

**Universidade Estadual de Campinas.**

**Instituto de Física Gleb Wataghin.**

# **Estudo da datação por traços de fissão em epídoto**

**Mestrado**

**Aluno: Eduardo Augusto Campos Curvo**

**Orientador: Julio Cesar Hadler Neto**

**Banca examinadora:**

**Profº Dr. Julio Cesar Hadler Neto**

**Profº Dr. Roberto José Maria Covolan**

**Profº Dr. Sérgio Roberto de Paulo**

**IFGW/UNICAMP**

**IFGW/UNICAMP**

**ICET/UFMT**

**Campinas – Setembro de 2002.**

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DO IFGW – UNICAMP**

Curvo, Eduardo Augusto Campos C948e

Estudo da datação por traços de fissão em epídoto /  
Eduardo Augusto Campos Curvo. -- Campinas, SP: [s.n.],  
2002.

Orientador: Julio Cesar Hadler Neto. Dissertação  
(mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Instituto  
de Física “Gleb Wataghin”.

1. Datação do traço de fissão. 2. Datação radioativa –  
Borborema (RGN). 3. Epídoto.

I. Hadler Neto, Julio Cesar. II. Universidade Estadual de  
Campinas. Instituto de Física “Gleb Wataghin”. III. Título.  
(vsv/ifgw)

Ao Sérgio, meu mentor.

## Agradecimentos

Ao Julio, pelo conhecimento e experiência compartilhados e sem os quais este trabalho teria sido muito mais árduo.

Ao Pedro, pela atenção e discussões frutíferas acerca da física em geral, bem como desta pesquisa.

Ao Carlos, por todo conhecimento sobre a metodologia dos traços de fissão e pelo incessante apoio moral e laboratorial.

Ao Sandro, que é como um amigo que se tem de longa data aqui no Grupo.

Ao Rodrigo, ao Walter e ao Pedrão, pela simpatia e pelos trabalhos que desenvolvem no Grupo.

Ao Peter, pelas idéias e pelo suporte Geológico emprestados a esta tese.

À todo o pessoal da Unesp de Rio Claro que colaborou para este trabalho, Luiz Felipe, Carina, Fúlvia, Alexandre e Daniel.

À Bienvenido, Mauro Geraldês, Dailto, Ana Maria, por amostras de epidoto.

Ao Sérgio e à Ira, que para mim representam ideais.

Ao Gilberto, pelos “pitacos” sobre a natureza.

Aos “Merds”, é isso aí pessoal! Lá dentro!

À Augusto e Beísa, pelo carinho que me deram durante minha vida e pela fonte de forças que são para mim.

Aos meus amigos, isto é para vocês também.

Aos físicos da Universidade Federal de Mato Grosso, especialmente pelo lado humano que comigo compartilharam.

À Maria Carolina Turin, minha companheira, a quem desejo todas as estrelas deste Universo.

## Resumo

O epídoto é um mineral de aplicações promissoras dentro do Método do Traços de Fissão (MTF). Dentre elas pode-se ressaltar a sua formação em zonas de falhas geológicas e sua alta temperatura de fechamento frente ao mineral atualmente mais estudado, a apatita. Na década de 70 chamou a atenção da comunidade científica envolvida com o MTF, sendo abandonado no início da década seguinte devido a uma série de dificuldades carregadas consigo. Variação do conteúdo de urânio entre grãos da mesma amostra, diversos tipos de imperfeições nos cristais do mineral, variação da forma dos traços com a face observada, são algumas delas. Também não há concordância quanto a um ataque químico que revele traços em todas as amostras de epídoto.

O que se fez neste trabalho foi resgatar a metodologia necessária para o trato do epídoto e a realização de alterações nessa metodologia visando uma aplicação efetiva do MTF. No tocante a isso encontrou-se uma “janela de traços de fissão”, que é a realização da contagem de traços que possuem características especiais, aqui representados por traços mais opacos e com reduzida distribuição angular. A utilização desses traços escuros diminuiu a largura das distribuições de densidade obtidas, tornando-as mais próximas a distribuições de Poisson, o que diminui o erro da datação.

A datação de um monocrystal de epídoto oriundo de Brejuí-RN, parte Norte da Província Borborema, foi realizada e conduziu a alguns resultados interessantes. A idade obtida,  $(551 \pm 74)$  Ma, é compatível com datações realizadas através de outros métodos de datação. Observou-se um comportamento bimodal no histograma de comprimento de traços confinados fósseis. A idade referente a um dos picos da bimodal,  $(368 \pm 59)$  Ma, permitiu acessar um evento posterior à formação do cristal, ainda não interpretado geologicamente.

## Abstract

Epidote is a mineral with promising applications in the Fission Tracks Method (FTM). Among them, can be stressed his formation in fault zones and his high closure temperature compared with the better studied mineral, the apatite. In the 1970's, the fission-track community turned the attention to epidote but abandoned it in the next decade due to difficulties for its treatment. Some difficulties were: heterogeneous U distribution, innumerable imperfections inside the epidote grains and dependence of the track shapes with the crystallographic orientation of the etched surface. Besides, there are no agreement about the chemical etching used to reveal tracks on epidote.

In this work, the epidote fission track methodology was got back and some changes were applied to it, intending to make the method applicable. During the track counting, wide density histograms were obtained, when all the tracks were counted. By analysing the track shapes, it was realized that some tracks were darker and oriented in a short angular distribution. The counting of tracks in this "fission-track window" yields closer Poisson distributions, what decrease the dating error.

The dating of a monocrystal from Brejuí(Rio Grande do Norte) was carried out and yielded some interesting results. The obtained age,  $(551 \pm 74)$  My, is compatible with results of other dating methods and is related to its formation age. A bimodal distribution of confined lengths of fossil fission tracks was found. The age related with one of the bimodal peaks,  $(368 \pm 59)$  My, allows to access an event posterior to the crystal formation that has not a geological interpretation yet.

# Índice geral

O Método dos Traços de Fissão (MTF).....	4
Sobre o Método das Populações e o Método do Detetor Externo.....	7
Por que o epídoto?.....	9
Objetivos da tese.....	12
Coleta e separação das amostras.....	13
Polimento.....	14
Curva de ataque químico.....	15
Método do Detetor Externo (EDM).....	23
Tratamento das amostras coletadas.....	26
Eficiência entre Mica Muscovita e Epídoto para o EDM.....	27
Datação da amostra de Brejuí–RN via o Método das Populações.....	29
Conclusões.....	35
Referências.....	36

## Índice de ilustrações

Figura 1 – Resumo esquemático do Método do Detetor Externo (EDM). .....	8
Figura 2 – O epídoto (verde-escuro) e cristais de quartzo.....	10
Figura 3 – Histogramas de densidade de traços fósseis, para os tempos de ataque de 10, 12,5 e 15 minutos com HF 48%, 35 °C.....	16
Figura 4 – Histogramas de comprimento de traços confinados, para os tempos de ataque de 5, 10, 12,5 e 15 minutos com HF 48% , 35 °C.....	17
Figura 4 – Histogramas de comprimento de traços confinados, para os tempos de ataque de 5, 10, 12,5 e 15 minutos com HF 48% , 35 °C.....	17
Figura 5 – Histogramas de densidade de traços escuros (fósseis), para os tempos de ataque de 10, 12,5 e 15 minutos com HF 48%, 35 °C.....	18
Figura 6 – Variação da densidade de traços com o tempo de ataque para diferentes faces do epídoto. (Bal et al., 1982).....	20
Figura 7 – Histogramas utilizados, zeros espúrios e fitting de Poisson.....	21
Figura 8 – Traços de fissão do urânio no epídoto.....	22
Figura 9 – Molde de alumínio para montagens em resina do EDM.....	24
Figura 10 – Molde de silicone para montagens em resina do EDM.....	24
Figura 11 – Densidade de traços induzidos no epídoto ( $\rho_{epídoto(2\pi)}$ ), na mica ( $\rho_{mica}$ ), e eficiência ( $\rho_{epídoto(2\pi)}/\rho_{mica}$ ). As três grandezas foram normalizadas para fins de comparação.....	28
Figura 12 – Histograma de densidade de traços escuros (induzidos).....	30
Figura 13 – Histograma de comprimento de traços induzidos confinados. ....	30
Figura 14 – Curva de correção obtida por Saini et al., 1978.....	33

## **Índice de tabelas**

Tabela 1 – Epidoto: ataque químico, L0 e temperatura de fechamento existentes na literatura.....	12
Tabela 2 – Valores para chi-quadrado reduzido referentes aos histogramas de densidade total e de densidade de traços escuros.....	19
Tabela 3 – Bimodalidade do histograma de comprimento de traços fósseis.....	32
Tabela 4 – Tratamento da bimodalidade do histograma de comprimento de traços fósseis.....	32

## O Método dos Traços de Fissão (MTF)

Em geral, minerais contêm algumas partes por milhão de urânio como impureza. O mais abundante isótopo do urânio, o  $^{238}\text{U}$ , decai por fissão espontânea, sendo que os dois fragmentos de fissão originados desse processo produzem um desarranjo na estrutura cristalina do mineral, formando uma região de instabilidade eletrônica denominada de traço latente. Os traços latentes são continuamente produzidos no mineral, com o fluir do tempo. Young, em 1958, foi o primeiro a observar que materiais dielétricos registram a passagem de partículas carregadas que, ao viajarem com altas energias, deixam uma trilha de ionização nesses materiais<sup>1</sup>.

Se o mineral é submetido a um ataque químico conveniente, os traços são aumentados a ponto de serem observáveis ao microscópio óptico. O número de traços espontâneos, ou fósseis, por unidade de área,  $\rho_s$ , na superfície do mineral, é uma função da idade do mineral,  $t$ , conforme a seguinte equação<sup>2</sup>:

$$\rho_s = N_U C_{238} \frac{\lambda_f}{\lambda} [e^{\lambda t} - 1] \epsilon_{238} \quad [1]$$

Onde:

$N_U$  é o número de átomos de urânio, por unidade de volume, presente no mineral;

$C_{238}$  é a concentração isotópica do  $^{238}\text{U}$  no urânio natural;

$\lambda$  é a constante de decaimento alfa do  $^{238}\text{U}$ ;

$\lambda_f$  é a constante de decaimento do  $^{238}\text{U}$  por fissão espontânea;

---

<sup>1</sup>Esses primeiros traços foram observados via microscópio de transmissão eletrônica e também ao microscópio óptico (Young, 1958; Silk e Barnes, 1959).

<sup>2</sup> Para maiores detalhes sobre as equações [1], [2] e [3] ver Wagner e Van Den Haute (1992).

$\epsilon_{238}$  é a eficiência de detecção, que representa a razão entre o número de traços de fissão espontânea do  $^{238}\text{U}$ , observados por unidade de superfície do mineral, e o número de fissões do  $^{238}\text{U}$  ocorridas por unidade de volume.

Para se evitar as difíceis determinações de  $N_U$  e  $\epsilon_{238}$ , irradia-se o mineral a ser datado em um reator nuclear, com uma fluência de nêutrons térmicos,  $\phi_0$ . Após uma segunda revelação química, pode-se contar, ao microscópio, o número de traços de fissão do  $^{235}\text{U}$ , induzida pelos nêutrons térmicos, por unidade de superfície,  $\rho_1$  :

$$\rho_1 = N_U C_{235} \sigma_0 \phi_0 \epsilon_{235} \quad [2]$$

Onde:

$C_{235}$  é a concentração isotópica do  $^{235}\text{U}$  no urânio natural;

$\sigma_0$  é a seção de choque para fissão do  $^{235}\text{U}$  induzida por nêutrons térmicos;

$\phi_0$  é a fluência de nêutrons térmicos;

$\epsilon_{235}$  é a eficiência de detecção, análoga à  $\epsilon_{238}$ , para fissões induzidas do  $^{235}\text{U}$ .

Assumindo que os traços latentes de fissão espontânea permaneceram inalterados no mineral durante sua história geológica, pode-se escrever que  $\epsilon_{235} = \epsilon_{238}$  (Bigazzi *et al.*, 1991). Lembrando ainda que os átomos de  $^{238}\text{U}$  e de  $^{235}\text{U}$  são encontrados em amostras naturais numa razão isotópica constante, ou seja,  $C_{238}/C_{235} = \eta$ , se obtém das equações [1] e [2] a idade do mineral pelo Método dos Traços de Fissão (MTF):

$$t = \frac{1}{\lambda} \ln \left( 1 + \frac{\lambda \sigma_0 \phi_0 \rho_s}{\lambda_f \eta \rho_i} \right) \quad [3]$$

O que foi resumido aqui resultou dos trabalhos pioneiros desenvolvidos por Fleischer, Price e Walker no início dos anos sessenta (Price e Walker, 1962a, b, c, d; Fleischer e Price, 1963a; Price e Walker, 1963a).

Alguns estudos efetuados na década de 60 demonstraram que os traços de fissão são sensíveis a tratamentos térmicos (por exemplo, Bigazzi, 1967; Wagner, 1968). O que se observou foi que a idade de minerais que sofreram *annealing*<sup>3</sup> durante suas histórias geológicas era menor que a idade de formação do mineral. Isto ocorre porque o *annealing* faz com que os traços sofram uma redução no seu comprimento, acarretando assim uma diminuição de  $\epsilon_{238}$  em relação a  $\epsilon_{235}$ .

A natureza dos fenômenos físico-químicos que ocorrem durante o *annealing* vem sendo estudada desde a década de 70 (Haack, 1972; Bertagnolli *et al.*, 1981; Crowley, 1985; Bigazzi *et al.*, 1988), mas ainda hoje não é bem conhecida.

A distribuição dos comprimentos dos traços espontâneos produzidos durante a história geológica do mineral contém informações sobre sua história térmica. A história térmica é um parâmetro importante em alguns estudos geológicos. Por exemplo, na prospecção de petróleo (Gleadow *et al.*, 1983) e na extração de minerais (Naeser, 1984; Etniman *et al.*, 1984). Desta forma, no final da década de 80 e início da década de 90, alguns pesquisadores optaram pela descrição do processo de *annealing* como um todo (Laslett *et al.*, 1987; Crowley *et al.*, 1991), sem procurar isolar os parâmetros envolvidos, como temperatura, anisotropia de *annealing* e *gaps*<sup>4</sup> não atacáveis.

---

3 *Annealing*: Encurtamento dos traços de fissão devido a temperatura à qual o mineral está submetido.

4 *Gaps*: Zonas do traço latente que são atacadas (quimicamente) de forma mais lenta.

## Sobre o Método das Populações e o Método do Detetor Externo

Para realizar datações utilizando o MTF foram desenvolvidos diversos procedimentos (Fleischer *et al.*, 1975; Naeser *et al.*, 1979b; Gleadow, 1981; Hurford e Green, 1982; Storzer e Wagner, 1982). A principal diferença existente entre esses é a análise de traços induzidos. Se, na análise de traços induzidos, os mesmos grãos são utilizados para analisar os traços espontâneos (ou fósseis), tem-se um procedimento denominado grão por grão. Se a análise de traços induzidos usa grãos diferentes daqueles utilizados na análise de traços espontâneos, tem-se um procedimento por população de grãos.

Dentro do procedimento grão por grão também existem distinções que relacionam-se a como se acessa os traços induzidos. Pode-se repolir e reatacar os grãos onde se contou a densidade de traços fósseis. Pode-se apenas reatacar os grãos onde se contou  $\rho_s$ . E também acoplar um detetor externo aos grãos, que gravará os eventos de fissão induzidos nos mesmos.

Neste trabalho utilizou-se um procedimento por população de grãos (O Método das Populações) e um procedimento grão por grão (O Método do Detetor Externo – EDM).

No método das populações (Wagner e Van Den Haute, 1992) as amostras, compostas de centenas de grãos, são divididas em duas alíquotas. Duma obtem-se informações sobre os traços espontâneos ( $\rho_s$ ), enquanto que da outra retira-se informações sobre traços recém induzidos ( $\rho_i$ ). Os grãos utilizados para a irradiação são primeiramente submetidos a *annealing* total, ou seja, um aquecimento que apaga completamente os traços latentes da amostra. Os grãos são montados em resina, polidos e atacados quimicamente. Amostras que possuem quantidade homogênea de urânio e que respondem isotropicamente ao ataque químico fornecem reproductibilidade nos experimentos. Pequenas heterogeneidades do conteúdo de urânio e de efeitos decorrentes da orientação cristalina são eliminados estatisticamente.

O Método do Detetor Externo é uma ferramenta apropriada para o estudo de bacias sedimentares e de amostras nas quais possa existir diferentes populações. Em ambos os casos a densidade de urânio e a idade aparente pode variar de grão para grão. Este método permite o agrupamento de grãos sob algum desses critérios.

O EDM funciona da seguinte forma:

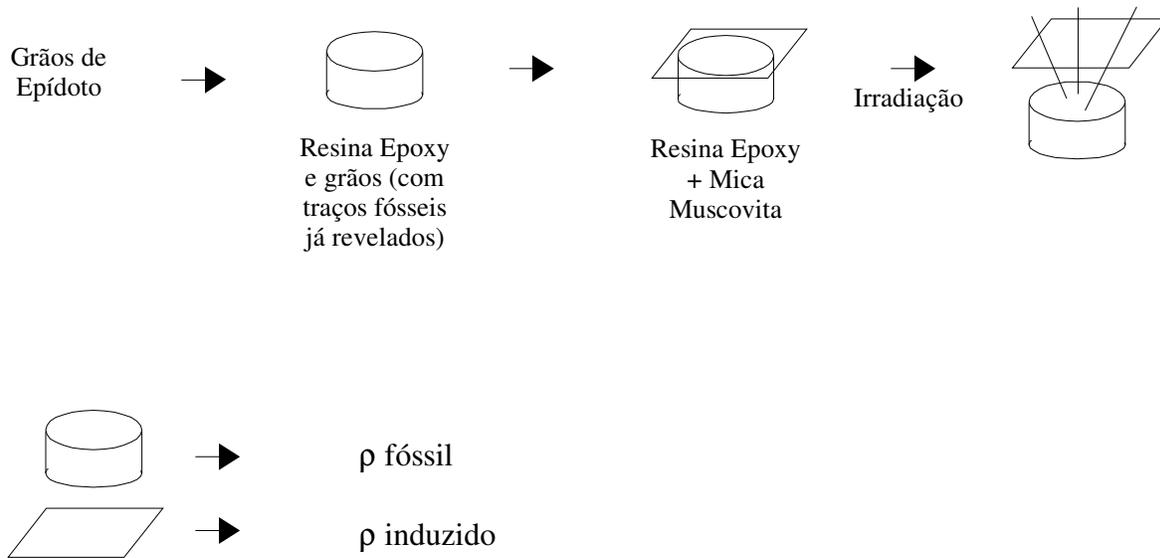


Figura 1 – Resumo esquemático do Método do Detetor Externo (EDM).

Os grãos são montados em resina epoxy, polidos e atacados. Coloca-se uma mica muscovita (esse é o detetor externo) acoplada à montagem, para capturar os traços induzidos em cada grão, durante a irradiação com nêutrons térmicos no reator. A mica é atacada após a irradiação.

Agora se tem uma densidade de traços fósseis (grãos no epoxy), e uma densidade de traços induzidos (mica muscovita). O que falta é relacionar cada grão a uma determinada região da mica (que será uma imagem de onde estão os grãos na resina), tarefa realizada por um sistema de microscopia conveniente.

Cada grão é datado individualmente. Utilizando o detetor externo, pode-se também quantificar

a discrepância quanto à quantidade de urânio nos grãos. O número de traços gravados na mica expressará, relativamente, a quantidade de  $U^{235}$  da amostra.

## Por que o epídoto?

O mineral mais estudado até o momento é a apatita, devido à sua importância para prospecção do petróleo. Uma das condições para que hidrocarbonetos se transformem em petróleo é estarem submetidos a uma temperatura entre 60 e 125°C, por tempos geológicos. Esse intervalo de temperatura/tempo coincide com aquele em que o traço de fissão na apatita sofre um *annealing* mensurável, possibilitando que histórias térmicas sejam desenhadas, a partir da medida dos comprimentos dos traços fósseis. O Grupo de Cronologia da Unicamp tem trabalhado na área de reconstrução de histórias térmicas de rochas hospedeiras de apatitas (Amaral *et al.*, 1995, 1997; Guedes *et al.*, 1999, 2000; Hadler *et al.*, 1995, 2000). O modo como temos atacado esse problema se baseia na metodologia da escola australiana (Laslett *et al.*, 1987) dentro do enfoque do modelo inverso proposto por Lutz e Omar, 1991. Porém nosso tratamento tem aspectos que foram introduzidos por nós (histórias por grupos de amostras com características geológicas comuns) e utiliza um *software* desenvolvido em nosso grupo.

A temperatura de fechamento<sup>5</sup> dos traços de fissão em apatita, para o período de 1 milhão de anos, é de cerca de 120 °C. Se ocorreu um evento geológico com temperatura igual ou superior a essa, nesse intervalo de tempo, há um reinício da história térmica que estava sendo gravada no mineral. Esse reinício significa que houve um apagamento total dos traços que existiam previamente na apatita. Essa limitação em temperatura tem feito com que se busque outros minerais que possam dar informações

---

<sup>5</sup> Temperatura na qual, durante tempos geológicos (1, 10, 100 Ma), todos os traços são apagados.

sobre temperaturas mais altas. Outros minerais com potencial geocronológico são o zircão e o epídoto, que são minerais mais resistentes ao *annealing*. O zircão possui temperatura de fechamento por volta de 230 °C, e o epídoto por volta de 630 °C, segundo Naeser, 1970.

Além de possuir alta temperatura de fechamento, o epídoto (Figura 2) ocorre em zonas de falhamento, devido à sua formação através de metamorfismo hidrotermal<sup>6</sup> (Deer *et al.*, 1986). Datar reativações geológicas das falhas, ou mesmo as próprias falhas, seria de grande valia para o estudo de eventos geológicos, como o surgimento de montanhas e a compactação de bacias. Isso fez com que, na década de 70, a comunidade científica envolvida com traços de fissão se voltasse para o epídoto (Naeser *et al.*, 1970; Bar *et al.*, 1974; Haack, 1976 e Saini *et al.*, 1978).



Figura 2 – O epídoto (verde-escuro) e cristais de quartzo.

Outra possibilidade promissora é a utilização dos três minerais em conjunto, para se compor uma história térmica mais próxima da realidade, com a apatita gravando eventos mais recentes,

---

<sup>6</sup>Metamorfismo hidrotermal: Resulta da percolação de águas quentes ao longo de fraturas e espaços intergranulares das rochas. Nessa metamorfose de rochas existe troca de elementos químicos com as rochas que não estão sob o efeito do hidrotermalismo.

passando pelo zircão e chegando ao epídoto, que devido à sua resistência ao *annealing* permitirá reportar-se a eventos mais antigos.

Apesar do seu potencial, existem muitas dificuldades para trabalhar-se com o epídoto. Não há acordo quanto ao ataque químico necessário para revelar os traços de fissão. Naeser e colaboradores (1970) utilizaram um ataque de NaOH, 50 N, a 150 °C por tempos de 1 a 3 horas, Bar e colaboradores (1974) utilizaram NaOH, 37,5, N a 159 °C por 2,5 horas, Haack (1976) utilizou “*boiling*” NaOH, 75 N, por 30 minutos, Saini e colaboradores (1978) utilizaram NaOH, 100 N, a 200 °C por tempos variando de 40 a 160 minutos, Lal e colaboradores (1981) realizaram ataque com HF 48% por tempos menores que 30 minutos em temperatura ambiente. Chakranarayan e Powar (1982), depois de realizarem, sem obter sucesso, os ataques supracitados, desenvolveram um novo processo que envolve o ataque primeiramente com NaOH e então com HF, conseguindo assim observar os traços de fissão no epídoto.

Diferentes pesquisadores determinaram diferentes temperaturas de fechamento para os traços em epídoto. Bal e colaboradores, em 1982, observaram que o ataque químico produz uma anisotropia na distribuição angular dos fragmentos de fissão, em diferentes planos cristalinos. A Tabela 1 apresenta os valores existentes na literatura.

<i>Autor</i>	<i>Ataque químico</i>	<i>L<sub>0</sub> (μm)</i>	<i>Temperatura de fechamento (°C) (para 1 Ma)</i>
Naeser <i>et al.</i> (1970)	50N NaOH, 150 °C, 60 a 180 min.	–	630
Bar <i>et al.</i> (1974)	37,5N NaOH, 159°C, 150 min.	–	–
Haack (1976)	75N NaOH, <i>boiling</i> , 30 min.	–	260
Saini <i>et al.</i> (1978)	100N NaOH, 200°C, 40 min.	10,9 ± 2,2	250
Bal <i>et al.</i> (1982)	48% HF, 40 °C, 05 a 40 min.	–	–
Chakranarayan e Powar (1982)	25N NaOH, 150°C, 120 min. + 48% HF, 30 °C, 15 min.	–	–
Lal e Waraich (1983)	HF:HCl (1:1), 25°C, 20 a 25 min.	–	–

Tabela 1 – Epidoto: ataque químico, L<sub>0</sub> e temperatura de fechamento existentes na literatura.

## Objetivos da tese

Os objetivos deste trabalho eram retomar a datação com o epidoto via o Método dos Traços de Fissão, entender os problemas metodológicos envolvidos e melhorar as metodologias aplicadas ao mesmo.

## Coleta e separação das amostras

A coleta de amostras para realizar o estudo acerca do epídoto ocorreu no período de 30 de Janeiro à 02 de Fevereiro de 2001. Coletou-se 28 amostras, oito a mais que a meta para essa viagem de campo. As amostras foram coletadas em um perfil que partiu do continente para o oceano, transpassando a Serra da Mantiqueira Alta (altitude acima de 1000 m), Mantiqueira Baixa, Bacia de Taubaté, Serra do Mar até regiões próximas a praia. Coletou-se vinte e uma amostras na Serra da Mantiqueira e sete na Serra do Mar. As amostras foram majoritariamente coletadas em zonas de falha geológica, visando assim obter o mineral em questão devido ao seu caráter hidrotermal.

A separação das amostras iniciou-se na Unesp-Rio Claro, contudo ali não se conseguiu separar o epídoto, devido a problemas momentâneos com o separador isodinâmico. Dessa sorte buscou-se o separador isodinâmico do Laboratório de Geocronologia da USP. O epídoto possui densidade e susceptibilidade magnética comum a outros minerais, o que impossibilitou sua separação que não através de catação manual. Devido ao cronograma do projeto, decidiu-se recorrer aos serviços de um geólogo, com experiência em mineralogia, para levar essa atividade a cabo. Essa separação ocorreu no Instituto de Geologia da Unicamp, pelo estudante de pós-graduação Bienvenido Palacio Alvarado, estendendo-se pelo período de 08 de Outubro até 14 de Novembro de 2001. Como resultado obteve-se nove amostras de epídoto, dezoito de apatita e vinte e três de zircão. Dessas, sete possuem epídoto e apatita e sete possuem os três minerais procurados. Todas as amostras das quais foram retirados epídoto são da Serra da Mantiqueira Alta. Uma das amostras de epídoto separadas provém de uma rocha rica em monazita. Essa amostra não foi irradiada juntamente com as outras, bem como analisada neste trabalho, pois seria necessário analisar o conteúdo de tório da mesma.

## **Polimento**

Anteriormente ao final da separação das amostras coletadas em campo, foram realizados testes de polimento e ataque químico. Utilizou-se para isso duas amostras, um cristal de epidoto cedido por Luiz Felipe Brandini Ribeiro, pós-graduando da Unesp-Rio Claro, (amostra E-2, oriunda de Brejuí – RN), e uma amostra de epidoto separada de uma rocha rica no mesmo (amostra E-3), cedido pelo Departamento de Geocronologia da USP. Esses testes propiciaram ajustes no polimento e constatações sobre a funcionalidade dos ataques.

O polimento para o epidoto foi iniciado a partir da experiência existente com a apatita (Tello, 1998). Para realizá-lo utiliza-se uma politriz (“DPU-10” Struers) com controle automático de rotação do disco de polimento . Passou por algumas modificações e atualmente é o seguinte:

- Lixa de ~10  $\mu\text{m}$ , desbastamento manual, atentando para o tamanho médio dos grãos;
- Pasta de diamante de 6  $\mu\text{m}$ , 20 minutos, 400 gramas sobre a amostra, 180 rpm;
- Pasta de diamante de 3  $\mu\text{m}$ , 25 minutos, 500 gramas sobre a amostra, 150 rpm;
- Pasta de diamante de 1  $\mu\text{m}$ , 60 minutos, 500 gramas sobre a amostra, 120 rpm.

## **Curva de ataque químico**

O ataque químico primeiramente testado foi NaOH, 25 N, 75°C, durante 300 minutos, o que não revelou traços nas amostras. Após algumas tentativas tentou-se então um ataque com HF, 48%, 30 °C, durante 15 minutos, que cumpriu seu propósito. O primeiro ataque foi tentado baseado no trabalho de Naeser *et al.* (1970), enquanto que o segundo baseou-se em Bal *et al.* (1982). Chakranarayan e Powar (1982) realizaram um trabalho no qual utilizaram os vários ataques existentes na literatura, desses nenhum funcionou. Propuseram então um ataque composto de duas etapas, uma com NaOH seguida por outra de HF, o que revelou traços em sua amostra.

Com a curva de ataque químico espera-se alcançar o tempo ótimo de ataque. Esse tempo é caracterizado por um platô, no gráfico da densidade *versus* o tempo de ataque químico, que indica que a densidade deixou de aumentar.

A amostra utilizada para apurar a curva de ataque foi o monocristal de epídoto proveniente do Rio Grande do Norte (amostra E-2). O cristal foi quebrado e os grãos reduzidos a uma granulometria de aproximadamente 100 µm, utilizando para isso um cadinho com pistilo. Trabalhou-se com traços fósseis.

Os parâmetros utilizados para levantar a curva de ataque para o epídoto foram: ataque com HF 48%, a 35 °C, tendo sido os tempos: 5, 10, 12,5 e 15 minutos. Mediu-se comprimento de traços além da realização da contagem dos mesmos, a evolução temporal de ambos é mostrada abaixo:

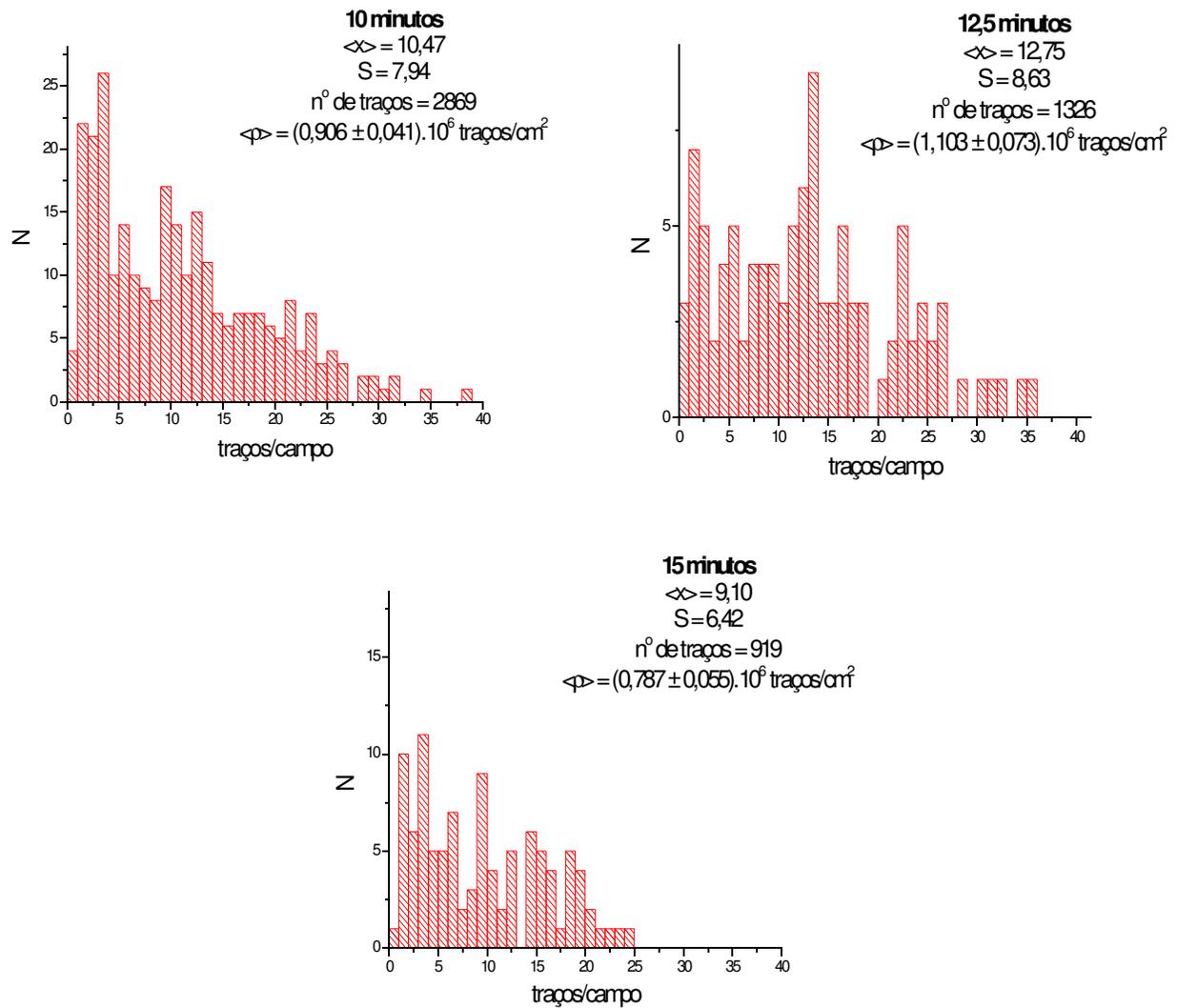


Figura 3 – Histogramas de densidade de traços fósseis, para os tempos de ataque de 10, 12,5 e 15 minutos com HF 48%, 35 °C. Onde  $\langle x \rangle$  representa a média de traços por campo, S o desvio da distribuição e  $\langle \rho \rangle$  a média de traços/cm<sup>2</sup>.

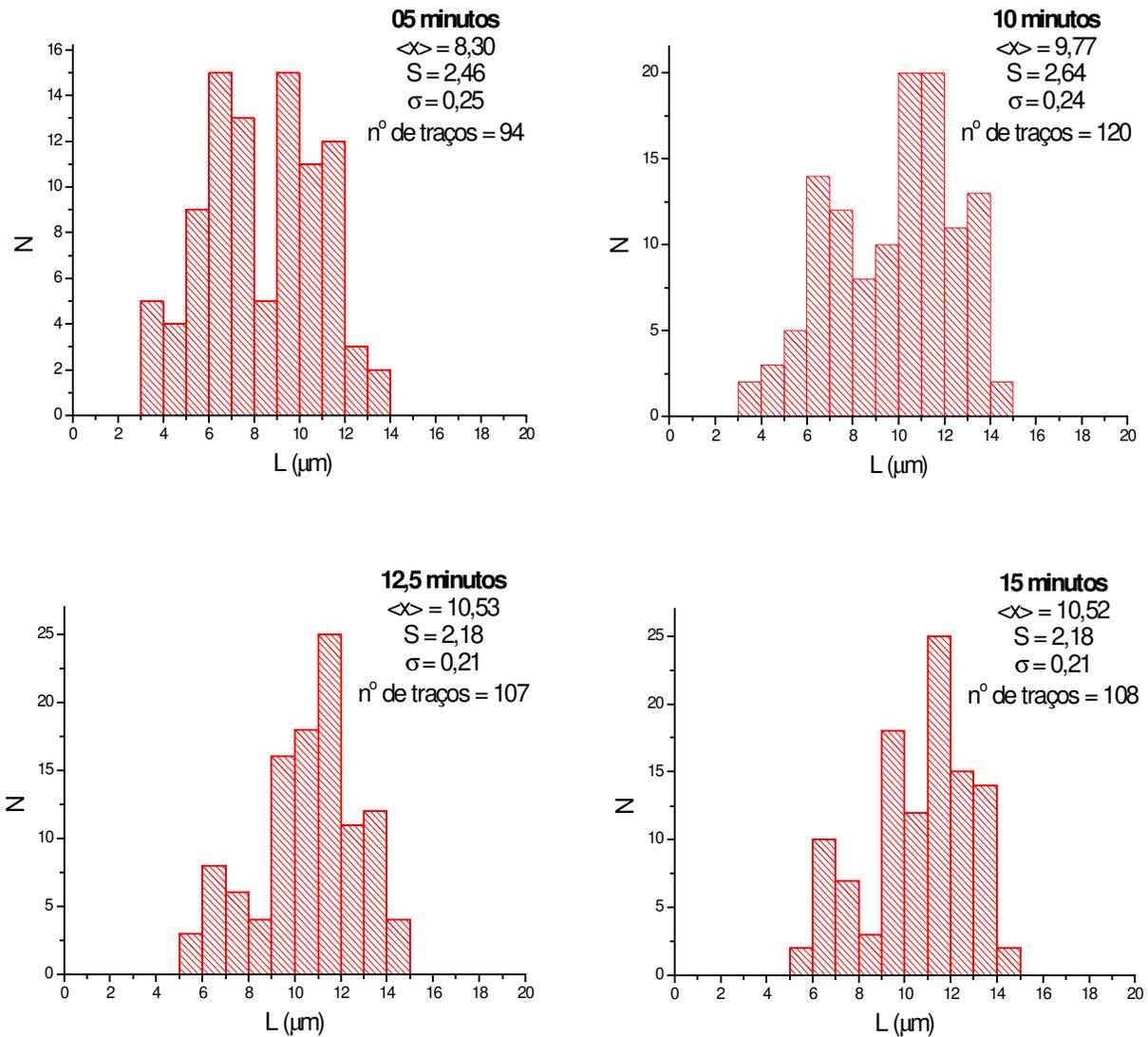


Figura 4 – Histogramas de comprimento de traços confinados, para os tempos de ataque de 5, 10, 12,5 e 15 minutos com HF 48% , 35 °C. Onde  $\langle x \rangle$  representa a média de comprimento dos traços, S o desvio da distribuição e  $\sigma$  o desvio da média.

Durante a contagem e medida do comprimento de traços confinados<sup>7</sup> observou-se que na maior

<sup>7</sup> Traços confinados são traços localizados totalmente dentro do mineral. Eles são revelados através de sua interseção com alguma falha no cristal ou com algum outro traço que cruze a superfície. Quando se realizam medidas de comprimento dos traços selecionam-se apenas traços que sejam paralelos à superfície do mineral.

parte dos grãos existiam alguns mais opacos e com distribuição angular reduzida. Já que a distribuição de densidade total obtida foi muito larga (Figura 3), o que influi no erro obtido na datação, ideou-se uma contagem que engloba apenas os traços mais escuros, e obteve-se como resultado os seguintes histogramas:

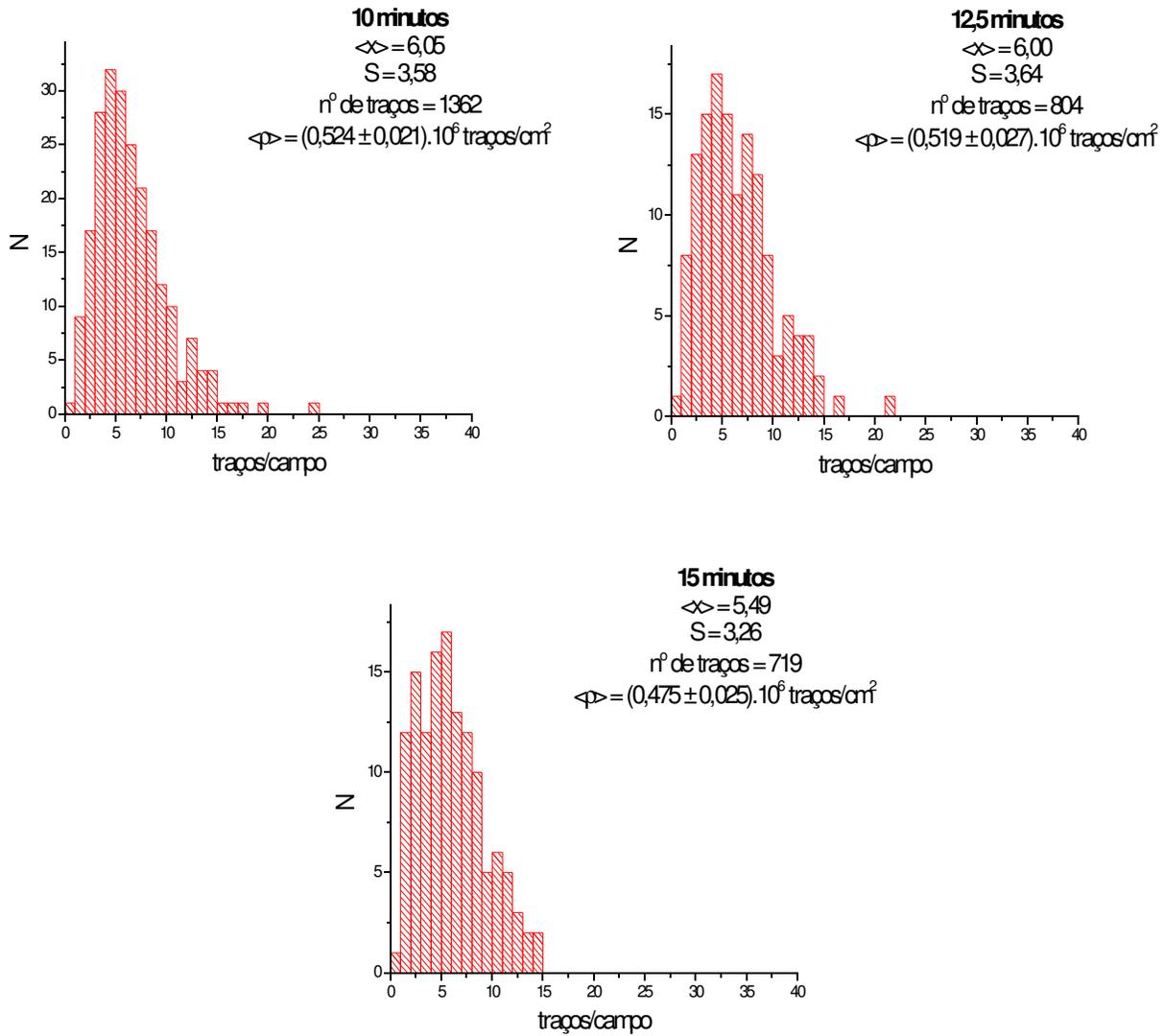


Figura 5 – Histogramas de densidade de traços escuros (fósseis), para os tempos de ataque de 10, 12,5 e 15 minutos com HF 48%, 35 °C. Onde  $\langle x \rangle$  representa a média de traços por campo, S o desvio da distribuição e  $\langle \rho \rangle$  a média de traços/cm<sup>2</sup>.

Esses histogramas de traços escuros assemelham-se mais à distribuição de Poisson<sup>8</sup>, como pode ser visto através dos valores de  $\chi^2_v$ , para a distribuição total e distribuição de traços escuros, na Tabela 2.

$\chi^2_v$	10 minutos	12,5 minutos	15 minutos
Densidade total	6,02	5,84	4,53
Traços escuros	2,12	2,21	1,94

Tabela 2 – Valores para chi-quadrado reduzido referentes aos histogramas de densidade total e de densidade de traços escuros.

Atribuímos essa diferença de opacidade, e restrição da distribuição angular, a uma anisotropia no ataque químico. Essa anisotropia foi sugerida como principal causa das diferenças de eficiência em diferentes faces do epídoto, obtidas por Bal *et al.* em 1982 (Figura 6). Quando restringimos a medida de traços a alguns que apresentam características especiais, restringimos o efeito dessa anisotropia em nossas observações. O que se faz é trabalhar apenas com traços que estão em direções privilegiadas pelo ataque químico, ao invés de trabalhar-se com faces específicas como sugerido para a apatita (Green e Durrani, 1977; Green 1981b; Laslett *et al.*, 1984). A magnitude da anisotropia permite que tal ação seja realizada.

---

<sup>8</sup>Que é a distribuição esperada para situações nas quais a distribuição de urânio seja homogênea e nas quais não existam outros fenômenos que influam na observação dos traços.

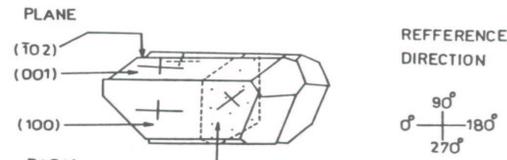


Fig. 1. Various crystallographic planes of epidote

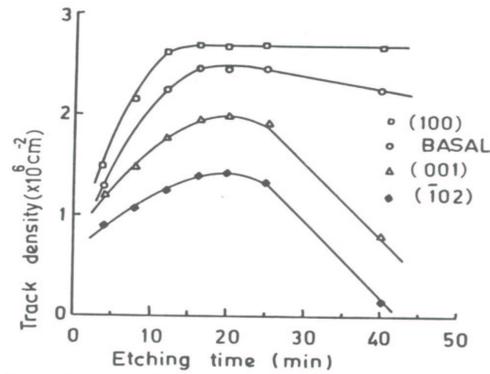


Fig. 2. Variation of track density with etching time for different planes of epidote

Figura 6 – Variação da densidade de traços com o tempo de ataque para diferentes faces do epídoto. (Bal *et al.*, 1982)

Na contagem de traços escuros, sejam eles fósseis ou induzidos, obteve-se um número grande de campos sem traços, em verde na Figura 7. Estes “zeros”, como chamamos naquela figura, são incompatíveis com Poissonianas e indicam dificuldades na busca de superfícies de epídoto contendo só traços escuros. Acredita-se que esses zeros surjam devido à existência de faces nas quais não são revelados traços escuros, um possível efeito de anisotropia no ataque químico. Os zeros espúrios foram retirados fazendo-se um *fitting* com uma distribuição de Poisson sobre os dados (Figura 7).

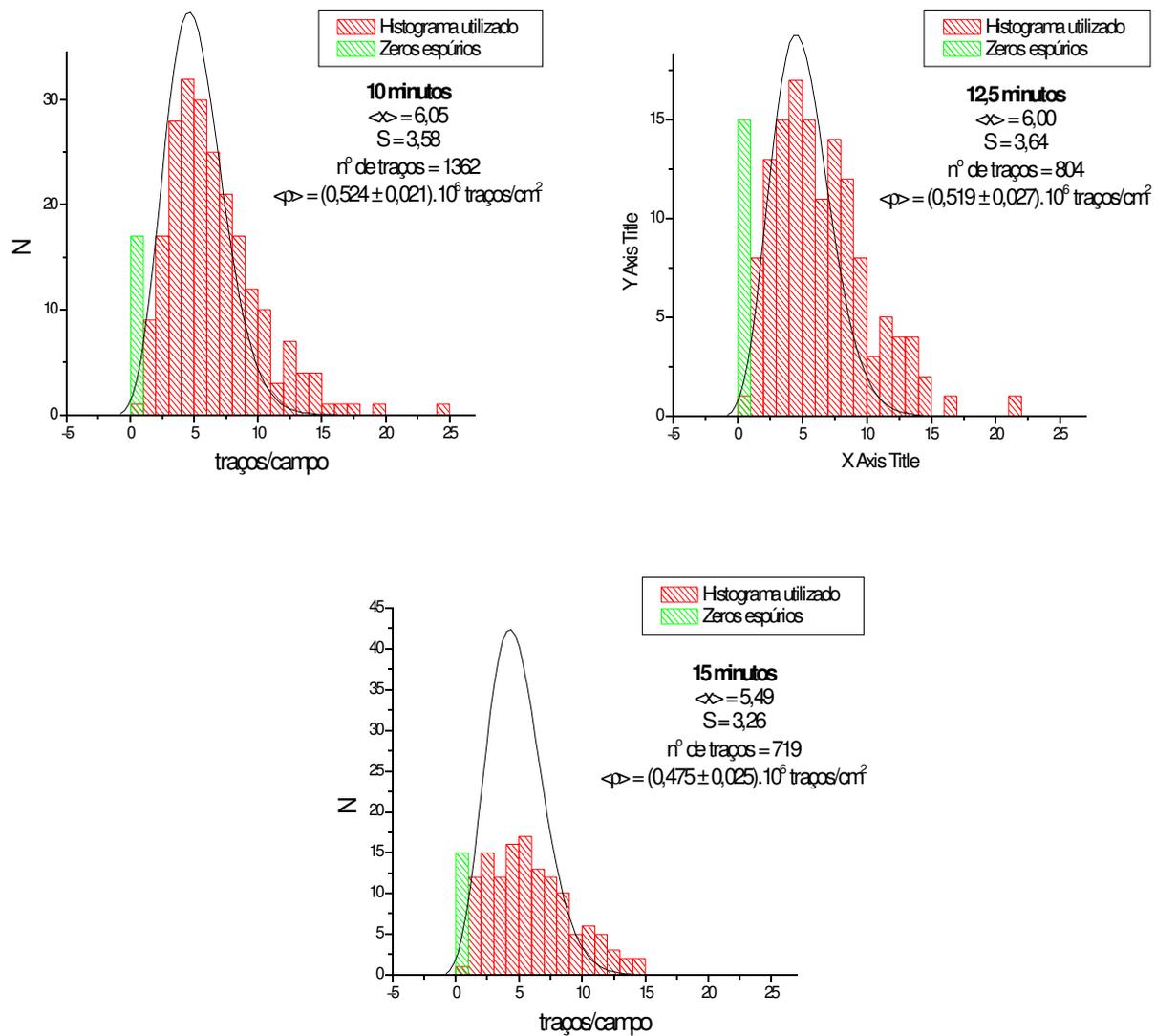


Figura 7 – Histogramas utilizados, zeros espúrios e *fitting* de Poisson.

Observando os histogramas de traços escuros e os histogramas de comprimento escolheu-se como tempo ótimo de ataque, para HF 48% a 35 °C, 12,5 minutos. Com 10 minutos de ataque já considera-se que a densidade de traços escuros atingiu o platô, contudo o comprimento médio dos traços só estabiliza com 12,5 minutos.

Foram realizados testes de funcionalidade do ataque químico em mais cinco amostras, doadas de coleções particulares e das quais não se conhece a localização inicial. São elas: E-4, E-5, E-6, E-7

e E-8. E-4, E-5 e E-6 são amostras de monocristais, e todas apresentaram traços fósseis, apesar da baixa densidade dos mesmos. E-7 e E-8 são amostras separadas de rochas e apresentaram uma opacidade muito alta que impediu que se averiguasse a existência de traços de fissão. Logo, foram onze amostras reveladas com o ataque com HF (E-2, E-3, E-4, E-5, E-6, EP-2, EP-3, EP-5, EP-7, EP-8 e EP-19).

Na Figura 8 observa-se traços de fissão no epídoto (aumento 10x 63).

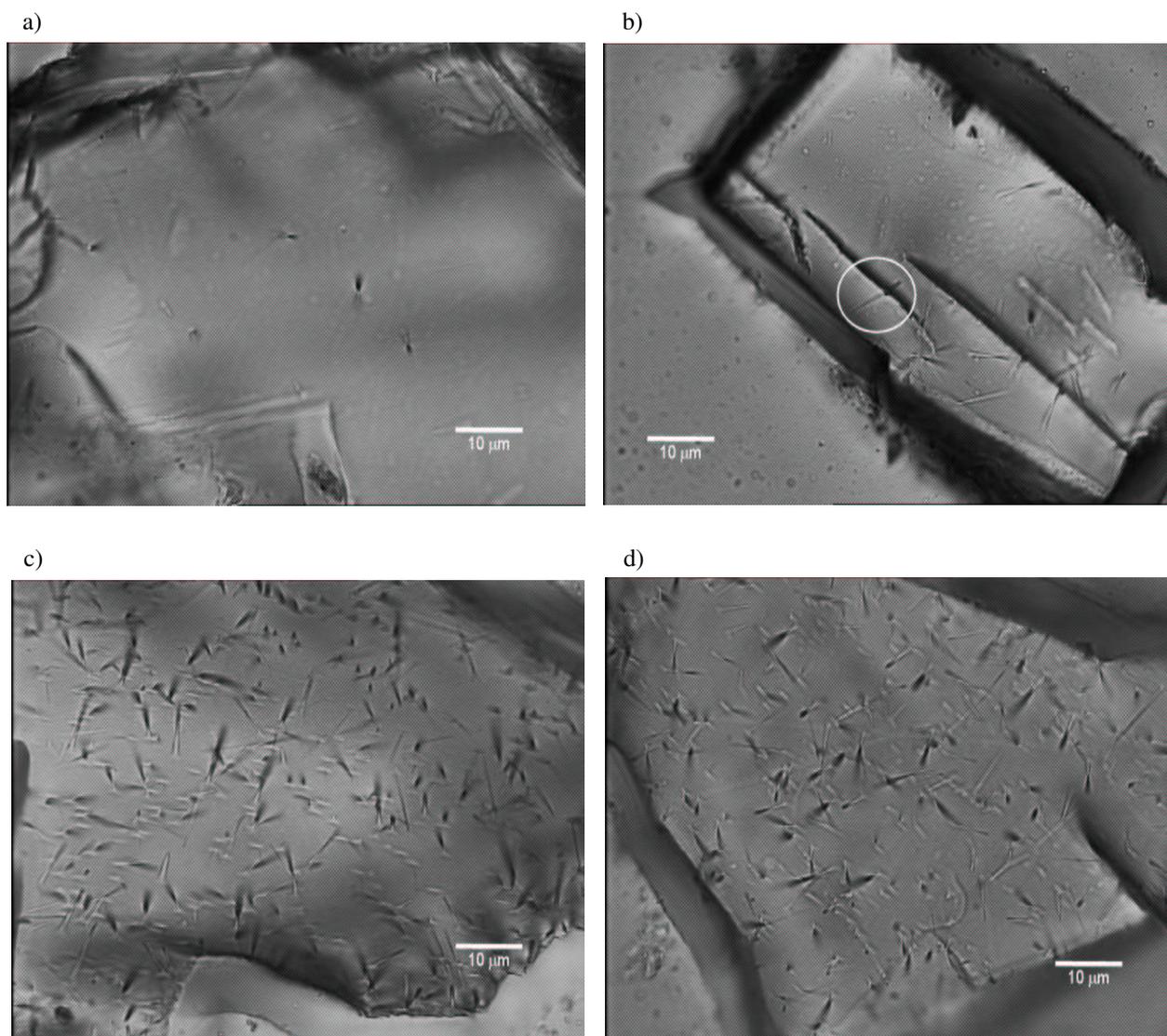


Figura 8 – Traços de fissão do urânio no epídoto. Em b) vê-se um traço confinado.

## Método do Detetor Externo (EDM)

Tentando solucionar possíveis problemas de não homogeneidade no conteúdo de urânio dentro das amostras de epídoto (Haack, 1976; Naeser *et al.*, 1970), optou-se por realizar o Método do Detetor Externo, ao Método das Populações, na maior parte das amostras. Das seis amostras tratadas via EDM (amostras EP-2, EP-3, EP-5, EP-7, EP-8, EP-19) duas possuem uma análise pelo método das populações (amostras EP-3 e EP-7). A aplicação do EDM foi tida como prioridade frente ao levantamento da curva de correção  $\rho/\rho_0$  versus  $L/L_0$ , um estudo que permitiria corrigir as idades obtidas com a aplicação do Método dos Traços de Fissão (MTF) ao epídoto. O EDM é um método que começou a ser utilizado pelo Grupo de Cronologia da Unicamp em Abril deste ano, com a chegada do equipamento necessário para o mesmo. Dessa maneira, diversos ajustes de metodologia foram, e continuam sendo, realizados buscando um alto grau de refino nos experimentos.

O primeiro ponto abordado na implementação do método do detetor externo foi o molde para a resina. O molde que utilizávamos para o método das populações possui 3 cm de diâmetro (a montagem pronta é cilíndrica), enquanto que o coelho<sup>9</sup> do reator possui aproximadamente 2 cm de diâmetro interno (também é cilíndrico).

O primeiro molde foi confeccionado em alumínio, e possuía as dimensões indicadas na Figura 9.

---

9 Coelho: Espécie de gaveta existente no reator onde se colocam amostras com o intento de expô-las a determinado tipo de radiação.

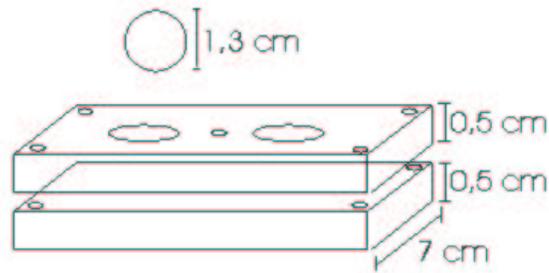


Figura 9 – Molde de alumínio para montagens em resina do EDM.

A resina demora cerca de oito horas para solidificar, assim escorria por brechas existentes entre as placas do molde. Após solidificada a resina geralmente colava as duas placas e dificilmente soltava a montagem. A força empregada para soltar a montagem danificava o molde e muitas vezes quebrava a resina.

Tentou-se então, dentre outros projetos idealizados, um molde de silicone. Ele possui as seguintes dimensões:

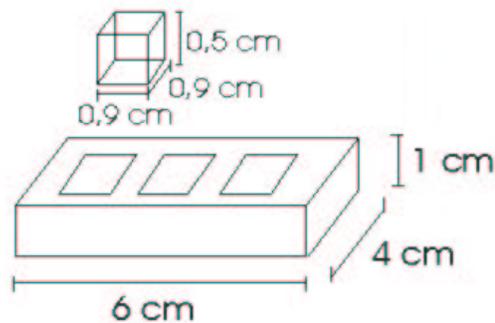


Figura 10 – Molde de silicone para montagens em resina do EDM.

Não foi necessário utilizar algum desmoldante. Após solidificada é necessário apenas aplicar

alguma torção ao molde para que as montagens se soltem, o molde é suficientemente flexível para realizar isso sem muito trabalho. Esse é o molde que utilizamos agora para nossas montagens de EDM.

Nestas primeiras montagens os grãos foram dispostos em filas, com a ajuda de um estereoscópio Carl Zeiss “Jena”. Coletavam-se os grãos derramados em uma placa de petri, utilizando uma haste fina de metal, e os depositavam cuidadosamente no fundo do molde. Buscou-se trabalhar com aproximadamente cem grãos por montagem.

As micas utilizadas como detetor externo foram pré-atacadas com HF 48%, 20 °C, durante 120 minutos, para que seus traços fósseis não atrapalhassem a contagem dos futuros traços induzidos provenientes do mineral. Após isso receberam identificações que as correspondiam com as montagens de resina. A montagem e a mica foram fixados utilizando-se filme de PVC plástico, desses utilizados para envolver alimentos. O plástico foi esticado utilizando a chama de um isqueiro, convenientemente distanciado da montagem do EDM. Foram adicionados dois furos na montagem, e grãos de zircão estrategicamente posicionados, os quais são utilizados pelo equipamento de microscopia, abaixo descrito, para relacionar regiões correspondentes ao grãos e ao detetores. Feito isso as amostras estão prontas para a irradiação. Os grãos de zircão são importantes por serem da ordem de tamanho dos grãos do epidoto e deixarem uma região com muitos traços na mica. Utiliza-se os grãos de zircão para realizar o ajuste fino das coordenadas.

O equipamento de microscopia consiste de um microscópio Carl Zeiss “Axioplan 2”, com objetivas de 10x, 20x, 50x e 100x a seco, e com oculares que possuem aumento de 10 x. À esse microscópio foi acoplada uma mesa automática da Autoscan (“AS3000B” com caixa de controle “EL300”), que juntamente com o software da mesma relaciona as posições dos grãos de mineral na resina com regiões de grãos na mica.

## Tratamento das amostras coletadas

As seis amostras de epídoto (amostras EP-2, EP-3, EP-5, EP-7, EP-8, EP-19) foram montadas em resina, para o EDM, polidas e atacadas. Alíquotas das amostras EP-3 e EP-7 foram aquecidas a 750 °C por 20 horas buscando-se um *annealing* total. Tendo sido as micas acopladas às suas devidas montagens, todas as amostras foram empacotadas em papel alumínio e enviadas para a irradiação. Após o retorno das amostras do reator, utilizando a dosimetria de nêutrons por nosso grupo desenvolvida (Iunes, 1999), obteve-se uma Fissão por Núcleo Alvo do Mineral ( $R_M$ ) de  $(6,99 \pm 0,25) \cdot 10^{-9}$  ( $\pm 3,6\%$ ).

Contudo o ataque dessas amostras foi realizado antes do levantamento da curva de ataque. Destarte foram atacadas por 15 minutos, tempo que está no local onde a densidade começa a diminuir devido a descaracterização dos traços. Todas as seis tiveram traços revelados com o ataque com ácido fluorídrico. O sobreataque, unido a uma opacidade natural das amostras obtidas, tornou muito difíceis as condições de trabalho nas mesmas. Considerou-se viável trabalhar apenas em uma das seis amostras enviadas para o EDM (EP-7), mesmo assim há consciência de sérias restrições quanto ao número de grãos que poderiam ser contados. Vale ressaltar que Haack (1976) conseguiu datar apenas nove de cento e vinte e cinco amostras coletadas (menos que 10%). Em suas amostras observou efeitos como variação das formas dos traços com a face observada, distribuição heterogênea de urânio, *zoning*<sup>10</sup>, e diversos tipos de imperfeições nos cristais do mineral. Por outro lado Reimer, 1972, conseguiu datar oito de doze epídotos (mais que 65%), o que remete à existência de uma qualidade, boa ou ruim, intrínseca à amostra.

Possuem-se apatitas referentes às amostras EP-2, EP-3, EP-5, EP-7, EP-8, EP-19, tanto em

---

<sup>10</sup> *Zoning*: Existência de variação de composição química mesmo dentro de pequenas partes do mineral.

montagens para EDM como em frações para o Método das Populações, já montadas, polidas e atacadas.

## Eficiência entre Mica Muscovita e Epídoto para o EDM

Para se realizar a datação através do EDM é necessário obter uma eficiência entre o número de traços induzidos existentes na mica e o número de traços induzidos existentes no mineral. Uma primeira medida entre os traços induzidos na mica e traços induzidos no mineral, em geometria  $2\pi$ , conduziu à Figura 11 (o apagamento dos traços fósseis foi realizado à 800 °C por 20 horas). Onde a eficiência ( $\rho_{\text{epídoto}}^{(2\pi)}/\rho_{\text{mica}}$ ) possui média<sup>11</sup> igual a  $(0,4194 \pm 0,3330) (1S)^{12}$ . Isso mostra a variação do conteúdo de urânio dentro de grãos provenientes de um mesmo monocristal. Apesar da dispersão na distribuição da eficiência ser de 79,4% em termos de desvio padrão, alcança-se um resultado menos perturbador quando se olha para o desvio padrão da média. Calculando o desvio padrão da média como uma propagação de erros entre a razão  $\rho_{\text{epídoto}}^{(2\pi)}/\rho_{\text{mica}}$  obtém-se 7,6%, contudo o desvio padrão médio percentual resultante da eficiência é de 6,2%. Atribuiu-se essa diferença ao controle, resultante da divisão, da variação do conteúdo de urânio.

---

11 A média da eficiência foi calculada dividindo-se  $\rho_{\text{epídoto}}^{(2\pi)}$  e  $\rho_{\text{mica}}$  grão a grão. Não é uma divisão das médias de  $\rho_{\text{epídoto}}^{(2\pi)}$  e  $\rho_{\text{mica}}$ .

12 (1S) refere-se a 01 desvio da distribuição.

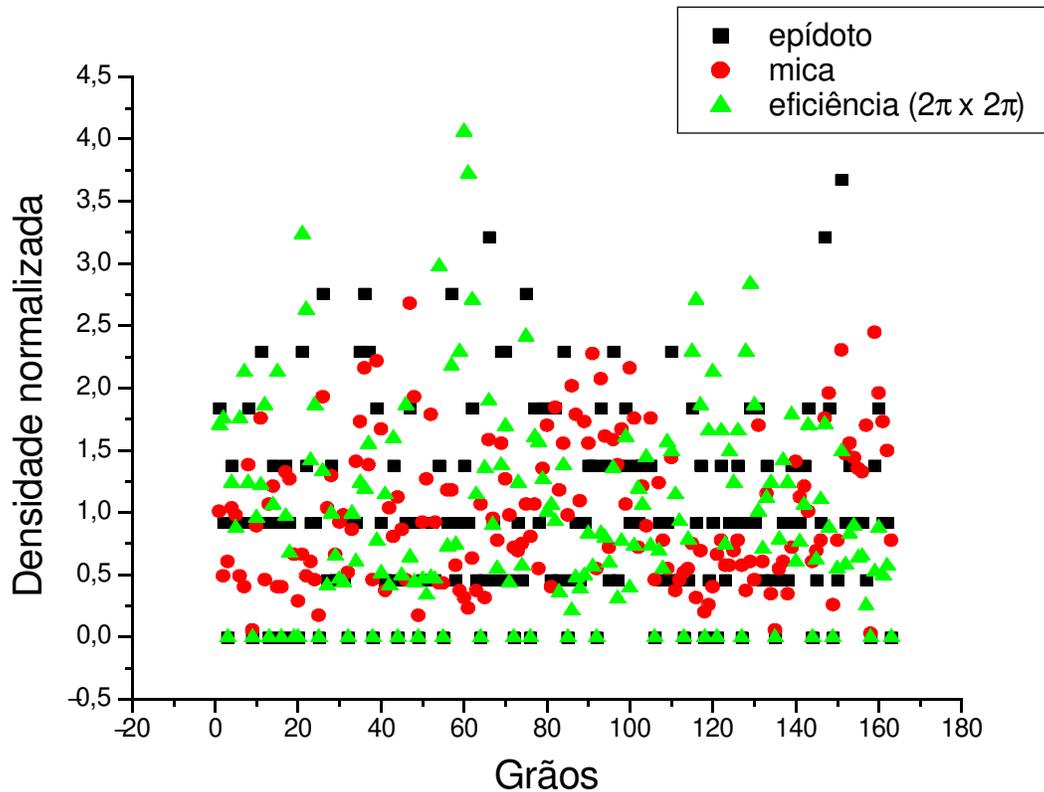


Figura 11 – Densidade de traços induzidos no epidoto ( $\rho_{\text{epidoto}}^{(2\pi)}$ ), na mica ( $\rho_{\text{mica}}$ ), e eficiência ( $\rho_{\text{epidoto}}^{(2\pi)}/\rho_{\text{mica}}$ ). As três grandezas foram normalizadas para fins de comparação.

Juntamente com o aquecimento da amostra A-2<sup>13</sup> foi aquecida a amostra A-6, também proveniente do monocristal. Essas duas amostras sofreram os mesmos processos, a exceção da irradiação. O propósito da existência da amostra A-6 é o controle de um possível *background* de traços remanescentes. Embora improvável essa possibilidade foi considerada.

Após a contagem da amostra A-6, ela e a amostra A-2 seriam submetidas à um polimento com pasta de diamante com o intuito de revelar uma superfície na qual os traços viessem de todas as direções (geometria 4π). Uma vez que os grãos foram mapeados na contagem 2π seria apenas

<sup>13</sup> As amostras A-1, A-2 e A-6 são alíquotas da amostra E-2 que sofreram diferentes tratamentos físicos.

necessário contar os novos traços induzidos revelados. Essa eficiência  $4\pi$  epídoto /  $2\pi$  mica seria a utilizada em futuras datações com o EDM. (Aqui o *background* também seria contado como forma de controle sobre o experimento.) Contudo a flutuação no valor da eficiência em  $2\pi$  (Figura 11) revelou que uma datação com EDM, para o epídoto, não seria confiável se possuísse menos de cem grãos. Essa é a situação da amostra EP-7, o que fez com que se abandonasse ambas as medidas.

A densidade de traços na mica referentes às montagens A-1 e A-2 não são compatíveis.

$$\rho_{\text{mica}}(A-1) = (0,230 \pm 0,017) \cdot 10^6 \text{ traços/cm}^2,$$

$$\rho_{\text{mica}}(A-2) = (0,380 \pm 0,017) \cdot 10^6 \text{ traços/cm}^2.$$

Atribuímos essa não reproductibilidade a imperfeições em nossa técnica junto ao detetor externo. Acreditamos que uma não conservação da planicidade de nossa resina, após o polimento, faz com que alguns grãos fiquem mais próximos ao detetor. Assim há áreas ocupadas por traços na mica que são maiores que suas correspondentes áreas, ocupadas por grãos, o que muda a densidade medida. Uma possível solução para esse problema é aumentar o tamanho da área da resina que fica em contato com os discos de polimento, recortando o excesso após essa etapa.

## **Datação da amostra de Brejuí-RN via o Método das Populações**

A amostra E-2 (Brejuí-RN) foi montada, polida e atacada. A densidade média de traços fósseis escuros ( $\rho_s$ ) é  $(0,519 \pm 0,027) \cdot 10^6$  traços/cm<sup>2</sup> ( $1\sigma$ ). Algo muito interessante é o fato de ter-se obtido um histograma bimodal de comprimento de traços fósseis, como mostrado na Figura 4. Esse histograma representa que a amostra sofreu *annealing*, ou seja, que ocorreu algum evento geológico que fez com que parte dos traços fósseis encurtassem. Apesar de não se ter um conjunto de dados para descrever o *annealing* a forma do histograma permitiu o acesso de um evento térmico.

Parte da amostra foi enviada ao reator e irradiada com uma fluência de nêutrons térmicos de  $1,95 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  ( $\pm 3,6\%$ ). A densidade de traços induzidos ( $\rho_1$ ) obtida foi de  $(0,1361 \pm 0,0083) \cdot 10^6$  traços/cm<sup>2</sup> ( $1\sigma$ ) (Figura 12).

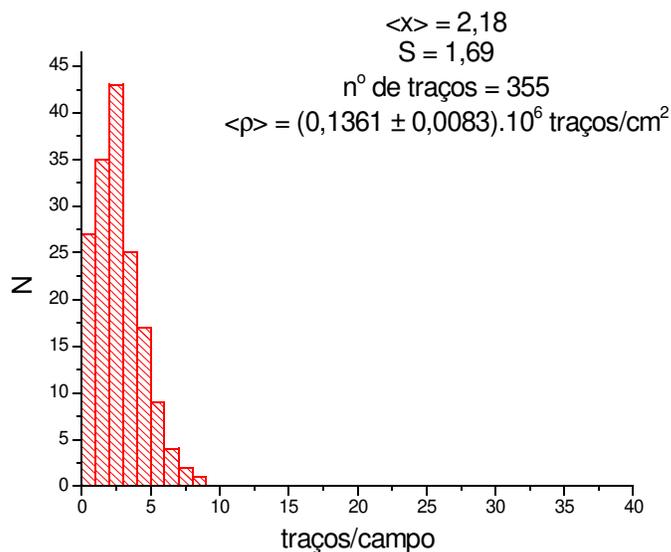


Figura 12 – Histograma de densidade de traços escuros (induzidos).

E o histograma de comprimentos de traços induzidos:

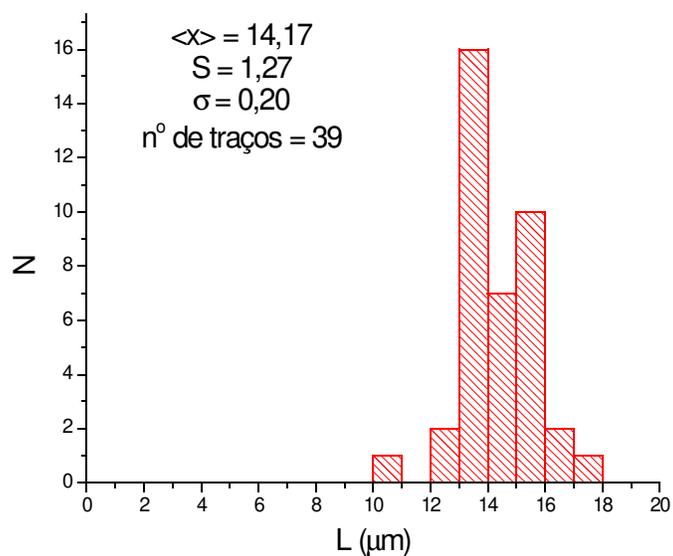


Figura 13 – Histograma de comprimento de traços induzidos confinados.

O comprimento médio dos traços induzidos ( $L_0$ ) é  $(14,17 \pm 0,20) \mu\text{m}$  ( $1\sigma$ ).

Utilizando a equação de datação do MTF adaptada a nossa dosimetria de nêutrons (Bigazzi *et al.*, 1999; Iunes, 1999) obtém-se que a idade do mineral é:

$$I = \frac{1}{\lambda} \ln \left( 1 + \frac{\epsilon}{\epsilon^{238}} \frac{\rho_s}{\rho_i} \frac{\lambda R_M}{\lambda_f C_{238}} \right) \quad [4]$$

onde:

$\lambda$  é a constante de decaimento  $\alpha$  do  $^{238}\text{U}$ ;

$\lambda_f$  é a constante de decaimento por fissão espontânea do  $^{238}\text{U}$ ;

$R_M$  é a fissão por núcleo alvo do mineral;

$\epsilon^{238}$  é o fator de eficiência de detecção, que representa a razão entre o número de traços de fissão observados por unidade de superfície, e o número de fissões por unidade de volume que ocorre dentro do mineral;

$\epsilon$  é um fator de eficiência de detecção análogo a  $\epsilon^{238}$ , para as fissões induzidas do  $^{235}\text{U}$ ;

$C_{238}$  é a concentração isotópica do  $^{238}\text{U}$  no urânio natural;

$\rho_s$  é a densidade de traços fósseis;

$\rho_i$  é a densidade de traços induzidos.

E os seguintes valores para as variáveis envolvidas:

$\lambda = 1,55 \cdot 10^{-10} \text{ a}^{-1}$  (Jaffey *et al.*, 1971);

$\lambda_f = 8,35 \cdot 10^{-17} \text{ a}^{-1}$  (Guedes *et al.*, 2000);

$C_{238} = 0,99275$  (Lederer e Shirley, 1978);

$$\varepsilon^{238}/\varepsilon = 1 \text{ (Bigazzi } et al., 2000);$$

$$R_M = (8,15 \pm 0,29) \cdot 10^{-9} \text{ } (\pm 3,6\%).$$

Obtém-se como idade aparente ( $I_{ap}$ ) :

$$I_{ap} = (367 \pm 32) \text{ Ma} \quad (\pm 8,8\%)$$

Mas, levando-se em conta o comportamento bimodal (Figura 4), considera-se dois histogramas independentes. Sendo o corte feito em 9  $\mu\text{m}$  devido a forma da distribuição:

	<i>Histograma dos traços menores</i>	<i>Histograma dos traços maiores</i>
L ( $\mu\text{m}$ )	7,21 $\pm$ 0,21	11,34 $\pm$ 0,16
Nº de traços	21	86

Tabela 3 – Bimodalidade do histograma de comprimento de traços fósseis.

Assume-se que o percentual dos traços no histograma de comprimento de traços confinados representa o percentual de traços na densidade de traços projetados<sup>14</sup>. De modo que:

	<i>Histograma dos traços menores</i>	<i>Histograma dos traços maiores</i>
L/L <sub>0</sub>	0,510 ( $\pm$ 3,2%)	0,800 ( $\pm$ 2,0%)
% de traços	19,6 % ( $\pm$ 21,8%)	80,4 % ( $\pm$ 10,8%)
$\rho_s$ (cm <sup>-2</sup> )	1,02 . 10 <sup>5</sup> ( $\pm$ 22,4%)	4,17 . 10 <sup>5</sup> ( $\pm$ 12,0%)
I <sub>ap</sub> (Ma)	73 ( $\pm$ 22,7%)	294 ( $\pm$ 12,5%)
$\varepsilon^{238}/\varepsilon$	0,40 ( $\pm$ 10%)	0,80 ( $\pm$ 10%)
t <sub>corr</sub> (Ma)	183 ( $\pm$ 24,8%)	368 ( $\pm$ 16,0%)

Tabela 4 – Tratamento da bimodalidade do histograma de comprimento de traços fósseis.

<sup>14</sup> Traços que cruzam a superfície do mineral.

Na Tabela 4, a soma dos valores dos tempos corrigidos ( $t_{\text{corr}}$ ) corresponde a idade de retenção dos traços no epidoto:  $(551 \pm 74)$  Ma ( $\pm 13,5\%$ ). Esse resultado indica que os traços neste mineral começaram a ser gravados entre 400 e 700 Ma. O tempo relacionado com o histograma dos traços maiores,  $(368 \pm 59)$  Ma, refere-se a um evento térmico ocorrido entre 250 e 400 Ma.

Para se obter os tempos corrigidos ( $t_{\text{corr}}$ ) presentes na Tabela 4, utilizou-se a curva de correção ( $\rho/\rho_0$  versus  $L/L_0$ ) de Saini et al. (1978) (Figura 14).  $\epsilon^{238}/\epsilon$  é o valor de  $\rho/\rho_0$  referente ao valor de  $L/L_0$  presente na Tabela 4 (correção por tamanho, Storzer e Wagner – 1969). O erro do percentual de traços é Poissoniano e assumiu-se um erro de 10% nos valores de  $\epsilon^{238}/\epsilon$ .

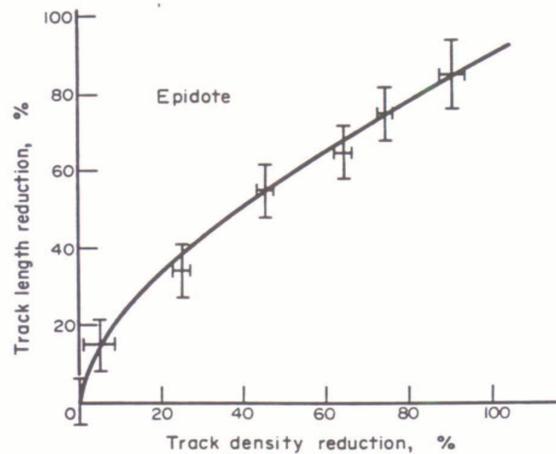


FIG. 5. Calibration curve translating track-length shrinkage to track-density reduction, obtained under identical conditions of annealing for both the measurements (i.e. range as well as track density).

Figura 14 – Curva de correção obtida por Saini et al., 1978.

A idade de aproximadamente 550 Ma é encontrada na literatura (Cordani e Sato, 1999), e atribuída à Orogenia Brasileira<sup>15</sup>. Souza *et al.* (2001) utilizando o método U–Th–Pb em monazitas

<sup>15</sup> Período de intensa atividade tectônica que culmina com a formação de cadeias montanhosas.

dataram amostras do Nordeste da Província Borborema – RN, onde obtiveram um evento de  $(403 \pm 28)$  Ma além da Orogenia Brasileira ( $578 \pm 25$ ) Ma. Acreditamos que haja três possíveis interpretações geológicas sobre esse evento mais recente: o aparecimento de um *hot spot*<sup>16</sup>, a subida do cristal na crosta<sup>17</sup> ou um afundamento do cristal na crosta<sup>18</sup>. A subida do cristal seria realizada mediante soerguimentos e/ou erosão do terreno onde a amostra se formou. Um afundamento seria fruto de um acúmulo de sedimentos.

Essa primeira aplicação do método dos traços de fissão ao epídoto em nosso grupo de pesquisa, após 20 anos sem publicações sobre esse mineral, é de grande valia pois mostra que o mineral pode ser resgatado enquanto ferramenta de datação, desde que as dificuldades experimentais sejam entendidas e postas sob controle. Neste trabalho deu-se um importante passo nessa direção. A concordância com a época em que ocorreu a orogenia brasileira, que é datada por outros métodos geoquímicos<sup>19</sup> que possuem altas temperaturas de fechamento, foi auspiciosa.

Diante das dificuldades encontradas, bem como da funcionalidade do ataque frente a onze amostras testadas, postergou-se um estudo da composição química dos epídotos para trabalhos futuros. São objetivos também: realizar a datação de amostras da Serra da Mantiqueira via o Método das Populações (amostras EP-3 e EP-7 deste trabalho e novas amostras), buscar a relação entre os traços escuros e faces conhecidas do mineral e estudar o *annealing* (estabelecendo a curva de correção  $\rho/\rho_0$  versus  $L/L_0$ ) sobre amostras com composições químicas relativamente diferentes. Essa continuidade do trabalho é muito oportuna devido aos resultados obtidos aqui.

---

16 Pontos quentes decorrentes de porções ascendentes do manto terrestre.

17 Nesse caso o epídoto estaria a uma temperatura elevada e sofreu um esfriamento rápido devido à sua subida brusca.

18 A temperatura aumenta com a profundidade.

19 Em Cordani e Sato foi utilizada a determinação da relação entre Sm–Nd.

## Conclusões

Neste trabalho obteve-se um procedimento experimental para ataque químico e polimento de epídoto.

Observou-se dificuldades ao empregar o EDM, que devem estar relacionadas com a anisotropia do ataque químico e heterogeneidade do conteúdo de urânio do epídoto. Este assunto será aprofundado em trabalhos futuros.

Datando-se uma amostra de Brejuí-RN pelo método das populações e utilizando-se uma “janela-de-traços de fissão”, procedimento de contagem onde se limita a observação dos traços a um certo intervalo angular, mas que faz o resultado da contagem de traços aproximar-se de distribuições de Poisson, conseguiu-se obter uma idade corrigida,  $(551 \pm 74)$  Ma, compatível com a do Sm-Nd que é um método com temperatura de fechamento bastante alta. Esta idade tem interpretação geológica aceita (Orogenia Brasileira). A importância deste resultado reside no fato de que ele é, possivelmente, a única datação de epídoto feita via MTF nos últimos 20 anos. Além disso, o histograma de comprimento de traços fósseis mostrou uma bimodalidade, que significa a ocorrência de um evento térmico até  $(368 \pm 59)$  Ma atrás. Esta idade está em acordo com uma idade de  $(403 \pm 28)$  Ma obtida por Souza *et al.* (2001), resultado que não possui interpretação geológica até o presente. Porém este resultado dá suporte para interpretação bimodal (*annealing* forte dos traços produzidos até 368 Ma) do histograma de comprimento dos traços fósseis, indicando assim que o epídoto, dentro do MTF, tem potencial para ser utilizado como ferramenta termocronológica.

## Referências

Amaral, G.; Born, H.; Hadler N., J. C.; Iunes, P. J.; Kawashita, K.; Machado Jr., D. L.; Oliveira, E. P.; Paulo, S. R.; Tello S., C. A. *Fission track analysis of some Brazilian apatites*. Radiation Measurements. 25, pg. 499–502 (1995).

Amaral, G.; Born, H.; Hadler N., J. C.; Iunes, P. J.; Kawashita, K.; Machado Jr., D. L.; Oliveira, E. P.; Paulo, S. R.; Tello S., C. A. *Fission track analysis from São Francisco craton and mesozoic alkaline – carbonatite complexes from central southeastern Brazil*. Journal of South American Earth Science. 25, pg. 285–294 (1997).

Bal, K. D.; Lal, N.; Nagpaul, K. K. *Fission track etching studies of different planes of epidote*. Physics and Chemistry of Minerals. 8. pg. 158–160 (1982).

Bar, M.; Kolodny, Y.; Bentor, Y. K. *Dating faults by fission track dating of epidotes – an attempt*. Earth and Planetary Science Letters. 22. pg. 157–162 (1974).

Bertagnolli, E.; Keil, R.; Pahl, M. *Thermal history and length distribution of fission tracks in apatite: part I*. Nucl. Tracks. 7. pg. 163–177 (1983).

Bigazzi, G. *Length of fission tracks and age of muscovite samples*. Earth Planet. Sci. Lett. 3. pg. 434–438 (1967).

Bigazzi, G.; Hadler N., J. C.; Norelli, P.; Osorio A., A. M.; Paulino, R.; Poupeau, G.; Stella de Navia, L. *Dating of glass: the importance of correctly identifying fission tracks*. Nucl. Tracks Radiat. Meas. 15. pg. 711–714 (1988).

Bigazzi, G.; Hadler N., J. C.; Iunes, P. J.; Osorio A. *Fission track  $D_e/D_i$  measurements in artificial glass at conditions free from fading and radiation*. Nuclear Instruments and Methods. B 53. pg. 67–70 (1991).

Bigazzi, G.; Guedes S.; Hadler N., J. C.; Iunes, P. J.; Oddone, M.; Osorio A., A. M.; Paulo, S. R.; Zúñiga, A. *Potentialities and practical limitations of an absolute neutron dosimetry using thin films of uranium and thorium applied to the Fission Track Method*. Radiation Measurements. 31. pg. 651–656 (1999).

Bigazzi, G.; Guedes, S.; Hadler N., J. C.; Iunes, P. J.; Paulo, S. R.; Tello S., C. A. *Application of neutron dosimetry by natural Uranium and Thorium thin films in fission track dating*. 9<sup>th</sup> International Conference on Fission Track Dating and Thermochronology. pg. 33–35 (2000).

Chakranarayan, A. B.; Powar, K. B. *A new etching technique for developing fission tracks in epidote*. Nuclear Tracks. 6. pg. 193–195 (1982).

Cordani, U. G.; Sato, K. *Crustal evolution of the South American Platform, based on Nd isotopic systematics on granitoid rocks*. Episodes. V. 22; 3. pg. 167–173 (1999).

Crowley, K. D. *Thermal significance of fission-track length distributions*. Nucl. Tracks. 10. pg. 311–322 (1985).

Crowley, K. D.; Cameron, M. Shaefer, R. L. *Experimental studies of annealing of etched fission tracks in fluorapatite*. Geoch. Cosmoch. V. 55. pg. 1449–1465 (1991).

Deer, W. A.; Howie, R. A.; Zussman, J. *Rock-forming minerals*. Longman Scientific and Technical. V. 1B: Disilicates and Ring Silicates–2nd edition. pg. il. ISBN 0–582–46521–4 (1986).

Etniman, H.; Lambert, F. B.; Buchhorn, I.; Chann, S.; Murphy, G. C. Research into diagenetic and mineralising process, 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. pg. 447–453 (1984).

Fleischer, R. L.; Price, P. B. *Charged particle tracks in glass*. J. Appl. Phys. 34. pg. 2903–2904 (1963a).

Fleischer, R. L.; Price, P. B.; Walker, R. M. *Nuclear tracks in solids: Principles and Applications*. University of Californi Press, Berkeley (1975).

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

Gleadow, A. J. W.; Duddy, I. R.; Lovering, J. F. *Fission track analysis: a new tool for the evaluation*

*of thermal histories and hydrocarbon potential.* Austral. Petrol. Expl. Ass. J. 23. pg. 93–102 (1983).

Green, P. F.; Durrani, S. A. *Annealing studies of tracks in crystals.* Nucl. Track Detection. 1. pg. 33–39 (1977).

Green, P. F. *'Track-in-track' length measurements in annealed apatites.* Nucl. Tracks. 5. pg. 121–128 (1981b).

Guedes, S.; Hackspacher, P.; Hadler N., J. C.; Iunes, P. J.; Machado, D. L.; Paulo, S. R.; Ribeiro, L. F. B.; Tello S., C. A. *Thermal history by fission track analysis of Serra Negra, Salitre, Catalão II and Tapira carbonatite complexes, Brazil: methodological study.* First Latin American Symposium on Nuclear Tracks and its Applications in Physics, Health, Environmental Studies and Industry. pg. 5–9 (1999).

Guedes, S.; Hadler N., J. C.; Iunes, P. J.; Paulo, S. R.; Zuñiga, A. *The spontaneous fission decay constant of  $^{238}\text{U}$  using SSNTD.* Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. V. 245; 2. pg. 441–442 (2000).

Haack, U. *Systematics in the fission track annealing of minerals.* Contrib. Mineral. Petrol. 35. pg. 303–312 (1972).

Haack, U. *Experiences with dating garnet, epidote, vesuvianite (idiocrase) and apatite by fission tracks.* N. Jb. Min. Abh. 127. pg. 143–155 (1976).

Hadler N., J. C.; Iunes, P. J.; Paulo, S. R.; Tello S., C. A. *Obtainment of thermal histories for sets of geologically compatible localities by using apatite fission track analysis*. Revista de Física Aplicada e Instrumentação. 10. pg. 1–10 (1995).

Hadler N., J. C.; Paulo, S. R.; Iunes, P. J.; Tello S., C. A.; Balestrieri, M. L.; Bigazzi, G.; Curvo, E. A. C.; Hackspacher, P. *A PC compatible Brazilian software for obtaining thermal histories using apatite fission track analysis*. Radiation Measurements. 34 pg. 149–154 (2001).

Hurford, A. J.; Green, P. F. *A users' guide to fission track dating calibration*. Earth Planet. Sci. Lett. 59. pg. 343–354 (1982).

Iunes, P. J. *Utilização da dosimetria de nêutrons através de filmes finos de urânio e de tório naturais na datação de minerais com o método dos traços de fissão*. Tese de Doutorado – Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Física "Gleb Wataghin". (1999).

Jaffey, A. H.; Flynn, K. F.; Glendenin, L. E.; Bentley, W. C.; Essling, A. M. *Precision measurements of half-lives and specific activities of  $^{235}\text{U}$  and  $^{238}\text{U}$* . Phys. Rev. C4. pg. 1889–1906 (1971).

Laslett, G. M.; Gleadow, A. J.; Duddy, I. R. *The relationship between fission track length and track density in apatite*. Nucl. Tracks. 9. pg. 29–38 (1984).

Laslett, G. M.; Green, P. F.; Duddy, I. R.; Gleadow, A. J. W. *Thermal annealing of fission tracks in apatite: 2. A quantitative analysis*. Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.). 65. pg. 1–13 (1987).

Lederer, C. M.; Shirley, V. M. *Table of Isotopes*. Seventh edition, Wiley–interscience, New York, USA. (1978).

Lutz, T. M.; Omar, G. *An inverse method of modeling thermal histories from apatite fission–track data*. *Earth Planet. Sci. Lett.* 104, pg. 181–195 (1991).

Naeser, C. W.; Engels, J. C.; Dodge, F. C. *Fission track annealing and age determination of epidote minerals*. *Journal of Geophysical Research*. V. 75; 8. pg. 1579–1584 (1970).

Naeser, C. W.; Gleadow, A. J. W.; Wagner, G. A. *Standardization of fission–track data reports*. *Nucl. Tracks*. 3. pg. 133–136 (1979b).

Naeser, N. D.; Naeser, C. W. *Fission–track dating*. in W. C. Mahaney (ed.), “Quaternary Dating Methods”. pg. 87–100 (1984).

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

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

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

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

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

Reimer, M. *Fission track geochronology: method for tectonic interpretation of apatite studies with examples from the central and southern Alps*. Diss. Univ. of Pennsylvania, Philadelphia (1972).

Saini, H. S.; Sharma, O. P.; Parshad, R.; Nagpaul, K. K. *Fission track annealing characteristics of epidote: applications to geochronology and geology*. Nucl. Track Detection. V. 2. pg. 133–140 (1978).

Silk, E. C. H.; Barnes, R. S. *Examination of fission fragment tracks with an electron microscope*. Philos. Mag. 4. pg. 970–972 (1959).

Storzer, D.; Wagner, G. A. *Correction of thermally lowered fission track ages of tektites*. Earth Planet. Sci. Lett. 5. pg. 463–468 (1969).

Storzer, D.; Wagner, G. A. *The application of fission track dating in stratigraphy: a critical review*. in G. S. Odin (ed.), "Numerical Dating in Stratigraphy", Wiley, Chichester. pg. 199–221 (1982).

Tello S., C. A. *Estudo do annealing de traços de fissão em apatitas, tanto em secções basais com em secções sem orientação preferencial, a partir do comprimento e da densidade de traços de fissão*. Tese de Doutorado – Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Física "Gleb Wataghin". (1998).

Wagner, G. A. *Fission track dating of apatites*. Earth Planet. Sci. Lett. 4. pg. 411–415 (1968).

Wagner, G.; Van Den Haute, P. *Fission track dating*. Solid Earth Sciences Library. 285. pg. il. ISBN 0–7923–1624–X (1992).

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