$$N(t, \Sigma) = N_0(1 - \Sigma)^{1/n} + \int_0^t \left(\frac{dN}{d\tau} \right) d\tau$$

Assim podemos escrever que:

$$\Sigma(t) = 1 - \left[\frac{N(t, \Sigma) - \int_0^t \left(\frac{dN}{d\tau} \right) d\tau}{N_0} \right]^n \quad (1.18)$$

O grau de annealing radial da zona desarranjada no tempo t (ou seja $\Delta\Sigma(t)$) é então dado pela diferença entre os valores de Σ quando a equação (1.18) é avaliada em $t=0$, e em $t=t$:

$$\Delta\Sigma(t) = \Sigma(t) - \Sigma(0)$$

$$\Delta\Sigma(t) = \left[\frac{N(t, \Sigma)}{N_0} \right]^n - \left[\frac{N(t, \Sigma) - \int_0^t \left(\frac{dN}{d\tau} \right) d\tau}{N_0} \right]^n \quad (1.19)$$

Substituindo a equação (1.15) na equação (1.19) e estas duas na equação (1.14) temos que:

$$l = l_0 + \frac{w}{ig\phi} \left\{ \left[\frac{N(t, \Sigma)}{N_0} \right]^n - \left[\frac{N(t, \Sigma) - \int_0^t \left(\frac{-ck}{h} \right) T(\tau) \exp\left(\frac{-Q}{RT(\tau)} \right) d\tau}{N_0} \right]^n \right\} \quad (1.20)$$

Dartyge et al., 1981, notou que a densidade de defeitos, nos extremos dos traços latentes, é muito pequena comparada com a densidade no centro. Esta observação foi usada por Carlson para negligenciar a quantidade $N(t, \Sigma)/N_0$. Note que a observação acima não está diretamente relacionada com $N(t, \Sigma)/N_0$. Porém Carlson utilizando dados de Green et al., 1986, onde a temperatura era a mesma para diferentes tempos de aquecimento, notou que a relação:

$$\ln(l_0 - l_{ea}) = \ln C + n \ln t$$

Descrevia bem os resultados e que a equação (1.20) para annealing a temperaturas constantes se reduz a esta equação. Assim, fazendo $(N(t, \Sigma)/N_0) = 0$ na equação (1.20) e definindo A como:

$$A = \frac{w}{\text{tg}\phi} \left(\frac{C}{N_0} \right) \text{ se tem que:}$$

$$l = l_0 - A \left(\frac{k}{h} \right)^n \left[\int_0^t T(\tau) \exp\left(\frac{-Q}{RT(\tau)} \right) d\tau \right]^n \quad (1.21)$$

A equação (1.21) descreve o annealing de traços de fissão em termos de três quantidades mensuráveis: comprimento inicial do traço, tempo e temperatura. Teoricamente, os parâmetros n, q, e A, com significado físico, podem ser empiricamente determinados por medições experimentais: A, é uma constante a qual incorpora tanto fatores de geometria do traço latente como de densidade de defeitos na zona desarranjada; Q é energia de ativação requerida para que os átomos afastados devido a passagem dos fragmentos de fissão retornem ao seu lugar de origem; e n é um parâmetro relacionado com a forma inicial da distribuição radial de defeitos.

No caso do annealing à temperaturas constantes que são aqueles obtidos em experimentos realizados em laboratório, o modelo está dado por:

$$l = l_0 - A \left(\frac{kT}{h} \right)^n \exp\left(\frac{-nQ}{RT} \right) t^n \quad (1.22)$$

Carlson usou os dados experimentais de Green et al., 1986., e de Donelick, 1988., para determinar os valores de A, n, e Q. O melhor ajuste no primeiro caso deu como resultado: A = 1.81 μm ., n = 0.206; e Q = 40.6 Kcal/Mol. E no segundo caso: A = 5.85 μm .; n = 0.111; Q = 49.0 Kcal/Mol. Existe uma boa correspondência entre os comprimentos

medidos e os obtidos pelo modelo dado pela equação (1.22) nos dois casos para comprimentos maiores ou aproximadamente igual a $11\mu\text{m}$. Conforme o annealing vai-se tornando cada vez mais forte ($l \leq 11\mu\text{m}$.) a previsão efetuada por este modelo vai se tornando cada vez mais imprecisa.

Para analisar os traços cujos comprimentos são menores do que $11\mu\text{m}$, Carlson supôs que neste caso o processo predominante de encurtamento axial deixa de ser importante quando comparado a um processo de segmentação.

Se um evento de segmentação quebra um traço de comprimento l em uma posição arbitrária ao longo do seu comprimento, o traço ficará separado em duas seções de comprimentos x e $l - x$, onde x é um número arbitrário entre 0 e l . O comprimento médio das duas seções resultantes é $[(l - x) + x]/2$, ou seja, a metade do comprimento original. Uma população de traços que entra em um estado de segmentação consistirá assim de duas sub-populações, uma tendo o comprimento, l , dado pela equação (1.22) e a outra com um comprimento médio igual a $l/2$. Se uma fração f , da população dos traços sofre segmentação, então o comprimento médio que resulta de todos os traços pode ser escrito como:

$$l_{sg} = \frac{[(1-f)l] + [2f(\frac{l}{2})]}{(1-f) + 2f} = \frac{l}{1+f} \quad (1.23)$$

Assim,

$$f = \frac{l}{l_{sg}} - 1 \quad (1.24)$$

Onde l_{sg} corresponde aos valores medidos em cada experimento de annealing e l é calculado da equação (1.22). Fazendo um gráfico dos valores de f em função de l se encontra que a fração de traços que foram segmentados é aproximadamente zero para traços com comprimentos maiores que $12\mu\text{m}$., e aumenta significativamente até ≈ 0.5 para valores menores que $12\mu\text{m}$. Nesta região f tem um comportamento linear que Carlson optou por

descrever como $f = s(l_{sg0} - l)$ onde l_{sg0} é o comprimento dos traços quando o processo de segmentação começa a ser significativo. Tomando em conta isto, a equação (1.23) pode ser reescrita como:

$$l_{sg} = \frac{l}{1 + S(l_{sg0} - l)}, \text{ para } l \leq l_{sg0} \quad (1.25)$$

O melhor ajuste linear obtido a partir dos dados experimentais de Green et al., 1986; e de Donelick, onde $l_{sg0} = 12\mu\text{m}$, resultou em $S = 0.10\mu\text{m}^{-1}$.

O tom do artigo de Carlson (1990) é bastante agressivo. Isto lhe rendeu críticas também bastante agressivas (Crowley, 1993 e Green et al., 1993).

Abaixo serão descritas sucintamente as principais críticas contidas em Crowley, 1993 e Green et al., 1993 e as réplicas de Carlson (Carlson, 1993 a e b).

Crowley, 1993 se atém principalmente em três pontos, que segundo ele, mostram que o modelo de Carlson não é uma descrição válida para a cinética do annealing: (1) o mecanismo de annealing assumido por Carlson é fisicamente inválido; (2) o modelo não fornece bons ajuste aos resultados obtidos no laboratório; (3) o modelo não fornece previsões plausíveis quando extrapolado para condições que não àquelas referentes aos dados obtidos em laboratório.

A crítica (1) tem como principal argumento o fato de que a transformação topotáctica é um processo de ordem zero e que isso não deve ser aplicado para descrever a taxa de eliminação de defeitos. Isto porque um processo de ordem zero depende primariamente da temperatura e independe da densidade dos elementos deslocados.

Crowley cita alguns artigos (“published during the past four decades”) (Fletcher and Brown, 1953; Waite, 1957 e Gold et al., 1981) que não foram citados por Carlson, onde, segundo Crowley, está demonstrado que a taxa de eliminação de defeitos envolve cinéticas de altas ordens.

A crítica (2) é baseada em testes de “goodnes-of-fit” e na presença de uma estrutura nos gráficos de resíduos quando os resultados experimentais são comparados com os previstos pelo modelo (observa-se variações sistemáticas entre os resultados previstos pelo modelo e os dados experimentais). Para isto Crowley mostra vários resultados do delta method (Elandt-Johnson and Johnson, 1980) que indicam que o ajuste via o modelo de Carlson é pobre. Além disto, mostra um gráfico de resíduo contra comprimento previsto para os dados de Donelick, 1988 que mostra claramente uma estrutura nos resíduos (este gráfico não havia sido mostrado por Carlson em Carlson, 1990).

Na crítica (3) Crowley diz que o modelo de Carlson permite que o traço ainda exista mesmo quando a temperatura é muito alta (por exemplo no ponto de fusão ou, como ele diz ironizando, mesmo em temperaturas de plasma).

A crítica (1) de Crowley, 1993 foi respondida por Carlson (Carlson, 1993 a) a partir de uma afirmação de que uma formulação mais simples foi adotada, baseada no fato de que os dados experimentais suportavam tal formulação. Além disto, ele enfatizou que as teorias de Fletcher and Brown (1953) e Waite (1957) são aplicáveis a defeitos gerados por bombardeamento de elétrons em semicondutores e não pela passagem de uma partícula pesada como um fragmento de fissão.

Quanto a Gold et al., 1981, Carlson responde que seu tratamento teórico é sofisticado, mas que esta teoria não é confirmada pela experiência e que nenhum (“of its numerous parameters”) podem ser quantificados.

À crítica (2) de Crowley, 1993 Carlson se defende dizendo que os testes de “goodnes of fits” computam apenas os desvios padrões de medidas individuais e não de pontos obtidos depois que várias réplicas desta medida tenham sido efetuadas.

Isto, que segundo ele é um “averby optimistic assesment”, não leva em conta incertezas adicionais relacionadas com ataque químico, tratamento de pré-annealing, medida da temperatura a que as amostras foram submetidas, etc.

Com relação a crítica (3) de Crowley, Carlson diz que aquela previsão é mais razoável que aquelas que impedem a retenção de traços acima de determinada temperatura crítica. Uma resposta mais razoável seria a de que o modelo está tentando descrever o comportamento do traço depois de sua formação e não a formação em si. Ou seja depois do traço formado, mesmo que amostra seja submetida a temperaturas extremamente altas o traço leva algum tempo, mesmo que muito pequeno, para desaparecer.

A principal crítica de Green et al., 1993 à Carlson é que segundo os autores o modelo de Carlson é tão empírico quanto os outros modelos anteriores ao dele (Laslett et al., 1987 e Crowley et al., 1991).

Várias outras críticas foram feitas. Abaixo serão colocadas as principais.

- 1) A distribuição axial de defeitos deveria ser mais importante que a radial. Esta colocação é baseada em um modelo sugerido por Fleisher et al., 1975.
- 2) A descrição dos resultados para traços $<11\mu\text{m}$ é pura e simplesmente um ajuste de dados. A probabilidade de ocorrer uma segmentação é igual em todos os pontos ao longo do traço, o que está em total conflito com resultados de Green et al., 1986 para apatitas fortemente annealed.
- 3) O fato de Carlson negligenciar os efeitos da anisotropia do annealing para traços menores que $\approx 11\mu\text{m}$. vai contra às colocações de Green et al., 1986 e Galbraith and Laslett, 1988 feitas a partir de resultados experimentais.

Nestes artigos a abertura dos desvios padrões das distribuições de comprimento de traços está relacionada com a anisotropia do annealing.

Em Green et al., 1986 está mostrado um gráfico de comprimento de traços versus ângulo em relação ao eixo C para uma amostra submetida a um annealing forte. Este gráfico feito depois de alguns “sobreaques” mostra uma sensível anisotropia de annealing onde os traços paralelos ao eixo C possuem comprimentos bem maiores que os perpendiculares a este eixo.

Deve ser notado que Carlson havia colocado que o aumento abrupto no desvio padrão da distribuição de comprimento quando o annealing reduz os traços a $\approx 11 \mu\text{m}$ não pode ser atribuído à anisotropia do annealing. O que lhe valeu a afirmação de Green et al., 1993 que esta colocação não tem fundamento já que não existe conhecimento sobre a forma da função do annealing anisotrópico.

- 4) A forma da distribuição de defeitos (côncava para cima) foi assumida por Carlson apenas para ele conseguir ajustar seu modelo aos resultados experimentais.
- 5) O ajuste do modelo de Carlson aos dados de Green et al., 1986 é muito pobre mesmo para dados onde o comprimento dos traços é maior que $11 \mu\text{m}$. Green et al., 1993 mostraram um gráfico de resíduos em função do comprimento onde se vê claramente uma estrutura dos resíduos.

A principal crítica foi respondida por Carlson a partir do argumento de que para se construir um modelo físico deve-se partir de postulados baseados na observação e que as distribuições radial e axial de defeitos e a taxa de eliminação de defeitos deveriam ser considerados como um conjunto de postulados.

Ainda foi dito por Carlson que na ausência de determinações independentes dos valores dos parâmetros presentes em seu modelo ele se viu obrigado a utilizar ajustes dos dados experimentais para estimá-lo (o que caracterizaria, segundo ele, seu modelo como semi-empírico). Porém, seus parâmetros tem significado físico e os dos outros modelos não.

Quanto a crítica 1, Carlson diz que é muito difícil justificar uma distribuição axial de defeitos, que produzirá um decréscimo logarítmico inicial na taxa de encurtamento dos traços e também em seguida ($\approx 11 \mu\text{m}$) produzirá uma sensível aceleração no encurtamento. Por causa da relação inversa entre taxa local de annealing e a densidade local de defeitos, a densidade de defeitos aumentaria exponencialmente no sentido das pontas dos traços ao centro axial para poder gerar uma redução logarítmica na taxa de annealing. Mas,

para explicar a aceleração da taxa de annealing quando os traços tiverem $\approx 11\mu\text{m}$, nesta região central a densidade de defeitos teria um declive acentuado. Isto contradiz o esperado: a densidade de defeitos deve ser maior no centro axial do traço e decrescer monotonicamente até suas pontas (isto porque os fragmentos de fissão geralmente produzem suas maiores densidades de danos no início de sua trajetória com a densidade de defeitos diminuindo quanto mais ele penetra no mineral). Segundo Carlson esta inconsistência o levou a considerar que a distribuição radial de defeitos estaria interagindo com a distribuição axial e fazendo com que a taxa de encurtamento dos traços inicialmente diminuísse e no estágio final acelerasse.

Quanto a crítica 2) Carlson responde que a mudança no mecanismo que resulta na aceleração da redução dos traços justifica sua postura. Ou seja o conceito (mudança no mecanismo) é baseado em teorias físicas e somente os valores dos parâmetros para a segmentação é que são extraídos dos dados experimentais. No entanto ele reconhece que o processo de segmentação não tem igual probabilidade de ocorrer em todos os pontos de um traço. Isto porque a segmentação tem mais chance de ocorrer em regiões onde o raio do traço é menor. Assim, os traços menores tem maior chance de se segmentar que os maiores e as pontas dos traços também tem maior chance que as regiões centrais.

À crítica 3) Carlson responde que a discordância sobre os efeitos da anisotropia sobre o annealing pode ser mais aparente que real. Na verdade ele acredita que a segmentação e a anisotropia em estágios avançados do annealing contribuem conjuntamente. Ou seja, neste caso, traços a altos ângulos do eixo C que são mais curtos tem maior probabilidade de se segmentar, mas isto estaria sendo descrito com o “refinamento” proposto na sua resposta à crítica 2) de Green et al., 1993.

Quanto à crítica 4) Carlson diz que a forma da distribuição radial de defeitos foi assumida porque é uma distribuição gaussiana quem melhor explica os resultados obtidos a

partir dos experimentos de espalhamento de raios X a baixos ângulos e de difração de neutrons sobre traços de partículas carregadas.

Em resposta à crítica 5) Carlson diz que ele já havia visto a estrutura de resíduos citada por Green et al., 1993, mas que somente um pequeno número destes resíduos são maiores que as incertezas das medidas de comprimentos de traços. O motivo desta estrutura segundo ele é a simplificação adotada na forma da distribuição radial de defeitos. Se uma gaussiana fosse adotada para se descrever esta distribuição, esta estrutura não existiria. Porém, “that exercise might be warranted for applications that depend upon knowing mean track lengths to within a small fraction of a micrometer, if one is convinced that the uncertainties in the experimental data are sufficiently small to ensure that the structure in the residual is not an experimental artifact”

1.5.-Objetivos da tese.

Os principais objetivos deste trabalho são: i) a obtenção de um melhor entendimento dos processos envolvidos no annealing de traços de fissão em apatitas e ii) a apresentação de um conjunto de dados mais completo do que os existentes na literatura.

Os poucos grandes conjuntos de dados existentes na literatura (Green et al., 1986; Donelick, 1991 e Crowley et al., 1991) se preocuparam apenas com a redução do comprimento de traços devido a sua importância na obtenção de histórias térmicas de minerais e devido a problemas relacionados com a eficiência de contagem quando se efetua medidas de densidade de traços (há um conjunto de dados em que a densidade foi medida (Green, 1988) porém todos os tratamentos térmicos estão a uma hora de aquecimento). Além disto, nestes conjuntos os dados estão concentrados na região onde $r > 0.5$ (que é a região acessível às medidas de r) o que dificulta ajustes de curvas nas regiões onde $r < 0.5$. Ou seja apesar de sabermos que para $r < 0.5$ a curva tem uma queda abrupta, os ajustes não necessariamente se preocuparão com esta região, já que ela não possui dados experimentais.

As medidas de densidade neste caso são mais indicadas, já que diferentemente das de comprimento, elas são contínuas mesmo nesta região. Além disto, como os traços computados nesta medida são cortes de traços (ao se polir os grãos de apatitas todos os pedaços de traços presentes na matriz que cruzam a superfície são traços atacáveis), os efeitos da segmentação serão sentidos com menor intensidade que nas medidas de comprimento. Isto porque mesmo antes da segmentação os traços pequenos são já existentes. Ou seja supondo que o gap seja pequeno em relação ao tamanho do traço, quando o polimento for efetuado pelo menos uma pequena fração do traço será atacável e não necessariamente difícil de ser observada ao microscópio óptico depois do ataque químico.

O modelo empírico proposto por Donelick para descrever a anisotropia do annealing estoura quando r é menor que ≈ 0.7 (Carlson, 1993b). Assim levando-se em conta a

anisotropia do annealing uma medida direta do comportamento do annealing em uma determinada orientação cristalina também tem bastante importância dentro dos nossos objetivos.

Tendo em vista os objetivos descritos acima neste trabalho apresentamos um conjunto de dados experimentais obtidos em uma apatita coletada na região de Itambé, Ba., Brasil (amostra A-1 que foi doada pelo professor Gilberto Amaral). Os tratamentos térmicos efetuados nesta amostra foi de 1, 10, 100, e 1000 horas à temperaturas constantes que variam de 150⁰C à 600⁰C. Para estudar os efeitos de anisotropia medimos de forma direta os comprimentos dos traços de fissão em faces basais (perpendicular ao eixo C) e em faces sem orientação preferencial (SOP). Além do comprimento, também foram medidas a densidade de traços nas faces basais e SOP. Foram feitos aproximadamente 50 tratamentos térmicos (combinações de tempo e temperaturas constantes) nestas amostras. Assim, em cada tratamento de annealing temos quatro medições dadas pela densidade e comprimento nas faces basais e SOP. Também foram efetuadas medidas em amostras da Durango apatita submetidas a tratamentos térmicos de 1h no intervalo de temperaturas de 216-380⁰C .

2.- PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.

2.1.- Composição química da apatita A-1.

A análise química da amostra A-1, foi realizado no IPEN/CNEN em São Paulo pela Pfa. Dra. Ivone Mulako Sato (Chefe da divisão de caracterização química) e pelos técnicos Vera Lúcia R. Salvador (responsável) e Marcos A. Escapin (executor). Para fazer esta análise aproximadamente duas gramas de apatita foi prensada em uma lâmina de alumínio obtendo-se uma pastilha circular. Depois disto, esta pastilha foi levada ao laboratório de fluorescência de raios x onde foi determinado cada elemento químico com o auxílio da técnica WD-XRF, comparando seus espectros com espectros padrões. Os resultados obtidos no dia 7 de novembro de 1997 estão dados na tabela 2.1.1.

Elemento	Teor (%...)	Elemento	Teor(%...)	Elemento	Teor(%...)
Na	0.016	Cu	0.020	Sr	0.035
Al	0.0047	Zn	0.010	Ni	0.0061
Si	1.91	Y	0.0069	F	1.33
P	8.55	Pb	0.0088	Cl	0.034
S	0.41	U	0.0016	LOI	0.080
Ca	37.9	Th	0.060	K	< 0.0010
Mn	0.021	Ce	0.079	Ti	< 0.0010
Fe	0.031	Nd	0.027	La	< 0.0010

Tabela 2.1.1.- Resultado da análise química da amostra da apatita, A-1.

Nesta tabela podemos observar que a razão de Cloro / Flúor é: Cl/F \approx 0.03.

A amostra de apatita de Durango é uma amostra padrão (doada pelo Professor Giulio Bigazzi) com razão Cl/F \approx 0.1, (Green et al., 1986).]

2.2 Irradiação e tratamento térmico.

Antes de cada irradiação as amostras A-1 e a Durango-apatita que são monocristais, foram quebradas e peneiradas para obtermos grãos com granulometria entre ≈ 100 e $500 \mu\text{m}$ depois disto elas foram aquecidas durante 10 horas à 450°C para apagar totalmente os traços fósseis. Estas amostras foram irradiadas com neutrons térmicos na posição 14B na prateleira 5, no reator do IPEN/CNEN em São Paulo, pela Pfra. Dra. Marina Koskinas. A amostra A-1 foi irradiada com uma fluência de $5 \times 10^{15} \text{ n}^0/\text{cm}^2$ (irradiação I-08/92-16) e a amostra de Durango-apatita com uma fluência de $2 \times 10^{15} \text{ n}^0/\text{cm}^2$ (irradiação I-10/96-94).

Os tratamentos térmicos foram realizados em um forno confeccionado pela industria FOR-LABO LTDA. S.P. com um alcance máximo de temperatura de 1200°C . Este forno possui um controle digital OMRON, com uma precisão nominal média de $\pm 0.5\%$ na temperatura fixada. Cada ponto de temperatura foi monitorado com um termopar localizado a $\approx 5\text{mm}$., donde se encontrava a amostra. Durante cada experimento observou-se uma oscilação de $\pm 1^{\circ}\text{C}$ para a maior parte dos aquecimentos e até $\pm 3^{\circ}\text{C}$ em outros. Na tabela 2.2.1 apresentamos as temperaturas de aquecimento e seus respectivos erros. A Durango-apatita foi aquecida só a uma hora em nove pontos de temperatura entre $240\text{-}380^{\circ}\text{C}$, enquanto que a A-1 em todos os pontos indicados na tabela 2.2.1.

Tempo	1 hora	10 horas	100 horas	1000 horas
T	216 ± 3	200 ± 3	171 ± 3	152 ± 3
E	241 ± 2	216 ± 3	213 ± 3	186 ± 3
M	271 ± 1	241 ± 2	216 ± 2	213 ± 2
P	301 ± 1	271 ± 1	241 ± 1	216 ± 1
E	325 ± 1	291 ± 1	261 ± 1	231 ± 1
R	340 ± 1	301 ± 3	271 ± 3	241 ± 3
A	350 ± 1	315 ± 1	281 ± 1	250 ± 1
T	360 ± 1	325 ± 1	291 ± 1	261 ± 1
U	370 ± 1	330 ± 1	301 ± 1	271 ± 1
R	380 ± 1	340 ± 1	310 ± 1	281 ± 1
A	390 ± 1	-	-	-
(°C)	400 ± 1	-	-	-
	450 ± 1	-	-	-
	500 ± 1	-	-	-
	600 ± 1	-	-	-
	800 ± 1	-	-	-

Tabela 2.2.1- Temperaturas de aquecimento e seus respectivos erros, devido às flutuações ocorridas no forno.

2.3 Polimento

Para se observar os traços de fissão ao microscópio óptico é necessário que os grãos de apatita sejam montados em uma resina transparente, polidos e atacados quimicamente.

As amostras de apatitas em nosso caso possuem granulometria $\geq 100 \mu\text{m}$. Para se obter as apatitas montadas na resina, inicialmente untamos um molde (casca cilíndrica de ≈ 2 cm de raio e tampa móvel no fundo) com graxa dissolvida em benzina. Após isto despejamos entre 600 e 1000 grãos de apatita no fundo do molde e em seguida ≈ 5 ml de resina líquida (resina epoxi), misturada com oito gotas de endurecedor (catalisador). Depois de ≈ 30 minutos a montagem pode ser retirada do molde, pois a resina já está solidificada. Desta forma obtemos um bloco cilíndrico de resina transparente no qual em uma das superfícies estão incrustados os grãos de apatita.

Para se polir as amostras utilizamos uma politriz com controles automáticos de tempo e rotação do disco de polimento. Antes de iniciar o polimento das amostras com pasta de diamante, foi efetuado um lixamento com uma lixa de granulometria de $\approx 10\mu\text{m}$, durante 5 minutos a 200 rpm e com uma massa de 400 gramas sobre a montagem. É importante ressaltar que esta massa pode ser menor, ou o tempo pode diminuir a um minuto dependendo da dureza e tamanhos dos grãos da apatita. Isto porque pode ocorrer que o lixamento desgaste todos os grãos de apatitas até eles sumirem.

O polimento com pasta de diamante foi efetuado em três etapas. Inicialmente foi utilizada uma pasta de granulometria de $6 \mu\text{m}$, durante 15min, a 180rpm, com 400 gramas sobre a amostra. Em seguida se utilizou granulometria de $3\mu\text{m}$ durante 20 minutos à 150 rpm, com 500 gramas sobre a amostra. E finalmente com granulometria de $1\mu\text{m}$, durante 30 min, a 120 rpm, com 500 gramas sobre a amostra.

É importante ressaltar que as montagens devem ser lavadas após cada um dos passos descritos acima para evitar a mistura de granulometrias de pasta de diamante que são diferentes em cada passo.

2.4.- Ataque Químico.

Após o polimento, as amostras estão prontas para serem atacadas quimicamente. Para se obter o ataque químico padrão utilizado neste trabalho, amostras de apatitas contendo traços de fissão induzida foram imersas numa solução de HNO_3 5%, à 20°C durante tempos que variaram de 20-120 segundos.

Na tabela 2.4.1., estão apresentados os valores das densidades e dos comprimentos médios dos traços em função do tempo de ataque. Nesta tabela a primeira coluna corresponde ao tempo de ataque, t , em segundos; a segunda coluna ao número de grãos, η , onde se fez a contagem dos traços atacados que chegaram até a superfície do mineral, a terceira coluna ao número total de traços contados, ($N = \sum x_i$), a quarta a densidade de traços, ρ ; a quinta ao número total de traços confinados, N_c , e a sexta ao comprimento médio dos traços confinados, L , dado em micra. A contagem dos traços foi realizada no centro de cada grão escolhido aleatoriamente, enquanto que o comprimento dos traços confinados foi medido apenas no primeiro traço encontrado (quando foi possível) em cada grão. Foram medidos os comprimentos apenas em traços confinados paralelos a superfície de polimento. Para conseguir medir 100 traços confinados, neste caso são analisados entre 100 e 300 grãos. Os erros das medidas das densidades são desvios padrões de médias de distribuições poissonianas e os dos comprimentos de distribuições gaussianas. As medições tanto de comprimentos como de densidade foram feitas em um microscópio óptico com um aumento nominal de 12.5×100 à óleo como será visto no item seguinte.

Tempo de Ataque (s)	$\eta = N^\circ$ de grãos	$N = \sum x_i$	$\rho \pm 1\sigma$ (10^6 traç/cm ²)	N_c	$L \pm 1\sigma$ (μm)
20	100	1562	3.02 ± 0.08	100	12.48 ± 0.19
30	100	1701	3.28 ± 0.08	100	14.48 ± 0.16
40	100	1768	3.41 ± 0.08	100	15.62 ± 0.14
50	100	1715	3.31 ± 0.08	100	16.39 ± 0.16
60	100	1804	3.48 ± 0.08	100	16.62 ± 0.08
70	100	1860	3.59 ± 0.08	100	16.76 ± 0.09
90	100	-	-	100	16.70 ± 0.09
120	100	-	-	100	16.82 ± 0.10

Tabela 2.4.1- Densidade, ρ , e comprimento, L , em função do tempo de ataque químico (HNO_3 , 5% à 20°C)

Nas figuras 2.4.1 a e b estão mostrados os resultados da tabela 2.4.1. Nestas figuras pode ser notado que há uma subida nos valores de L até o tempo de 50 s seguida de uma estabilização enquanto que a densidade, ρ , experimenta uma subida até o tempo de 40 s para logo se estabilizar. O que se observa experimentalmente é que conforme o tempo de ataque vai aumentando os traços vão ficando cada vez mais largos. Isto faz com que as medidas de densidades de traços nas nossas condições de irradiação se tornem cada vez mais difíceis à partir de 50s de ataque, e no caso das medições de comprimentos os efeitos de bordas devido ao óleo, nos extremos do traço, vão se acentuando fazendo com que o comprimento médio sofra pequenos incrementos a cada passo de ataque a partir de 50 s.

O ataque Químico padrão foi tomado no “joelho” da figura 2.4.1b ou seja em 50 s. Neste tempo de ataque as medidas de densidade e comprimento são menos difíceis de serem efetuadas.

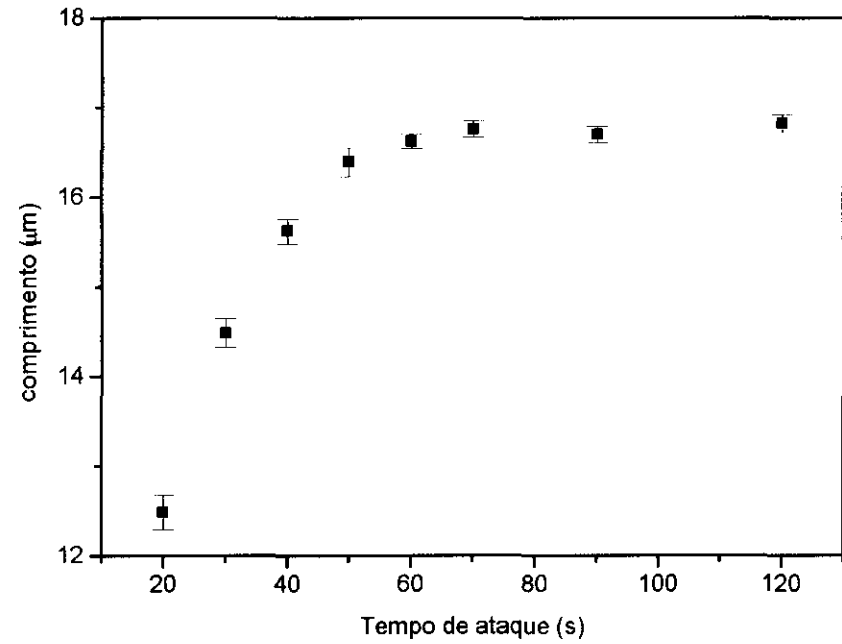
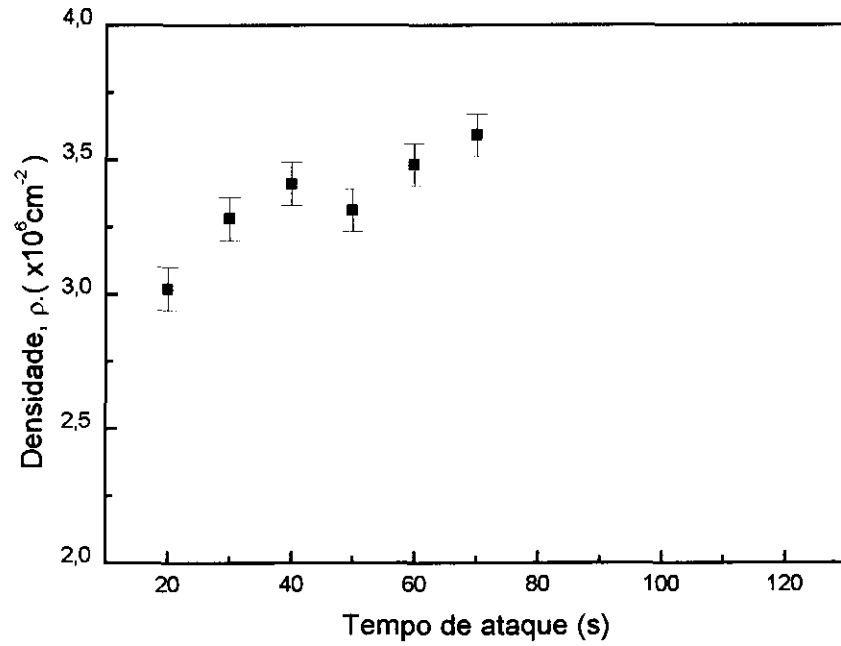
2.5.- Observação ao microscópio óptico e identificação da face basal.

O microscópio utilizado para se efetuar as medidas deste trabalho (Dialux 20EB, Leitz/wetzlar) é dotado de um sistema de eixos (x,y) que possibilita o mapeamento dos grãos de apatita contidos na montagem. As medidas de densidade foram efetuadas com o auxílio de um retículo calibrado, acoplado à ocular do microscópio. Esta área é chamada de campo do microscópio. As medidas de comprimento foram efetuadas com o auxílio de uma régua calibrada acoplada à outra ocular. A menor divisão desta régua é de $1.1378 \mu\text{m}$.

Ao serem efetuadas as medidas, tanto da densidade quanto do comprimento, mapeou-se com um aumento nominal de 12.5×25 toda a área útil através das coordenadas x e y, em que cada grão de apatita estava. A contagem dos traços foi feita com aumento de 12.5×100 à óleo, em cada ponto mapeado no centro do grão de apatita. Um procedimento análogo foi adotado para se determinar o comprimento dos traços. Neste caso mediu-se o primeiro traço confinado encontrado em cada grão mapeado. Foram medidos apenas comprimentos de traços paralelos a superfície do plimento. A identificação da face basal foi efetuada com um aumento nominal de 12.5×25 . Como foi dito anteriormente a apatita possui estrutura cristalina hexagonal e foi suposto que os planos de polimento de cada grão estão aleatoriamente distribuídos. Depois do ataque químico se observa que parte dos grãos apresentam superfícies de polimento com ranhuras grossas e largas (superfícies tipo P na nomenclatura usada por Jonckheere e Van den Haute, 1996). Os traços nestas superfícies tem (quando se utiliza objetivas a seco) a forma de um funil, com abertura grande na superfície e um canal saindo desta superfície e entrando no mineral. Dentro destas superfícies tipo P foram selecionados grãos que apresentavam traços cuja abertura superficial possuía formas próximas de hexágonos regulares (ver fig. 2.5.1c) para obter as medidas nas superfícies basais.

Os traços nas outras superfícies de polimento (tipo S e tipo T na nomenclatura de Van den Haute) são canais simples.

Figura 2.4.1.- Curvas de densidade e comprimento em função do tempo de ataque químico



Quando uma superfície basal e outra não basal são observadas ao microscópio com objetivas à óleo, elas apresentam aproximadamente a mesmas características como pode ser observado nas figuras 2.5.1 d e 2.5.1b, respectivamente.

A diferença na abertura dos traços mostrados nas figuras 2.5.1 a e c é devido ao fato de que o ataque químico é mais rápido na superfície SOP que na superfície basal (ver por exemplo Jonckheere and Van Den Haute,1996)

Conforme o annealing vai aumentando e os traços vão se apagando a identificação da face basal tende a ficar mais difícil. Especificamente isto ocorre quando o annealing é muito severo, por exemplo 380°C-1h, no caso da Durango-apatita. No caso da amostra A-1 é sempre possível identificar a face basal porque esta amostra possui a peculiaridade de ter grandes falhas naturais na sua rede cristalina, o que facilita a identificação da face basal.

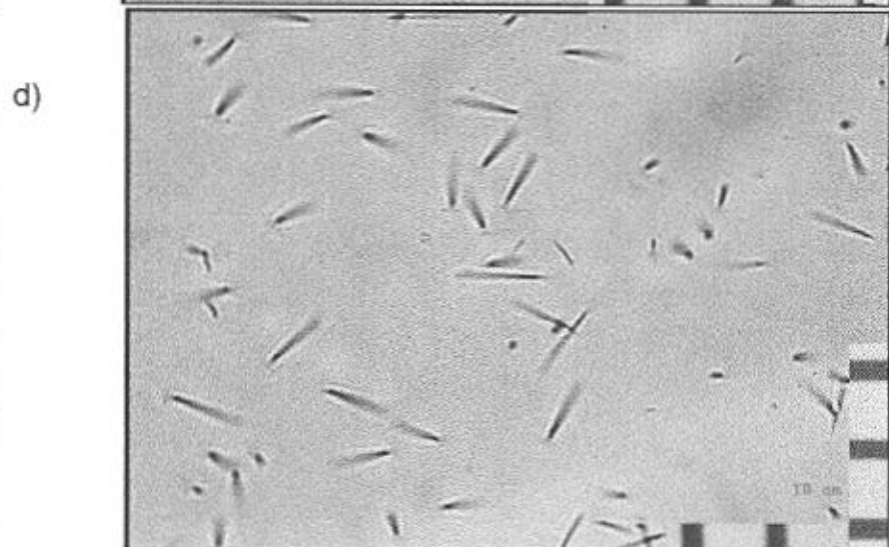
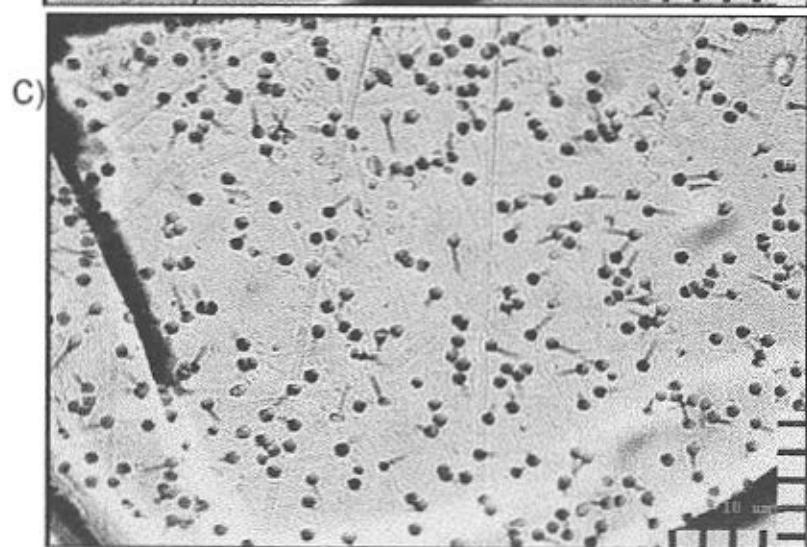
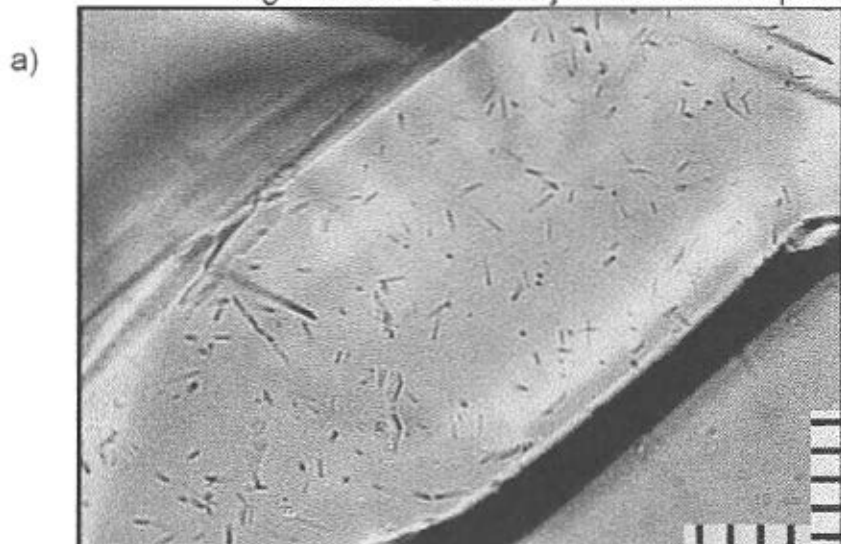
~~Quando efetuamos medidas de comprimento nem todos os grãos possuem pelo~~

~~menos um traço confinado em cada grão. Entretanto quando se anneal~~
este fato no caso de superfícies basais optamos por medir todos os traços confinados que aparecem em cada grão. Isto não conduz a erros sistemáticos já que se tem um traço confinado em cada grão onde não temos efeitos de anisotropia. Para obter 100 traços confinados em cada grão da face basal são analisados entre 40 e 150 grãos, dependendo da intensidade do ataque. No caso das faces sem orientação preferencial (SOP) medimos apenas o primeiro traço que encontramos em cada grão. Na face SOP para se obter 100 traços confinados analisou-se entre 100 e 150 grãos.

No caso da contagem dos traços para obter a densidade são analisados tanto na face basal como na face SOP.

O comprimento médio dos traços confinados foram corrigidos com o método do "Length Bias" proposto por Laslett et al., 1982. Este método é baseado no fato de que os traços maiores possuem maior probabilidade de serem encontrados em uma fratura natural da rede cristalina ou um traço que chegue até a superfície do grão. Ou

Figura 2.5.1 Observação ao microscópio da face basal e da face sem orientação preferencial



seja os traços mais longos possuem maior probabilidade de serem atacados quimicamente que os mais curtos. Desta forma conforme o annealing vai sendo cada vez mais intenso, esta correção vai-se tornando cada vez mais importante. O comprimento corrigido pode ser estimado como:

$$L_{corr} = \sum \left[\frac{n_i}{\sum n_i / L_i} \right] \quad (2.1)$$

Onde L_{corr} é o comprimento médio corrigido, calculado dos n_i traços que correspondem a célula centrada no comprimento l_i do histograma de comprimentos medidos experimentalmente. Assim, com esta correção evita-se que os traços mais curtos sejam subestimados.

3.- RESULTADOS E DISCUÇÕES.

3.1.- Resultados das medidas efetuadas na amostra Durango para tratamentos térmicos de 1h e na amostra A-1 para tratamentos térmicos de 1, 10, 100 e 1000 h.

Na tabela 3.1.1 estão mostrados os resultados das medidas efetuadas na apatita Durango para 1h de aquecimento. Estas medidas foram efetuadas tanto na face basal como em faces sem orientação preferencial (faces SOP). A primeira coluna desta tabela corresponde às temperaturas (em graus celcius) que foram mantidas constantes durante os tratamentos térmicos com 1h de duração. Os valores de η correspondem ao número de grãos nos quais foram efetuadas as medidas de densidade de traços. N é o número total de traços contados no que se refere às medidas de densidade de traços, ρ . Os erros, σ , de ρ foram tomados como sendo desvios padrões de médias de distribuições poissonianas. N_C é o número de traços confinados (paralelos à superfície de polimento) nos quais foram efetuadas as medidas de comprimento. L é o comprimento médio dos traços. Os erros, σ , de L são erros de médias de distribuições gaussianas cujo desvio padrão é S . L_{corr} é o valor do comprimento médio dos traços depois da correção para “Lenght bias”. Os erros de L_{corr} foram obtidos propagando-se os erros envolvidos na correção para “Lenght bias”. Na linha S.A. (sem annealing) estão mostrados os resultados para amostras que, depois de irradiadas, não foram submetidas a tratamentos térmicos.

Na tabela 3.1.2 estão mostrados os resultados dos comprimentos reduzidos r ($r = L/L_0$, onde L_0 é o comprimento médio dos traços que não sofreram annealing) e das densidades reduzidas d ($d = \rho/\rho_0$, onde ρ_0 é a densidade no controle S.A.) obtidos a partir da tabela 3.1.1. Nesta tabela também estão mostrados os comprimentos reduzidos corrigidos para “Lenght bias”, r_{corr} ($r_{corr} = L_{corr}/L_{0corr}$, onde L_{0corr} é o comprimento médio corrigido para “Lenght bias” em amostras que não sofreram tratamentos térmicos) que também foram obtidas a partir da tabela 3.1.1. Os erros das medidas de r , r_{corr} e d são erros de razões de médias, obtidas propagando-se os erros dos componentes destas razões.

Nas tabelas 3.1.3, 3.1.5, 3.1.7, e 3.1.9 estão mostrados os resultados das medidas efetuadas na apatita A-1 para 1, 10, 100, e 1000 h de aquecimento a temperaturas constantes. Os símbolos contidos nestas tabelas são os mesmos que os da tabela 3.1.1.

Nas tabelas 3.1.4, 3.1.6, 3.1.8 e 3.1.10 estão mostrados os valores de r , r_{corr} e d obtidos a partir das tabelas 3.1.3, 3.1.5, 3.1.7 e 3.1.9 respectivamente.

Na figura 3.1.1 estão mostrados os histogramas dos comprimentos dos traços na face basal e nas faces SOP para as apatitas Durango e A-1 em amostras que não foram aquecidas e naquelas que foram submetidas a tratamentos térmicos de 1h de duração à temperaturas constantes.

Nas figuras 3.1.2, 3.1.3, e 3.1.4 estão mostrados os histogramas dos comprimentos de traços obtidos a partir de medidas efetuadas na amostra A-1 depois dela ser submetida a tratamentos térmicos de 10, 100 e 1000 h de aquecimento.

Os valores de r contidos nas tabelas 3.1.2, 3.1.4, 3.1.6, 3.1.8 e 3.1.10 são bastante compatíveis com aqueles obtidos por Green et al., 1986. Porém, estes valores quando comparados com os do Crowley et al., 1991 mostram sempre compatibilidade apenas nos casos onde $r \geq 0.7$. Quando $r < 0.7$ os valores de Crowley et al., 1991 são sensivelmente menores para casos onde os tempos de aquecimento foram de 1 e 10 h Para tempos de aquecimentos de 100 e 1000 h todos os conjuntos deram resultados de r bastantes parecidos.

A evolução dos histogramas também é bastante parecida em todos os conjuntos de dados.

Os desvios padrões obtidos na apatita Durango são semelhantes àqueles obtidos por Green et al., 1986 e por Crowley et al., 1991, na flúor apatita pura. Quanto àqueles referentes à amostra A-1, eles são um pouco maiores que os de Green et al., para $r > 0.7$, sendo que esta diferença se acentua quando $r < 0.7$. Neste caso eles são muito parecidos com aqueles obtidos por Crowley et al., na estrôncio flúorapatita. Porém ainda são um pouco maiores.

Tabela 3.1.1.- Resultados das medidas de densidades (ρ) e comprimento (L) na amostra Durango tanto na face basal como em faces sem orientação preferencial (SOP) para uma hora de aquecimento.

T(°C)	Face basal							Face sem orientação preferencial						
	η	N	$\rho \pm 1\sigma$ ($\times 10^5 \text{ cm}^{-2}$)	N_C	$L \pm 1\sigma$ (μm)	S (μm)	$L_{\text{corr}} \pm 1\sigma$ (μm)	η	N	$\rho \pm 1\sigma$ ($\times 10^5 \text{ cm}^{-2}$)	N_C	$L \pm 1\sigma$ (μm)	S (μm)	$L_{\text{corr}} \pm 1\sigma$ (μm)
S.A.	100	920	7.90 ± 0.26	100	16.06 ± 0.08	0.84	16.01 ± 0.10	100	891	7.65 ± 0.26	100	16.26 ± 0.08	0.81	16.16 ± 0.09
241	100	1292	6.24 ± 0.17	82	14.57 ± 0.09	0.79	14.48 ± 0.08	100	1273	6.15 ± 0.17	100	14.81 ± 0.07	0.70	14.75 ± 0.08
271	100	1217	5.88 ± 0.17	70	13.49 ± 0.10	0.83	13.41 ± 0.08	100	1227	5.93 ± 0.17	100	13.23 ± 0.13	1.26	13.07 ± 0.12
301	100	1111	5.37 ± 0.16	95	12.43 ± 0.10	0.98	12.32 ± 0.10	100	1109	5.36 ± 0.16	100	12.57 ± 0.12	1.24	12.42 ± 0.12
325	100	978	4.72 ± 0.15	100	10.94 ± 0.10	1.05	10.95 ± 0.10	100	1025	4.95 ± 0.15	100	11.65 ± 0.11	1.09	11.59 ± 0.13
340	100	812	3.92 ± 0.14	78	10.00 ± 0.16	1.42	9.94 ± 0.13	100	907	4.38 ± 0.15	100	10.33 ± 0.11	1.13	10.34 ± 0.10
350	100	1405	3.26 ± 0.13	60	10.05 ± 0.21	1.61	9.89 ± 0.16	100	623	3.01 ± 0.12	100	9.74 ± 0.14	1.41	9.62 ± 0.14
360	100	353	1.70 ± 0.09	25	8.19 ± 0.36	1.81	7.81 ± 0.18	100	268	1.29 ± 0.08	100	9.16 ± 0.20	2.01	8.77 ± 0.20
370	100	356	0.764 ± 0.040	-	-	-	-	100	138	0.228 ± 0.019	50	9.27 ± 0.39	2.77	8.43 ± 0.26
380	-	-	-	-	-	-	-	100	51	0.110 ± 0.015	-	-	-	-

Tabela. 3.1.2.- Comprimentos e densidades reduzidas na Durango para tratamentos térmicos de 1h.

T (°C)	Face Basal			Face sem orientação preferencial		
	$r \pm 1\sigma$ (L/L ₀)	$r_{\text{corr}} \pm 1\sigma$ (L _{corr} /L _{0 corr})	$d \pm 1\sigma$ (ρ/ρ_0)	$r \pm 1\sigma$ (L/L ₀)	$r_{\text{corr}} \pm 1\sigma$ (L _{corr} /L _{0 corr})	$d \pm 1\sigma$ (ρ/ρ_0)
241	0.907 ± 0.007	0.904 ± 0.008	0.790 ± 0.034	0.911 ± 0.006	0.913 ± 0.008	0.804 ± 0.035
271	0.840 ± 0.008	0.838 ± 0.007	0.744 ± 0.033	0.814 ± 0.009	0.809 ± 0.009	0.775 ± 0.034
301	0.744 ± 0.007	0.770 ± 0.008	0.680 ± 0.030	0.773 ± 0.008	0.762 ± 0.009	0.701 ± 0.032
325	0.653 ± 0.007	0.684 ± 0.008	0.597 ± 0.027	0.716 ± 0.008	0.717 ± 0.009	0.647 ± 0.029
340	0.623 ± 0.010	0.621 ± 0.009	0.496 ± 0.024	0.635 ± 0.007	0.640 ± 0.007	0.573 ± 0.028
350	0.625 ± 0.013	0.618 ± 0.011	0.413 ± 0.021	0.599 ± 0.009	0.595 ± 0.009	0.393 ± 0.021
360	0.510 ± 0.015	0.488 ± 0.011	0.215 ± 0.013	0.563 ± 0.013	0.543 ± 0.013	0.169 ± 0.012
370	-	-	0.096 ± 0.006	0.570 ± 0.024	0.522 ± 0.016	0.030 ± 0.003
380	-	-	-	-	-	0.014 ± 0.003

Tabela 3.1.3.- Resultados das medições de densidade e comprimento na amostra A-1 tanto na face basal como nas faces SOP para 1h.

T(°C)	Face basal							Face sem orientação preferencial (SOP)						
	η	N	$\rho \pm 1\sigma$ ($\times 10^6 \text{ cm}^{-2}$)	N _c	L $\pm 1\sigma$ (μm)	S (μm)	L _{corr} $\pm 1\sigma$ (μm)	η	N	$\rho \pm 1\sigma$ ($\times 10^6 \text{ cm}^{-2}$)	N _c	L $\pm 1\sigma$ (μm)	S (μm)	L _{corr} $\pm 1\sigma$ (μm)
S.A.	100	1769	3.42 \pm 0.08	100	16.30 \pm 0.09	0.90	16.17 \pm 0.11	100	1781	3.44 \pm 0.08	100	16.34 \pm 0.08	0.80	16.27 \pm 0.10
216	100	1608	3.11 \pm 0.08	100	15.35 \pm 0.10	1.01	15.15 \pm 0.11	100	1527	3.27 \pm 0.08	100	15.53 \pm 0.11	1.09	15.30 \pm 0.12
271	100	1451	2.80 \pm 0.07	100	13.67 \pm 0.07	0.73	13.60 \pm 0.07	100	1498	2.89 \pm 0.07	100	13.85 \pm 0.11	1.14	13.69 \pm 0.11
301	100	1226	2.37 \pm 0.07	100	12.25 \pm 0.09	0.89	12.18 \pm 0.08	100	1308	2.53 \pm 0.07	100	12.85 \pm 0.12	1.20	12.73 \pm 0.11
325	100	1177	2.27 \pm 0.07	100	11.46 \pm 0.13	1.30	11.43 \pm 0.12	100	1242	2.40 \pm 0.07	100	11.69 \pm 0.15	1.47	11.49 \pm 0.14
340	100	1067	2.06 \pm 0.06	100	10.96 \pm 0.18	1.76	10.85 \pm 0.16	100	1127	2.18 \pm 0.06	100	11.03 \pm 0.21	2.05	10.68 \pm 0.20
350	100	1389	1.19 \pm 0.03	100	10.60 \pm 0.20	1.99	10.60 \pm 0.20	100	1428	1.23 \pm 0.03	100	10.81 \pm 0.27	2.71	10.02 \pm 0.27
360	100	772	0.373 \pm 0.013	100	9.74 \pm 0.24	2.42	9.05 \pm 0.24	100	892	0.413 \pm 0.014	100	10.21 \pm 0.31	3.05	9.21 \pm 0.30
370	100	453	0.093 \pm 0.004	100	10.09 \pm 0.33	3.28	8.77 \pm 0.33	100	614	0.132 \pm 0.005	100	10.44 \pm 0.33	3.27	9.17 \pm 0.33
380	100	370	0.079 \pm 0.004	100	10.16 \pm 0.33	3.32	8.81 \pm 0.34	100	353	0.076 \pm 0.004	100	10.97 \pm 0.30	2.99	9.87 \pm 0.32
380*	-	-	-	100	9.91 \pm 0.30	3.31	8.88 \pm 0.30	-	-	-	100	11.24 \pm 0.30	3.00	10.25 \pm 0.31
380**	100	421	0.090 \pm 0.004	100	10.56 \pm 0.31	3.07	9.25 \pm 0.33	100	464	0.100 \pm 0.007	100	10.98 \pm 0.30	2.99	9.87 \pm 0.32
390	100	232	0.050 \pm 0.003	100	10.14 \pm 0.33	3.30	8.99 \pm 0.32	100	348	0.075 \pm 0.004	100	10.63 \pm 0.32	3.21	9.45 \pm 0.33
400	100	224	0.048 \pm 0.003	100	10.70 \pm 0.34	3.39	9.33 \pm 0.35	100	231	0.050 \pm 0.003	100	11.20 \pm 0.31	3.09	10.14 \pm 0.32
450	100	135	0.029 \pm 0.003	100	9.87 \pm 0.33	3.27	8.51 \pm 0.34	100	174	0.037 \pm 0.003	100	10.42 \pm 0.31	3.10	9.06 \pm 0.34
500	100	76	0.016 \pm 0.002	100	10.31 \pm 0.35	3.51	8.91 \pm 0.36	100	91	0.020 \pm 0.002	100	11.32 \pm 0.29	2.95	9.20 \pm 0.31
600	100	56	0.012 \pm 0.002	100	9.24 \pm 0.30	3.00	8.09 \pm 0.30	100	50	0.012 \pm 0.002	100	9.51 \pm 0.33	3.29	8.28 \pm 0.31

Tabela 3.1.4.- Comprimentos e densidades reduzidas na A-1 para tratamentos térmicos de 1h.

T (°C)	Face Basal			Face sem orientação Preferencial		
	r (L/L ₀)	r _{corr} (L _{corr} /L _{0 corr})	d (ρ/ρ ₀)	r (L/L ₀)	r _{corr} (L _{corr} /L _{0 corr})	d (ρ/ρ ₀)
216	0.941 ± 0.008	0.937 ± 0.009	0.909 ± 0.031	0.949 ± 0.008	0.940 ± 0.009	0.948 ± 0.032
271	0.839 ± 0.006	0.841 ± 0.007	0.819 ± 0.028	0.847 ± 0.008	0.841 ± 0.009	0.840 ± 0.028
301	0.752 ± 0.007	0.753 ± 0.007	0.693 ± 0.026	0.786 ± 0.008	0.782 ± 0.008	0.735 ± 0.027
325	0.703 ± 0.009	0.707 ± 0.009	0.730 ± 0.028	0.715 ± 0.010	0.706 ± 0.010	0.698 ± 0.026
340	0.672 ± 0.012	0.671 ± 0.011	0.602 ± 0.022	0.674 ± 0.013	0.656 ± 0.013	0.634 ± 0.023
350	0.650 ± 0.013	0.635 ± 0.013	0.348 ± 0.012	0.661 ± 0.017	0.616 ± 0.017	0.358 ± 0.012
360	0.598 ± 0.015	0.560 ± 0.015	0.108 ± 0.004	0.624 ± 0.019	0.566 ± 0.019	0.125 ± 0.004
370	0.619 ± 0.021	0.542 ± 0.021	0.027 ± 0.007	0.638 ± 0.020	0.564 ± 0.021	0.038 ± 0.001
380	0.623 ± 0.021	0.545 ± 0.021	0.023 ± 0.001	0.671 ± 0.019	0.607 ± 0.020	0.022 ± 0.001
380*	0.608 ± 0.019	0.549 ± 0.019	-	0.687 ± 0.018	0.630 ± 0.019	-
380**	0.648 ± 0.019	0.572 ± 0.021	0.026 ± 0.001	0.671 ± 0.019	0.607 ± 0.020	0.029 ± 0.001
390	0.622 ± 0.021	0.556 ± 0.020	0.015 ± 0.001	0.651 ± 0.020	0.581 ± 0.021	0.022 ± 0.001
400	0.656 ± 0.021	0.577 ± 0.022	0.014 ± 0.001	0.685 ± 0.019	0.623 ± 0.020	0.015 ± 0.001
450	0.606 ± 0.021	0.526 ± 0.021	0.0080 ± 0.00081	0.638 ± 0.019	0.557 ± 0.021	0.0110 ± 0.0008
500	0.633 ± 0.022	0.551 ± 0.023	0.0050 ± 0.0006	0.693 ± 0.018	0.565 ± 0.019	0.0058 ± 0.0006
600	0.567 ± 0.019	0.500 ± 0.019	0.0040 ± 0.0007	0.582 ± 0.019	0.509 ± 0.019	0.0032 ± 0.0006

Tabela 3.1.5.- Resultados das medidas de densidade e comprimento na amostra A-1, tanto na face basal como em faces SOP a 10h.

T(°C)	Face basal							Faces sem orientação preferencial (SOP)						
	η	N	$\rho \pm 1\sigma$ ($\times 10^6 \text{ cm}^{-2}$)	N_C	$L \pm 1\sigma$ (μm)	S (μm)	$L_{\text{corr}} \pm 1\sigma$ (μm)	η	N	$\rho \pm 1\sigma$ ($\times 10^6 \text{ cm}^{-2}$)	N_C	$L \pm 1\sigma$ (μm)	S (μm)	$L_{\text{corr}} \pm 1\sigma$ (μm)
S.A.	100	1769	3.42 ± 0.08	100	16.30 ± 0.09	0.90	16.17 ± 0.11	100	1781	3.44 ± 0.08	100	16.34 ± 0.08	0.80	16.27 ± 0.10
201	100	1528	2.95 ± 0.08	100	14.14 ± 0.13	1.30	13.90 ± 0.13	100	1527	2.95 ± 0.08	100	14.53 ± 0.11	1.14	14.41 ± 0.12
241	100	1347	2.60 ± 0.07	100	13.61 ± 0.13	1.28	13.47 ± 0.14	100	1366	2.64 ± 0.07	100	13.86 ± 0.11	1.10	13.72 ± 0.11
271	100	1295	2.50 ± 0.07	100	12.54 ± 0.10	0.99	12.45 ± 0.10	100	1361	2.63 ± 0.07	100	12.88 ± 0.12	1.20	12.79 ± 0.12
291	100	1086	2.10 ± 0.06	100	11.51 ± 0.13	1.26	11.45 ± 0.12	100	1126	2.18 ± 0.06	100	12.01 ± 0.14	1.38	11.89 ± 0.13
301	100	982	1.90 ± 0.06	100	10.59 ± 0.09	1.08	10.58 ± 0.11	100	996	1.92 ± 0.06	100	11.00 ± 0.11	1.10	10.91 ± 0.11
315	100	1405	1.21 ± 0.03	100	10.14 ± 0.13	1.31	10.05 ± 0.13	100	1441	1.24 ± 0.03	100	10.59 ± 0.15	1.46	10.48 ± 0.15
325	100	946	0.812 ± 0.026	100	9.32 ± 0.16	1.56	9.05 ± 0.16	100	1165	1.00 ± 0.02	100	10.10 ± 0.19	1.87	9.72 ± 0.19
330	100	527	0.452 ± 0.020	125	9.19 ± 0.23	2.59	8.45 ± 0.25	100	891	0.765 ± 0.026	125	9.94 ± 0.25	2.80	9.12 ± 0.27
340	100	848	0.182 ± 0.006	110	9.65 ± 0.30	3.12	8.51 ± 0.30	100	749	0.161 ± 0.006	100	10.04 ± 0.31	3.07	8.93 ± 0.32

Tabela 3.1.6.- Comprimentos e densidades reduzidas na A-1 para tratamentos térmicos de 10h.

T (°C)	Face Basal			Face sem orientação preferencial		
	r (L/L ₀)	r _{corr} (L _{corr} /L _{0 corr})	d (ρ/ρ ₀)	r (L/L ₀)	r _{corr} (L _{corr} /L _{0 corr})	d (ρ/ρ ₀)
201	0.867 ± 0.009	0.860 ± 0.010	0.863 ± 0.031	0.889 ± 0.008	0.886 ± 0.009	0.857 ± 0.031
241	0.835 ± 0.009	0.833 ± 0.010	0.760 ± 0.027	0.848 ± 0.008	0.843 ± 0.009	0.767 ± 0.027
271	0.769 ± 0.007	0.770 ± 0.008	0.731 ± 0.027	0.788 ± 0.008	0.786 ± 0.009	0.764 ± 0.027
291	0.706 ± 0.009	0.708 ± 0.009	0.614 ± 0.023	0.735 ± 0.009	0.731 ± 0.009	0.633 ± 0.023
301	0.649 ± 0.008	0.654 ± 0.008	0.556 ± 0.022	0.673 ± 0.007	0.671 ± 0.008	0.558 ± 0.022
315	0.622 ± 0.009	0.622 ± 0.009	0.354 ± 0.012	0.648 ± 0.010	0.644 ± 0.010	0.360 ± 0.012
325	0.572 ± 0.010	0.560 ± 0.011	0.237 ± 0.009	0.618 ± 0.012	0.597 ± 0.012	0.291 ± 0.009
330	0.564 ± 0.014	0.523 ± 0.014	0.132 ± 0.007	0.608 ± 0.016	0.561 ± 0.011	0.222 ± 0.009
340	0.592 ± 0.019	0.526 ± 0.019	0.053 ± 0.002	0.614 ± 0.019	0.549 ± 0.017	0.047 ± 0.002

Tab 3.1.7.- Resultados das medidas de densidade (ρ) e comprimento (L) na mostra A-1 tanto na face basal como em faces SOP para 100 h de aquecimento.

T(°C)	Face basal							Face sem orientação preferencial (SOP)						
	η	N	$\rho \pm 1\sigma$ ($\times 10^6 \text{ cm}^{-2}$)	N_C	$L \pm 1\sigma$ (μm)	S (μm)	$L_{\text{corr}} \pm 1\sigma$ (μm)	η	N	$\rho \pm 1\sigma$ ($\times 10^6 \text{ cm}^{-2}$)	N_C	$L \pm 1\sigma$ (μm)	S (μm)	$L_{\text{corr}} \pm 1\sigma$ (μm)
S.A.	100	1769	3.42 ± 0.08	100	16.30 ± 0.09	0.90	16.17 ± 0.11	100	1781	3.44 ± 0.08	100	16.34 ± 0.08	0.80	16.27 ± 0.10
171	100	1393	2.59 ± 0.07	100	14.51 ± 0.10	1.03	14.42 ± 0.11	100	1480	2.86 ± 0.07	100	14.77 ± 0.10	1.03	14.68 ± 0.11
213	100	1301	2.51 ± 0.07	100	13.53 ± 0.09	0.89	13.45 ± 0.09	100	1334	2.58 ± 0.07	100	13.88 ± 0.09	0.93	13.80 ± 0.10
241	100	1153	2.23 ± 0.07	100	12.34 ± 0.10	0.97	12.28 ± 0.10	100	1225	2.37 ± 0.07	100	12.78 ± 0.13	1.27	12.64 ± 0.12
261	100	1042	2.01 ± 0.06	100	11.34 ± 0.11	1.13	11.28 ± 0.10	100	1106	2.14 ± 0.06	100	12.12 ± 0.11	1.10	12.01 ± 0.10
271	100	908	1.75 ± 0.06	100	10.39 ± 0.11	1.13	10.35 ± 0.10	100	984	1.90 ± 0.06	100	10.83 ± 0.12	1.24	10.80 ± 0.12
281	100	1581	1.36 ± 0.03	100	9.99 ± 0.23	2.58	9.44 ± 0.22	100	1521	1.31 ± 0.03	100	9.79 ± 0.21	2.12	9.31 ± 0.21
291	100	781	0.671 ± 0.024	100	9.49 ± 0.29	2.86	8.67 ± 0.27	100	765	0.657 ± 0.024	100	10.25 ± 0.30	3.06	9.18 ± 0.31
301	100	848	0.182 ± 0.006	100	10.08 ± 0.34	3.38	8.87 ± 0.33	100	890	0.191 ± 0.006	125	10.17 ± 0.34	3.44	8.90 ± 0.34
310	100	468	0.100 ± 0.005	100	10.65 ± 0.30	3.02	9.55 ± 0.33	100	234	0.050 ± 0.003	100	10.41 ± 0.29	2.91	9.51 ± 0.30

Tabela 3.1.8.- Comprimentos e densidades reduzidas na A-1 para tratamentos térmicos de 100h

T (°C)	Face Basal			Face sem orientação preferencial		
	r (L/L ₀)	r _{corr} (L _{corr} /L _{0 corr})	d (ρ/ρ ₀)	r (L/L ₀)	r _{corr} (L _{corr} /L _{0 corr})	d (ρ/ρ ₀)
171	0.902 ± 0.008	0.892 ± 0.008	0.757 ± 0.027	0.904 ± 0.008	0.902 ± 0.009	0.831 ± 0.028
213	0.830 ± 0.007	0.832 ± 0.008	0.734 ± 0.027	0.849 ± 0.007	0.848 ± 0.008	0.750 ± 0.027
241	0.757 ± 0.007	0.759 ± 0.008	0.652 ± 0.026	0.782 ± 0.009	0.774 ± 0.009	0.689 ± 0.026
261	0.696 ± 0.008	0.698 ± 0.008	0.588 ± 0.022	0.742 ± 0.008	0.738 ± 0.008	0.622 ± 0.023
271	0.637 ± 0.008	0.640 ± 0.008	0.512 ± 0.021	0.663 ± 0.008	0.664 ± 0.008	0.552 ± 0.022
281	0.613 ± 0.015	0.584 ± 0.014	0.398 ± 0.013	0.599 ± 0.013	0.572 ± 0.013	0.381 ± 0.022
291	0.582 ± 0.018	0.536 ± 0.017	0.196 ± 0.008	0.627 ± 0.019	0.564 ± 0.019	0.191 ± 0.008
301	0.618 ± 0.021	0.549 ± 0.019	0.053 ± 0.002	0.622 ± 0.021	0.547 ± 0.021	0.055 ± 0.002
310	0.653 ± 0.018	0.591 ± 0.017	0.029 ± 0.001	0.637 ± 0.018	0.585 ± 0.019	0.015 ± 0.001

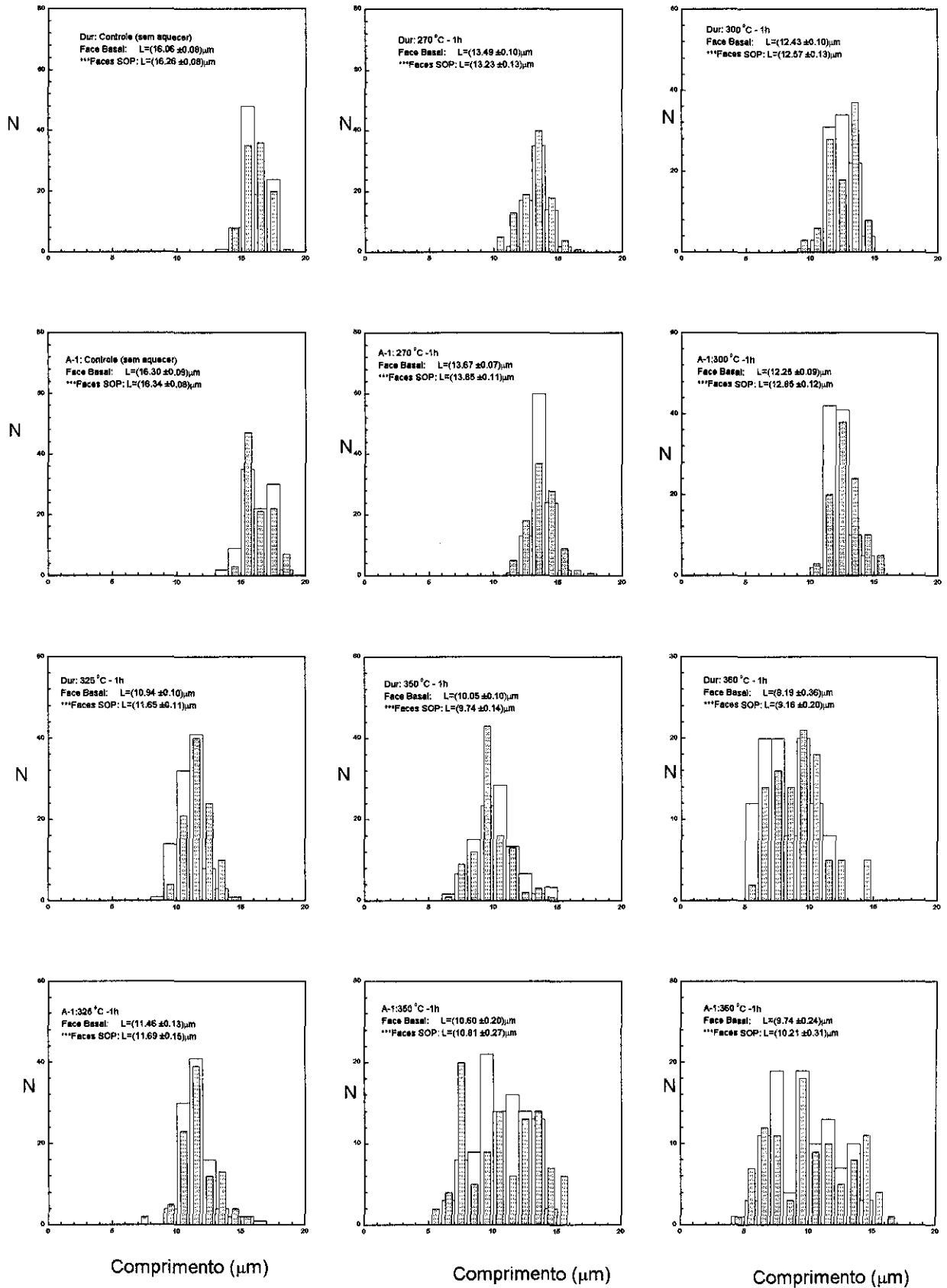
Tabela 3.1.9.- Resultados de densidade (ρ) e comprimento (L) na A-1 tanto na face basal como nas faces SOP para tratamentos térmicos de 1000h.

T(°C)	Face basal							Face sem orientação preferencial (SOP)						
	η	N	$\rho \pm 1\sigma$ ($\times 10^6 \text{ cm}^{-2}$)	N_c	$L \pm 1\sigma$ (μm)	S (μm)	$L_{\text{corr}} \pm 1\sigma$ (μm)	η	N	$\rho \pm 1\sigma$ ($\times 10^6 \text{ cm}^{-2}$)	N_c	$L \pm 1\sigma$ (μm)	S (μm)	$L_{\text{corr}} \pm 1\sigma$ (μm)
S.A.	100	1769	3.42 ± 0.08	100	16.30 ± 0.09	0.90	16.17 ± 0.11	100	1781	3.44 ± 0.08	100	16.34 ± 0.08	0.80	16.27 ± 0.10
152	100	1435	2.77 ± 0.07	100	14.51 ± 0.09	0.93	14.41 ± 0.10	100	1463	2.83 ± 0.07	100	14.80 ± 0.10	0.86	14.76 ± 0.09
186	100	1255	2.42 ± 0.07	100	13.89 ± 0.09	0.87	13.86 ± 0.09	100	1437	2.78 ± 0.07	100	14.08 ± 0.11	1.05	13.97 ± 0.11
213	100	1195	2.31 ± 0.07	100	12.69 ± 0.11	1.09	12.69 ± 0.11	100	1276	2.46 ± 0.07	100	13.15 ± 0.10	1.04	13.09 ± 0.11
231	100	984	1.90 ± 0.06	100	11.00 ± 0.14	1.42	10.93 ± 0.12	100	1069	2.06 ± 0.06	100	11.44 ± 0.11	1.12	11.41 ± 0.11
241	100	958	1.85 ± 0.06	100	10.70 ± 0.14	1.44	10.64 ± 0.14	100	1008	1.95 ± 0.06	100	10.94 ± 0.12	1.17	10.88 ± 0.11
250	100	2005	1.72 ± 0.04	100	9.96 ± 0.14	1.36	9.85 ± 0.13	100	926	1.79 ± 0.06	100	10.33 ± 0.13	1.29	10.29 ± 0.13
261	100	1463	1.26 ± 0.03	100	10.08 ± 0.21	2.09	9.58 ± 0.21	100	1438	1.23 ± 0.03	100	9.89 ± 0.19	1.86	9.58 ± 0.18
271	100	574	0.493 ± 0.021	100	9.53 ± 0.27	2.44	8.89 ± 0.24	100	473	0.406 ± 0.019	125	10.91 ± 0.28	2.81	10.15 ± 0.28
281	100	200	0.043 ± 0.003	100	10.46 ± 0.33	3.27	9.30 ± 0.33	100	334	0.072 ± 0.004	100	10.82 ± 0.32	3.24	9.69 ± 0.33

Tabela 3.1.10 .- Comprimentos e densidades reduzidas na A-1 para tratamentos térmicos de 1000h.

T (°C)	Face Basal			Face sem orientação preferencial		
	r (L/L ₀)	r _{corr} (L _{corr} /L _{0 corr})	d (ρ/ρ ₀)	r (L/L ₀)	r _{corr} (L _{corr} /L _{0 corr})	d (ρ/ρ ₀)
152	0.890 ± 0.007	0.891 ± 0.009	0.810 ± 0.028	0.906 ± 0.007	0.907 ± 0.008	0.823 ± 0.028
186	0.852 ± 0.007	0.857 ± 0.008	0.708 ± 0.026	0.862 ± 0.008	0.859 ± 0.009	0.808 ± 0.028
213	0.779 ± 0.008	0.785 ± 0.009	0.675 ± 0.026	0.805 ± 0.007	0.805 ± 0.008	0.715 ± 0.026
231	0.675 ± 0.009	0.676 ± 0.009	0.556 ± 0.022	0.700 ± 0.008	0.701 ± 0.008	0.599 ± 0.022
241	0.656 ± 0.009	0.658 ± 0.010	0.541 ± 0.022	0.670 ± 0.008	0.672 ± 0.008	0.567 ± 0.022
250	0.611 ± 0.009	0.609 ± 0.008	0.503 ± 0.017	0.632 ± 0.009	0.632 ± 0.009	0.520 ± 0.021
261	0.618 ± 0.013	0.592 ± 0.014	0.368 ± 0.012	0.605 ± 0.012	0.589 ± 0.012	0.358 ± 0.012
271	0.585 ± 0.016	0.550 ± 0.015	0.144 ± 0.007	0.667 ± 0.017	0.624 ± 0.018	0.188 ± 0.006
281	0.652 ± 0.018	0.575 ± 0.021	0.013 ± 0.009	0.662 ± 0.020	0.596 ± 0.021	0.021 ± 0.001

Figura 3.1.1.- Histogramas do comprimento na face basal e nas faces sem orientação preferencial (SOP), das amostras durango e A-1, para tratamentos térmicos de 1h.



Continuação da figura 3.1.1

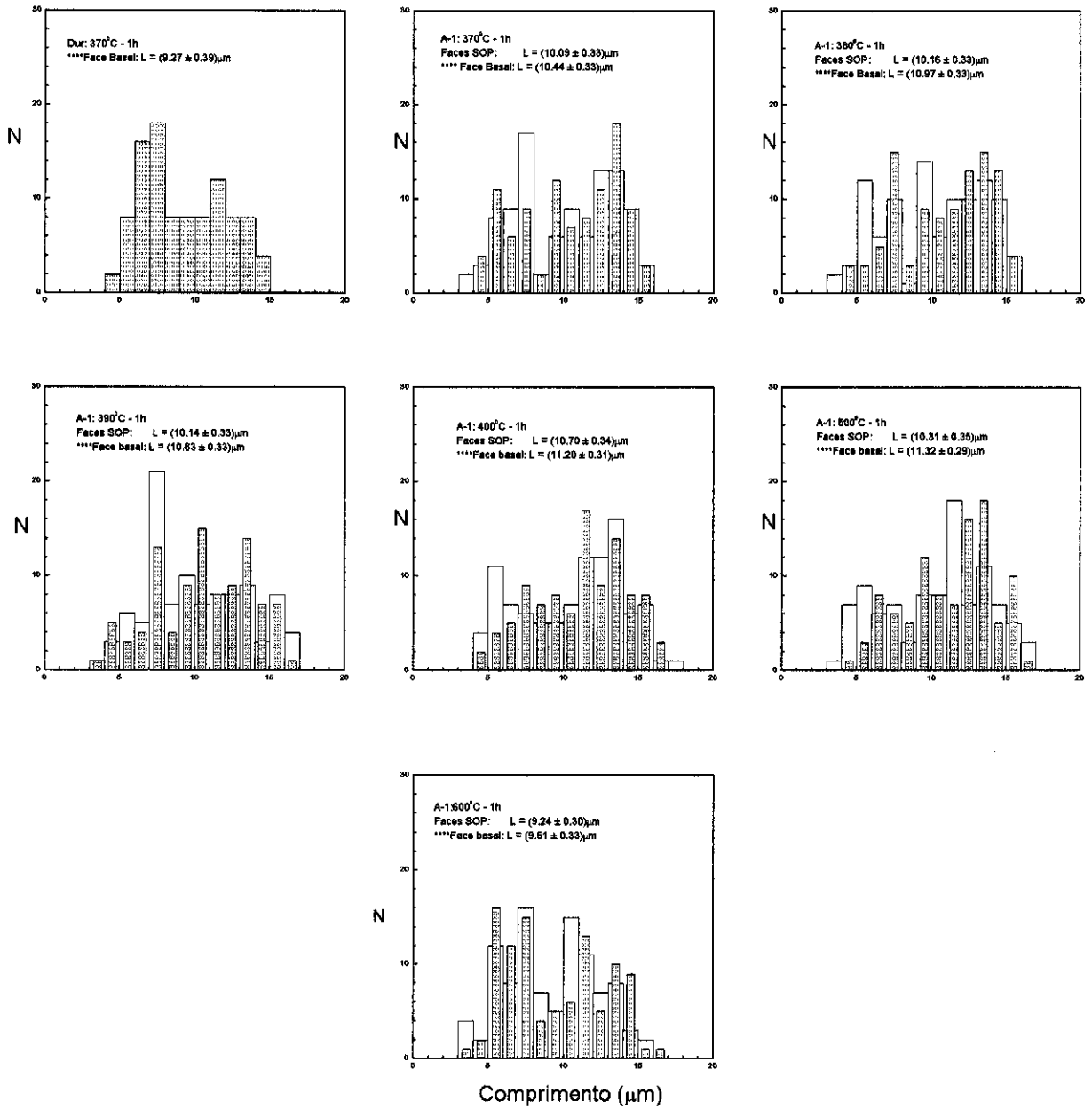


Figura 3.1.2.- Histogramas do comprimento na face basal e nas faces sem orientação preferencial da amostra A-1, para tratamentos térmicos de 10h.

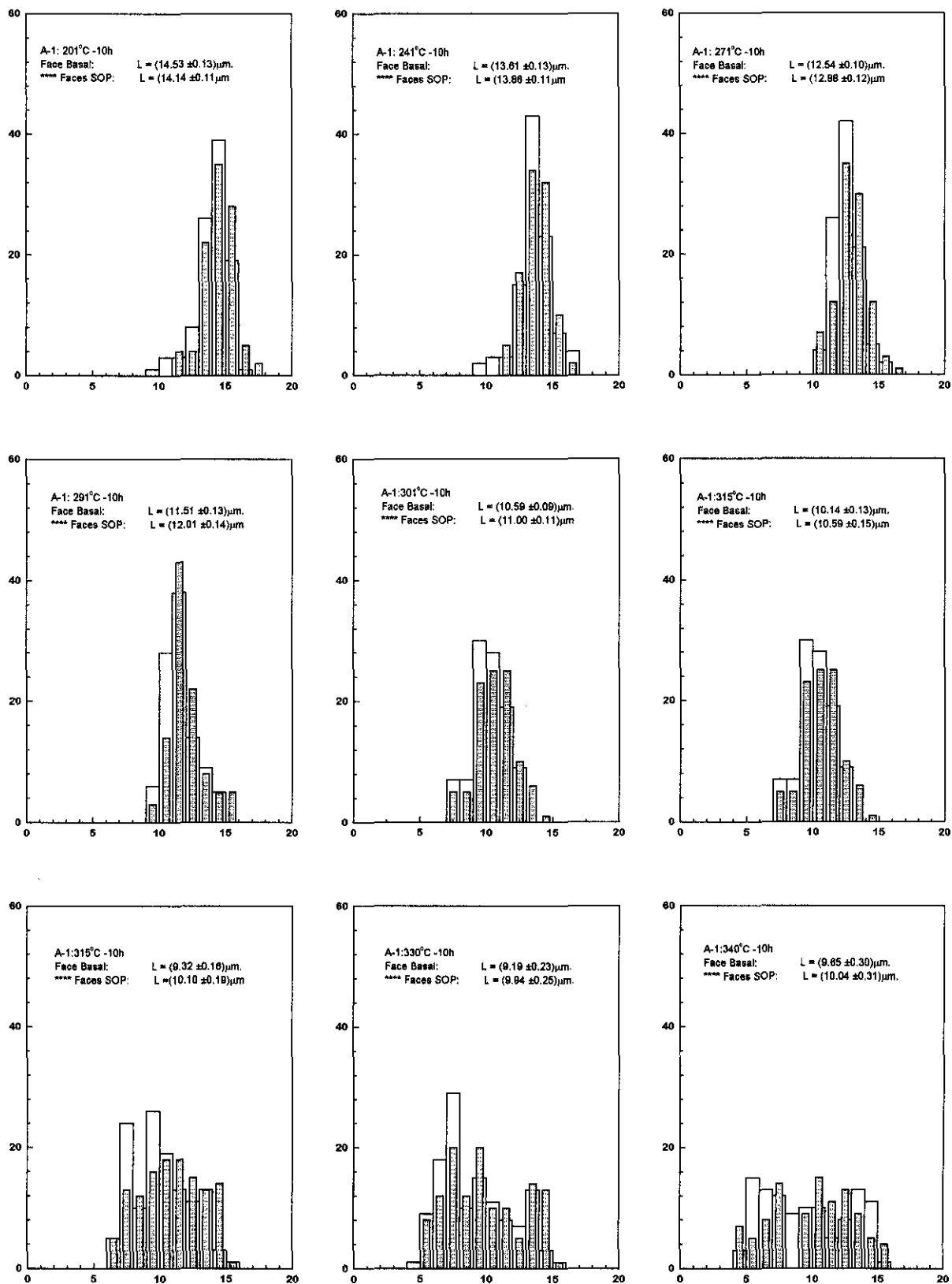


Figura 3.1.3.- Histogramas de comprimento na face basal e nas faces SOP,
na amostra A-1 para tratamentos térmicos de 100h.

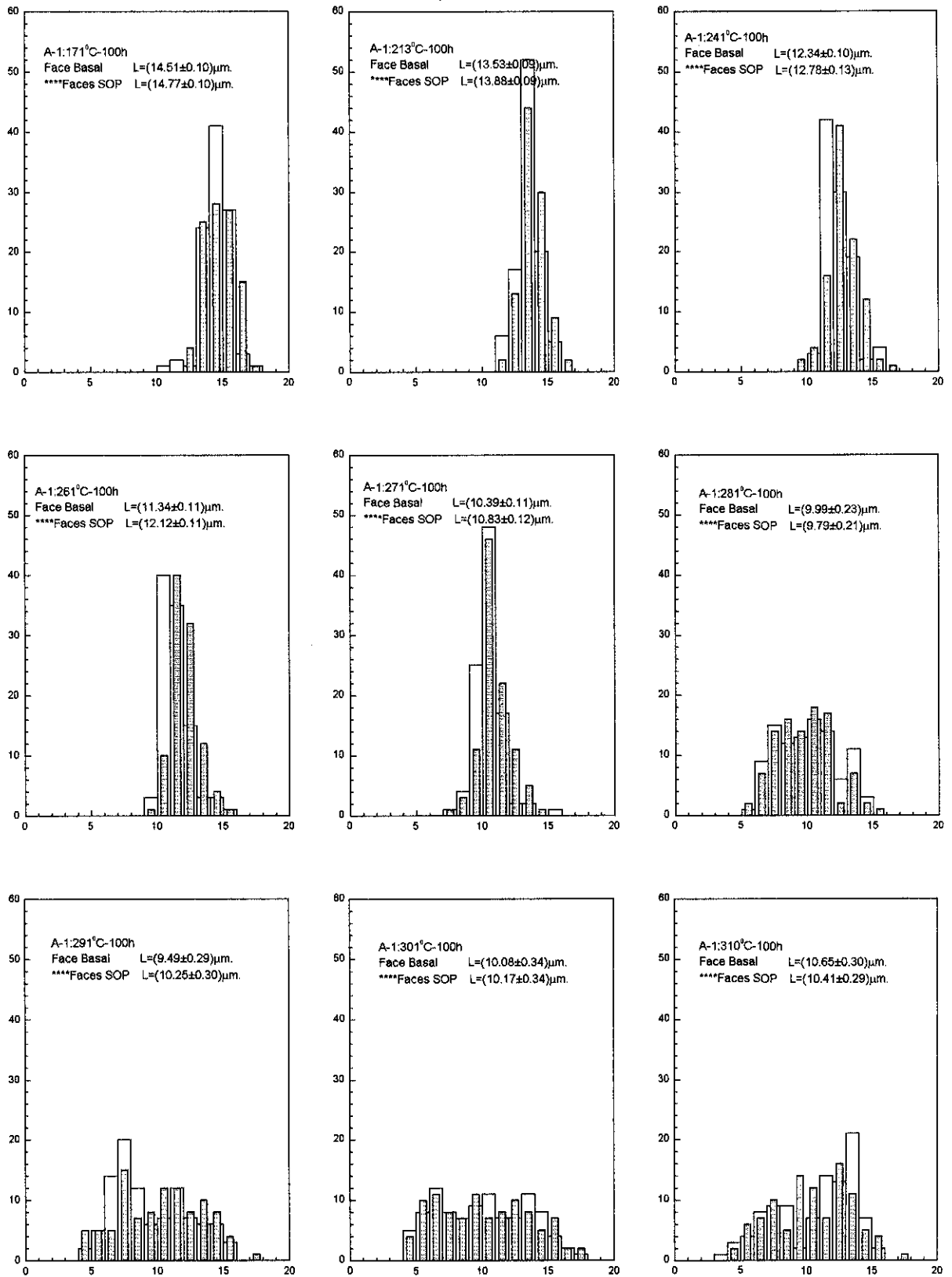
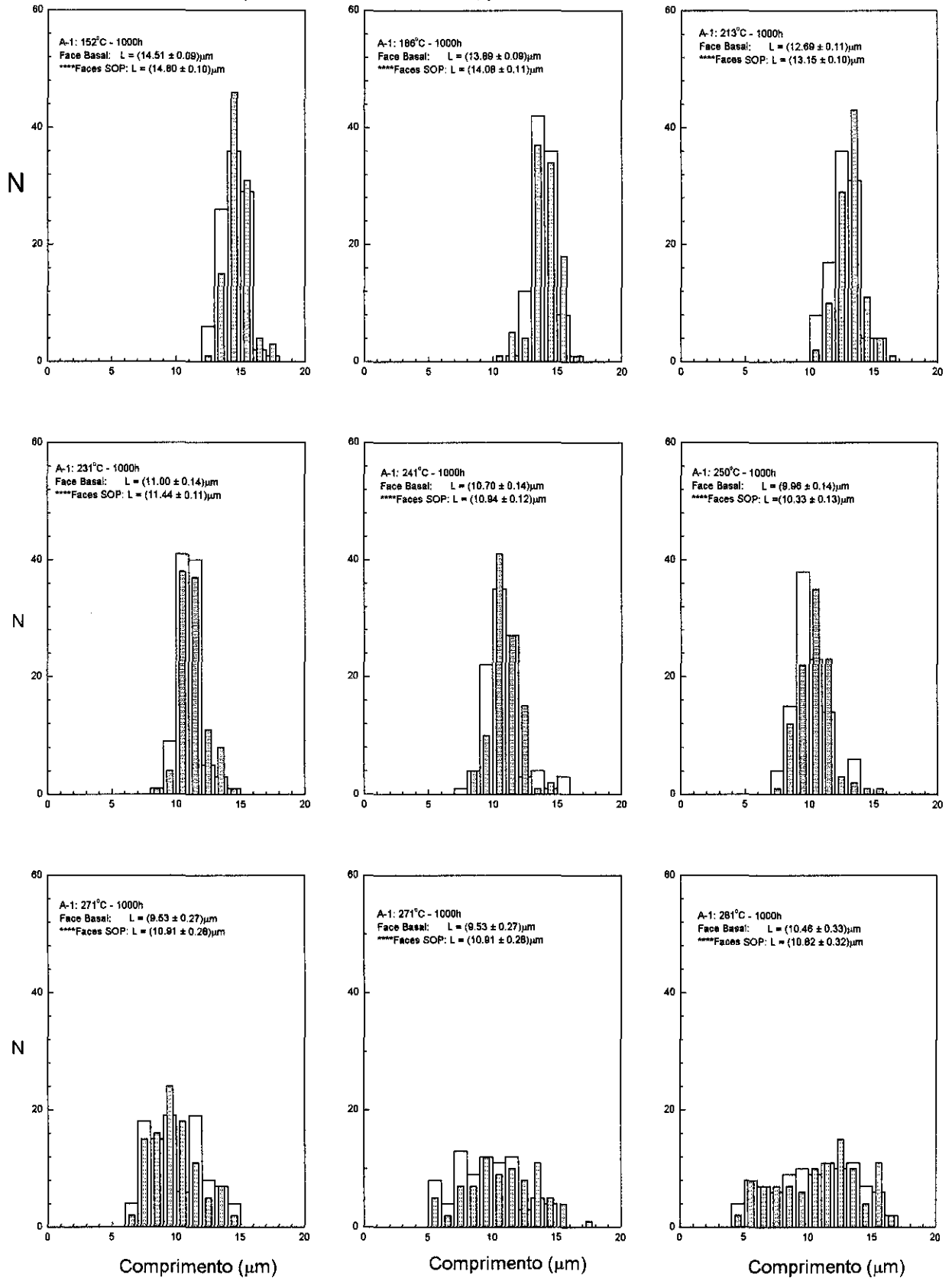


Figura 3.1.4.-Histogramas, do comprimento na face basal e nas faces sem orientação preferencial da amostra A-1, para tratamentos térmicos de 1000h.



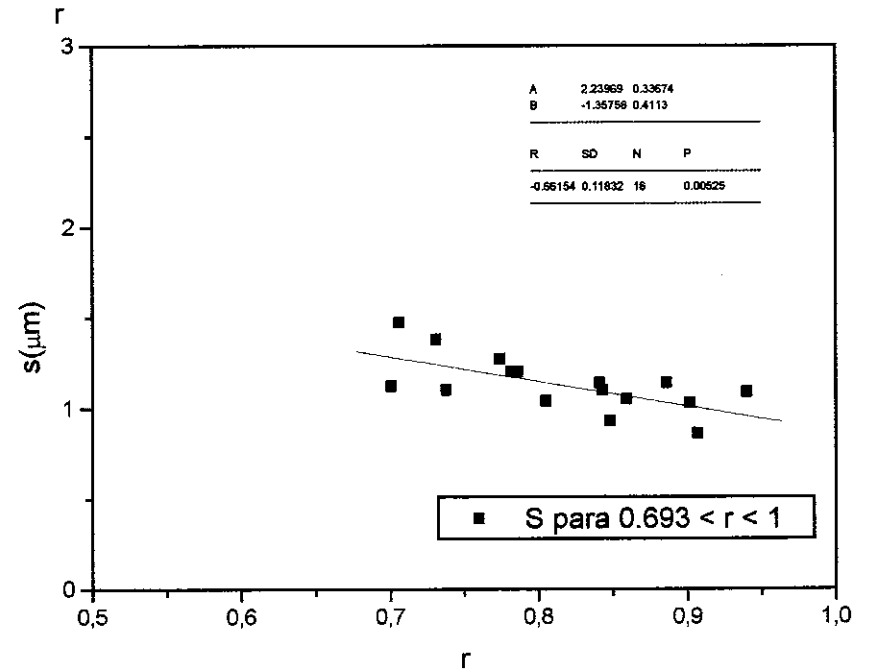
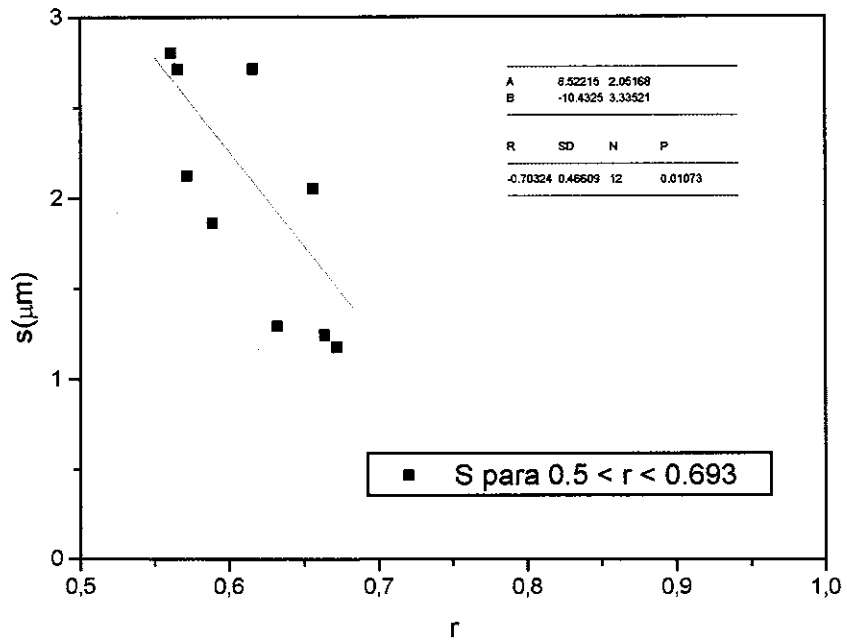
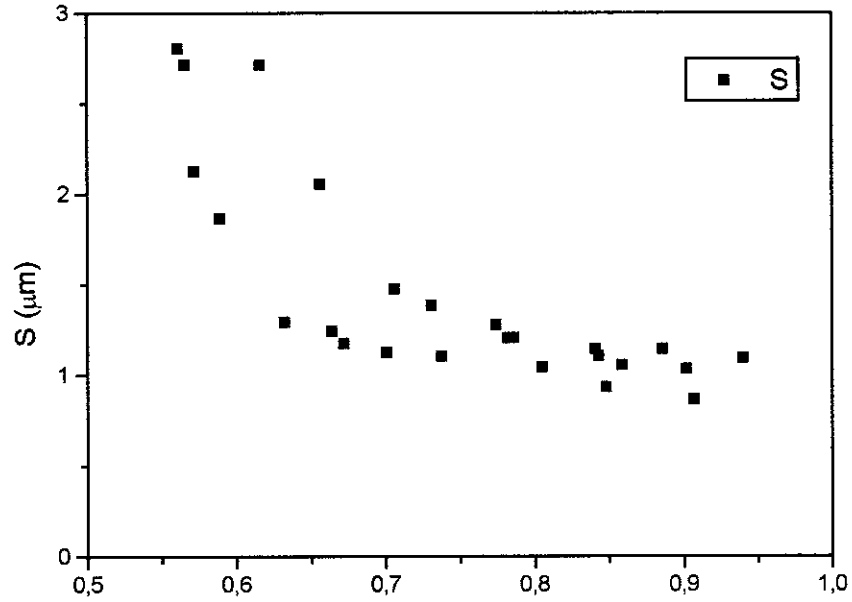
Na figura 3.1.5 estão mostrados os desvios padrões das distribuições de comprimentos para a amostra A-1 em função de r . Apesar que foi acima colocado, a forma da curva (ou das curvas já que a dividimos em duas retas) se parece bastante com aquelas apresentadas por Green et al., 1986 e Crowley et al., 1991.

Os valores de r na face basal são concordantes com aqueles obtidos por Crowley et al., utilizando o modelo de Donelick, 1990 na região onde este modelo não “estoura”, ou seja onde $r > 0.7$ (Carlson, 1993b).

Deve ser notado que ao iniciarmos o doutorado, estávamos mais interessados em nos livrar dos problemas relacionados com a anisotropia do annealing de traços de fissão em apatitas, restringindo a orientação cristalina dos traços. Ou seja estávamos mais interessados em uma medida direta na face basal. Isto porque, como a escola australiana, achávamos que a grande dificuldade na descrição do processo de annealing neste caso estava vinculada a este efeito (Green et al., 1986; Green et al., 1993). Além disto, escolhemos uma apatita que a princípio teria uma razão Cl/F bem maior que as já estudadas por Green et al., e Crowley et al. Porém não havíamos feito as medidas referentes à composição química antes de efetuarmos a irradiação. Tínhamos conhecimento de uma medida feita por Veiga e Couto, 1981 de uma apatita de Rio do Peixe-Ba (da qual tínhamos uma amostra que havia sido doada pelo professor Koji Kawashita) cujo resultado dera Cl/F ≈ 0.5 . Esta apatita, além de ter sido coletada em uma região relativamente próxima de Itambé-Ba (onde foi coletada a amostra A-1) tinha características muito parecidas com as da A-1. Ou seja, coloração (as duas são azuis), dureza, as duas eram monocristais e apresentavam grandes “falhamentos” paralelos que atravessavam os grãos e tinham um conteúdo de urânio parecido.

A “completeza” do conjunto de dados saiu do fato de que queríamos explorar a região onde $r < 0.7$. Além disto optamos por um conjunto onde os r estavam regularmente

Figura 3.1.5.- Desvio padrão (S) em função da redução do comprimento (r)



espaçados. Com isto estávamos tentando evitar que os ajustes privilegiassem as regiões que continham mais pontos.

Como Green et al. e Crowley et al., também acreditávamos que as medidas de densidade eram pouco confiáveis devido a possíveis mudanças na eficiência de observação causada pelos tratamentos térmicos. Porém, estas medidas seriam interessantes para podermos obter nossa própria curva de correção de idades para o “Size Corretion Method” (Storzer e Wagner, 1969).

O Conjunto referente a tratamentos térmicos de 1h a princípio pararia em 380^oC porém, depois de efetuarmos uma remedição (o tratamento térmico também foi refeito) nesta amostra, verificamos que ainda havia “traços” que resistiam a este tratamento térmico. Assim aumentamos este conjunto até a temperatura de 600^oC. Diante do fato dos “traços” ainda resistirem a esta temperatura, decidimos levantar um conjunto de dados pequeno (apenas para tratamentos térmicos de 1h) também para a Durango que já havia sido estudada pela escola australiana. A irradiação da apatita Durango foi relativamente baixa (com uma fluência de neutrons de $\approx 2 \times 10^{15}$ n/cm²) para que a amostra “esfriasse” (ficasse com atividade relativamente baixa) o mais rápido possível. Isto dificultou um pouco a distinção da face basal para tratamentos térmicos fortes, já que a Durango é uma amostra bastante limpa (sem muitas falhas) onde o reconhecimento da face basal se faz principalmente a partir dos traços.

3.2.- Discussão dos resultados

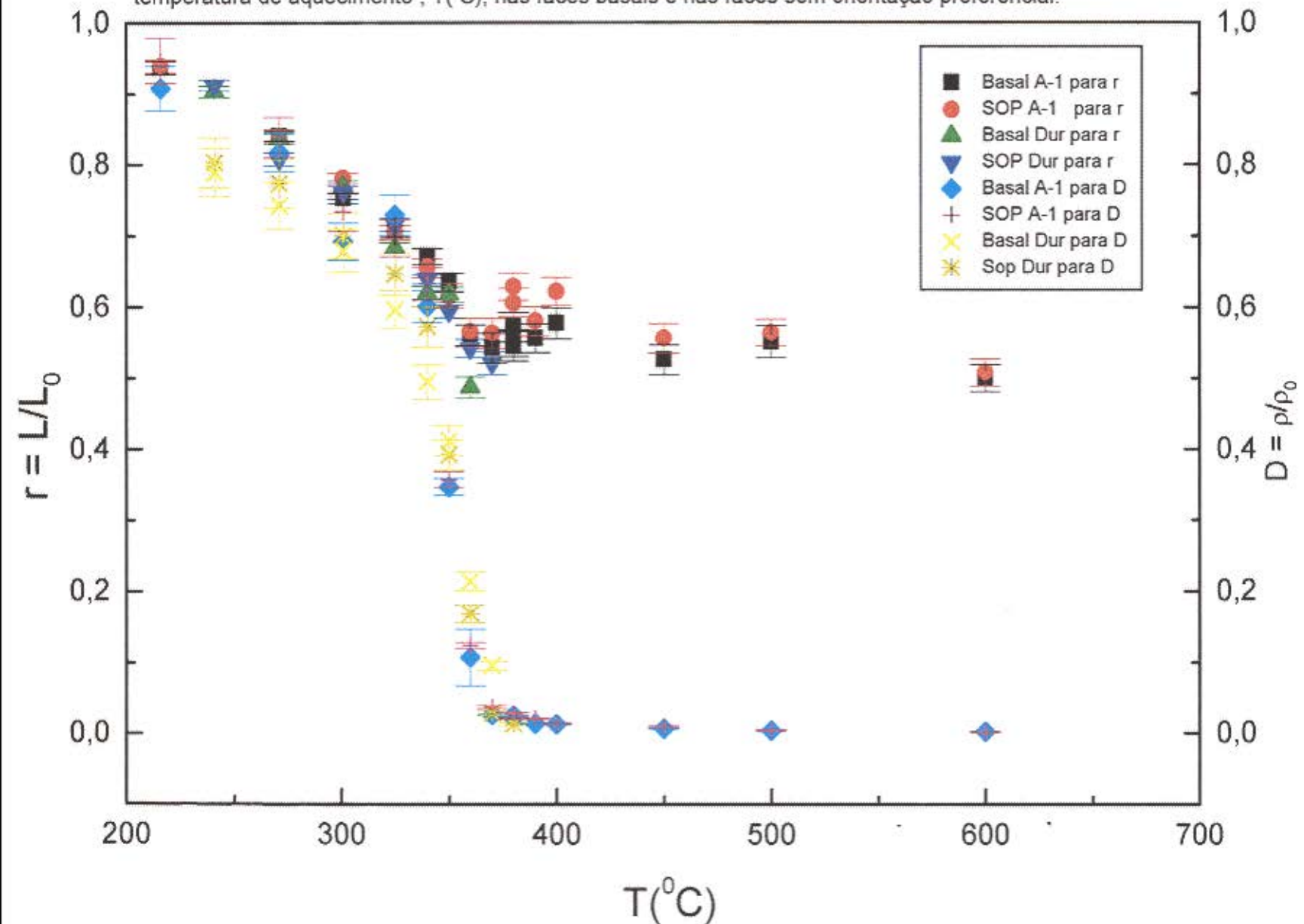
Na tabela 3.2.1 estão mostrados conjuntamente os resultados de r_{corr} e d para a Durango e a A-1. Estes resultados estão contidos nas tabelas 3.1.2 e 3.1.4 e foram colocados lado a lado para facilitar a comparação.

Na figura 3.2.1 estão graficados os valores de r e d para a Durango e a A-1, na face basal e nas faces SOP em função da temperatura para 1h de aquecimento.

Tabela 3.2.1.- Resultados de r (L/L_0) e d (ρ/ρ_0) para as amostras Durango e A-1 para 1h de aquecimento.

T(°C)	Face Basal				Face sem orientação preferencial			
	Durango		A-1		Durango		(A-1)	
	r_{corr}	ρ/ρ_0	r_{corr}	ρ/ρ_0	r_{corr}	ρ/ρ_0	r_{corr}	ρ/ρ_0
216	-	-	0.937 ± 0.009	0.909 ± 0.031	-	-	0.940 ± 0.009	0.948 ± 0.032
241	0.904 ± 0.008	0.790 ± 0.034	-	-	0.913 ± 0.008	0.804 ± 0.035	-	
271	0.838 ± 0.007	0.744 ± 0.033	0.841 ± 0.007	0.819 ± 0.028	0.809 ± 0.009	0.775 ± 0.034	0.841 ± 0.009	0.840 ± 0.028
301	0.770 ± 0.008	0.680 ± 0.030	0.753 ± 0.007	0.693 ± 0.026	0.762 ± 0.009	0.701 ± 0.032	0.782 ± 0.008	0.735 ± 0.027
325	0.684 ± 0.008	0.597 ± 0.027	0.707 ± 0.009	0.663 ± 0.026	0.717 ± 0.009	0.647 ± 0.029	0.706 ± 0.010	0.698 ± 0.026
340	0.621 ± 0.009	0.496 ± 0.024	0.671 ± 0.011	0.602 ± 0.022	0.640 ± 0.007	0.573 ± 0.028	0.656 ± 0.013	0.634 ± 0.023
350	0.618 ± 0.011	0.413 ± 0.021	0.635 ± 0.013	0.348 ± 0.012	0.595 ± 0.009	0.393 ± 0.021	0.616 ± 0.017	0.358 ± 0.012
360	0.488 ± 0.011	0.215 ± 0.013	0.560 ± 0.015	0.108 ± 0.04	0.543 ± 0.013	0.169 ± 0.012	0.566 ± 0.019	0.125 ± 0.004
370		0.0962 ± 0.0060	0.542 ± 0.021	0.027 ± 0.001	0.522 ± 0.016	0.030 ± 0.003	0.564 ± 0.021	0.038 ± 0.002
380			0.545 ± 0.021	0.023 ± 0.001		0.014 ± 0.003	0.607 ± 0.020	0.022 ± 0.001
390			0.556 ± 0.020	0.015 ± 0.001			0.581 ± 0.021	0.022 ± 0.001
400			0.577 ± 0.022	0.014 ± 0.001			0.623 ± 0.020	0.015 ± 0.001
450			0.526 ± 0.021	0.0080 ± 0.0008			0.557 ± 0.021	0.011 ± 0.0008
500			0.551 ± 0.023	0.0050 ± 0.0006			0.565 ± 0.019	0.0058 ± 0.0006
600			0.500 ± 0.019	0.0040 ± 0.0007			0.509 ± 0.019	0.0032 ± 0.0006

Figura3.2.1.- Redução de comprimentos de traços, L/L_0 , e redução da densidade, ρ/ρ_0 , em função da temperatura de aquecimento, $T(^{\circ}\text{C})$, nas faces basais e nas faces sem orientação preferencial.



Da tabela e da figura 3.2.1 vemos que para $r \geq 0.6$ os valores de r , tanto na face basal como nas faces SOP, são relativamente parecidos nas duas amostras. Ou seja, a orientação cristalográfica parece não atuar como um fator que acentua significativamente a diferença de comportamento dos traços em ambas amostras. A diferença de comportamento de r se acentua um pouco quando $r \leq 0.6$. Neste caso r na basal é sistematicamente menor que na SOP tanto para a Durango como para a A-1, porém é relativamente pequena a diferença entre eles.

Os valores de r na Durango também são sistematicamente menores que na A-1 para $r < 0.7$ tanto na face basal como na face SOP. Também pode ser notado que os valores de r a partir de $360\text{ }^{\circ}\text{C}$ se estabilizam próximos de 0.55 no caso da amostra A-1.

Quanto à d , na figura 3.2.1 vemos uma diferença acentuada quando comparamos a Durango com a A-1. No caso específico da Durango vemos que os valores de d são bastante diferentes dos de r apesar da curva não ser muito diferente. No caso da A-1, quando $d > 0.5$ a curva de d é parecida com a de r . Quando se compara a curva da face basal com as SOP vemos que não há uma diferença muito acentuada tanto em uma amostra como em outra.

A diferença entre r e d na Durango está relacionada muito provavelmente com a mudança do critério de contagem com os tratamentos térmicos. Ou seja, quando se submete a amostra a um determinado tratamento térmico, pode-se alterar parâmetros relacionados à eficiência de observação dos traços. Este fato pode trazer sérios problemas quando se efetua correções de idades através do “Size Correction Method” (Storzer e Wagner, 1969). Estes problemas talvez sejam evitados se forem adotados critérios de contagem bastante rígidos. Porém neste trabalho uma normalização de d a partir de r parece ser suficiente (como veremos mais a frente) dentro dos objetivos que nos propusemos.

As curvas de d caem bruscamente entre $340\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($d \approx 0.65$) e $360\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($d \approx 0.15$) e em seguida começam a baixar lentamente até valores próximos à 0.005 em $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ na amostra A-1. Este comportamento é incompatível com os valores de r que permanecem

aproximadamente constantes à partir de 350 °C. Ou seja, o que se nota a partir das curvas de d é que os “traços” que foram levados em conta nas medidas de r a partir de 360 °C não deveriam fazer parte do conjunto de traços que nos interessa. Estes “traços remanescentes” podem ser devido a um pequeno pré-ataque natural durante a história geológica, ou podem ser defeitos da rede cristalina que migraram para falhas ou fraturas da rede devido ao tratamento térmico. Outra possível explicação é que em condições onde o annealing é muito forte, o Cl crie ligações químicas na região desarranjada muito difíceis de serem revertidas.

Do que foi colocado acima, vemos que as diferenças entre a Durango e a A-1 não são muito acentuadas no que se refere ao r . Vimos também que a curva de d é bastante importante no que se refere ao corte dos “traços remanescentes” presentes na curva de r .

Na figura 3.2.2 estão mostradas as curvas de correção por tamanho da Durango e a A-1 tanto para superfícies basais como SOP para 1h de aquecimento. Estas curvas foram obtidas a partir da tabela 3.2.1.

Nas figuras 3.2.3 e 3.2.4 vemos os resultados de r e d em função da temperatura para 1, 10, 100 e 1000 h de aquecimento na amostra A-1 nas faces SOP e basal, respectivamente. Nestas figuras vemos que as diferenças entre r e d existem tanto na face basal como na SOP. Também pode ser visto que quando se compara a curva de r com a de d para um determinado tempo de aquecimento, as diferenças entre estas curvas na basal são bastante semelhantes com as diferenças na SOP. Ou seja, a mudança no critério de observação parece ter ocorrido na basal da mesma forma que na SOP.

Outro fato curioso é que as mudanças na eficiência de observação dos traços parece estar relacionada com o tempo de aquecimento. Ou seja as diferenças entre r e d para um determinado tempo de aquecimento se mantêm aproximadamente constantes para $d > 0.5$. Porém para $d < 0.5$ apenas as curvas de d tem valores entre 0 e 1.

Uma possível explicação para o fato das mudanças na eficiência de observação estar relacionada com o tempo de aquecimento aparece da maneira com que o conjunto de dados

Figura 3.2.2.- Relação entre redução de comprimentos de traços confinados, L/L_0 , e redução de densidade de traços, ρ/ρ_0 , nas amostras A-1e durango nas faces basais e nas faces sem orientação preferencial.

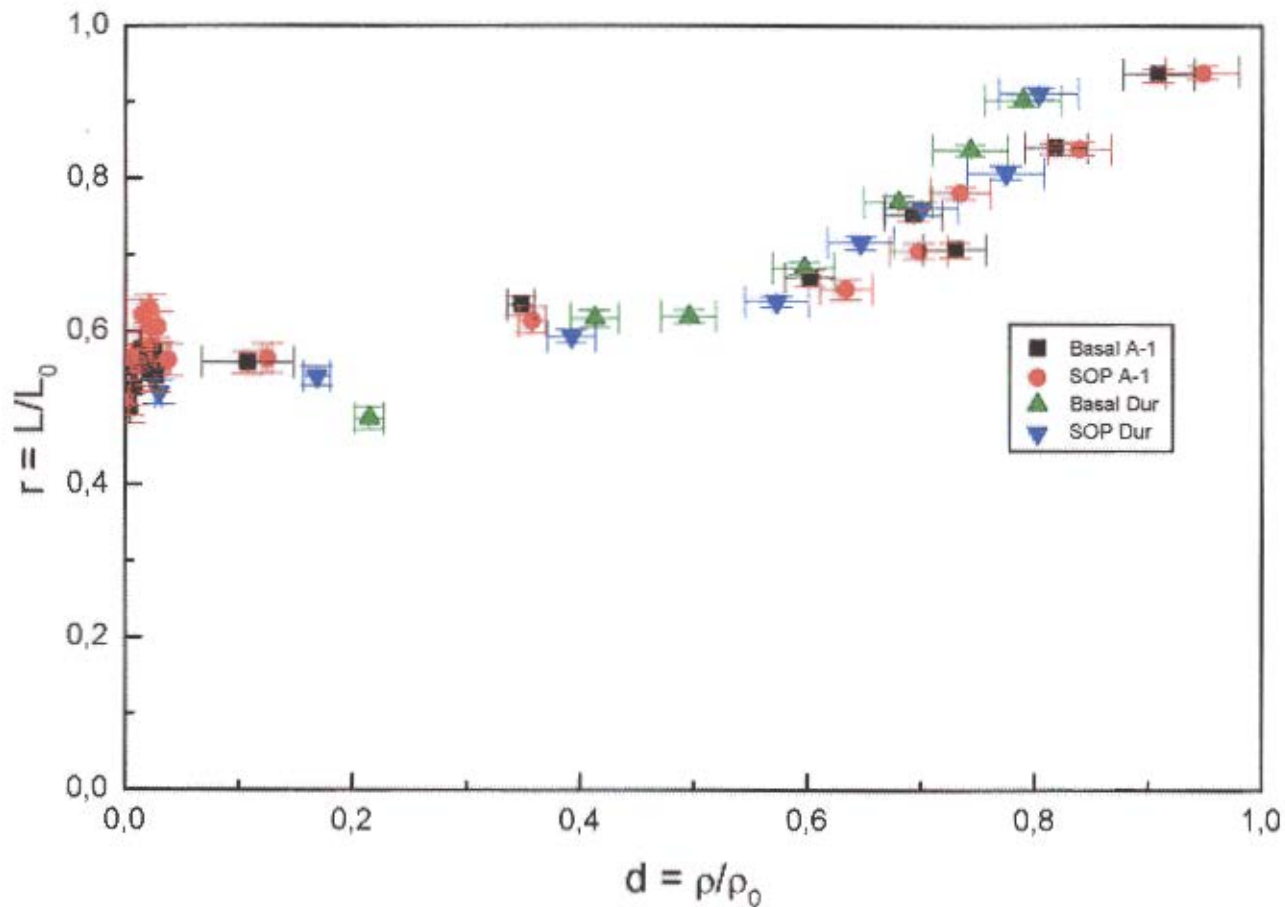


Fig3.2.3.- Dados de r e d para 1, 10, 100 e 1000h, para a amostra A-1 em faces SOP.

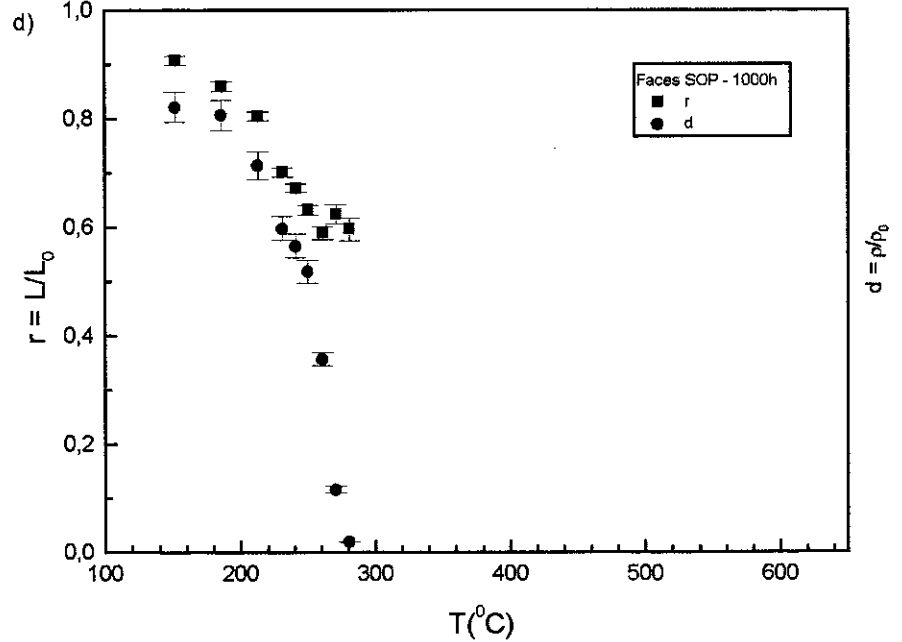
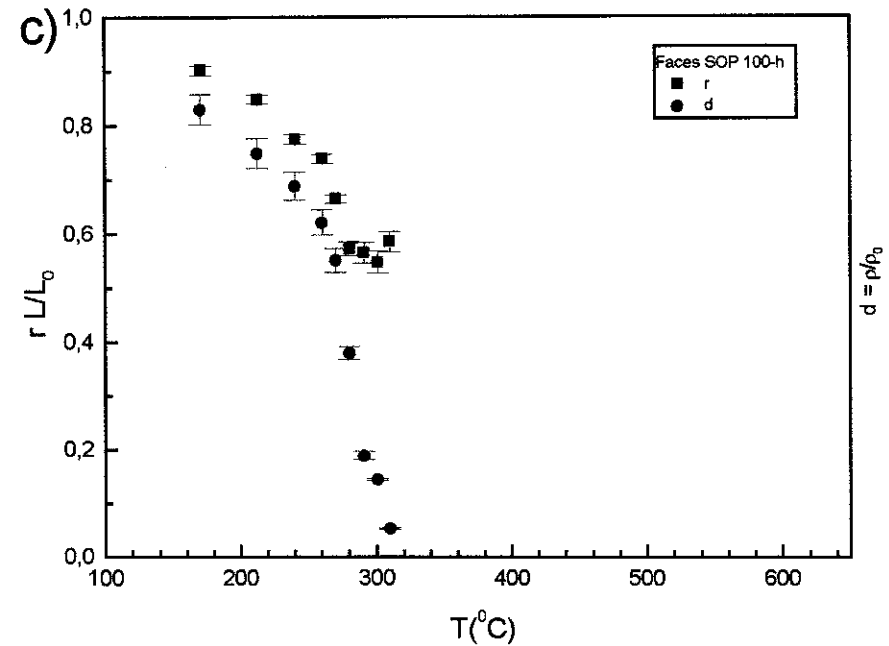
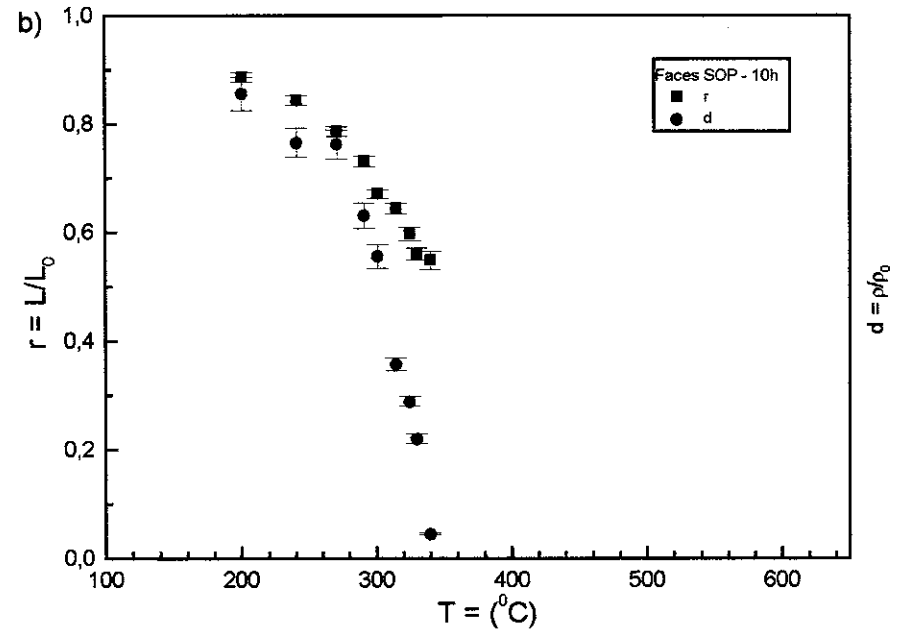
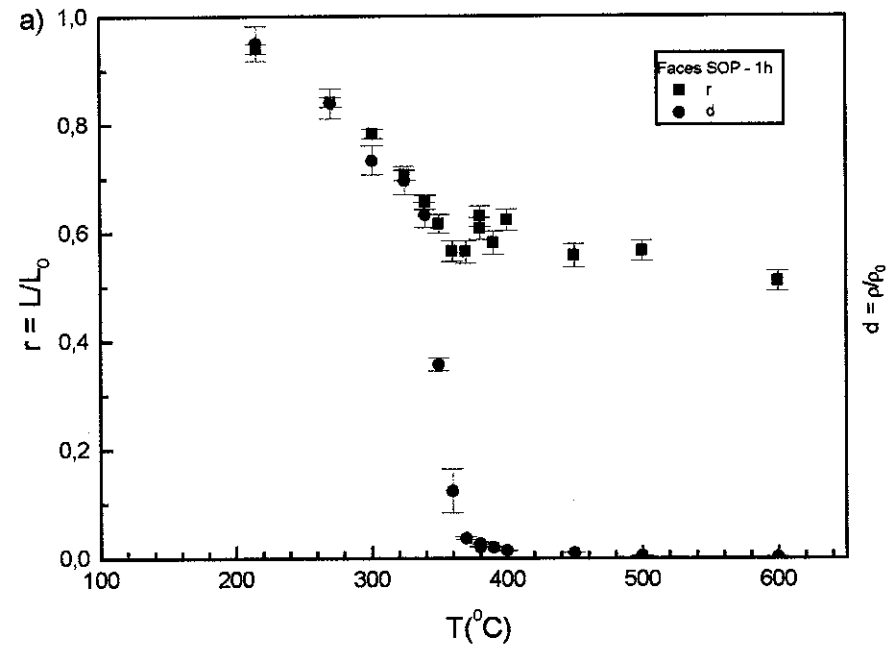
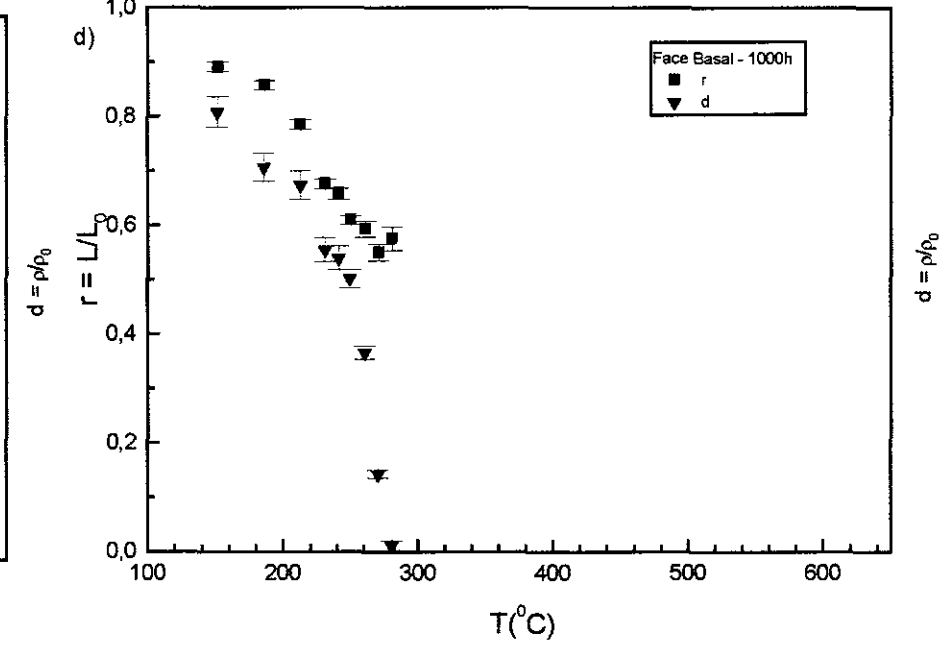
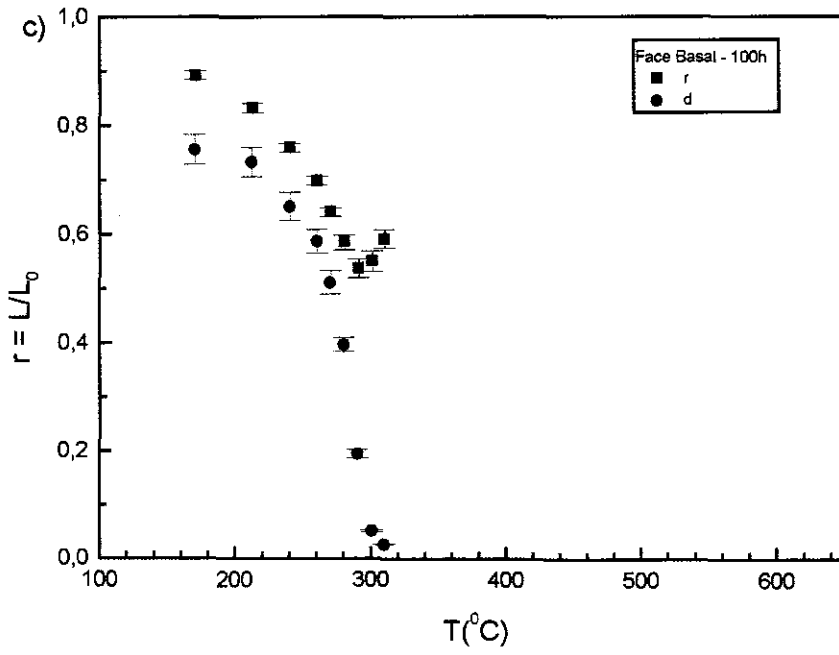
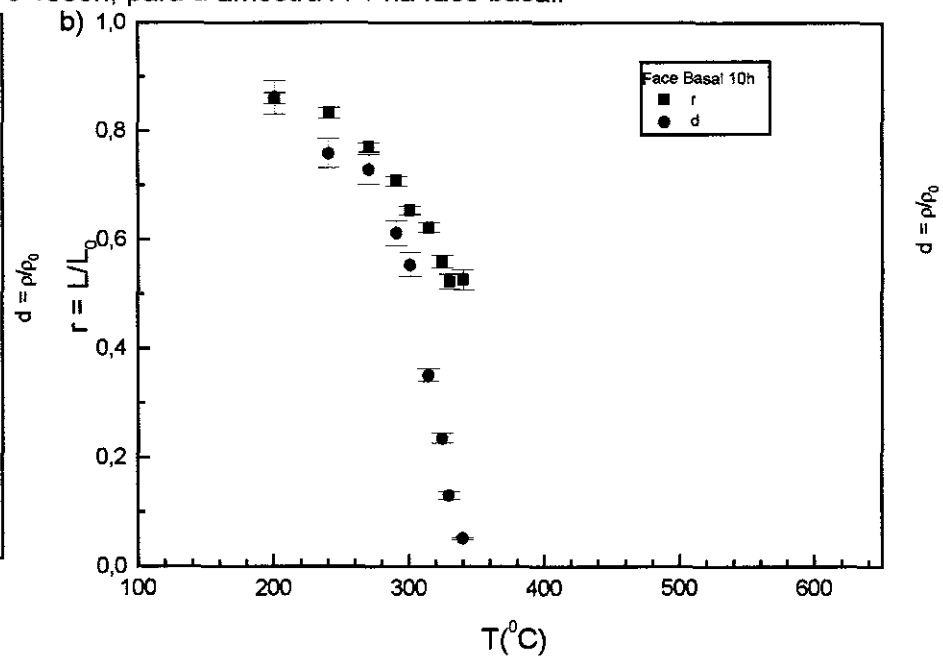
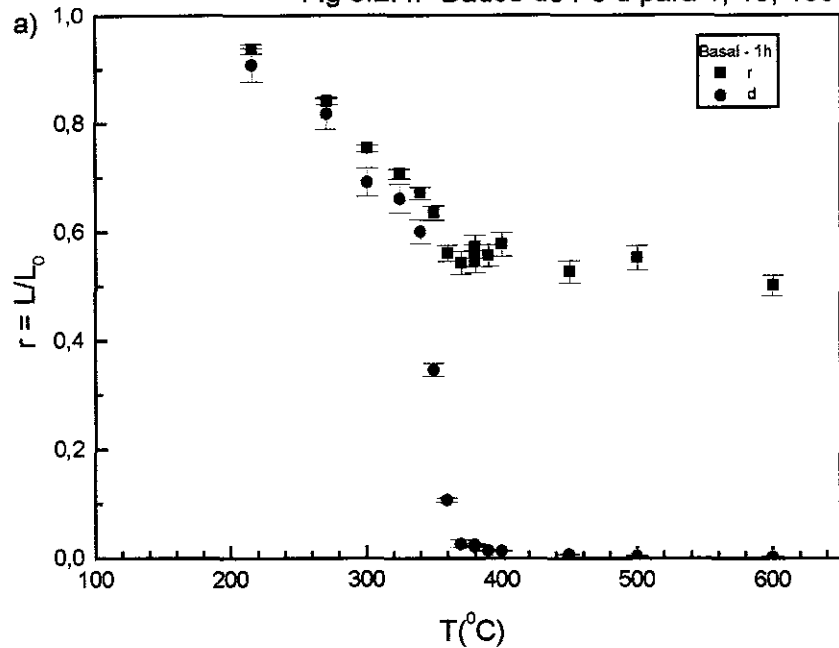


Fig 3.2.4.- Dados de r e d para 1, 10, 100 e 1000h, para a amostra A-1 na face basal.



foi obtido. Isto porque as medidas foram efetuadas em blocos de amostras que foram submetidas a um mesmo tempo de aquecimento. Ou seja, terminando o tratamento térmico de 1h, as amostras foram então polidas, atacadas quimicamente e foram efetuadas as medidas deste bloco. No caso dos outros três blocos (10, 100, e 1000 h) também. Como estes blocos foram medidos em épocas diferentes isto pode ter levado a uma mudança no critério de observação. Além disto, o controle (amostra sem annealing) só foi medido uma vez, que foi quando foram efetuadas as medidas do bloco de 1h de aquecimento. Neste caso vemos as curvas de r bastante semelhantes com as de d .

Esta possível explicação porém não se aplica às medidas efetuadas na Durango, já que tais medidas foram efetuadas em apenas 1 bloco. Porém neste caso, como a amostra é bastante limpa, os critérios de contagem são um pouco menos rígidos que aqueles adotados na A-1. Ou seja, na Durango foram considerados traços menores e mais claros que na A-1.

Na figura 3.2.5 estão mostrados os dados de r (3.2.6 a) e d (3.2.6 b) tanto na basal como na SOP. Pode ser notado nestas figuras que os resultados na basal são sistematicamente menores que na SOP. Porém as diferenças não são muito acentuadas. Ou seja a anisotropia do annealing, apesar de ter importância na descrição do processo, não parece ser a maior complicada de modelos que procuram o significado físico dos parâmetros de ajuste de curvas.

Na figura 3.2.7 vemos as curvas de correção por tamanho para a amostra A-1 em todos os tratamentos térmicos que foram efetuados neste trabalho. Como já havíamos visto nas figuras 3.2.3 e 3.2.4 somente a curva $r \times d$ para 1h é uma $r = d$ para $d > 0.5$. Nas outras curvas os valores de r são sempre um pouco maiores que os de d . Porém, não se nota diferenças acentuadas entre as curvas de 10, 100, e 1000 h.

Deve ser notado que os conjuntos de curva de correção obtidas neste trabalho são bastante parecidos com aqueles obtidos por Green, 1988. Este autor no caso trabalhou

apenas com tratamentos térmicos de 1h, porém com amostras de vários tipos (composição química e proveniência diferentes).

Do que foi visto neste item podemos notar que os pontos “sujos” de r podem ser limpos a partir da curva de d . Ou seja, na região onde $d < 0.5$ os valores de r parecem não ter significado físico dentro de nosso estudo.

Outro fato bastante importante no que se refere a ajustes de curvas é que apesar de r não ter pontos abaixo de 0.5, a curva de d varre todos os valores possíveis, ou seja d tem valores entre 0 e 1. Isto se deve principalmente ao fato de que as medidas de d não são fortemente influenciados pelo problema dos gaps não atacáveis dos traços de fissão em apatitas. Ou seja, como dissemos anteriormente nestas medidas são contados traços pequenos mesmo em amostras que não sofreram annealing. Assim, se consideramos que os gaps não tem dimensões comparáveis ao tamanho dos traços, o fato deles aparecerem não prejudicará significativamente as medidas de d .

Figura 3.2.5.- Dados de r e d em funcao da temperatura na face Basal e nas faces SOP.

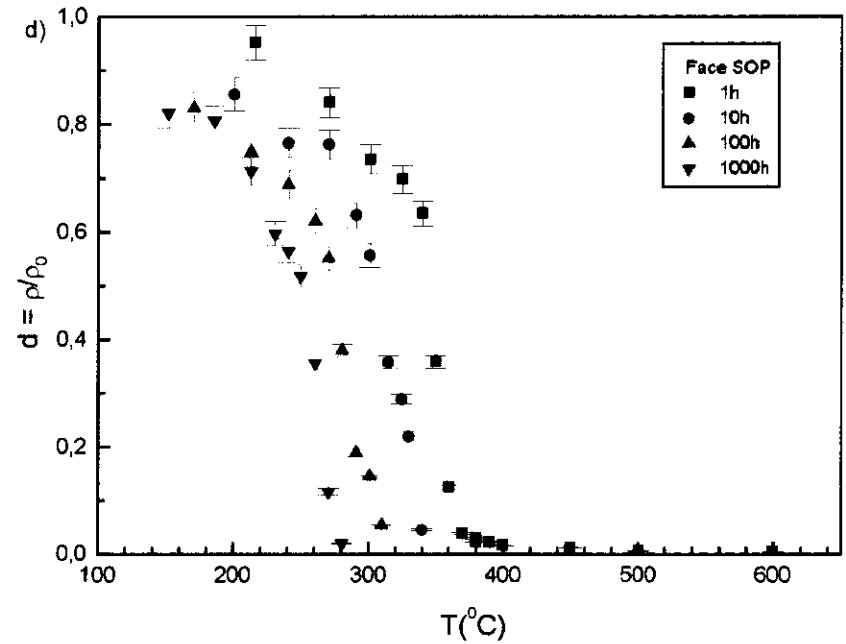
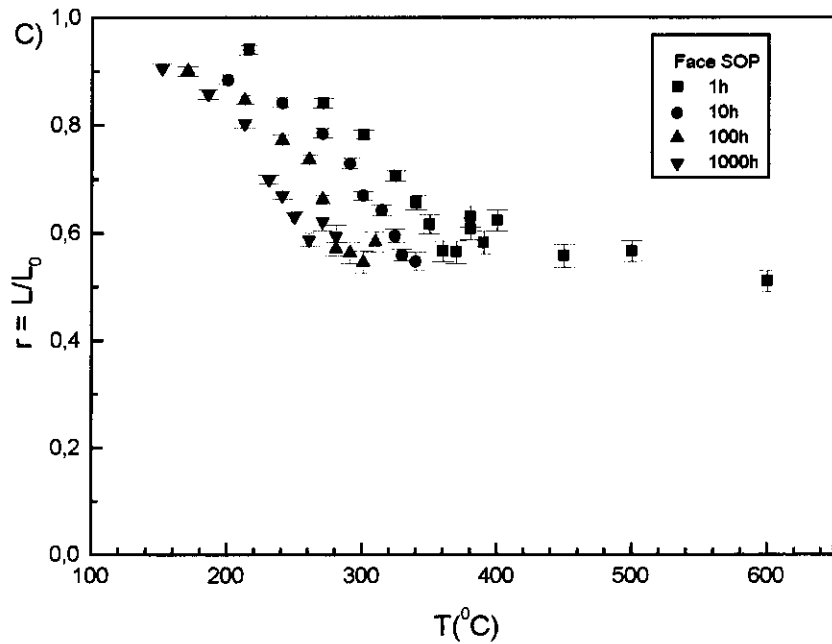
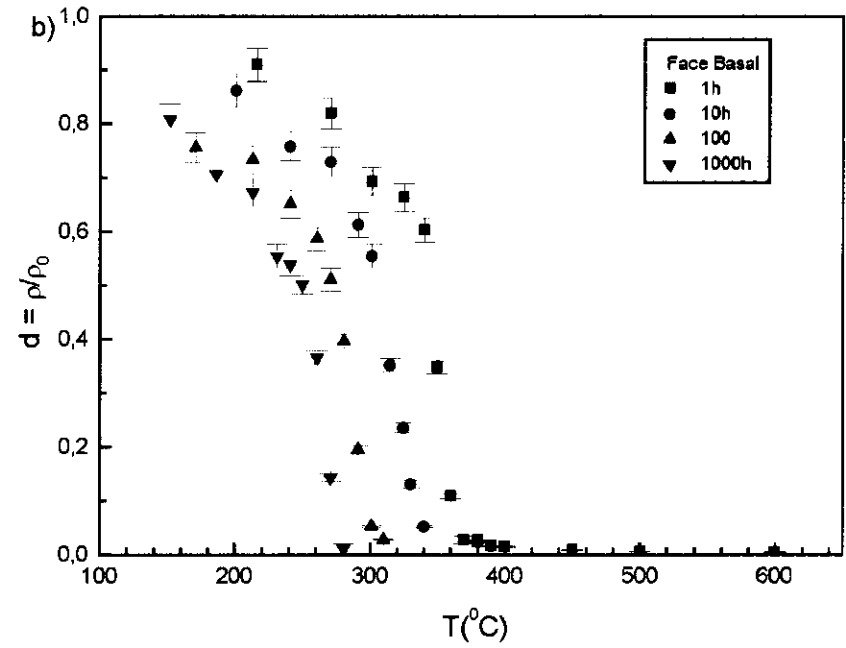
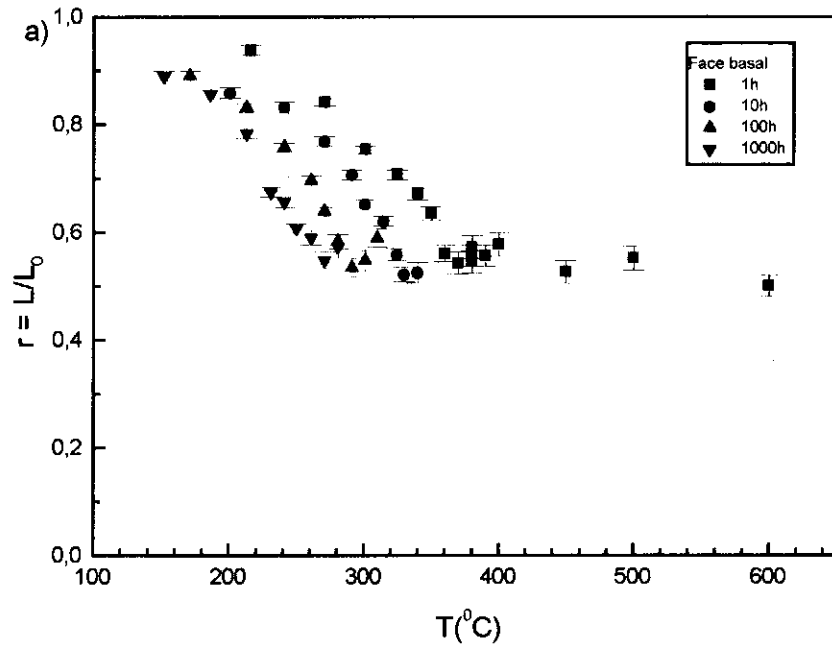


Figura 3.2.6.- Comparação dos dados de r e d tanto na face basal como nas faces SOP.

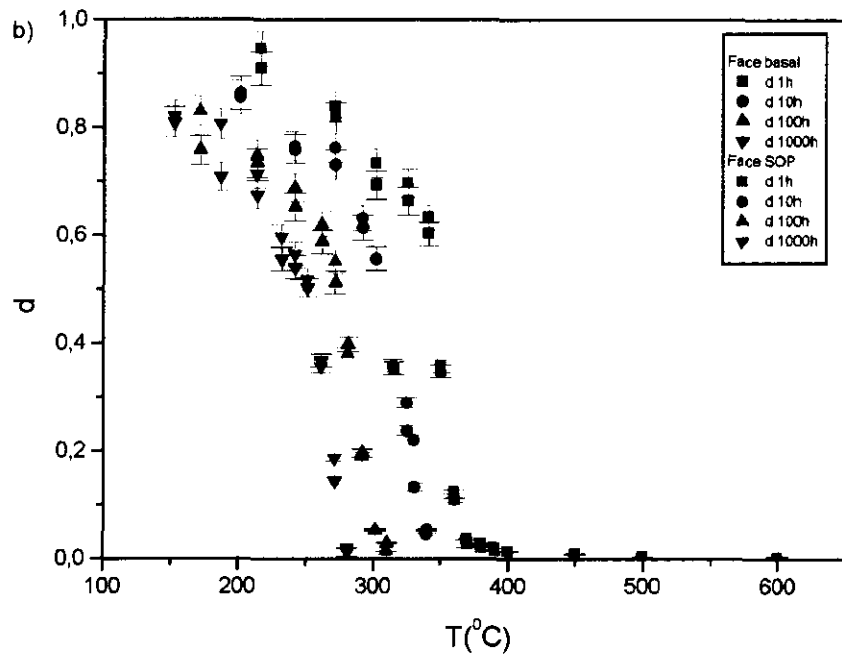
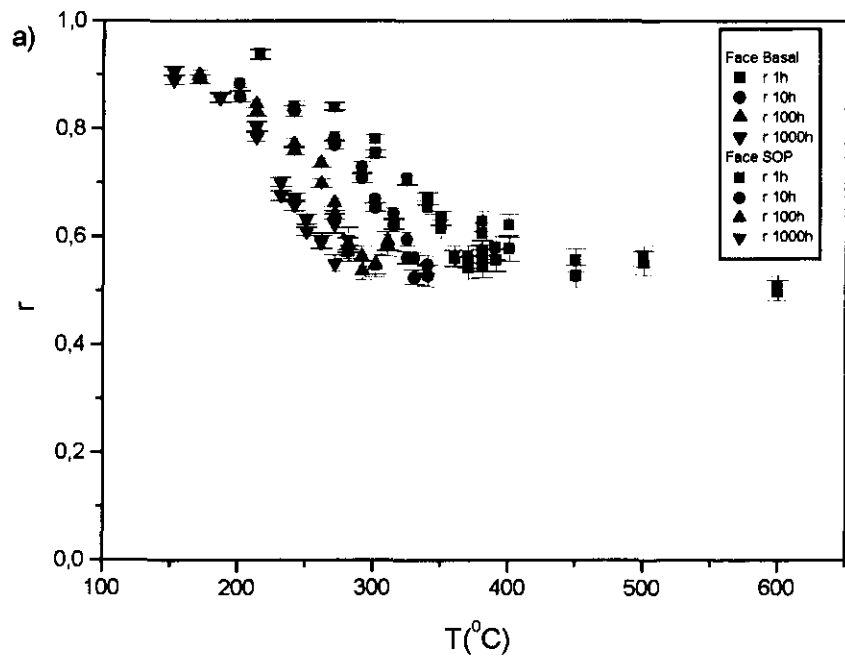
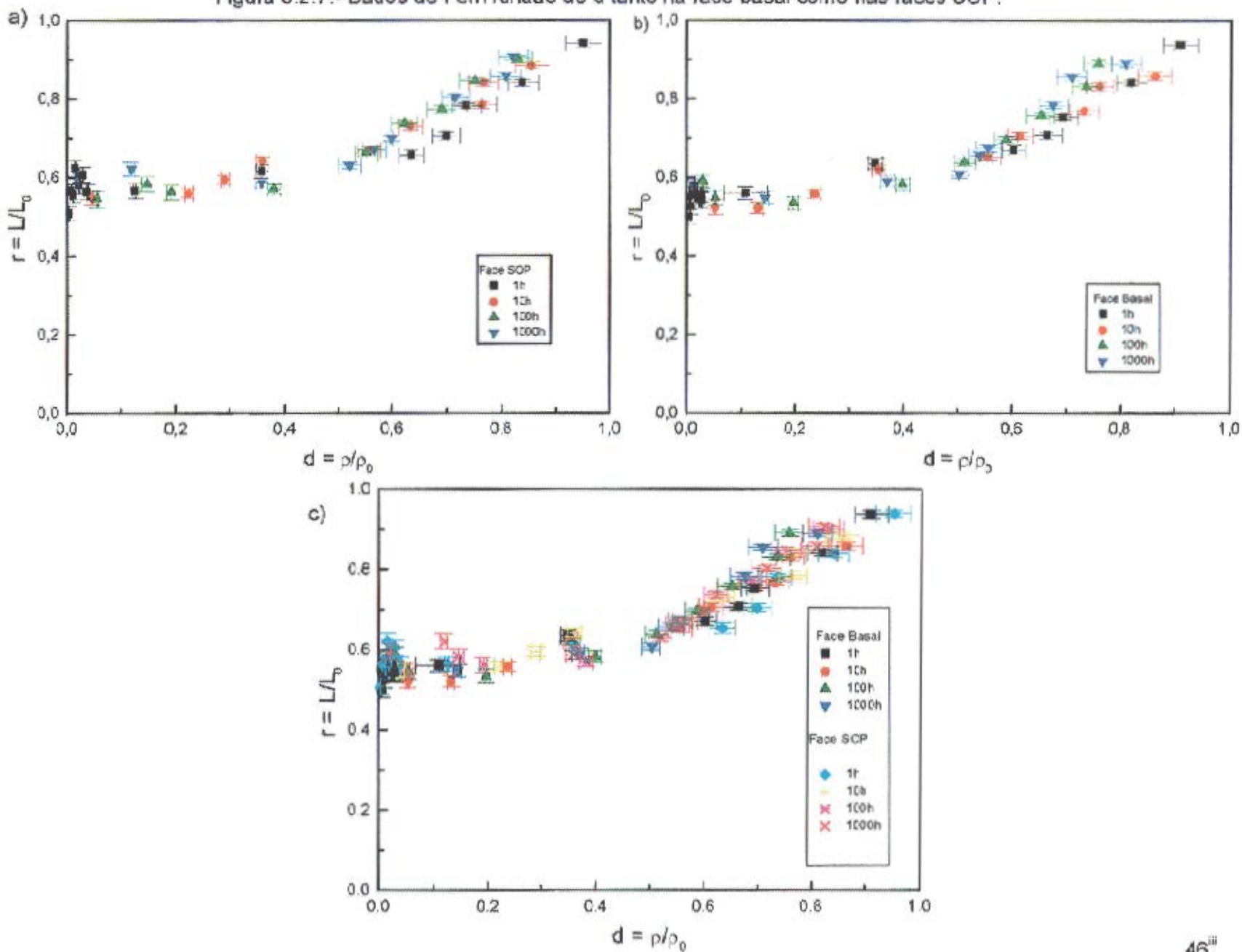


Figura 3.2.7.- Dados de r em função de d tanto na face basal como nas faces SOP.



4.- DESCRIÇÃO DOS RESULTADOS A PARTIR DOS MODELOS DE CROWLEY ET AL. E DE CARLSON.

Na tabela 4.1 estão mostrados os valores de r_{corr} e das densidades reduzidas normalizadas a partir dos r para os aquecimentos de 1, 10, 100 e 1000 h que foram considerados nos ajustes de curvas efetuados neste trabalho para a A-1 na SOP.

Os r_{corr} considerados são aqueles da figura 3.2.3 onde não houveram repetições e/ou onde a curva de d indicava o corte.

Os d_{nor0} , d_{nor1} , d_{nor2} e d_{nor3} , dados na tabela 4.1, foram obtidos normalizando os valores de d a partir do 1^o valor de r , dos 2 primeiros valores de r , dos 3 primeiros e daqueles valores de r onde $d > 0.5$, respectivamente.

As normalizações de d foram efetuadas por blocos de tempo de tratamento térmico. Antes delas serem efetuadas foram descontados os backgrounds em cada bloco. Este background foi assumido como sendo o valor médio dos d , onde d para de cair abruptamente e inicia uma certa estabilização. Ou seja, $d = 0.038 \pm 0.001$ para uma hora de aquecimento (valor obtido à 370 °C), $d = 0.047 \pm 0.002$ para 10h de aquecimento (valor obtido à 340 °C), $d = 0.055 \pm 0.002$ para 100h de aquecimento (valor obtido à 301 °C), $d = 0.021 \pm 0.001$ para 1000h de aquecimento (obtido à 281 °C). O valor médio do background é: $b_{\text{ac}} = 0.0403 \pm 0.0073$.

Os ajustes neste trabalho foram efetuados apenas na SOP porque as aplicações dos modelos utilizam geralmente resultados de medidas nesta situação e porque a forma da curva na basal é praticamente a mesma que neste caso.

Na figura 4.1 vemos os resultados de r_{corr} e d_{nor1} para 1, 10, 100 e 1000h de aquecimento e na figura 4.2 os resultados de r_{corr} e d_{nor3} . Escolhemos d_{nor1} e d_{nor3} para efetuar os ajuste porque no caso de d_{nor1} as diferenças entre r e d são mais visíveis (escolheu-se d_{nor1} e não d_{nor0} porque no caso de d_{nor1} as eficiências de observação estão representadas por 2 pontos em cada conjunto, enquanto que no caso de d_{nor0} por apenas 1 ponto) e no caso de

d_{nor3} ele representa melhor os valores de r na região onde existem tais valores (onde $d > 0.5$). Ou seja d_{nor2} representaria os valores livres de efeitos de gaps e d_{nor3} um “comportamento médio” de r .

Na figura 4.1 vemos que os efeitos de gaps não atacáveis parecem começar bem antes de $r = 0.6$.

Na figura 4.3 vemos os resultados dos ajustes dos modelos de Carlson (equação 1.22 onde $A=P1$, $Q = P2$ e $n =P3$) e de Crowley (equação 1.11 onde $\alpha = P1$, $\beta = P2$, $C_0 = P3$, $C1 = P4$, $C2 = P5$, e $C3 = P6$) para os ajustes de r_{corr} . O fator residual é obtido a partir dos r_{corr} e dos r estimados pelo modelo, r_{mod} onde $f = r_{corr} - r_{mod}$.

Os valores de A , Q e n obtidos no ajuste da figura 4.3 são compatíveis com àqueles obtidos por Carlson para os dados de Green et al., 1986.

Na figura 4.3b vemos que aparece uma estrutura de resíduos (pequena) para o modelo de Carlson. Ou seja para $r \geq 0.8$, $f < 0$, para $0.7 \leq r \leq 0.8$, $f > 0$ e para $r \leq 0.7$, $f < 0$. Já no caso do modelo de Crowley et al, esta pequena estrutura só aparece quando $r < 0.7$ (neste caso $f < 0$ para a maioria dos pontos).

Na figura 4.4 vemos os resultados dos ajustes de Carlson e Crowley para d_{nor1} . Os resíduos no modelo de Carlson também neste caso são mais fortes que no de Crowley et al, $f < 0$ para $d_{nor} \geq 0.7$ e $f > 0$ para $0.5 \leq d_{nor1} \leq 0.7$ no caso do modelo de Carlson e no caso do de Crowley et al, eles só aparecem quando $0.5 \leq d_{nor1} \leq 0.7$.

Na figura 4.5 vemos os resultados dos ajustes de d_{nor1} apenas para valores onde $d > 0.5$ para Carlson (figura 4.5a) e Crowley (figura 4.5 c). As estruturas parecem não existir no caso do modelo do Crowley e existe muito pouco acentuado para o modelo de Carlson onde $d < 0.7$.

Deve ser notado que a forma da curva de Carlson no caso da figura 4.4 é relativamente diferente da forma obtida com o modelo de Crowley.

Ainda deve ser notado que as formas das curvas tanto de Carlson como de Crowley (principalmente de Carlson) são diferentes quando se compara os ajustes efetuados com todos os d_{nor1} com aqueles efetuados apenas quando $d_{nor1} > 0.5$. O modelo de Carlson parece ser mais sensível a isto do que o de Crowley e daí necessitar de complementos quando se ajusta dados referentes a r como aquele de segmentação desenvolvido em Carlson, 1991 para descrever o comportamento de r diante do annealing.

Na figura 4.6 estão mostrados os resultados dos ajustes de Carlson e Crowley para d_{nor3} .

Nestes ajustes também aparecem estruturas de resíduos para $d_{nor} \geq 0.7$ no caso do modelo de Carlson e para $0.5 \leq d_{nor3} \leq 0.65$ no caso do modelo de Crowley. No caso do ajuste de d_{nor3} , que pode ser observado na figura 4.7, onde os dados de entrada são tomados como sendo somente aqueles onde $d_{nor3} > 0.5$, não aparecem estruturas de resíduo em nenhum dos modelos.

Todos os ajustes de curvas apresentados acima foram feitos através de minimização de χ^2 com o auxílio do Origem 4.1.

Apesar de no caso dos ajustes de todos os pontos de d_{nor1} (figura 4.4 a e c), de d_{nor3} (figura 4.6 a e c) e de r_{corr} (figura 4.3 a e c), os valores do χ^2 reduzido (que é apresentado nestas figuras) serem bastante grandes, nós consideramos que ambos os modelos se ajustam bem a nossos dados. Estes valores são grandes, principalmente, como pode ser visto nos gráficos de resíduos, devido aos pontos presentes na inflexão das curvas e aos pontos presentes nas regiões onde estas curvas tem uma queda brusca.

Quanto a existência de estruturas de resíduos acreditamos que elas aparecem no modelo de Carlson, devido às simplificações assumidas. No modelo do Crowley et al, muito provavelmente (já que ele utiliza 6 parâmetros de ajuste) estas estruturas desapareceram quando procedimentos mais sofisticados de ajustes forem utilizados. Porém, acreditamos que, antes de utilizar estes procedimentos, seria mais interessante diminuir as simplificações

Tabela 4.1.- Resultados das normalizações de d via os dados de r .

Resultados para 1h					
$T(^{\circ}C)$	Γ_{corr}	d_{nor0}	d_{nor1}	d_{nor2}	d_{nor3}
216	0.940 ± 0.009	0.940 ± 0.049	0.947 ± 0.035	0.971 ± 0.043	0.978 ± 0.038
271	0.841 ± 0.009	0.828 ± 0.043	0.835 ± 0.031	0.855 ± 0.038	0.862 ± 0.034
301	0.782 ± 0.008	0.719 ± 0.039	0.725 ± 0.030	0.743 ± 0.035	0.749 ± 0.032
325	0.706 ± 0.010	0.681 ± 0.038	0.687 ± 0.029	0.703 ± 0.034	0.709 ± 0.031
340	0.656 ± 0.013	0.615 ± 0.034	0.620 ± 0.026	0.635 ± 0.031	0.640 ± 0.028
350	0.616 ± 0.017	0.329 ± 0.019	0.332 ± 0.015	0.340 ± 0.017	0.342 ± 0.016
360	0.566 ± 0.019	0.088 ± 0.009	0.088 ± 0.009	0.091 ± 0.009	0.091 ± 0.009

Resultados para 10 horas					
$T(^{\circ}C)$	Γ_{corr}	d_{nor0}	d_{nor1}	d_{nor2}	d_{nor3}
201	0.886 ± 0.009	0.886 ± 0.050	0.916 ± 0.047	0.905 ± 0.041	0.953 ± 0.050
241	0.843 ± 0.009	0.788 ± 0.044	0.815 ± 0.042	0.806 ± 0.036	0.848 ± 0.044
271	0.786 ± 0.009	0.785 ± 0.044	0.811 ± 0.042	0.802 ± 0.036	0.844 ± 0.044
291	0.731 ± 0.009	0.643 ± 0.037	0.664 ± 0.035	0.657 ± 0.030	0.692 ± 0.037
301	0.671 ± 0.008	0.562 ± 0.034	0.580 ± 0.033	0.574 ± 0.029	0.604 ± 0.034
315	0.644 ± 0.010	0.347 ± 0.021	0.358 ± 0.020	0.354 ± 0.014	0.373 ± 0.021
325	0.597 ± 0.012	0.272 ± 0.017	0.281 ± 0.016	0.278 ± 0.014	0.293 ± 0.017
330	0.561 ± 0.011	0.197 ± 0.015	0.204 ± 0.015	0.201 ± 0.014	0.212 ± 0.015

Continuação da tabela 4.1

Resultados para 100h					
T(°C)	r _{corr}	d _{nor0}	d _{nor1}	d _{nor2}	d _{nor3}
171	0.902 ± 0.009	0.902 ± 0.047	0.923 ± 0.040	0.930 ± 0.037	0.962 ± 0.042
213	0.848 ± 0.008	0.807 ± 0.044	0.828 ± 0.038	0.835 ± 0.035	0.863 ± 0.039
241	0.774 ± 0.009	0.740 ± 0.042	0.757 ± 0.036	0.763 ± 0.034	0.789 ± 0.038
261	0.738 ± 0.008	0.663 ± 0.037	0.679 ± 0.032	0.684 ± 0.030	0.708 ± 0.034
271	0.664 ± 0.008	0.583 ± 0.034	0.597 ± 0.030	0.602 ± 0.029	0.623 ± 0.032
281	0.572 ± 0.013	0.388 ± 0.030	0.398 ± 0.029	0.401 ± 0.028	0.414 ± 0.030
291	-	0.172 ± 0.014	0.176 ± 0.013	0.177 ± 0.013	0.183 ± 0.014

Resultados para 1000 h					
T(°C)	r _{corr}	d _{nor0}	d _{nor1}	d _{nor2}	d _{nor3}
152	0.907 ± 0.008	0.907 ± 0.048	0.891 ± 0.036	0.906 ± 0.037	0.952 ± 0.043
186	0.859 ± 0.009	0.890 ± 0.048	0.874 ± 0.036	0.889 ± 0.037	0.933 ± 0.043
213	0.805 ± 0.008	0.782 ± 0.043	0.768 ± 0.033	0.781 ± 0.034	0.820 ± 0.040
231	0.701 ± 0.008	0.647 ± 0.037	0.636 ± 0.029	0.647 ± 0.029	0.679 ± 0.033
241	0.672 ± 0.008	0.610 ± 0.036	0.600 ± 0.028	0.610 ± 0.029	0.640 ± 0.033
250	0.632 ± 0.009	0.556 ± 0.033	0.546 ± 0.027	0.555 ± 0.028	0.583 ± 0.031
261	0.589 ± 0.012	0.360 ± 0.021	0.354 ± 0.017	0.360 ± 0.018	0.378 ± 0.020
271	-	0.171 ± 0.013	0.168 ± 0.011	0.171 ± 0.011	0.180 ± 0.012

Figura 4.1.- Dados de d normalizados (d_{nor}) pelos r (r_{cor}) a partir dos 2 primeiros pontos de r .

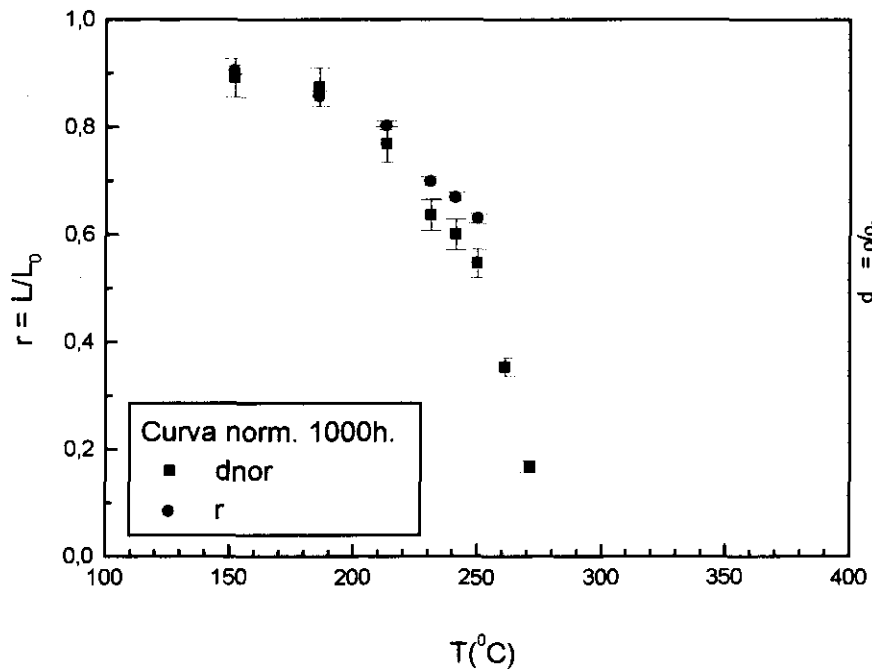
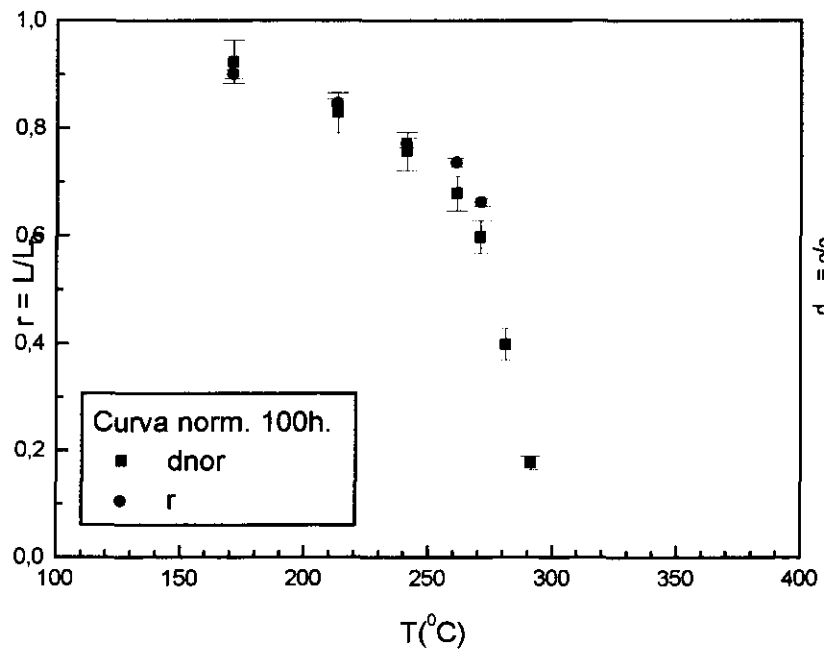
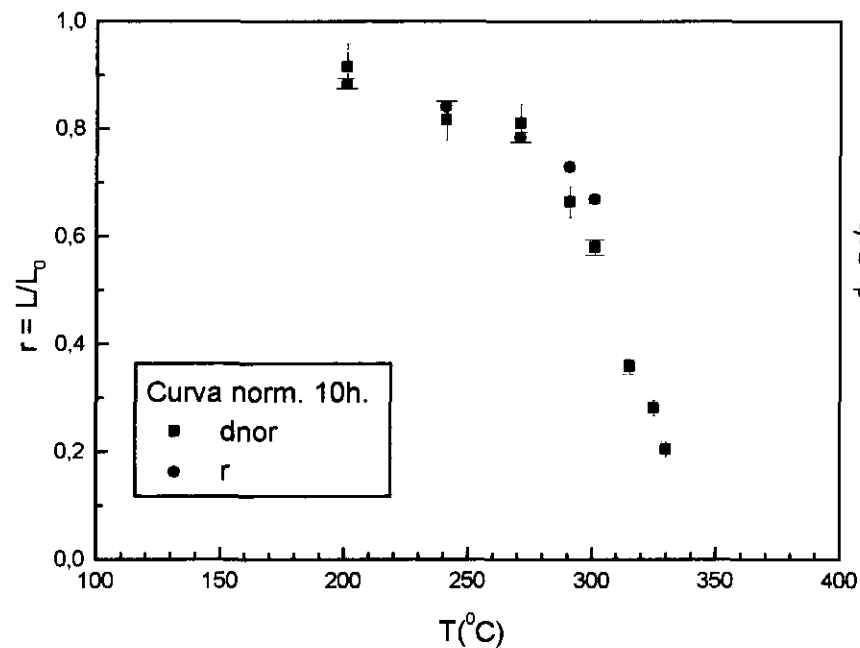
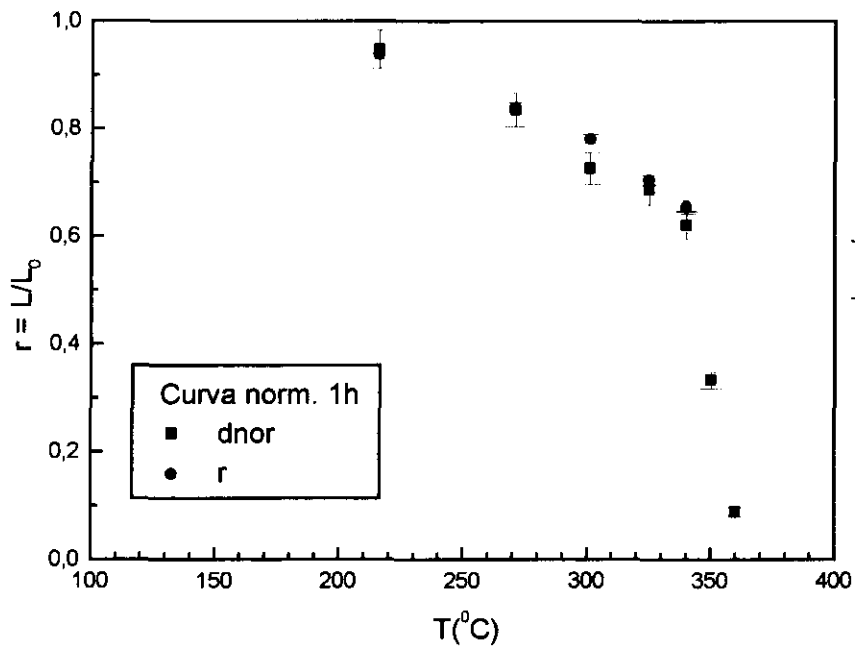


Figura 4.2.- dados de d normalizados (d_{nor3}) pelos $r(r_{corr})$ onde $d > 0.5$

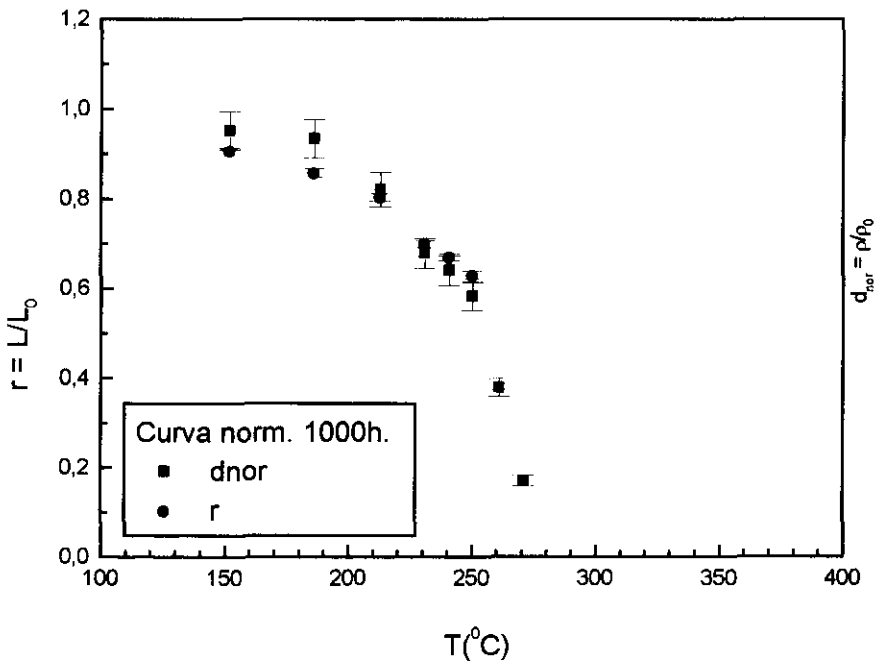
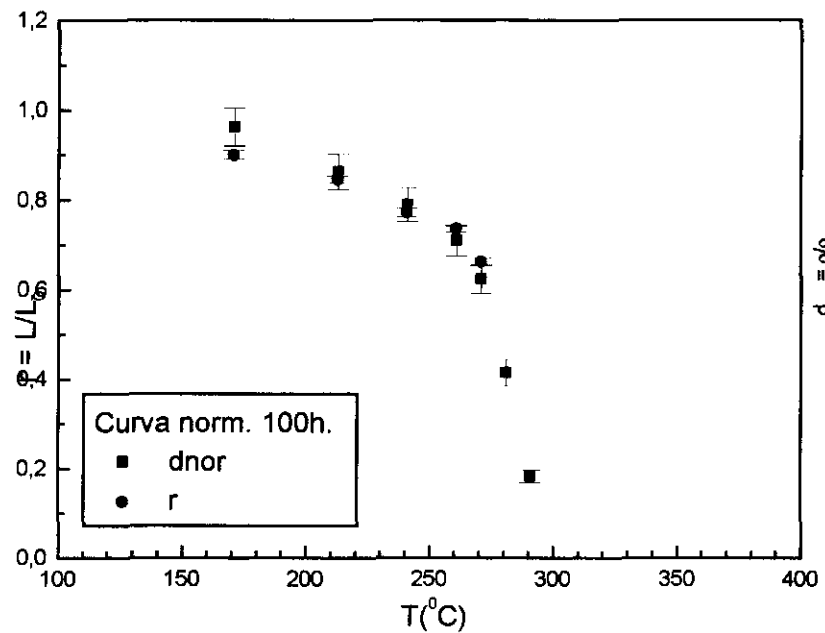
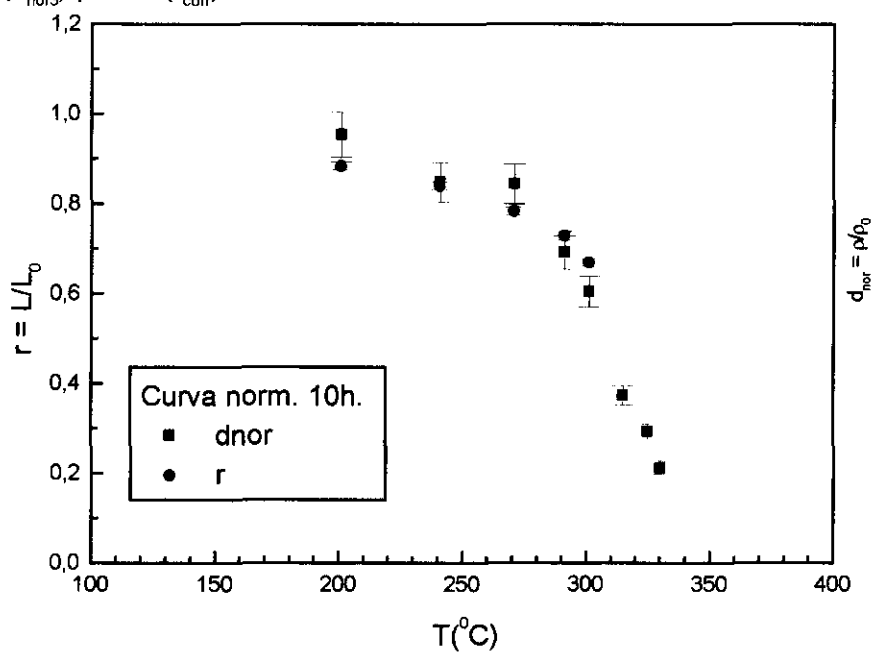
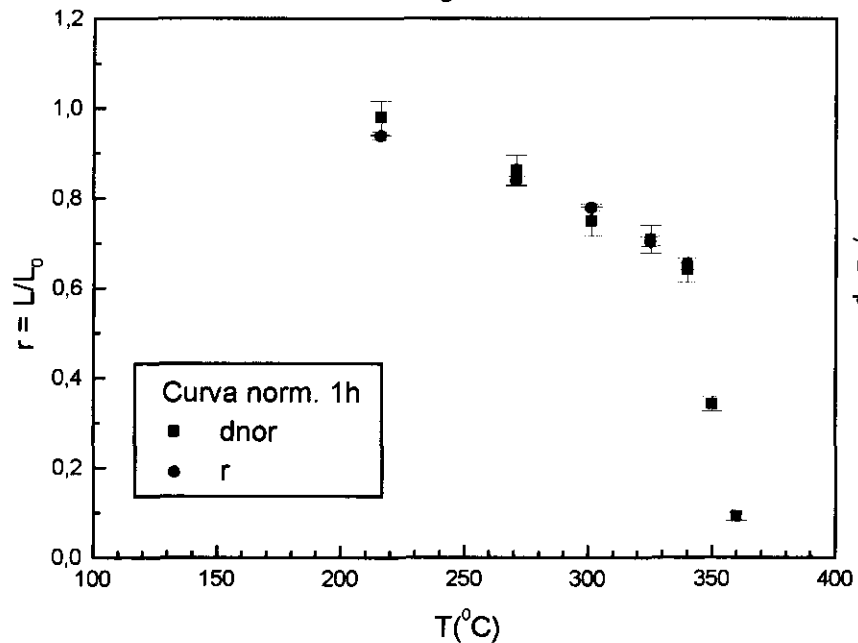


Figura 4.3.- Ajuste dos dados de r para o modelo do Carlson e do Crowley.

f é o fator residual entre o valor experimental e o valor obtido pelo modelo

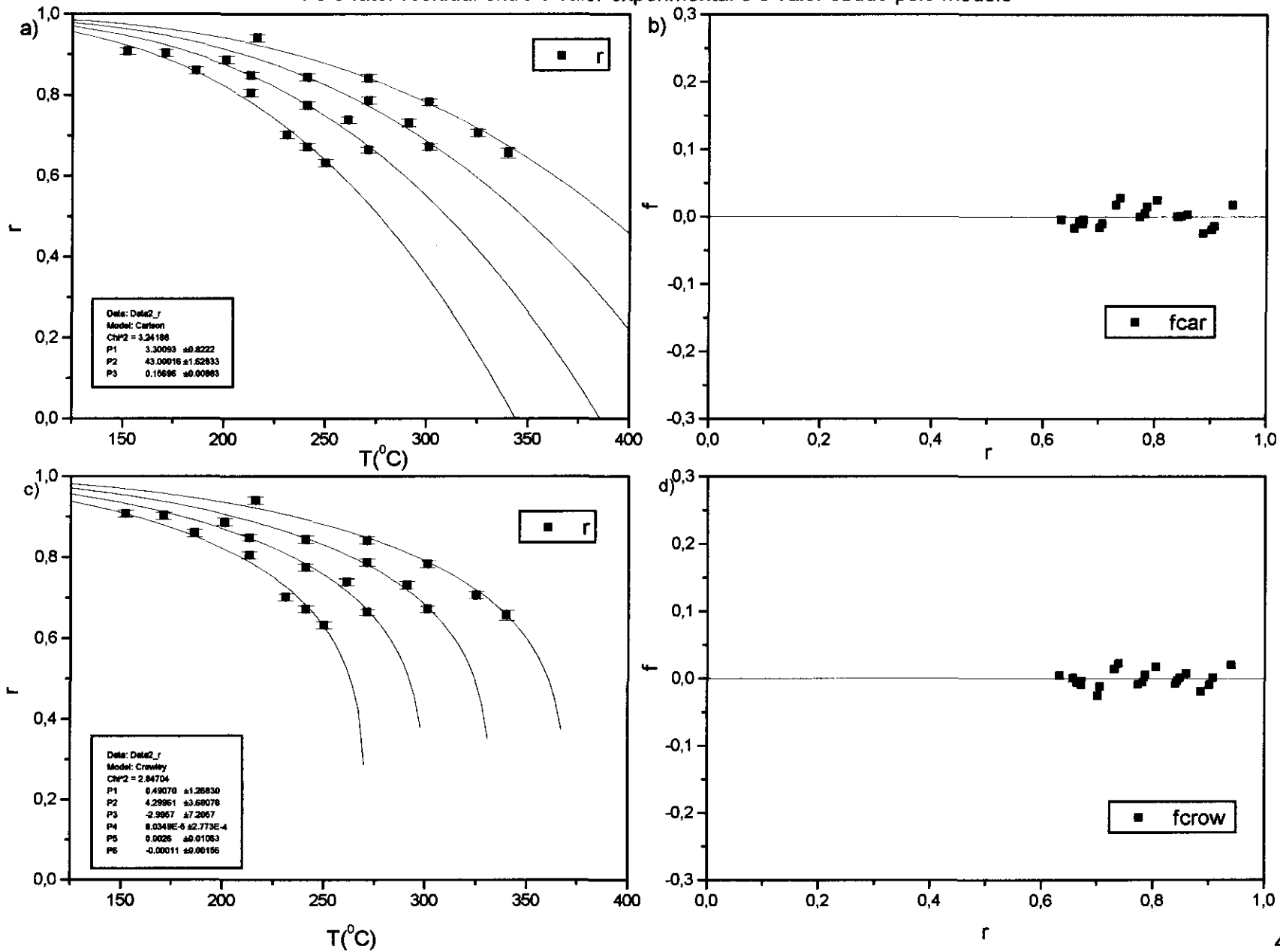


Figura 4.4.- Fit dos dados de $d(d_{\text{norm}})$, normalizados com os dois primeiros dados de r , para o modelo de Carlson e de Crowley. f é o fator residual entre o valor experimental e o valor obtido pelo modelo.

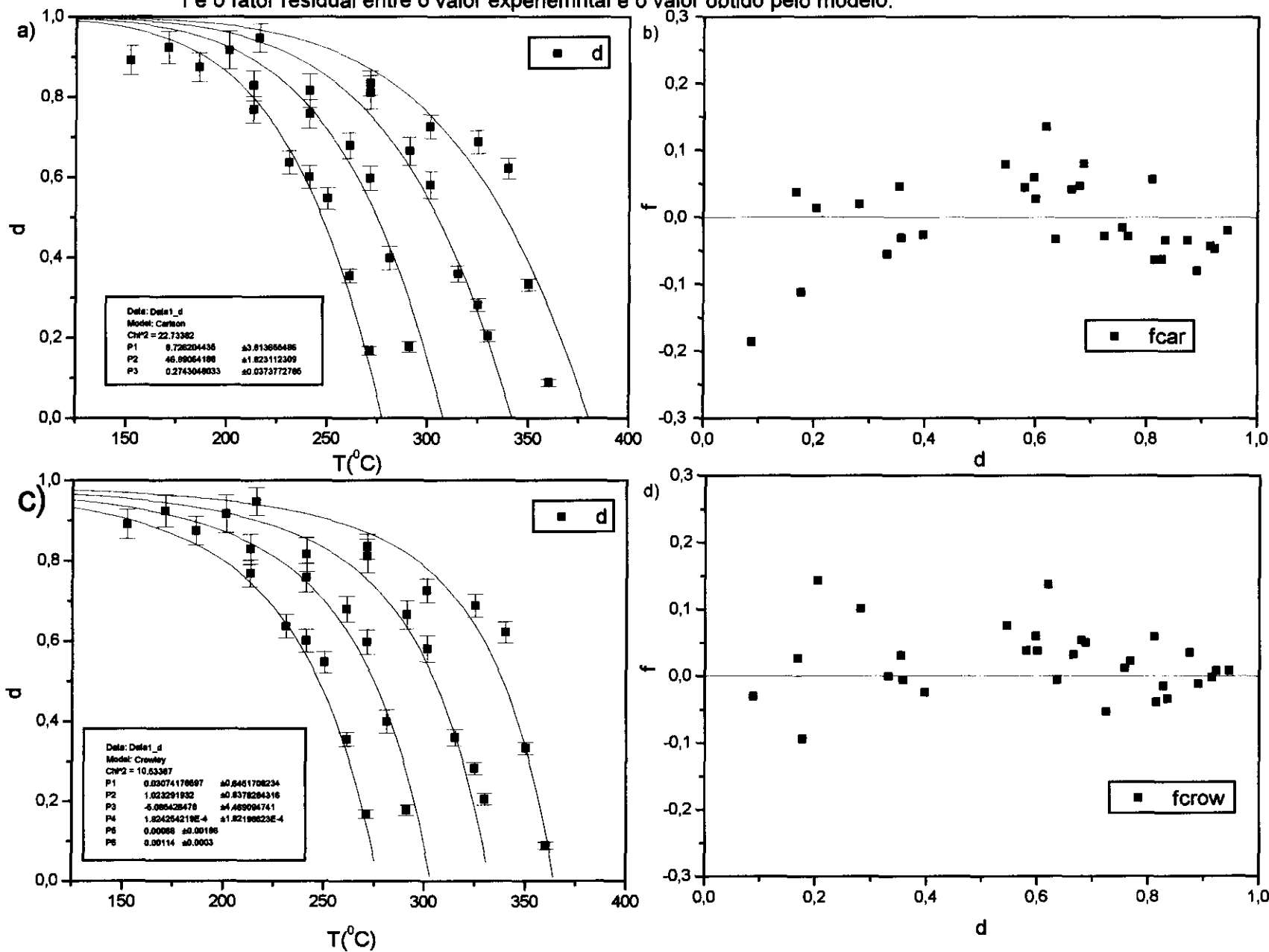


Figura 4.5.- Mesmo ajuste da figura 4.4 no caso em que $d > 0.5$.

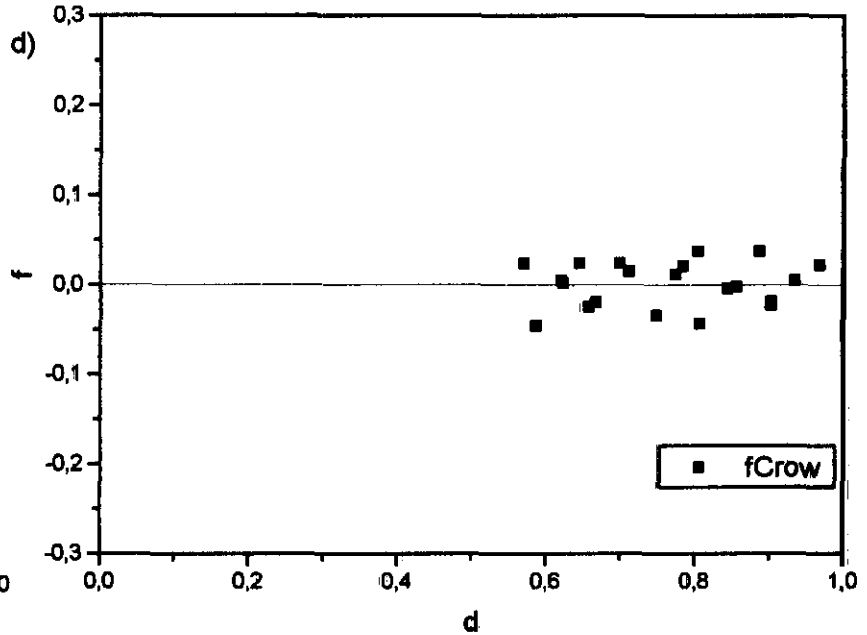
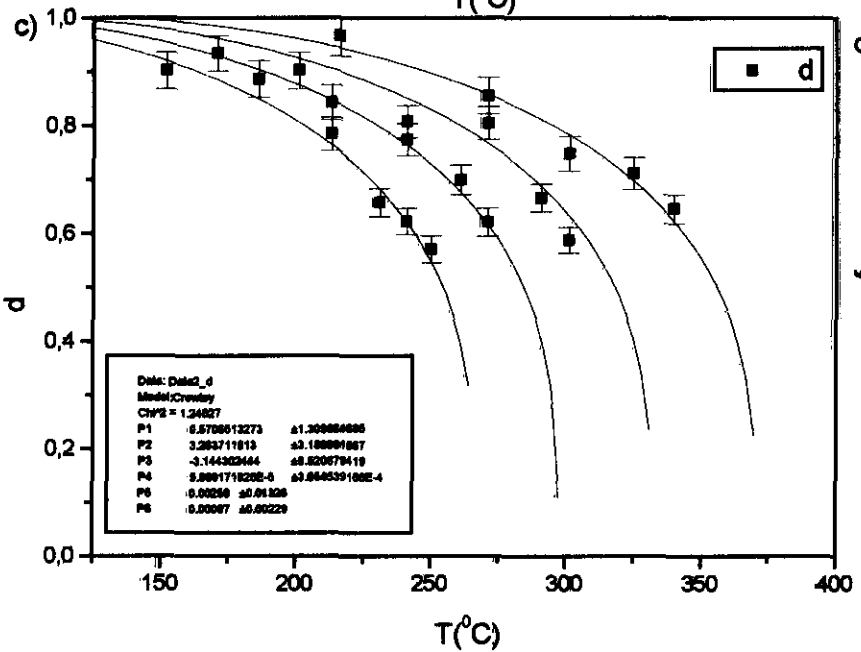
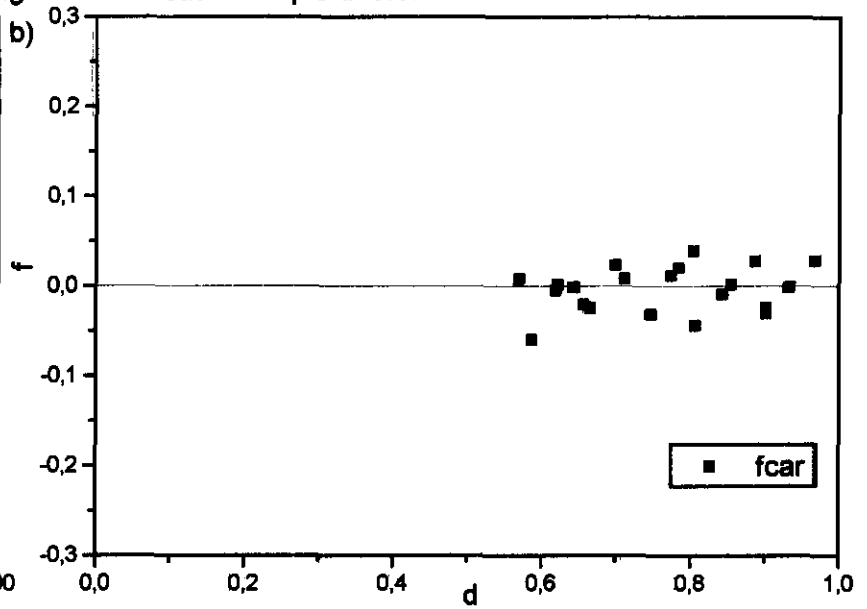
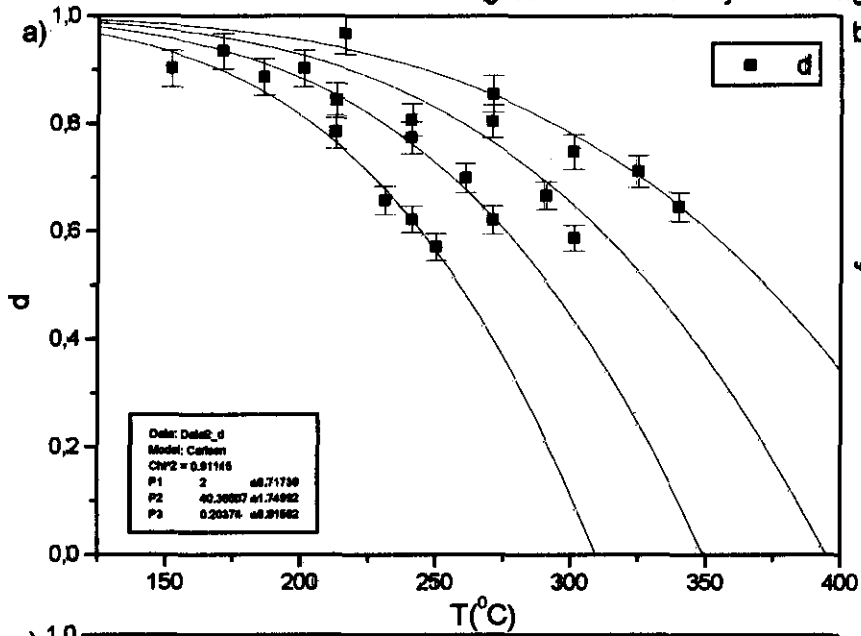


Figura 4.6.- Ajuste dos dados de d (d_{nor3}), normalizados com os dados de r para $d > 0.5$, para o modelo de Carlson e de Crowley.

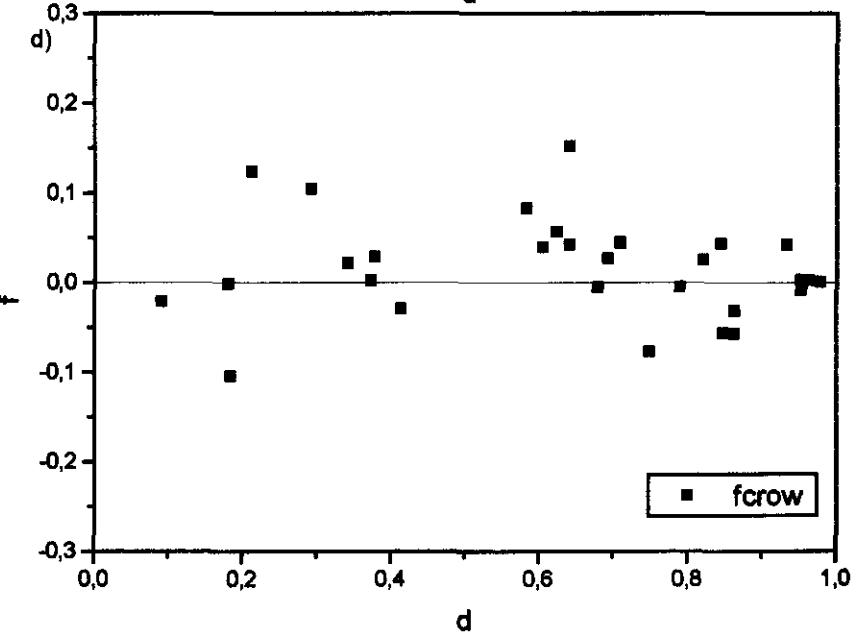
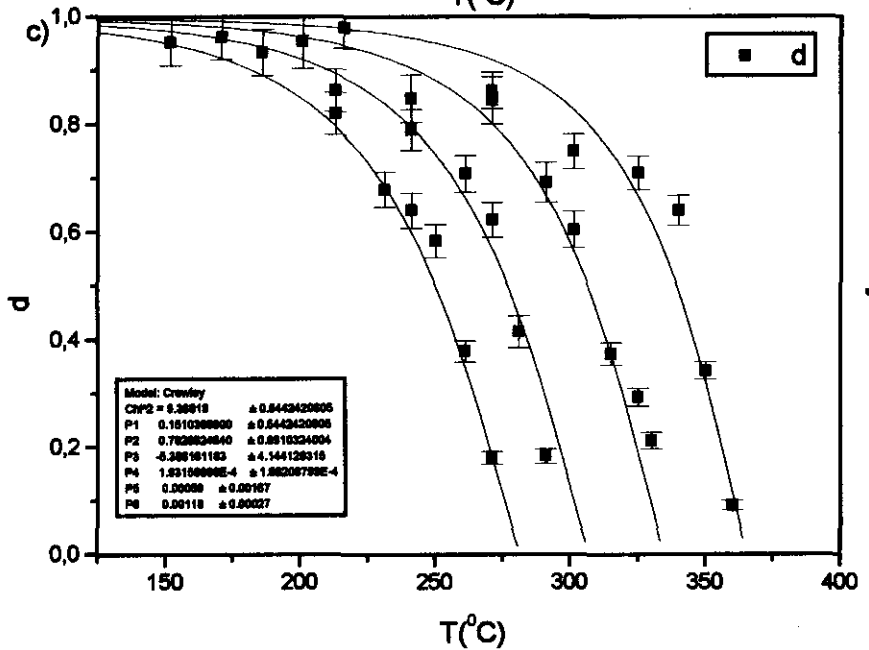
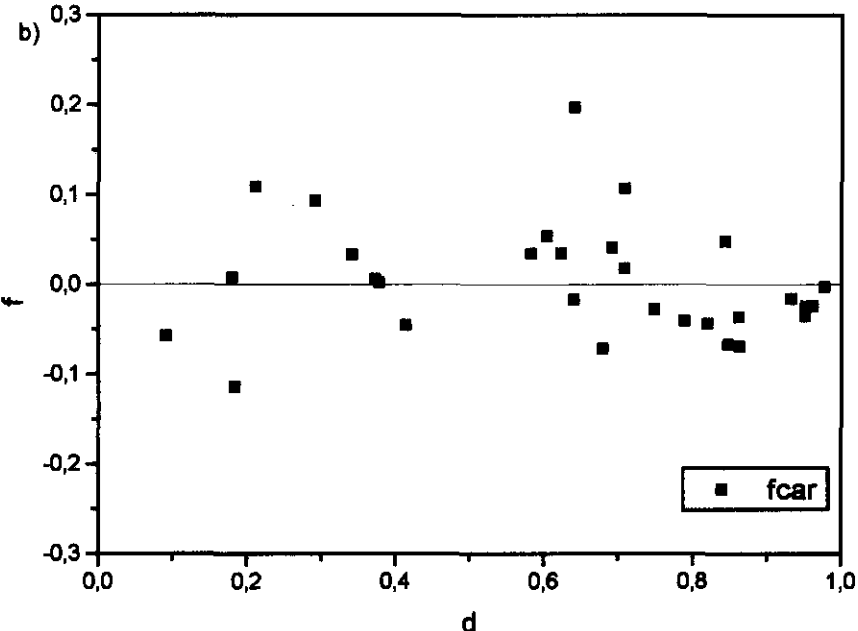
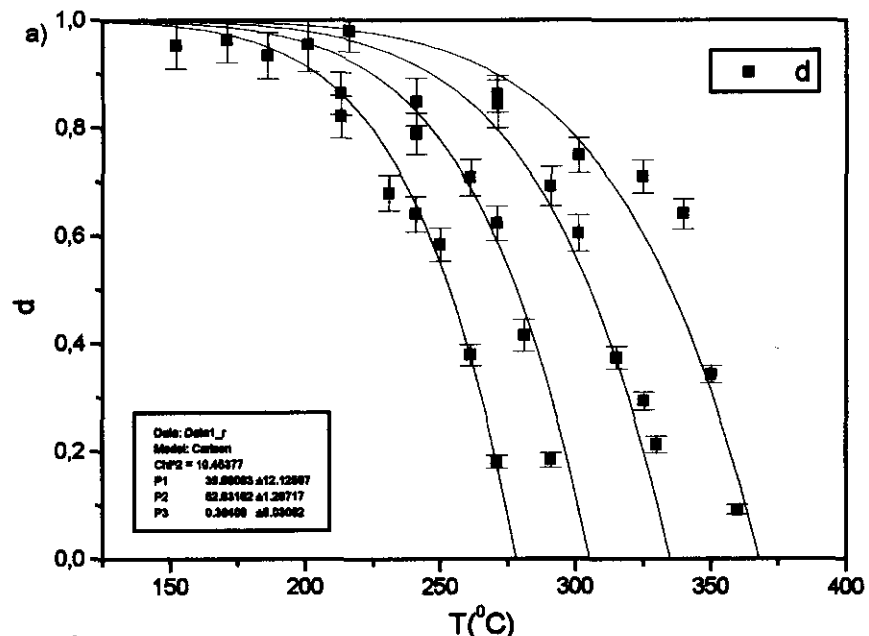
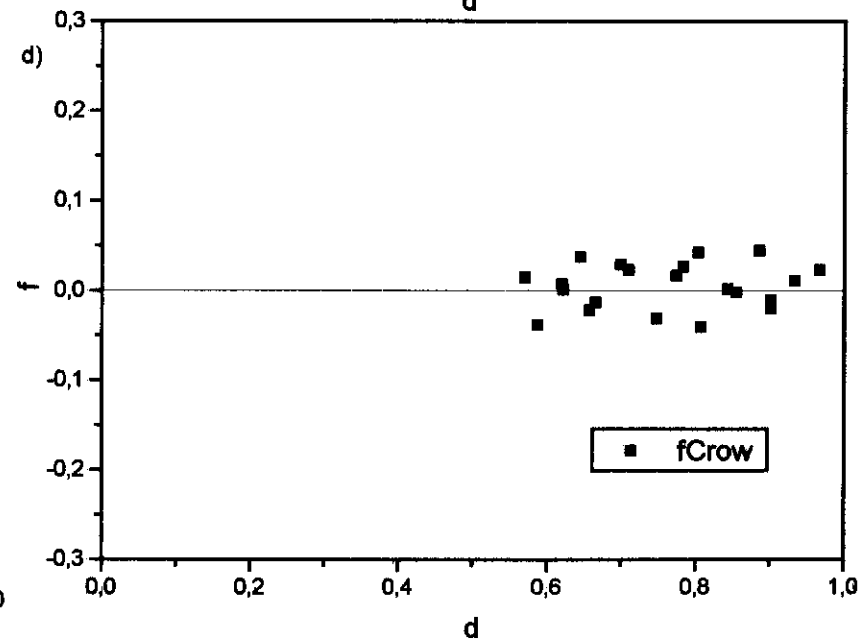
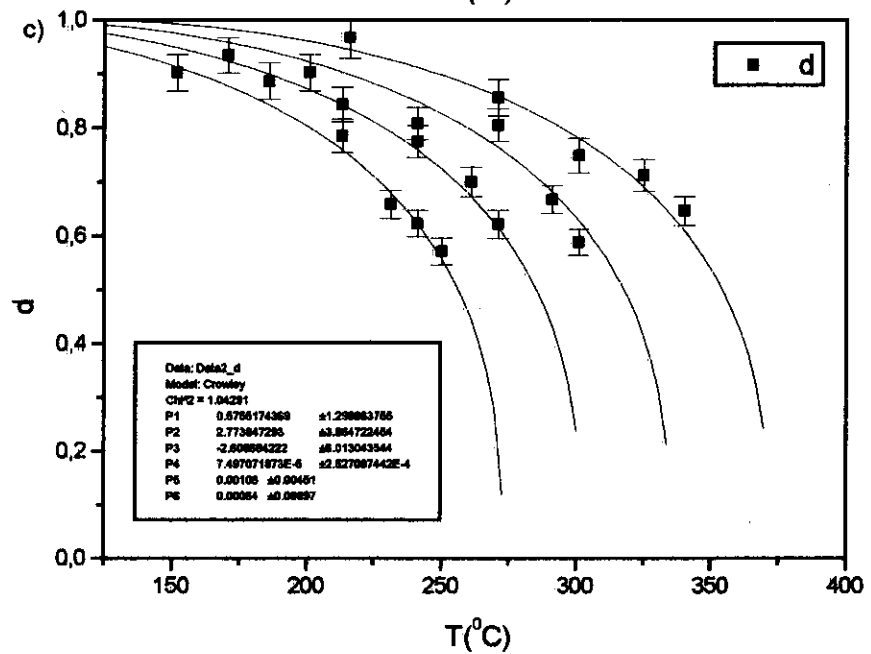
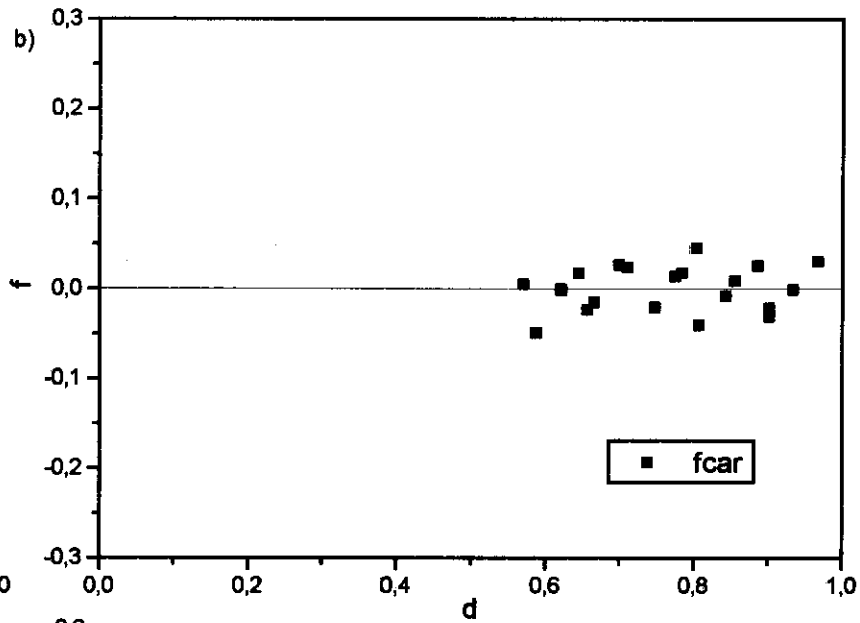
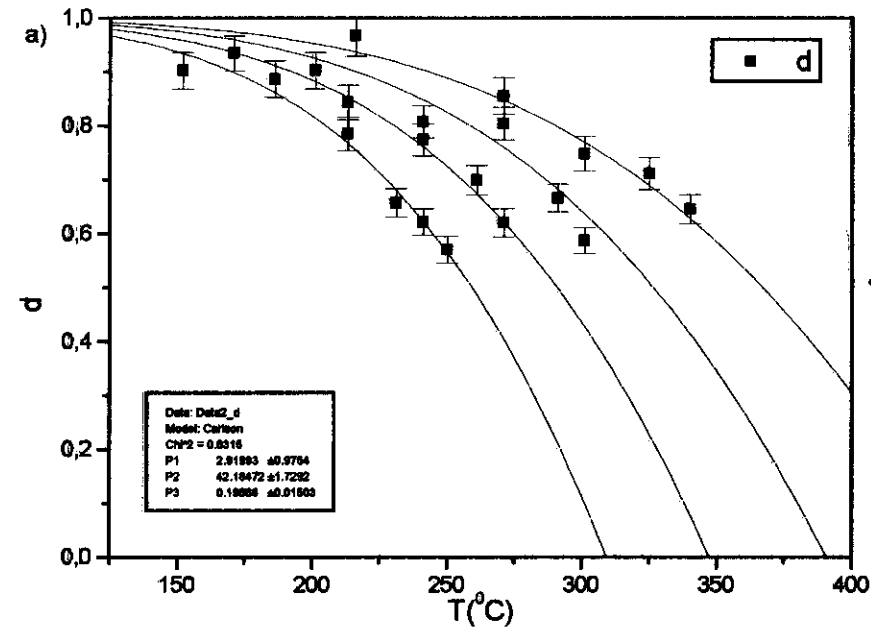


Figura 4.7.- Mesmo ajuste da figura 4.6, no caso em que $d > 5$.



do modelo de Carlson e antes disto ainda, confrontar estes dois modelos em aplicações em amostras geológicas.

Na tabela 4.2 estão mostrados os valores de r , d_{nor1} , d_{nor3} relativos aos ajustes efetuados nesta tese (quando são tomados todos os pontos no caso dos d_{nor}) e aqueles relativos aos ajustes de Crowley et al, com seus dados da fluorapatita pura ($r_{Crowley}$) e da estrôncio-apatita ($r_{Crowley\ str}$) e com os dados de Green et al, (r_{Green}). $d_{Carlson1}$ e $d_{Carlson3}$ são relativos ao ajuste dos d_{nor1} e dos d_{nor3} com o modelo de Carlson. $d_{Crowley1}$ e $d_{Crowley3}$ são relativos aos ajustes de d_{nor1} e d_{nor3} com o modelo de Crowley et al.

A maioria dos pontos estão em tempos e temperaturas de laboratório para facilitar a comparação com r_{corr} , d_{nor1} , e d_{nor3} (que também estão mostrados na tabela 4.2) obtidos experimentalmente.

No que se refere a d_{nor} , $d_{Carlson}$ e $d_{Crowley}$ são relativamente parecidos tanto para d_{nor1} como para d_{nor3} em tempos e temperaturas de laboratório, principalmente em condições de annealing mais forte. $r_{Carlson/Carlos}$ e $r_{Crowley/Carlos}$ (que são os r obtidos para cada modelo relativos ao ajuste de nossos dados de r) também são parecidos e são relativamente compatíveis com r_{Green} (principalmente), $r_{Crowley}$ e $r_{Crowleystr}$ dentro das restrições que discutimos no item 3.1. Porém o que mais chama a atenção nesta tabela são os valores de r e d previstos pelos ajustes para tempos geológicos (1, 10, 50 e 100 Ma). Estas previsões, para temperaturas compatíveis com tais tempos em termos de janela de retenção de traços, indicam que mesmo quando modelos prevêm os mesmos resultados em tempos de laboratório (como por exemplo no caso de $d_{Carlson3}$ e $d_{Crowley3}$) eles podem, quando extrapolados para tempos geológicos, darem resultados bastante diferentes. Assim, a pesar de termos em mente que estas discrepâncias podem ser apenas aparentes, no que se refere a histórias térmicas geológicas reais, somos levados a acreditar, que antes de introduzir mais refinamentos na descrição de experimentos de annealing de laboratório, se faz necessário uma confrontação de tais modelos em amostras geológicas (isto faz parte do meu projeto de

pós doutorado (submetido à) FAPESP e que será desenvolvido junto com o professor Peter Hackspacher). No entanto temos convicção que a busca de uma descrição física do processo de annealing de traços de fissão em apatitas será uma consequência desta confrontação. Além disto, tudo indica que a utilização das medidas de densidade de traços (até então pouco exploradas) fornecerá o ferramental necessário para esta descrição física.

Tabela 4.2.- Dados experimentais de r_{corr} e d_{nor} comparados com os obtidos via o modelo de Carlson e Crowley. $r_{Crowley}$, $r_{Crowleystr}$ e r_{Green} são os valores obtidos pelo modelo de Crowley com os dados experimentais obtidos por Crowley e Green respectivamente.

	Tempo	T(°C)	$r_{corr-exp}$	$r_{Crowley}$	$r_{Crowleystr}$	r_{Green}	$r_{Carlson/Carlos}$	$r_{Crowley/Carlos}$	d_{nor1}	$d_{Carlson1}$	$d_{Crowley1}$	d_{nor3}	$d_{Carlson3}$	$D_{Crowley3}$
1	1h	216	0.940	0.920	0.928	0.954	0.923	0.920	0.978	0.981	0.977	0.947	0.967	0.939
2	1h	271	0.841	0.843	0.858	0.882	0.841	0.848	0.862	0.899	0.919	0.835	0.869	0.869
3	1h	301	0.782	0.768	0.793	0.817	0.778	0.788	0.749	0.777	0.826	0.725	0.753	0.779
4	1h	325	0.706	0.663	0.705	0.743	0.717	0.718	0.709	0.603	0.666	0.687	0.607	0.637
5	1h	340	0.656	0.526	0.608	0.680	0.673	0.656	0.64	0.444	0.488	0.620	0.485	0.484
6	1h	350	0.616	--	0.474	0.626	0.642	0.597	0.342	0.309	0.321	0.332	0.387	0.333
7	1h	360	0.566	--	--	0.557	0.609	0.504	0.091	0.149	0.112	0.088	0.274	0.119
8	10h	201	0.886	0.904	0.910	0.937	0.911	0.905	0.953	0.978	0.962	0.916	0.959	0.918
9	10h	241	0.843	0.844	0.856	0.877	0.843	0.846	0.848	0.915	0.904	0.815	0.879	0.853
10	10h	271	0.786	0.771	0.794	0.806	0.772	0.781	0.844	0.796	0.800	0.811	0.754	0.753
11	10h	291	0.731	0.693	0.729	0.739	0.714	0.718	0.692	0.651	0.666	0.664	0.622	0.632
12	10h	301	0.671	0.632	0.684	0.697	0.681	0.675	0.604	0.550	0.565	0.580	0.536	0.542
13	10h	315	0.644	0.468	0.587	0.621	0.632	0.592	0.373	0.367	0.371	0.358	0.389	0.364
14	10h	325	0.597	--	0.438	0.546	0.593	0.486	0.293	0.200	0.189	0.281	0.262	0.180
15	10h	330	0.561	--	--	0.497	0.573	0.374	0.212	0.103	0.088	0.204	0.190	0.061
16	100h	171	0.902	0.909	0.912	0.941	0.922	0.911	0.962	0.986	0.959	0.923	0.970	0.915
17	100h	213	0.848	0.847	0.856	0.874	0.847	0.847	0.863	0.932	0.894	0.828	0.892	0.843
18	100h	241	0.774	0.783	0.801	0.805	0.775	0.783	0.789	0.830	0.794	0.757	0.773	0.746
19	100h	261	0.738	0.711	0.744	0.735	0.710	0.716	0.708	0.690	0.663	0.679	0.632	0.625
20	100h	271	0.664	0.659	0.705	0.690	0.673	0.670	0.623	0.589	0.567	0.597	0.538	0.538
21	100h	281	0.572	0.583	0.653	0.633	0.633	0.609	0.414	0.460	0.443	0.398	0.424	0.423
22	100h								0.183	0.297	0.287	0.176	0.288	0.270
23	1000h	152	0.907	0.904	0.905	0.934	0.921	0.907	0.952	0.988	0.949	0.891	0.971	0.903
24	1000h	186	0.859	0.853	0.860	0.876	0.856	0.852	0.933	0.949	0.891	0.874	0.908	0.839
25	1000h	213	0.805	0.794	0.809	0.808	0.781	0.788	0.820	0.863	0.795	0.768	0.796	0.746
26	1000h	231	0.701	0.737	0.763	0.744	0.717	0.727	0.679	0.750	0.685	0.636	0.669	0.643
27	1000h	241	0.672	0.694	0.730	0.699	0.677	0.681	0.640	0.657	0.598	0.600	0.573	0.563
28	1000h	250	0.632	0.641	0.693	0.649	0.637	0.628	0.583	0.548	0.500	0.546	0.467	0.471
29	1000h	261	0.589	0.543	0.634	0.569	0.583	0.524	0.378	0.376	0.349	0.354	0.308	0.323
30	1000h	--	--	--	--	--	--	--	0.180	0.172	0.181	0.168	0.131	

Continuação da tabela 4.2 para resultados dos modelos para tempos geológicos.

	Tempo	T(°C)	r _{corr-exp}	r _{Crowley}	r _{Crowleystr}	r _{Green}	r _{Carlson/Carlos}	r _{Crowley/carlos}	d _{nor1}	d _{Carlson1}	d _{Crowley1}	d _{nor3}	d _{Carlson3}	d _{Crowley3}
31	1 Ma	90	-	0.806	0.813	0.777	0.760	0.770	-	0.941	0.742	-	0.835	0.690
32	10 Ma	80	-	0.799	0.807	0.761	0.737	0.755	-	0.938	0.720	-	0.815	0.668
33	50 Ma	70	-	0.804	0.811	0.766	0.745	0.761	-	0.948	0.727	-	0.832	0.675
34	100 Ma	60	-	0.821	0.825	0.796	0.790	0.790	-	0.969	0.766	-	0.886	0.713

5.- CONCLUSÕES

Nesta tese foi apresentado um conjunto de dados sobre o annealing de traços de fissão em apatitas em condições experimentais de laboratório. Este conjunto é como pretendíamos, mais completo que outros existentes na literatura. Isto porque nele estão presentes dados referentes a densidade de traços e dados referentes a uma orientação cristalina preferencial (superfícies basais), dados estes que os outros não possuem. Os dados contidos aqui e que os outros conjuntos possuem fortalecem mais o conjunto de Green et al., 1986, porém é em várias regiões compatível com o conjunto de Crowley et al., 1991.

Os dados referentes à densidade de traços (que até então eram colocados em segundo plano devido a problemas relacionados com eficiência de contagem) se mostraram bastante úteis para que aqueles referentes a comprimento fossem melhor interpretados. Além disto, como estes dados são menos sensíveis ao fenômeno (gaps não atacáveis de traços) responsável pelos principais problemas relacionados com a medida de r (onde $r < 0.6$), eles também foram utilizados para comparar o modelo de annealing proposto por Crowley com aquele proposto por Carlson. Isto foi possível porque os problemas relacionados com a eficiência de contagem de traços foram minorados a partir de normalizações de d a partir de r .

O modelo de Carlson, que possui parâmetros com significado físico (diferentes dos outros apresentados na literatura) provou também ser relativamente bom para descrever os dados de d normalizados via r , o que não acontecia quando se leva em conta apenas as medidas de r , sem ter que introduzir uma nova descrição a partir de um ponto arbitrário ($r < 0.6$) para poder incorporar os efeitos da segmentação dos traços.

A anisotropia do annealing, que Green et al., 1986, 1993 tomam como sendo o principal problema para a descrição física do processo de annealing, não se mostrou em nosso conjunto de dados como sendo o fenômeno mais relevante. O fenômeno mais relevante no caso parece ser a segmentação dos traços.

A composição química das apatitas estudadas nos conjuntos de dados presentes na literatura também aparenta não ser um fenômeno relevante ao processo de annealing. Isto pode ser visto comparando os resultados obtidos nas amostras Durango e A-1 com os apresentados por Crowley et al., 1991.

Acreditamos que se se partir do ajuste do modelo de Carlson (depois de se introduzir os refinamentos necessários), aos dados de d_{nor} ($d_{\text{nor}0}$, ou $d_{\text{nor}1}$ no caso) e então introduzir o efeito da segmentação (sem que haja uma quebra na “modelagem”), pode-se chegar a uma descrição física do processo do annealing de traços de fissão em apatitas para os dados de r . Porém como encontramos sérias discrepâncias entre os modelos de Carlson e Crowley et al, (mesmo para d_{nor}) quando fazemos extrapolações para tempos geológicos a temperaturas constantes, não julgamos ser conveniente introduzir mais refinamentos na descrição do experimento de laboratório, sem antes confrontar as performances dos modelos existentes na literatura (tanto com os nossos dados como com os de Green et al., Crowley et al. e Donelick et al.) quando estes são aplicados em amostras geológicas.

REFERÊNCIAS

- 1.- Albrecht, D., Armbruster, P., Sphor, R., Roth, M., Shaupt, K., Stuhmann, H. (1984). Small angle scattering from oriented latent nuclear tracks. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, B2, 702 – 705.
- 2.- Albrecht, D., Armbruster, P., Sphor, R., Roth, M., Shaupt, K., Stuhmann, H. (1985). Investigation of heavy ion produced defect structures in insulators by small angle scattering. *Applied Physics*, A 37, 37-46.
- 3.-Amaral, G., H. Born, J.C. Hadler N., P.J. Iunes, K. Kawashita, D.L. Machado Jr., E.P. Oliveira, S.R. Paulo and C.A. Tello S. (1997). Fission track analysis from São Francisco Craton and Mesozoic Alkaline - Carbonatite Complexes from Central Southeastern Brazil. *Journal of South American Earth Science.*, vol. 10, Nºs. 3-4, pp. 285-294, 1997.
- 4.- Bertagnolli, E. Märk, E. Bertel, M. Pahl and T.D. Märk. (1981). Determination of palaeotemperatures of apatite with the fission-track Method. *Nucl. Tracks*, vol 5 nos. 1/2, pp. 175-180.
- 5.- Bigazzi, G. (1967). Length of fission track an age of muscovite samples. *Earth and Planetary Science Letters*, n.3, 313-318.
- 6.- Bigazzi, G., J.C. Hadler and A.M. Osorio A.(1988). On Shukolyukov equation for the fading of fission tracks in minerals, *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, vol. 15, nº 1-4, pp.707-710.
- 7.- Carlson, W.D.(1990). Mechanisms and kinetics of apatite fission-track annealing. *Amer. Mineralogist.*, 75: 1120-1139.
- 8.- Carlson, W.D. (1993 a). Mechanics and kinetics of apatite fission- track annealing- Replay to Kevin D. Crowley. *Amer. Mneralogist.*, 78: 213-215.
- 9.- Carlson, W.D. (1993 b). Mechanics and kinetics of apatite fission- track annealing- Replay to Green et al. *Amer. Mineralogist.*, 78: 446-449.

- 10.- Carlson, W. D., and Rosenfeld, J.L. (1981). Optical determination of topotactic aragonite-calcite growth kinetics: Metamorphic implications. *Journal of Geology*, 89, 615-638.
- 11.- Corrigan J.D. 1991. Inversion of apatite fission track data for thermal history information: *Journal of Geophysical Research*, V. 96, p. 10347-10360.
- 12.- Crowley, K.D. (1985). Thermal significance of fission track length distributions, *Nucl. Tracks* 10, 311-322.
- 13.- Crowley, K. D. (1993). Mechanics and kinetics of apatite fission –track annealing-Discussion. *Amer. Mineralogist*, 78, 210-212.
- 14.- Crowley, K.D., M. Cameron, and R.L. Shaefer (1991). Experimental studies of annealing of etched fission tracks in fluor apatite. *Geoch. Cosmoch. Vol 55* pp.1449-1465.
- 15.- Dakowski M., J. Burchart and J. Galazca (1974). Experimental formula for thermal fading of fission tracks in minerals and Natural Glasses. *Science de la terra. vol XXII*, n° 1.
- 16.- Dartyge, E., J.P. Durand, Y. Langevin and M. Maurtte (1978). A new method of investigating the past activity of ancient solar flare cosmic rays over a time scale of a few billion years. *Proc. 9th Lunar Planet. Sci. Cont.*, pp.2375-2398.
- 17.- Dartyge, E., J.P. Durand, Y. Langevin and M. Maurtte (1981). A new model of nuclear particle tracks in dielectric minerals. *Phys. Rev. B*, 23: 5213-5229.
- 18.- Donelick, R. A. (1988). Etchable fission track length reduction in apatite: Experimental observations, theory, and geological applications. Ph. D. dissertation. Rensselaer Polytechnic Institute, 414 pp.
- 19.- Donelick, R. A. (1991): Crystallographic orientation dependence of mean etchable of fission track in apatite: An empirical model and experimental observations, *Amer. Mineral.* 76, 83-91.

- 20.- Duddy, I.R., P.F. Green and G.M. Laslett (1988). Thermal annealing of fission tracks in apatite 3. Variable temperature behaviour, *Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.)*, 73, 25-38.
- 21.- Elandt-Johnson, R.C. and Johnson, N.L. (1980). *Survival models and data analysis*, 457p. Wiley. New York.
- 22.- Etniman, H., F.B. Lambert, I. Buchhorn, S. Chann and G. C. Murphy (1984). Research into diagenetic and mineralising processes, Lennard shelf keef Complexes, W.A. In: P.G. Purcell (Editor), *the Canning Basin, W.A. Proc. of Geol. Soc. Aust.-Pet. Explor. Soc. Aust. Symp.*, Perth, W.A., 1984, pp.447-453.
- 23.- Fleisher, R.L. and P. B. Price (1963). Charged particle tracks in glass. *Journal of Applied Physics*, 34, 2903-2904.
- 24.- Fleisher, R.L. , P.B. Price and R. M. Walker (1975). *Nuclear Tracks in solids: Principles and applications*. University of California Press, Berkeley, California, 605p.
- 25.- Fletcher, R.C., and Brown, W.L. (1953). Annealing of bombardment damage in a diamond-type lattice: theoretical. *Physical Review*, 92, 585 – 590.
- 26.- Galbraith, R. F., and Laslett, G.M. (1988). Some calculations relevant. To thermal annealing of fission tracks in apatite. *Proceedings of the Royal Society of London*, A419, 305-321.
- 27.- Gallagher, K. (1995). Evolving temperature histories from apatite fission-track data: *Earth and Planetary Science Letters*, V. 136, p. 421-435.
- 28.- Gleadow, A.J.W., I.R. Duddy and J.F. Lovering (1983). Fission track analysis: a new tool for the evaluation of thermal histories and hydrocarbon potential. *APEA (Aust. Pet. Explor. Ass.) J.*, 23: 93-102.
- 29.- Gold, R., Roberts, J.H., and Ruddy, F. H. (1981). Annealing phenomena in solid state track recorders. *Nuclear Tracks*, 5, 253-264.

- 30.- Green, P.F. (1981). "Track-in-track" length measurements in annealed apatites. Nucl. Tracks, 5: 121-128.
- 31.- Green, P.F. (1988). The relationship between track shortening and fission track age reduction in apatite: Combined influence of inherent instability, annealing anisotropy, length bias and system calibration. Earth Planet. Sci. Lett., 89, 335-352.
- 32.- Green, P.F., and S.A. Durrani (1977). Annealing studies of tracks in crystals. Nucl. Tracks, 1:33-39.
- 33.- Green, P.F., I.R. Duddy, A.J.W. Gleadow, P.R. Tingate and G.M. Laslett (1986). Thermal annealing of fission tracks in apatite, 1. A qualitative description. Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.), 59, 237-253.
- 34.- Green, P.F., I.R. Duddy, G.M. Laslett, K.A. Hegarty, A.J. W. Gleadow and J.F. Lovering (1989). Thermal annealing of fission track in apatite 4. Quantitative modeling techniques and extension to geological timescales. Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.), 79, 155-182.
- 35.- Green, P. F., Laslett, G.M., and Duddy, I.R. (1993) Mechanics and kinetics of apatite fission –track annealing- Discussion. Amer. Mineralogist, 78, 441-445.
- 36.- Haack U. (1972). Systematics in the Fission Track Annealing of Minerals. Congr. Mineralogy Heidelberg. 1-10.
- 37.- Hackspacher, P.C., Hadler Neto, J. C., Iunes, P.J., Paulo, S.R., Ribeiro, L.F.B. and Tello S., C.A ., (1997). Temporal location of low intensity and short duration thermal events using apatite fission track analysis. South-American Symposium on Isotope Geology, Campos do Jordão, SP, 15-18 de junho de 1997, livro de resumos expandidos, pp. 131-133.
- 38.- Hackspacher, P.C., Hadler Neto, J. C., Iunes, P.J., Paulo, S.R., Ribeiro, L.F.B. and Tello S., C.A ., (1998a). Phanerozoic brittle tectonic in the Southeast Brazilian Basement: Fission track analysis in apatites of faulted rocks., Submetido na Tectonophysics.

- 39.- Hackspacher, P.C., Hadler Neto, J. C., Iunes, P.J., Paulo, S.R., Ribeiro, L.F.B. and Tello S., C.A., (1998b). Defining phanerozoic brittle domains in the Extrema fault zone, south eastern Brazil, through paleostress, petrography, morphotectonics and fission track dating. A ser submetido na Journal of Strutral Geology.
- 40.- Hadler N., J.C., P.J.Iunes., S.R.Paulo and C.A.Tello S. (1995). Obtainment of thermal histories for sets of geologically compatible localities by using apatite fission track analysis. *Revista de Física Aplicada e Instrumentação*, vol .10, no. 1: 1-10.
- 41.- Hegarty, K.A., J.K. Weissel and J.C. Mutter (1988). Subsidence history of Austria Southern Margin: on basis Models. *Am. Assoc. Pet. Geol. Bull.*, 72: 615-633.
- 42.- Jonckheere R., and Van Den Haute, P. (1996) Observations on the geometry of etched fission track in apatite: Implications for models of track revelations. *Amer. Mineralogist*, 81, 1476-1493.
- 43.- Kantsler, A.J., G.C.Smith and A.C. Cook (1978). Lateral and vertical rank variation: Implications for hydrocarbon exploration. *APEA Journal*, 18(1), 1430-156.
- 44.- Laslett, G.M., Kendall, W.S., Gleadow, A.J.W., and Duddy, I.R. (1982): Bias in measurement of fission-track length distributions, *Nucl. Tracks*, 6, 79-85.
- 45.- Laslett, G.M., A.J.W. Gleadow and I.R. Duddy (1984). The relationship between fission track length and density in apatite. *Nucl. Tracks*, 9:29-38.
- 46.- Laslett, G.M., P.F. Green, I.R. Duddy and A.J.W. Gleadow (1987). Thermal annealing of fission tracks in apatite 2. A quantitative analysis, *Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.)*, 65, 1-13.
- 47.- Lutz, T.M. and G. Omar (1991). An inverse Method of modeling thermal histories from apatite fission-track data. *Earth and Planetary Science Letters*, 104(1991)181-195
- 48.- Naeser, C.W. (1984). Fission track dating applied to mineral exploration. 4th Int. F.T.D. (Fission Track Dating), Work Shop, Trog, N.Y.

- 49.- Naeser, C.W., and H. Faul (1969). Fission track annealing in apatite and sphene. *Journal of Geophysical Research*, 74, 705-10.
- 50.- Nagpaul, K.K., P.P. Mchta and M.L. Gupta (1974). Annealing studies on radiation damage in biotite, apatite and sphene and corrections to fission track ages. *Pure and Applied Geophysics*, 112, 131-39.
- 51.- Price, P.B. and R.M. Walker (1962a). Observation of fossil particle tracks in natural micas. *Nature*, 196, 732-734.
- 52.- Price, P.B. and R.M. Walker (1962b). Observation of charged particle tracks in solids. *Journal of Applied Physics*, 33, 3400-3406.
- 53.- Price, P.B. and R.M. Walker (1962c). Chemical etching of charged particle tracks in solids. *Journal of Applied Physics*, 33, 34107-3412.
- 54.- Price, P.B. and R.M. Walker (1962d). A new track detector for heavy particle studies. *Physics Letters*, 3, 113-115.
- 55.- Price, P.B. and R.M. Walker (1963). Fossil tracks of charged particles in mica and the age of the minerals: *Journal of Geophysical Research*, v.68, n° 16, p. 4847-4862.
- 56.- Ravenhurst, C.E., Roden, M. K. and Miller, D.S. (1992). Dependence of fission track annealing on crystal chemistry (abstract). 7 th. International Workshop on Fission –Track Thermochronology, July 13 – 17, U. Penn., Philadelphia, PA.
- 57.- Storzer, D, and G.A. Wagner (1969). Correction of thermally lowered fission track ages of tektites, *Earth Planet. Sci. Lett.*, 5, 463-468.
- 58.- Storzer, D. and Pouoeau, G. (1973): *Geochronologie.- Ages-plateaux de minéraux et verres par la méthode des traçes de fission*, *Compt. Rend. Acad. Sci., Paris D* 276, 137-139.
- 59.- Tello S., C.A. (1994). *Thermochronologia de algumas regiões brasileiras através da análise de traços de fissão em apatitas*. *Disertação de mestrado*. UNICAMP-Campinas-SP Instituto de Física Gleb Wataghin, 103 pp
- 60.- Turnbull, D. (1956). Phase Changes. *Solid State Physics*, 3, 225-306.

- 61.- Veiga, P.M.O ., e Couto, P. A.A. (1981). A natureza e distribuição das ocorrências de apatita da área Ipirá- Pedras Altas, nordeste do estado da Bahia. *Revista Brasileira de Geociências*,11, 104-114.
- 62.- Wagner, G. A. (1968). Fission track dating of apatites. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 5: 463-468.
- 63.- Wagner, G.A., and Reimer (1972). Fission track tectonic: The tectonic interpretation of fission track apatite ages. *Earth and Planetary Science Letters*, 14, 263-68.
- 64.- Wagner,G.A. and P. Van den Haute (1992). *Fission-track dating*. Kluwer Acad., Norwell, Mass., 285pp.
- 65.- Waite, T.R. (1957). Theoretical treatment of the kinetics of diffusion – limited reactions. *Physical Review*, 107, 463-470.
- 66.- Willet, S. D. 1997. Inverse Modeling of Annealing of Fission Tracks in Apatite 1: A Controlled Random search method. *American Jjournal of Science.*, V. 297, p. 939-969.