

**Universidade Estadual de Campinas**

**Instituto de Física Gleb Wataghin**

**Análise de traços de fissão em epídoto: Obtenção de  
idades e estudo do *annealing***

**Doutorado**

**Aluno: Eduardo Augusto Campos Curvo**

**Orientador: Prof. Dr. Julio Cesar Hadler Neto**

**Co-orientador: Prof. Dr. Peter Christian Hackspacher**

**Tese submetida ao Instituto de Física Gleb Wataghin da Universidade Estadual de Campinas  
como parte dos requisitos para a obtenção do Grau de Doutor em Física**

**Campinas – Dezembro de 2005**

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DO IFGW - UNICAMP

C948e

Curvo, Eduardo Augusto Campos  
Análise de traços de fissão em epídoto : obtenção de  
idades e estudo do *annealing* / Eduardo Augusto Campos  
Curvo. -- Campinas, SP : [s.n.], 2006.

Orientador: Júlio César Hadler Neto.  
Tese (doutorado) - Universidade Estadual de  
Campinas, Instituto de Física "Gleb Wataghin".

1 1. Datação do traço de fissão. 2. Epídoto. 3. Annealing.  
2 I. Hadler Neto, Júlio César. II. Universidade Estadual de  
3 Campinas. Instituto de Física "Gleb Wataghin". III. Título.  
4

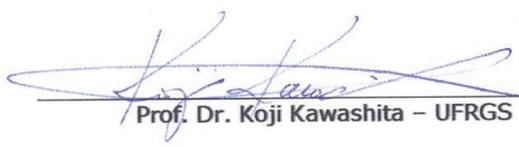
5 (vsv/ifgw)

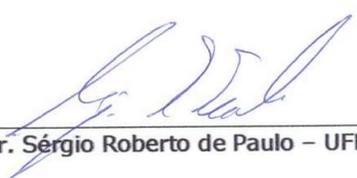


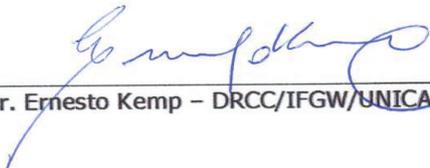
MEMBROS DA COMISSÃO JULGADORA DA TESE DE DOUTORADO DE **EDUARDO AUGUSTO CAMPOS CURVO**. – RA 005321, APRESENTADA E APROVADA AO INSTITUTO DE FÍSICA "GLEB WATAGHIN" DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS, EM 13/12/2005.

**COMISSÃO JULGADORA:**

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Júlio César Hadler Neto (Orientador do Candidato)  
DRCC/IFGW/UNICAMP

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Koji Kawashita – UFRGS

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Sérgio Roberto de Paulo – UFMT

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Ernesto Kemp – DRCC/IFGW/UNICAMP

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. José Augusto Chinellato – DRCC /IFGW/UNICAMP

À Augusto e Beísa, nesta vida meus Pais.

## **Agradecimentos**

Ao Julio e ao Pedro, respectivamente meu Avô e meu Tio/Pai Científico, pelo simples fato de aqui estarem.

Ao Sandro, pela clareza de pensamento e o humor peculiar que lhe são naturais.

Ao Pedrão, pelas discussões épicas sobre física básica e mesmo sobre o que é a física.

Ao Carlos e à Rosane, por fazerem parte desta irmandade.

Ao Igor, pela alegria certa, e ao Osvaldo, pela esmiúça sedenta dos conceitos.

Ao Peter, pelas idéias e pelo suporte Geológico contido nesta tese.

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

À Bienvenido e Dailto, pela presteza nas análises minerais.

À Augusto e Beísa, novamente, pelo carinho que me dão durante esta vida e pela fonte inesgotável e incansável de forças que são para mim. À vocês, um sentimento profundo e por muitas vezes velado: Eu lhes Amo!

Aos meus amigos, aonde quer que estejam, isto é para vocês também.

À minha Mulher, Maria Carolina, pelas alegrias sem fim.

## Resumo

Amostras de epidoto da Serra da Mantiqueira foram datadas via o Método das Populações e via o Método do Detector Externo e o valor médio das idades foi  $(201 \pm 15)$  Ma. As datações apresentaram concordância entre si e os valores das idades se situam entre valores obtidos através de traços de fissão em apatitas  $(127 \pm 10)$  Ma e zircões  $(369 \pm 15)$  Ma para amostras coletadas próximas às utilizadas nas datações dos epidotos.

Também foram efetuados estudos referentes ao *annealing* dos traços de fissão em epidoto. As curvas de *annealing* em epidoto foram obtidas para os tempos de aquecimento de 10, 100, 1000 horas e temperaturas entre 340 e 850 °C. A curva de redução de densidade é mais próxima à proposta por Naeser *et al.* (1970), que possui temperatura de fechamento estimada de 630 °C. E a curva de redução de comprimento, também obtida, é a primeira desse tipo a ser medida para o epidoto. O ajuste dos dados de comprimento, realizado utilizando-se o modelo proposto por nosso grupo, conduziu a uma zona de *annealing* parcial com limites de 411 e 544 °C para o intervalo de tempo de 1 Ma. Esses valores a colocam acima das zonas correspondentes para a apatita e para o zircão.

Foram realizadas três medidas do fator de eficiência ( $g$ ), necessário para realizar datações de epidoto via o Método do Detector Externo (MDE). Essas medidas conduziram ao valor  $1,06 \pm 0,08$  ( $1\sigma$ ), que difere dos valores de  $g$  encontrados para outros minerais ( $0,684 \pm 0,012$  para zircão;  $0,601 \pm 0,023$  para titanita e  $0,549 \pm 0,015$  para apatita). O valor de  $g$  obtido para o epidoto representa que mesmo em geometria  $4\pi$  o mineral registra duas vezes menos traços que a mica muscovita (geometria  $2\pi$ ).

## Abstract

Epidote fission-track ages for samples from the Serra da Mantiqueira were obtained via both Population and External Detector Methods (EDM) and the mean value was  $(201 \pm 15)$  Ma. The ages showed internal consistency and are placed between those obtained through apatite,  $(127 \pm 10)$  Ma, and the zircon fission-track dating,  $(369 \pm 15)$  Ma.

Studies concerning the epidote fission track annealing were also performed. The annealing curves were obtained for annealing times of 10, 100, 100 hours and temperatures ranging from 340 to 850°C. The curve of reduced density is closest to that proposed by Naeser et al. (1970), which has estimated a closure temperature of 630°C (1 Ma). The curve of reduced length, also measured, is the first of this kind obtained for epidote. The fitting of the length data, performed by using the model proposed by our Group, conducted to a partial annealing zone (PAZ) with borders at 411 and 544 °C for 1 Ma. These values place epidote PAZ above the estimated PAZ for apatite and zircon.

Three measurements of the efficiency factor ( $g$ ), necessary to perform EDM, were carried out. Those measurements conducted to the value  $1.06 \pm 0.08$  (1s), which differs from those found for others minerals ( $0.684 \pm 0.012$  for zircon;  $0.601 \pm 0.023$  for titanite and  $0.549 \pm 0.015$  for apatite). The value of  $g$  obtained to epidote means that even in  $4\pi$  geometry the mineral registers two times less tracks than the muscovite mica ( $2\pi$  geometry).

## **Apoio financeiro**

Este projeto foi financiado pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior, CAPES, através de bolsa de pós-graduação entre Agosto e Dezembro de 2002, e pela Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, FAPESP, através de bolsa de pós-graduação e reserva técnica associada entre Janeiro de 2003 e Agosto de 2005, processo número 02/13258-1.

# Índice geral

1 – Introdução.....	2
1.1 - O Método dos Traços de Fissão (MTF).....	2
1.2 - Sobre o Método das Populações e o Método do Detector Externo.....	5
1.3 - O epidoto.....	7
1.4 - Objetivos da tese.....	10
2 – Procedimento Experimental.....	12
2.1 - Coleta e separação das amostras.....	12
2.2 - Montagem e Polimento.....	13
2.3 - Ataque químico.....	14
3 – Datação de amostras da Serra da Mantiqueira.....	21
3.1 - Datação de amostras via o Método das Populações.....	21
3.2 - Determinação do fator de eficiência entre epidoto e mica muscovita.....	25
3.3 - Datação de amostras via o Método do Detector Externo.....	28
4 - Estudo de annealing em laboratório.....	39
4.1 - Experimentos com aquecimento.....	39
4.2 – Ajuste dos dados com o modelo cinético.....	62
4.3 – Ajuste dos dados com o modelo de Laslett.....	66
5 - Conclusão.....	70
Referências.....	72

## Índice de ilustrações

Figura 01 – Resumo esquemático do Método das Populações. ....	6
Figura 02 – Resumo esquemático do Método do Detector Externo (MDE). ....	6
Figura 03 – O epídoto (verde-escuro) e cristais de quartzo.....	8
Figura 04 – Molde de silicone para montagens de grãos em resina epoxy.....	13
Figura 05 - Histogramas de densidade de traços fósseis, para os tempos de ataque de 08, 14, 16 e 18 minutos com HF 40%, 35 °C.....	15
Figura 06 – Histogramas de comprimento de traços confinados, para os tempos de ataque de 08, 14, 16 e 18 minutos com HF 40%, 35 °C.....	16
Figura 07 - Histogramas de densidade de traços escuros (fósseis), para os tempos de ataque de 08, 14, 16 e 18 minutos com HF 40%, 35 °C.....	17
Figura 08 - Curvas de ataque químico para a densidade total de traços, densidade de traços escuros e comprimento de traços confinados.....	18
Figura 09 – Traços de fissão do urânio no epídoto. Em b) vê-se um traço confinado.....	19
Figura 10 – Idades obtidas via Método das Populações. ....	24
Figura 11 – Histogramas de eficiência entre Detector Externo e Epídoto. ....	26
Figura 12 – Fator de eficiência 'g' entre Detector Externo e Epídoto. ....	27
Figura 13 – Histograma de idades obtidas via Método do Detector Externo. ....	30
Figura 14 – Idades obtidas via Método do Detector Externo. ....	32
Figura 15a – Idades obtidas via Método do Detector Externo. ....	33
Figura 15b – Idades obtidas via Método do Detector Externo (sem erros). ....	34
Figura 15c – Fator de eficiência 'g' (sem erros). ....	34
Figura 16 – Histogramas de densidade para o primeiro conjunto de medidas de annealing.....	45
Figura 17 – Histogramas de comprimento para o primeiro conjunto de medidas de annealing.....	48
Figura 18 – Histogramas de densidade de traços escuros para o primeiro conjunto de medidas de annealing. ....	51
Figura 19 – Histogramas de densidade para o segundo conjunto de medidas de annealing.....	53
Figura 20 – Histogramas de comprimento para o segundo conjunto de medidas de annealing.....	54
Figura 21 – Histogramas de densidade para o segundo conjunto de medidas de annealing.....	56
Figura 22 – Relação entre a densidade total normalizada de traços e a temperatura, para tempos de 10, 100 e 1000 horas. ....	57
Figura 23 – Relação entre o comprimento normalizado dos traços e a temperatura, para tempos de 10, 100 e 1000 horas. ....	58
Figura 24 – Relação entre a densidade normalizada de traços escuros e a temperatura, para tempos de 10, 100 e 1000 horas. ....	59
Figura 25 – Relação entre redução de comprimento, $L/L_0$ , e redução de densidade, $\rho/\rho_0$ , de traços.....	60
Figura 26 – Curva de correção de $\rho/\rho_0$ versus $L/L_0$ para a apatita.....	61
Figura 27 – Ajuste de dados de annealing com modelo cinético.....	65
Figura 28 – Zona de annealing parcial para epídoto, zircão e apatita.....	65
Figura 29 – Ajuste de dados de annealing com modelo Laslett.....	68

## Índice de tabelas

Tabela 01 - Epidoto: ataque químico, $L_0$ e temperatura de fechamento existentes na literatura.....	10
Tabela 02 – Valores de $\rho_s$ , $\rho_i$ , $\rho_s^\circ$ e $\rho_i^\circ$ obtidas via o método das populações.....	22
Tabela 03 – Idades obtidas via o método das populações.....	24
Tabela 04 – Idades obtidas via Método do Detector Externo.....	31
Tabela 05 – Idades obtidas via Método do Detector Externo.....	35
Tabela 06 – Idades de Apatita e Zircão para a Serra da Mantiqueira.....	36
Tabela 07 – Primeiro conjunto de pontos de annealing.....	39
Tabela 08 – Segundo conjunto de pontos de annealing.....	41
Tabela 09 – Variação da temperatura durante a realização dos aquecimentos.....	41
Tabela 10 – Valores de $\rho_0$ , $L_0$ e $\rho_0^\circ$ , para os dois conjuntos de aquecimento.....	42
Tabela 11 – Densidades e comprimentos reduzidos, para os aquecimentos de 10, 100 e 1000 horas.....	42



## **Introdução**

*Ogum com sua espada  
Sua capa encarnada  
Me dá sempre proteção  
Quem vai pela boa estrada  
No fim dessa caminhada  
Encontra em Deus perdão*

*'Pra São Jorge' Zeca Pagodinho*

# 1 – Introdução

## 1.1 - 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,  $\rho_I$  :

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

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.*, 1983; 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.

---

<sup>3</sup> *Annealing*: Encurtamento dos traços de fissão devido a temperatura/tempo à qual o mineral foi submetido.

<sup>4</sup> *Gaps*: Zonas do traço latente que foram parcialmente reconstruídas, em relação ao corpo do mineral, sendo assim atacadas quimicamente de forma mais lenta.

## 1.2 - Sobre o Método das Populações e o Método do Detector 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 a 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 a 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 detector 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 a grão (O Método do Detector Externo - MDE).

No Método das Populações (Wagner e Van Den Haute, 1992) as amostras, compostas de centenas de grãos, são divididas em duas alíquotas. Duma obtém-se informações sobre os traços espontâneos ( $\rho_s$ ), enquanto que da outra retira-se informações sobre traços recém induzidos ( $\rho_i$ ) (Figura 01). 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. Pequenas heterogeneidades do conteúdo de urânio e de efeitos decorrentes da orientação cristalina são eliminados estatisticamente.

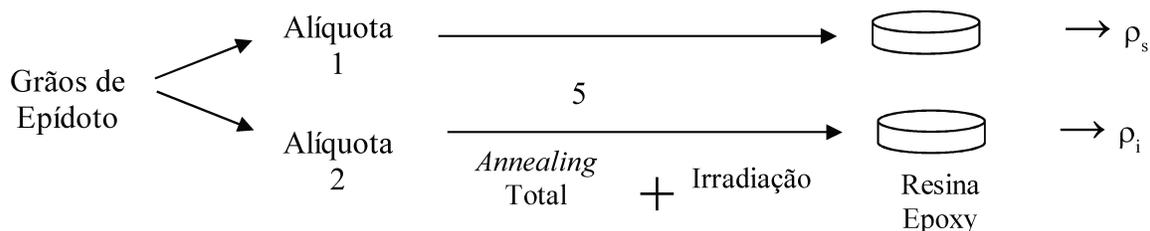


Figura 01 – Resumo esquemático do Método das Populações.

O Método do Detector Externo é uma ferramenta apropriada para o estudo de bacias sedimentares e de amostras nas quais possa existir diferentes populações “mães”. Em ambos os casos a densidade de urânio e a idade aparente pode variar de grão para grão. Este método permite eliminar os erros relacionados com a variação do conteúdo de urânio de um grão para outro e constata variações de idade grão a grão.

O MDE funciona da seguinte forma:

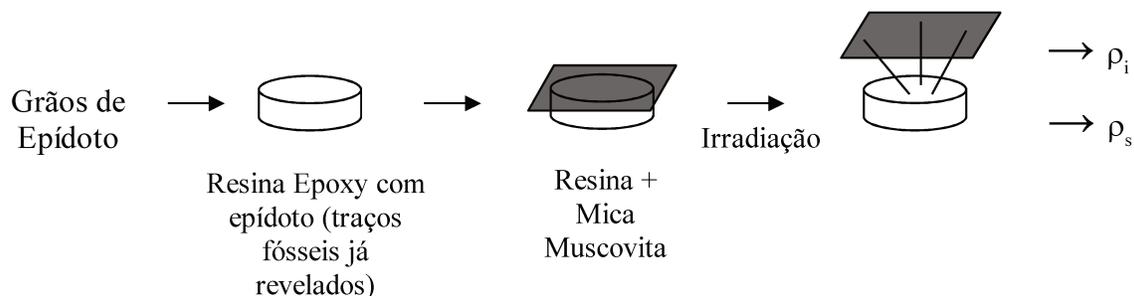


Figura 02 – Resumo esquemático do Método do Detector Externo (MDE).

Os grãos são montados em resina epoxy, polidos e atacados. Coloca-se uma mica muscovita (esse é o detector 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 semi-automatizado.

Cada grão é datado individualmente. O número de traços gravados na mica expressará, relativamente, a quantidade de  $U^{235}$  da amostra.

### 1.3 - 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, 2001; Hackspacher *et al.*, 2004; Nóbrega *et al.*, 2005; Ribeiro *et al.*, 2005; Tello *et al.* 2005). 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), *software* desenvolvido em nosso grupo, dosimetria de nêutrons (Iunes, 1999) e modelo cinético de *annealing* de traços (Guedes *et al.*, 2004, 2005b).

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

---

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

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

Além de possuir alta temperatura de fechamento, o epidoto (Figura 03) 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 epidoto (Naeser *et al.*, 1970; Bar *et al.*, 1974; Haack, 1976 e Saini *et al.*, 1978).



Figura 03 – O epidoto (verde-escuro) e cristais de quartzo.

---

<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.

Outra possibilidade promissora é a utilização dos três minerais em conjunto, com a apatita gravando eventos mais recentes, e com o zircão e o epídoto permitindo o registro de 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, Bal e colaboradores (1982) 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 01 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 01 - Epídoto: ataque químico, L<sub>0</sub> e temperatura de fechamento existentes na literatura.

## 1.4 - Objetivos da tese

Validar a metodologia de datação desenvolvida durante o mestrado, aplicando-a a amostras de epídoto obtidas a partir de rochas hospedeiras. Estudar o *annealing* de traços de fissão em epídoto em laboratório.

## Capítulo 2

*Outro chamado*

*Uma ordem*

*Enérgica e aliada, profunda, aconselhando resisténcia:*

*- Güenta o relance, Izé!*

*Respiro*

*Dilato-me*

*E grito:*

*- E agüento mesmo!*

*'São Marcos' Guimarães Rosa*

## 2 – Procedimento Experimental

### 2.1 - Coleta e separação das amostras

Em viagem de campo realizada no mês de Julho de 2004, quinze amostras foram coletadas da região da Serra da Mantiqueira. Dessas foi possível extrair nove amostras de epidoto (EA-01, EA-02, EA-03, EA-05, EA-07, EA-08, EA-12, EA-16 e EA-19), as quais foram montadas em resina epoxy, polidas, atacadas quimicamente e enviadas ao Reator Nuclear (IPEN/CNEN – São Paulo), onde foram irradiadas.

Considerando que o epidoto aparece distribuído ao longo de fraturas e falhas, principalmente em rochas graníticas, o trabalho de sua separação se torna difícil e muitas vezes impossível. Amostras coletadas na Serra do Mar não permitiram encontrar epidoto de tamanho adequado (pelo menos 50  $\mu\text{m}$ ).

A separação das amostras é realizada da seguinte forma: Primeiramente são passadas em três britadores, que reduzem gradualmente o tamanho dos pedaços de rocha até o tamanho de grãos. Esses grãos são então peneirados e conseqüentemente separados em três porções: Grãos com diâmetro maior que 180  $\mu\text{m}$ , grãos com diâmetro entre 53 e 180  $\mu\text{m}$  e grãos com diâmetro inferior a 53  $\mu\text{m}$ . A porção de grãos com diâmetro entre 53 e 180  $\mu\text{m}$  é então passada em uma batéia automática, onde regula-se a velocidade de rotação, a inclinação e o fluxo de água. A batéia realiza uma separação preliminar entre minerais leves e pesados, estando o epidoto, a apatita e o zircão entre os últimos. A próxima etapa utiliza as diferentes propriedades magnéticas dos minerais para separá-los. Regulando-se a corrente elétrica fornecida à bobina de um separador isodinâmico (Frantz Modelo LB-1, com 20° de avanço lateral e 20° de avanço para frente) altera-se a intensidade do campo magnético produzido. Esse campo atua sobre os grãos, separando-os segundo suas susceptibilidade magnética. Foram aplicadas correntes

de 0,15; 0,20; 0,25; 0,30; 0,35 e 0,40 A. Cada uma das amostras é então separada em sete alíquotas. É esperado que o epídoto encontre-se nas alíquotas entre 0,30 e 0,40 A. Contudo, uma vez que cada mineral possui sua própria história de formação e alteração, sua susceptibilidade magnética pode diferenciar-se do valor padrão. Assim, com a ajuda do pós-doutorando Allen Fetter (Unesp - Rio Claro), todas as alíquotas foram analisadas sob uma lupa.

## 2.2 - Montagem e Polimento

Após separados os grãos do mineral são ordenadamente dispostos em um molde de silicone (Figura 04), com ajuda de uma lupa Leica Zoom 2000 e uma ponta de metal. Após isso é adicionada resina epoxy. Não é necessária a utilização de desmoldante.

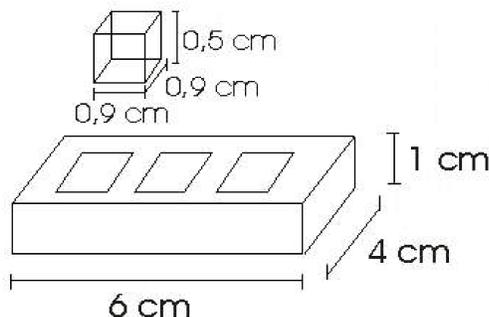


Figura 04 – Molde de silicone para montagens de grãos em resina epoxy.

O polimento é realizado em uma politriz com controles automáticos de tempo e rotação, modelo “DPU-10” Struers. No início da tese o polimento possuía as seguintes especificações:

- Lixa de 1200  $\mu\text{m}$ , desbastamento manual (lado com e lado sem amostra);
- 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.

Contudo verificou-se que esse polimento deixava os grãos abaulados com relação à resina. Isso não é um problema quando se trabalha com o método das populações. Entretanto isso influencia a disposição de traços induzidos gravados na mica muscovita após a irradiação. Quanto mais abaulado for o grão maior é a dispersão de traços apresentada na mica. Isto é, ao invés de apresentar uma área da ordem do tamanho do grão correspondente, a mica apresenta uma área maior. Esse efeito influenciaria na medida de densidade de traços induzidos na mica.

Dessa maneira, um novo esquema de polimento foi desenvolvido. São as especificações:

- Lixas de 1200, 2400 e 4000, todas manualmente;
- Pasta de diamante de 0,25  $\mu\text{m}$ , 30 minutos, 500 gramas sobre a amostra, 120 rpm.

O que mantém a qualidade do polimento e evita o abaulamento dos grãos.

### 2.3 - Ataque químico

A curva de ataque químico foi construída utilizando-se a amostra oriunda de Brejuí-RN<sup>7</sup>. O reagente utilizado para revelar os traços latentes é o HF 40%, a 35 °C. Os tempos de ataque foram: 08, 14, 16 e 18 minutos. Em cada ponto da curva foram medidos<sup>8</sup> a densidade total de traços fósseis, a densidade de traços escuros<sup>9</sup> e o comprimento dos traços confinados<sup>10</sup> da mesma. Os resultados podem ser observados nas figuras abaixo:

<sup>7</sup> Monocristal de epídoto, datado na minha tese de mestrado (Curvo, 2002; Curvo *et al.*, 2005).

<sup>8</sup> O microscópio utilizado para se realizar as medidas deste trabalho é um *Dialux 20 EB, Leitz-Wetzlar*, com aumento de 12,5 vezes na ocular e de 100 vezes a óleo na objetiva.

<sup>9</sup> Traços orientados sob uma distribuição angular pequena, usualmente mais opacos que os restantes que estão distribuídos ao acaso dentro do mesmo grão. O critério para estabelecer o que é ou não um traço escuro é observacional, baseado na distribuição angular e opacidade citados. (Curvo, 2002; Curvo *et al.*, 2005)

<sup>10</sup> Traços confinados são traços localizados totalmente dentro do mineral. Eles são revelados através da substância reagente que entra através de sua intersecção 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.

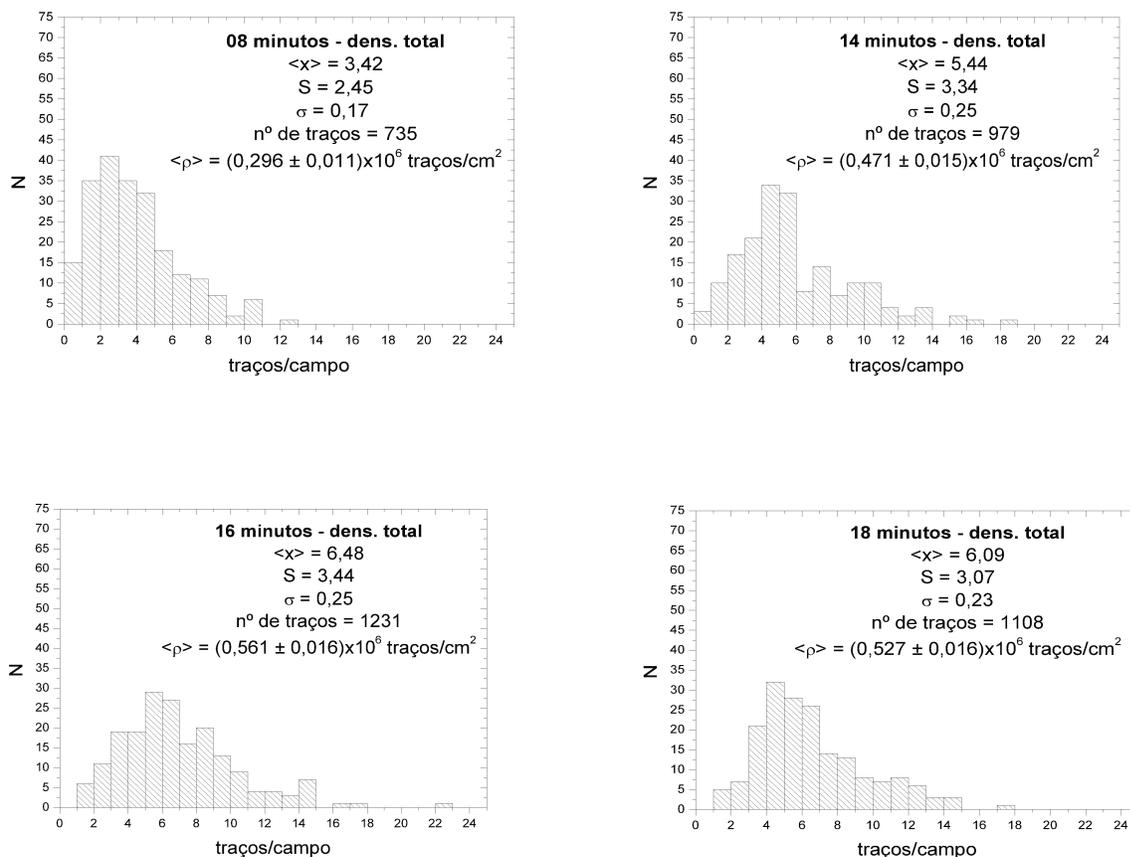


Figura 05 - Histogramas de densidade de traços fósseis, para os tempos de ataque de 08, 14, 16 e 18 minutos com HF 40%,

35 °C. Onde  $\langle x \rangle$  representa a média de traços por campo, S o desvio da distribuição<sup>11</sup>,  $\sigma$  o desvio da média<sup>12</sup> e  $\langle \rho \rangle$  a

média de traços/cm<sup>2</sup>.

11  $S = [(N - 1)^{-1} \sum (x_i - \langle x \rangle)^2]^{1/2}$ . Onde N é o número de medidas realizadas e  $x_i$  é a i-ésima medida realizada.

12  $\sigma = S \cdot N^{-1/2}$

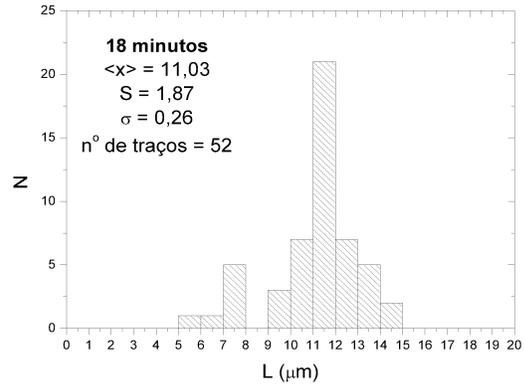
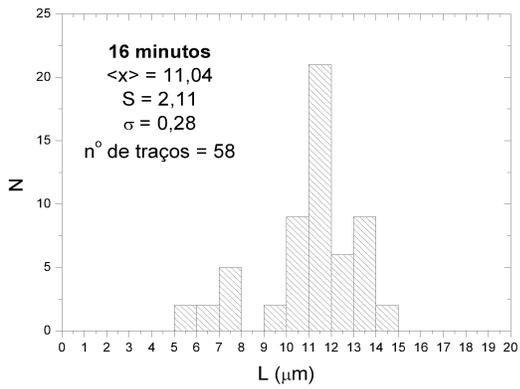
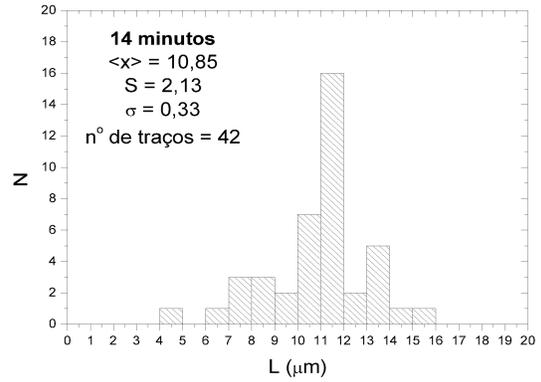
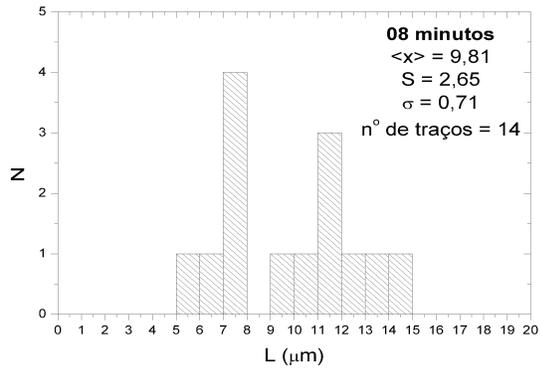


Figura 06 – Histogramas de comprimento de traços confinados, para os tempos de ataque de 08, 14, 16 e 18 minutos com HF 40%, 35 °C. Onde  $\langle x \rangle$  representa a média de comprimento dos traços, S o desvio da distribuição e  $\sigma$  o desvio da média.

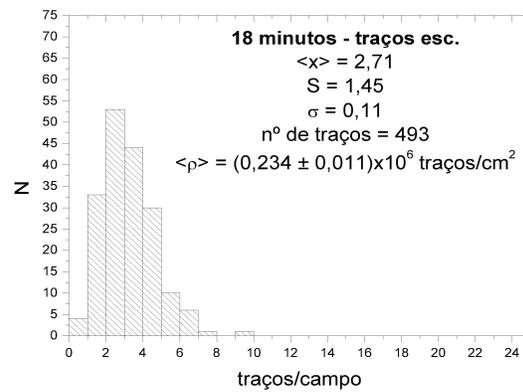
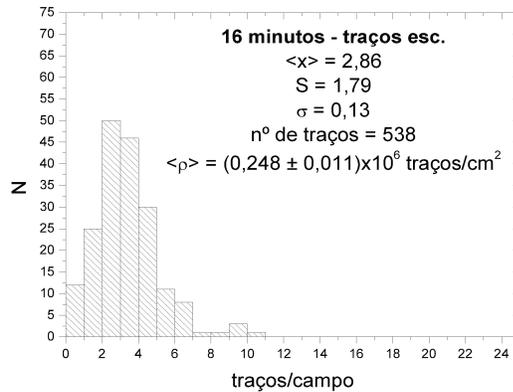
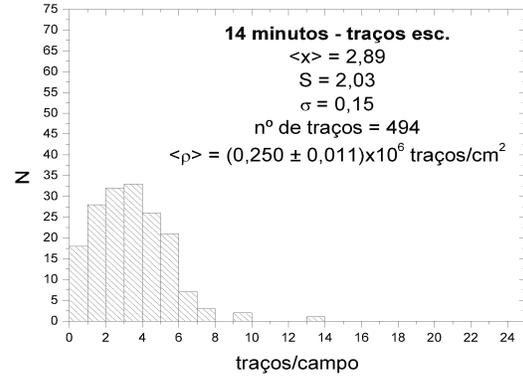
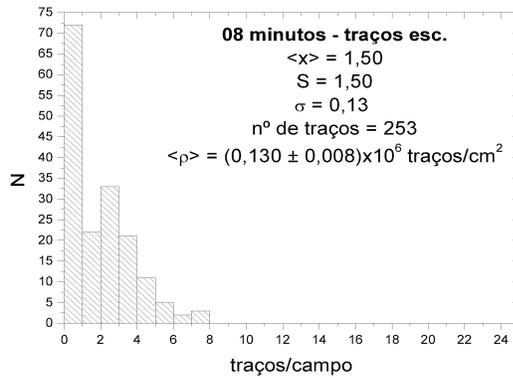


Figura 07 - Histogramas de densidade de traços escuros (fósseis), para os tempos de ataque de 08, 14, 16 e 18 minutos com HF 40%, 35 °C. Onde  $\langle x \rangle$  representa a média de traços por campo, S o desvio da distribuição,  $\sigma$  o desvio da média e  $\langle \rho \rangle$  a média de traços/cm<sup>2</sup>.

E as curvas de ataque químico:

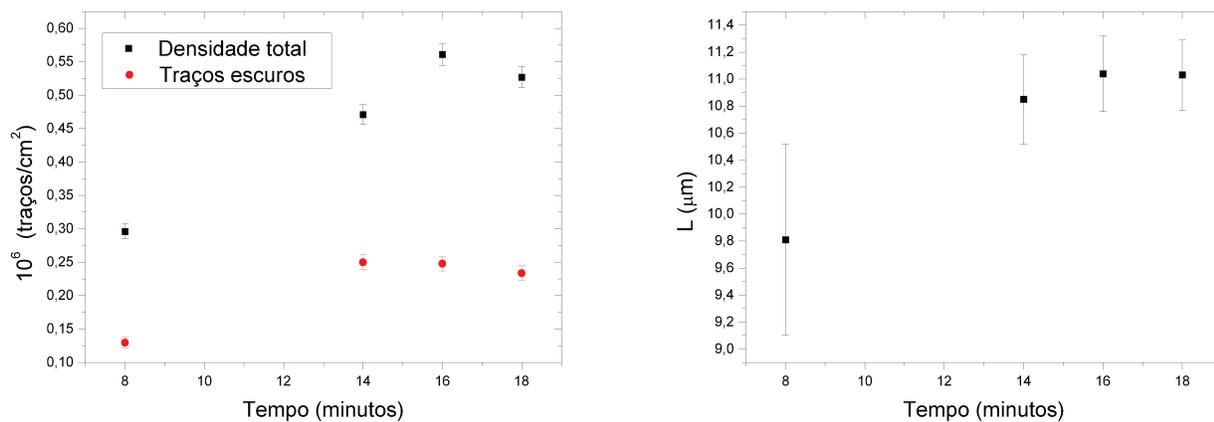
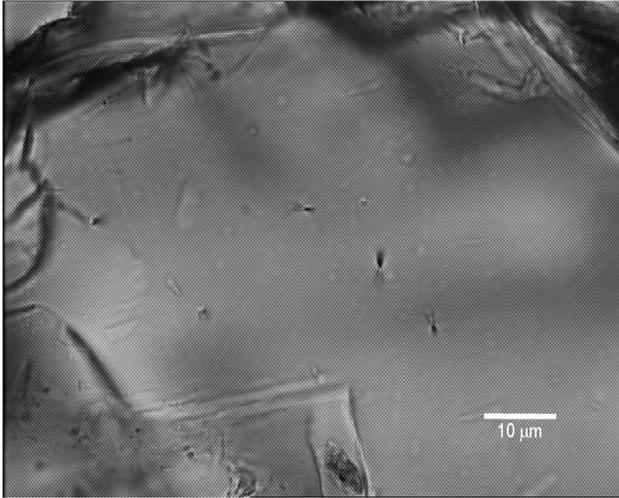


Figura 08 - Curvas de ataque químico para a densidade total de traços, densidade de traços escuros e comprimento de traços confinados. No gráfico densidade *versus* tempo a barra de erro refere-se ao erro de Poisson, no gráfico de comprimento *versus* tempo o erro refere-se ao desvio da distribuição (1S).

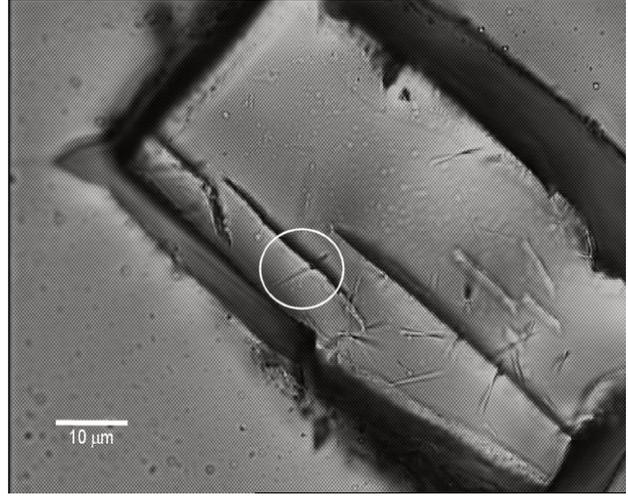
Com base nos dados coletados o ataque padrão foi tomado como HF 40%, 35 °C durante 16 minutos.

Na Figura 09 são observados traços de fissão no epídoto (aumento 10x 63).

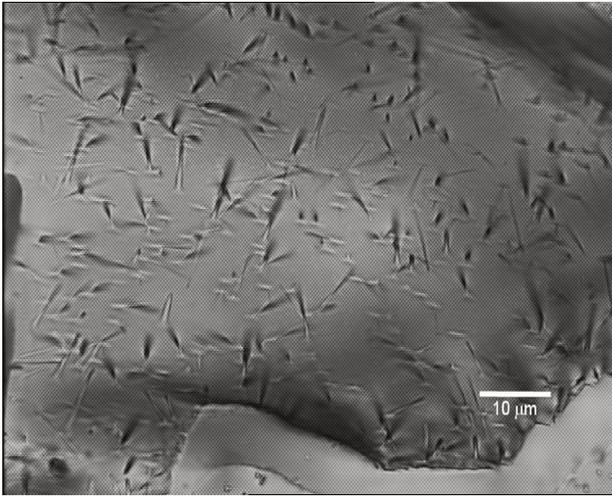
a)



b)



c)



d)

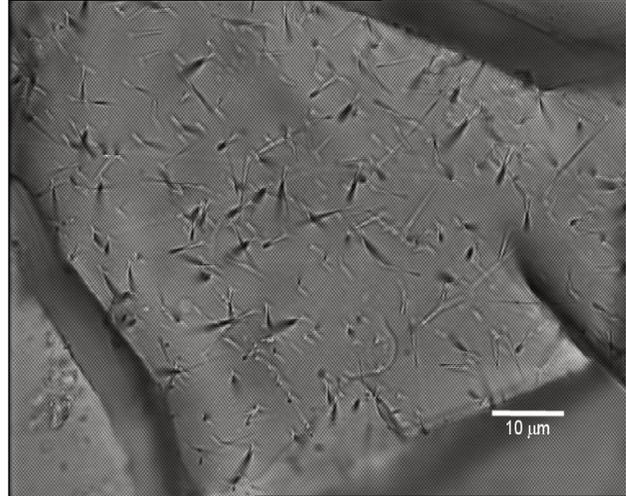


Figura 09 – Traços de fissão do urânio no epídoto. Em b) vê-se um traço confinado.

## Capítulo 3

*Valha-me Deus, Senhor São Bento  
Eu vou jogar meu barravento  
Ê, buraco velho tem cobra dentro  
Ê, quando vê cobra assanhada  
Não põe o pé na rodilha  
A cobra assanhada morde  
Valha-me Deus, Senhor São Bento  
Eu vou cantar meu barravento*

*'Valha-me Deus, Senhor São Bento' João Grande*

## **3 – Datação de amostras da Serra da Mantiqueira**

### **3.1 - Datação de amostras via o Método das Populações**

Nove amostras da Serra da Mantiqueira (EA-01, EA-02, EA-03, EA-05, EA-07, EA-08, EA-12, EA-16 e EA-19) foram preparadas e irradiadas no reator nuclear do IPEN – São Paulo. As medições referentes as densidades de traços estão mostradas na tabela 02.

	Densidade Total					Traços Escuros				
	Espontâneos		Induzidos		$\rho_S/\rho_I$	Espontâneos		Induzidos		$\rho_S/\rho_I$
	$\rho_S$	(f),(t)	$\rho_I$	(f),(t)		$\rho_{S,esc.}$	(f),(t)	$\rho_{I,esc.}$	(f),(t)	
EA-01	1,90 ( $\pm$ 14%)	(68), (129)	2,28 ( $\pm$ 22%)	(63),(72)	0,83 ( $\pm$ 26%)	1,21 ( $\pm$ 17%)	(63), (76)	1,32 ( $\pm$ 22%)	(62),(41)	0,92 ( $\pm$ 28%)
EA-02	- <sup>13</sup>	-	-	-	-	-	-	-	-	-
EA-03	1,85 ( $\pm$ 29%)	(27), (50)	0,64 ( $\pm$ 31%)	(36),(23)	2,88 ( $\pm$ 42%)	0,87 ( $\pm$ 25%)	(24), (24)	0,33 ( $\pm$ 39%)	(36),(12)	2,66 ( $\pm$ 46%)
EA-05	1,08 ( $\pm$ 34%)	(34), (37)	0,75 ( $\pm$ 29%)	(53),(20)	1,43 ( $\pm$ 45%)	0,56 ( $\pm$ 29%)	(34), (19)	0,49 ( $\pm$ 31%)	(53),(13)	1,14 ( $\pm$ 42%)
EA-07	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
EA-08	0,84 ( $\pm$ 24%)	(69), (58)	0,90 ( $\pm$ 24%)	(66),(30)	0,93 ( $\pm$ 34%)	0,36 ( $\pm$ 33%)	(69), (25)	0,46 ( $\pm$ 36%)	(66),(15)	0,78 ( $\pm$ 49%)
EA-12	0,59 ( $\pm$ 31%)	(47), (28)	0,72 ( $\pm$ 24%)	(47),(17)	0,82 ( $\pm$ 39%)	0,26 ( $\pm$ 39%)	(47), (12)	0,30 ( $\pm$ 35%)	(47),(07)	0,87 ( $\pm$ 52%)
EA-16	1,04 ( $\pm$ 28%)	(50), (52)	0,58 ( $\pm$ 38%)	(49),(14)	1,79 ( $\pm$ 47%)	0,52 ( $\pm$ 25%)	(50), (26)	0,20 ( $\pm$ 60%)	(49),(05)	2,6 ( $\pm$ 65%)
EA-19	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Tabela 02 – Valores de  $\rho_s$ ,  $\rho_i$ ,  $\rho_s^e$  e  $\rho_i^e$  obtidas via o método das populações. f e t são o número de grãos e de traços medidos, respectivamente.

13 As amostras EA-02, EA-07 e EA-19 possuem grãos de epidoto muito pequenos, escuros e quebradiços, o que impossibilitou a contagem de traços nas mesmas.

Para se obter a densidade de traços referente às partes induzidas das amostras EA-01, EA-05, EA-08, EA-12 e EA-16, em geometria  $4\pi$ , foi necessário multiplicar o número de traços encontrados por 2. Isso ocorreu pois as partes induzidas foram enviadas para irradiação já montadas e polidas em resina epoxy, não tendo sido repolidas quando retornaram. Maiores comentários sobre essa característica geométrica são efetuados na secção 3.2.

As amostras EA-02, EA-07 e EA-19 possuem grãos de epídoto muito pequenos, escuros e quebradiços, o que impossibilitou a contagem de traços nas mesmas.

Calculando as idades via dosimetria de nêutrons (Bigazzi *et al.*, 1999; Iunes, 1999):

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

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 probabilidade por núcleo alvo da reação  $^{235}\text{U}(n,f)$  ocorrendo na amostra durante a irradiação;  $\epsilon^{238}$  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. Obtem-se:

	Densidade Total Idades (Ma) $\pm 1\sigma$	Traços Escuros Idades (Ma) $\pm 1\sigma$
EA-01	103 $\pm$ 27	113 $\pm$ 32
EA-03	235 $\pm$ 101	215 $\pm$ 101
EA-05	176 $\pm$ 80	140 $\pm$ 59
EA-08	115 $\pm$ 39	96 $\pm$ 48
EA-12	101 $\pm$ 39	107 $\pm$ 54
EA-16	219 $\pm$ 103	315 $\pm$ 205

Tabela 03 – Idades obtidas via o método das populações.

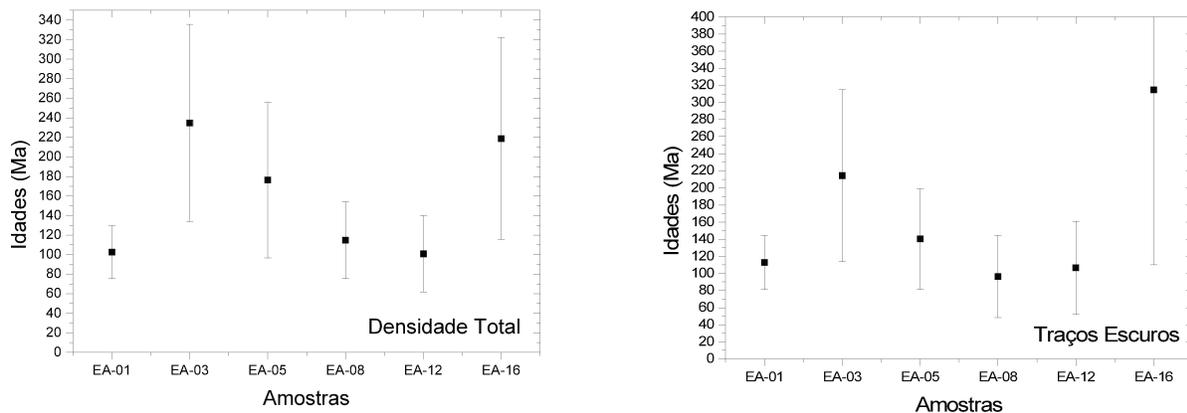


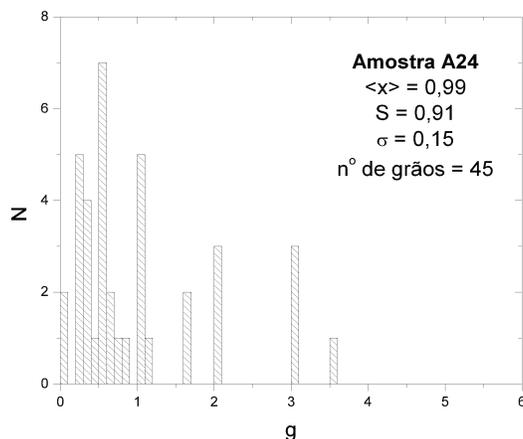
Figura 10 – Idades obtidas via Método das Populações.

O teste  $\chi^2$  aceita todas as amostras como sendo parte de um único grupo, tanto para a densidade total ( $\chi^2_v = 0,56$ ;  $\nu = 06$ ;  $P_\chi \approx 0,75$ ) como para os traços escuros ( $\chi^2_v = 0,38$ ;  $\nu = 06$ ;  $P_\chi \approx 0,90$ ). As médias ponderadas desses grupos de idades são: (158  $\pm$  25) Ma (1 $\sigma$ ) e (164  $\pm$  35) Ma (1 $\sigma$ ).

### 3.2 - Determinação do fator de eficiência entre epídoto e mica muscovita

Para se aplicar o Método do Detector Externo (MDE) é necessário conhecer o fator de eficiência de detecção de traços entre a mica e o mineral ( $g^{14}$ ). Isso porque os traços induzidos não são contados no mineral e sim no detector externo. O experimento consistiu em irradiar grãos de epídoto, montados em uma resina, em contato com um detector externo de traços de fissão (mica muscovita). Após a irradiação contou-se a densidade de traços induzidos no mineral e os traços induzidos gravados na área da mica que ficou junto à esse grão. As medidas de densidade no epídoto são de densidade total.

Foram realizadas três contagens neste experimento, amostras<sup>15</sup> A24, EM1 e EM2. A amostra A24 recebeu fluência de nêutrons térmicos de  $2,49 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2} (\pm 4,2 \%)$  e as amostras EM1 e EM2 de  $1,45 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2} (\pm 4,0 \%)$ . São os histogramas de eficiência<sup>16</sup>:



14  $g$  = densidade de traços na mica / densidade de traços no mineral.

15 Todas alíquotas da amostra RN-01.

16 Eficiências calculadas grão à grão, isto é, calculadas para cada grão de epídoto e sua correspondente área na mica.

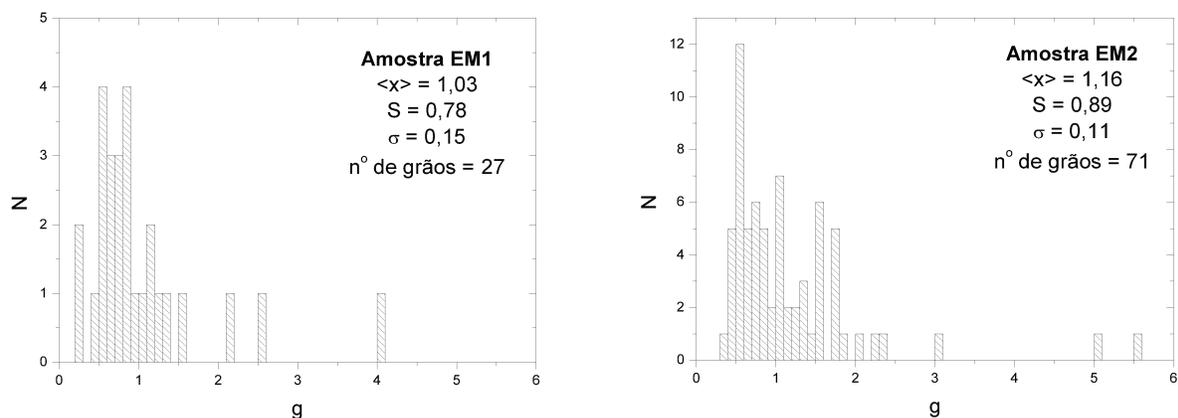


Figura 11 – Histogramas de eficiência entre Detector Externo e Epidoto.

Os valores de  $g$  obtidos foram:  $0,99 \pm 0,15$ ;  $1,03 \pm 0,15$ ;  $1,16 \pm 0,11$  (todos  $1\sigma$ ), para as amostras A24, EM1 e EM2, respectivamente. A média das três medidas é:  $1,06 \pm 0,08$  ( $1\sigma$ ), que será o valor utilizado para as datações via MDE com epidoto. Esse valor difere dos valores de  $g$  encontrados para outros minerais ( $0,684 \pm 0,012$  para zircão;  $0,601 \pm 0,023$  para titanita e  $0,549 \pm 0,015$  para apatita (Iwano & Danhara, 1998)) e representa que mesmo em geometria  $4\pi$  o mineral registra duas vezes menos traços que a mica muscovita (geometria  $2\pi$ ).

O motivo pelo qual os desvios padrões das distribuições apresentadas na Figura 11 são tão grandes (entre 76 e 91%) é que existe um efeito de anisotropia de ataque químico presente na revelação dos traços<sup>17</sup>. Na Figura 12 são mostrados os erros (Poisson) correspondentes a cada grão. Uma maneira de resolver esse efeito seria calcular uma eficiência por grão, segundo a direção de seus eixos cristalinos. Entretanto isso não é factível quando se trabalha com grãos extraídos de uma rocha hospedeira. Sendo assim optou-se por trabalhar com o erro padrão (desvio da média), convivendo com o efeito de anisotropia presente.

<sup>17</sup> Isto é, determinadas direções do mineral são atacadas com maior velocidade.

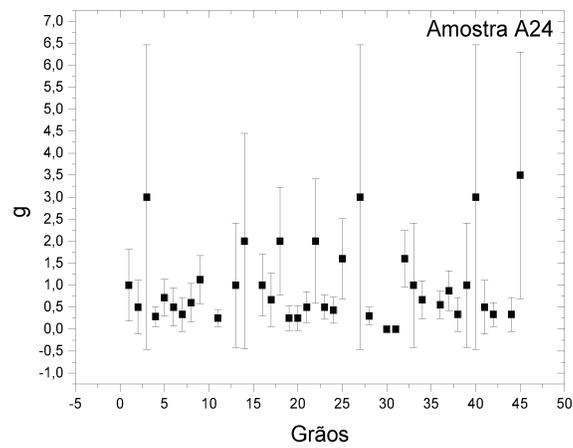
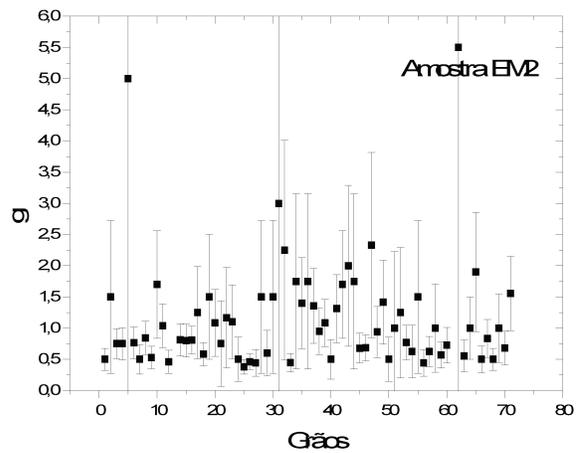
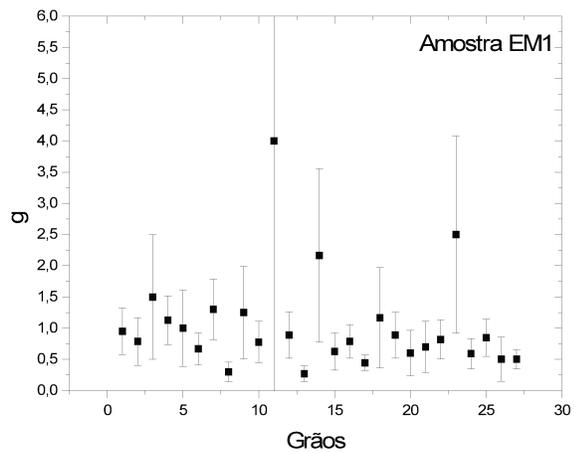


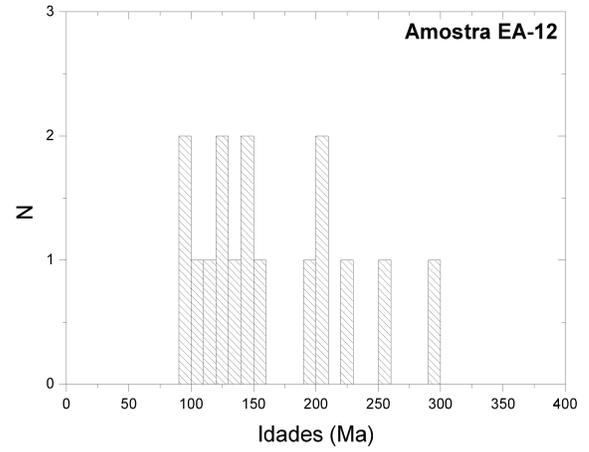
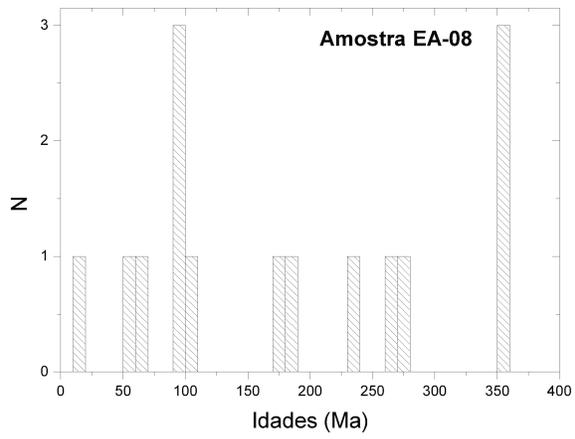
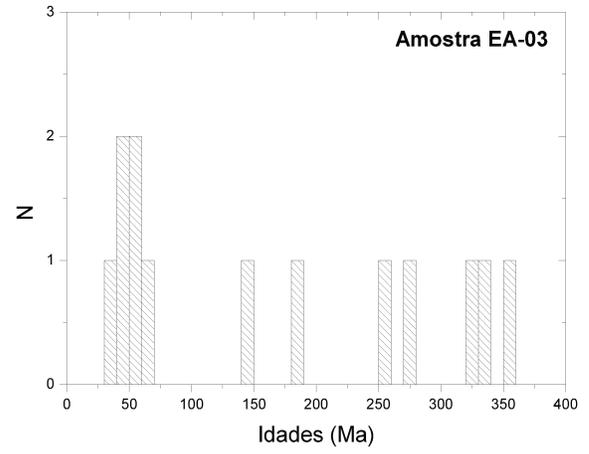
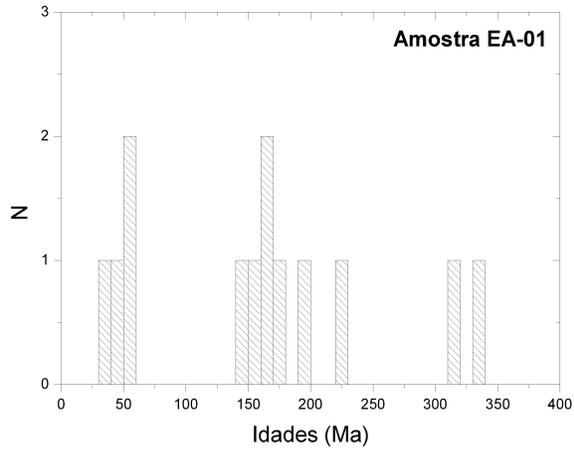
Figura 12 – Fator de eficiência 'g' entre Detector Externo e Epídoto.

### 3.3 - Datação de amostras via o Método do Detector Externo

Alíquotas das amostras EA-01, EA-02, EA-03, EA-05, EA-07, EA-08, EA-12, EA-16 e EA-19 que não foram utilizadas no método das populações foram preparadas para o MDE. Foram montadas em resina, polidas e após isso atacadas quimicamente. O ataque químico foi realizado em duas etapas. A primeira etapa consistiu de HF 40%, 35 °C, 12 minutos, e os traços revelados ficaram com tamanho satisfatório para o início da contagem. Contudo decidiu-se atacar essas montagens (denominadas de S1, S3, S5, S7, S8, S12 e S16) por mais 04 minutos, com o intuito de alcançar o tempo ótimo de ataque obtido via a curva de ataque químico. Essa segunda etapa melhorou um pouco a forma dos traços, o que facilita a identificação dos mesmos, mas infelizmente deteriorou em muito a qualidade dos grãos. A maioria dos grãos se tornou escura e repleta de crateras criadas pela atuação do ácido fluorídrico. Destarte novas montagens foram confeccionadas: T1, T3, T7, T12, T16, T19, U1, U12, U19. Foram também atacadas, mas com 14 minutos apenas. Esse tempo fez com que tanto os traços como os grãos se apresentassem de forma mais clara. Essas 16 montagens foram acopladas com mica muscovita (detector externo) e enviadas para irradiação. A fluência de nêutrons térmicos foi de  $2,18 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  ( $\pm 4,7 \%$ ) para as montagens S1, T1, U1, e de  $7,00 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  ( $\pm 4,5 \%$ ) para as demais. Estas irradiações foram feitas baseando-se nas densidades de traços induzidos obtidas nas irradiações anteriores.

O critério adotado durante as medidas foi o de contar todos os traços existentes dentro do grão e na área correspondente na mica, evitando-se traços localizados à 10  $\mu\text{m}$  das bordas de ambos. O sistema de microscopia utilizado 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. Esse microscópio possui 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.

As idades obtidas são apresentadas nos histogramas abaixo:



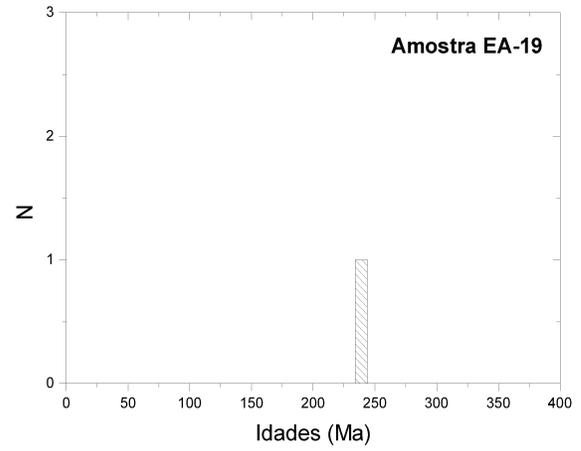
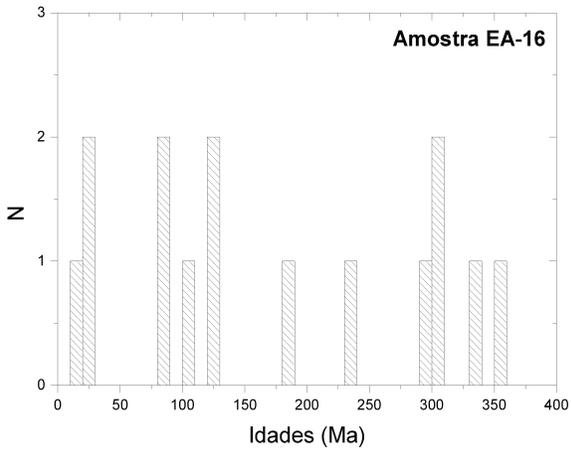


Figura 13 – Histograma de idades obtidas via Método do Detector Externo.

As amostras EA-05 e EA-07 possuem grãos de epidoto muito pequenos, escuros e quebradiços, o que impossibilitou a contagem de traços nas mesmas.

Os resultados referentes às medidas de densidade e às idades das amostras são apresentados na Tabela 04. Na Figura 14 estão apresentadas em gráficos as idades por grão mostradas na Tabela 04.

Grão	Amostras											
	EA-01		EA-03		EA-08		EA-12		EA-16		EA-19	
	Idades (Ma) ± 1σ		Idades (Ma) ± 1σ		Idades (Ma) ± 1σ		Idades (Ma) ± 1σ		Idades (Ma) ± 1σ		Idades (Ma) ± 1σ	
	Idades (Ma)	N epi, mica										
1	169±44	(42),(28)	356±228	(5),(5)	91±72	(02),(08)	91±30	(12),(48)	28±21	(02),(26)	243±48	(54),(80)
2	57±21	(12),(24)	694±604	(4),(2)	561±324	(08),(05)	132±56	(08),(22)	309±80	(32),(37)		
3	177±87	(11),(07)	255±75	(22),(31)	356±228	(05),(05)	192±40	(42),(79)	27±20	(02),(27)		
4	333±148	(21),(07)	279±75	(28),(36)	97±40	(08),(30)	200±81	(10),(18)	240±100	(10),(15)		
5	49±17	(12),(28)	326±103	(21),(23)	579±153	(43),(26)	104±60	(04),(14)	87±44	(05),(21)		
6	195±59	(33),(19)	470±258	(08),(06)	471±185	(16),(12)	121±48	(09),(27)	109±72	(03),(10)		
7	1049±784	(20),(02)	181±92	(06),(12)	52±15	(16),(113)	145±122	(02),(05)	356±106	(25),(25)		
8	317±142	(20),(07)	333±69	(56),(60)	274±72	(29),(38)	200±81	(10),(18)	301±106	(16),(19)		
9	169±51	(30),(20)	46±25	(04),(32)	99±47	(06),(22)	143±41	(19),(48)	121±51	(08),(24)		
10	32±10	(15),(53)	40±43	(01),(09)	16±08	(04),(90)	298±130	(10),(12)	566±206	(21),(13)		
11	224±85	(22),(11)	52±40	(02),(14)	101±52	(05),(18)	254±84	(17),(24)	121±81	(03),(09)		
12	143±51	(19),(15)	50±27	(04),(29)	356±162	(10),(10)	97±34	(11),(41)	181±92	(06),(12)		
13	157±32	(74),(53)	68±43	(03),(16)	181±85	(07),(14)	151±81	(05),(12)	19±11	(03),(58)		
14	55±19	(13),(27)	147±47	(15),(37)	356±254	(04),(04)	116±48	(08),(25)	81±45	(04),(18)		
15			33±35	(01),(11)	269±121	(09),(12)	121±71	(04),(12)	293±134	(09),(11)		
16					171±71	(09),(19)	227±73	(17),(27)	331±95	(26),(28)		
17					236±52	(40),(61)						
18					503±252	(10),(07)						
19					61±47	(02),(12)						

Tabela 04 – Idades obtidas via Método do Detector Externo.

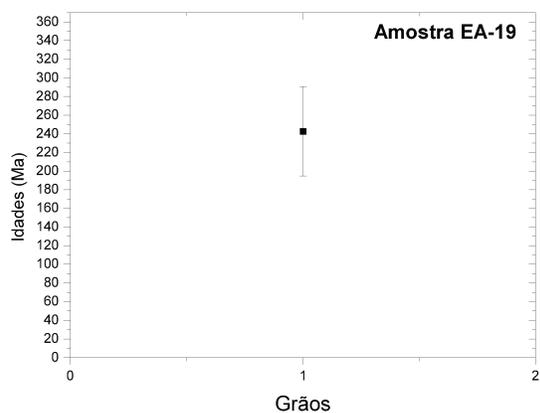
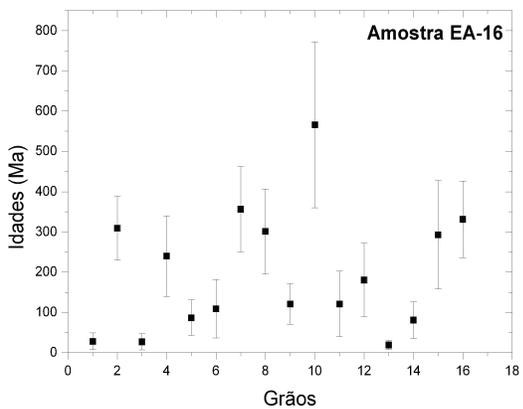
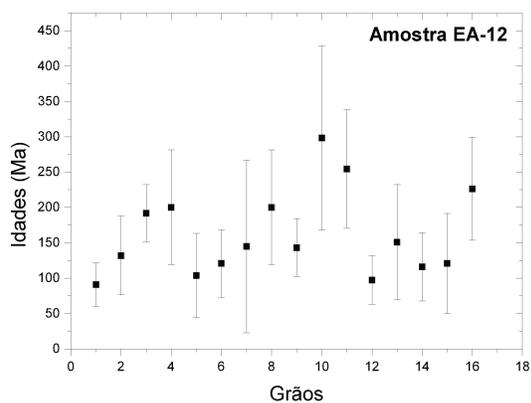
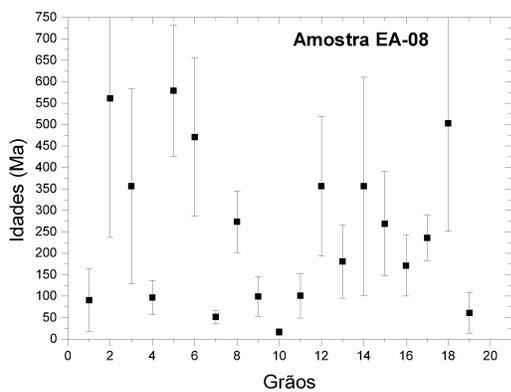
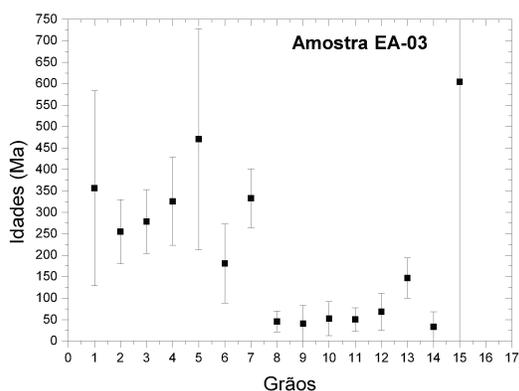
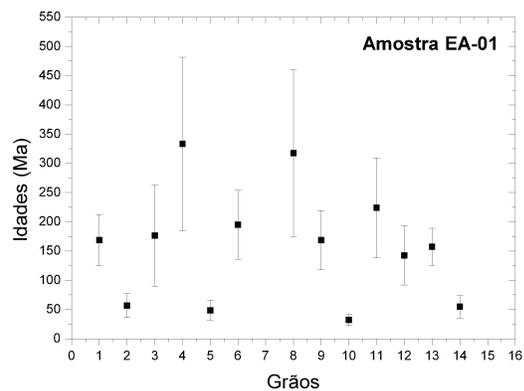


Figura 14 – Idades obtidas via Método do Detector Externo.

Os erros da densidade de traços fósseis e de traços induzidos foram assumidos como erros de Poisson. Todos os erros envolvidos no cálculo da idade (Equação 04) foram propagados (7,5% para  $g_{MDE}$ ; 2,5% para  $\lambda_f$  (Guedes *et al.*, 2003); 4,5% para o valor de  $R_M$  da amostra EA-01 e 4,1% para o valor de  $R_M$  das demais).

A Figura 15a, abaixo, onde são apresentadas todas as idades obtidas via o MDE, sugere a existência de várias epidotizações, ou seja, formações do epidoto em diferentes épocas.

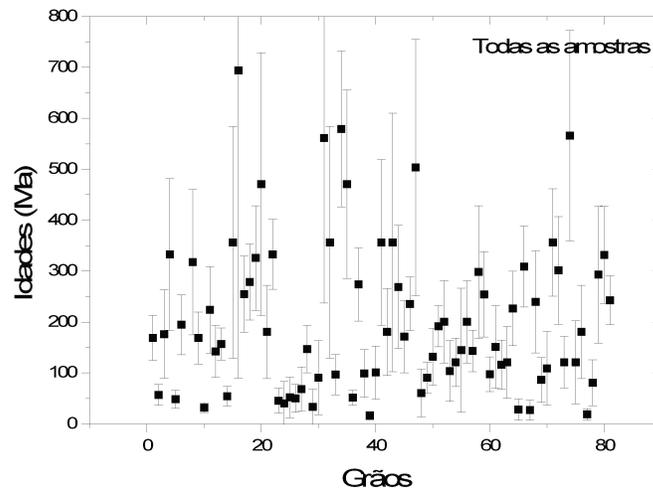


Figura 15a – Idades obtidas via Método do Detector Externo.

Entretanto, comparando-se a Figura 15b (Figura 15a sem as barras de erros), com as Figura 15c (Figura 12 também sem as barras de erros), vê-se uma grande semelhança quanto à dispersão.

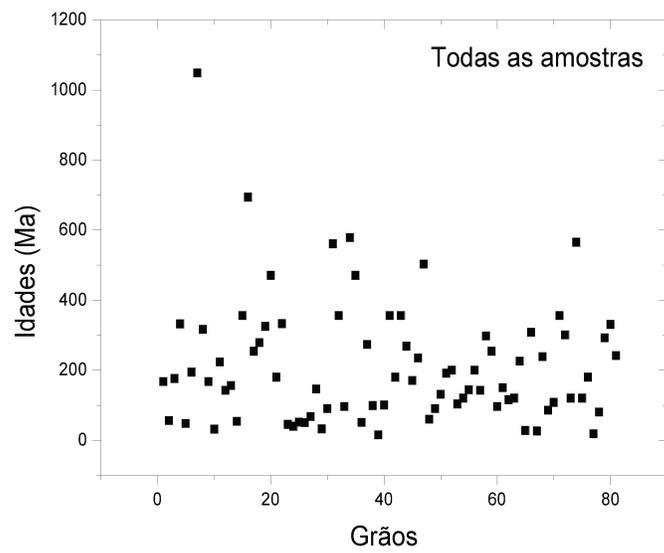


Figura 15b – Idades obtidas via Método do Detector Externo (sem erros).

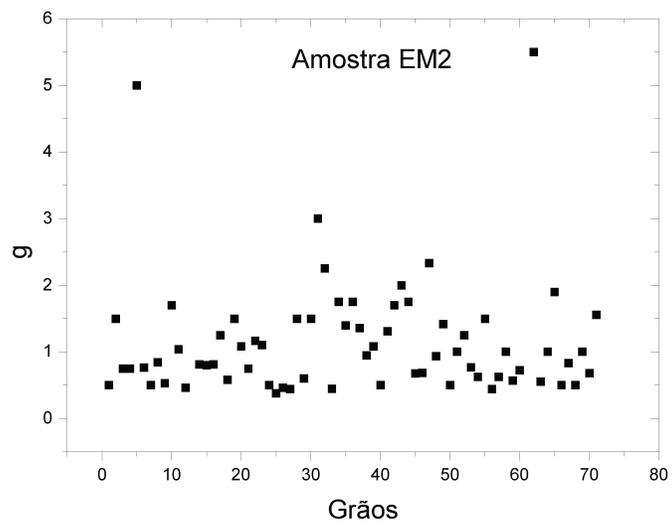


Figura 15c – Fator de eficiência 'g' (sem erros).

A dispersão de idades na Figura 15b é de 82% (desvio da distribuição). A dispersão na distribuição das medidas de eficiência, Figura 15c, é de 77%. O que sugere que os erros da distribuição de idades estão fortemente influenciados pela anisotropia dos traços atacados nas diferentes orientações cristalinas do epidoto (características estruturais dos traços latentes em relação a sua orientação cristalina, características dos traços frente ao ataque químico, etc.). Dessa forma, não é possível separar as idades obtidas via MDE em grupos, como sugerido pelas amostras EA-01, EA-03, EA-08 e EA-16. Trabalhar-se-á com a média dessas idades, que são apresentadas na Tabela 05.

	Idades médias (Ma) $\pm 1\sigma$	Erros percentuais
EA-01	223 $\pm$ 45	20%
EA-03	222 $\pm$ 44	20%
EA-08	254 $\pm$ 46	18%
EA-12	162 $\pm$ 32	20%
EA-16	198 $\pm$ 40	20%
EA-19	243 $\pm$ 194	80%

Tabela 05 – Idades obtidas via Método do Detector Externo.

Os erros apresentados na Tabela 05 foram calculados da seguinte forma: assumiu-se um erro de 80% na distribuição de idades e dividiu-se esse valor pela raiz do número de grãos contados em cada amostra, a fim de obter um erro da média. A média ponderada das idades é de (214  $\pm$  19) Ma e a média sem levar em conta os erros individuais é de (217  $\pm$  33) Ma, o que concorda com as medidas via o Método da Populações. O teste  $\chi^2$  considerando-se a média ponderada e os erros individuais mostrados na Tabela 05 ( $\chi^2_\nu = 0,73$ ;  $\nu = 6$ ;  $P_\chi \approx 0,60$ ) indica que as medidas são concordantes entre si se os erros individuais forem assumidos como descrito acima. Caso se tivesse propagado o erro de Poisson para

cada amostra o erro final da medida teria sido subestimado, já que devido à anisotropia ele não descreve a população mãe.

A média ponderada das medidas via o Método das Populações (utilizando-se somente o resultado com densidade total, já que as medidas efetuadas com traços escuros não são independentes daquelas efetuadas com densidade total) e o Método do Detector Externo para o epidoto é  $(201 \pm 15)$  Ma. O teste  $\chi^2$  ( $\chi^2_v = 3.4$ ;  $v = 1$ ;  $P_\chi \approx 0,07$ ) indica que as medidas são concordantes entre si.

Datações de apatita e zircão, via traços de fissão, realizadas na Serra da Mantiqueira, são apresentadas na Tabela 06. Essas medidas foram realizadas por Carlos Alberto Tello Saenz em seu Pós-Doutoramento (Processo FAPESP N° 01/07937-0). As idades das apatitas são idades corrigidas a partir do comprimento dos traços e as dos zircões idades aparentes.

Amostra	Idades Corrigidas Apatita (Ma) $\pm 1\sigma$	Idades Aparentes Zircão (Ma) $\pm 1\sigma$
EA-20	$123 \pm 20$ (16%)	$474 \pm 58$ (12%)
EA-09	$160 \pm 27$ (17%)	$388 \pm 33$ (8,5%)
EA-13	-	$285 \pm 33$ (12%)
EA-15	$130 \pm 21$ (16%)	$342 \pm 32$ (9,4%)
EA-08	$96 \pm 16$ (17%)	$426 \pm 32$ (7,5%)

Tabela 06 – Idades de Apatita e Zircão para a Serra da Mantiqueira.

No caso das apatitas os erros apresentados na Tabela 06 são poissonianos. A média ponderada das idades das apatitas é de  $(127 \pm 10)$  Ma e a média sem levar em conta os erros individuais é de  $(127 \pm 26)$  Ma. O teste  $\chi^2$  considerando-se a média ponderada e os erros individuais mostrados na Tabela 06 ( $\chi^2_v = 5.3$ ;  $v = 3$ ;  $P_\chi \approx 0,15$ ) indica que as medidas são concordantes entre si se os erros individuais forem assumidos como poissonianos.

No caso das zircões os erros apresentados na Tabela 06 foram calculados utilizando-se os mesmos procedimentos adotados para o epidoto. Neste caso assumiu-se um erro de 43% na distribuição

de idades (que foi obtido a partir dos valores das idades individuais) e dividiu-se esse valor pela raiz do número de grãos contados em cada amostra. A média ponderada das idades dos zircões é de  $(369 \pm 15)$  Ma e a média sem levar em conta os erros individuais é de  $(383 \pm 73)$  Ma. O teste  $\chi^2$  considerando-se a média ponderada e os erros individuais mostrados para as idades dos zircões mostrados na Tabela 06 deu como resultado:  $\chi^2_{\nu} = 14$ ;  $\nu = 4$ ;  $P_{\chi} \approx 0,01$ . Esse valor de  $P_{\chi}$  apesar de não indicar, não descarta a concordância entre as medidas individuais. Portanto as idades de zircão podem ser agrupadas em apenas 1 conjunto com idade média  $(369 \pm 15)$  Ma.

Os resultados das idades das apatitas  $(127 \pm 10)$  Ma, epídotos  $(214 \pm 19)$  Ma e zircões  $(369 \pm 15)$  Ma mostrados acima para a Serra da Mantiqueira, indicam a importância de se utilizar os três minerais concomitantemente.

Deve ser notado que foram encontrados pouquíssimos traços confinados (que são os traços de onde se tira informação sobre a história térmica da amostra) nas amostras da Serra da Mantiqueira. Uma alternativa para isto consiste em se irradiar as amostras com íons em um acelerador de partículas. Os traços dos íons, neste caso, fazem o papel dos traços de fissão que atravessam a superfície de polimento. Ou seja, o reagente ataca os traços confinados a partir dos traços dos íons. Isto aumentará sensivelmente o número de traços confinados revelados.

## Capítulo 4

*Era trasformato. E poiché questa volta aveva raggiunto la vera, l'eterna trasformazione, perché da una metà era diventato un tutto, da quell'istante poté continuare a trasformarsi, tanto quanto voleva. Incessantemente il flusso fatato del divenire scorreva nelle sue vene, perennemente partecipava della creazione risorgente ad ogni ora. Divenne capriolo, divenne pesce, divenne uomo e serpente, nuvola e uccello. In ogni forma però era intero, era una "coppia", aveva in sé luna e sole, uomo e donna, scorreva come fiume gemello per le terre, stava come stella doppia in cielo.*

*'Favola d'amore' Hermann Hesse*

## 4 - Estudo de *annealing* em laboratório

### 4.1 - Experimentos com aquecimento

Sabia-se através de experimentos anteriores que traços fósseis<sup>18</sup> do epidoto de Brejuí-RN sofriam *annealing*<sup>19</sup> total<sup>20</sup> com um tratamento térmico de 750 °C por 24 horas. Antes de se estruturar os tempos e as temperaturas a serem utilizados para a obtenção das curvas de *annealing* de traços de fissão em epidoto foi realizado, também com traços fósseis, um aquecimento preliminar de 548 °C por 11h. Esse aquecimento apresentou uma redução de densidade<sup>21</sup> de traços (d) de 0,22. Baseado nesta informação foram estruturados os tempos e as temperaturas a serem utilizados no experimento (Tabela 07).

	T (°C)			
	340	410	480	550
10 horas	X	X	X	X
100 horas	X	X	X	X
1000 horas	X	X	X	X

Tabela 07 – Primeiro conjunto de pontos de *annealing*.

Cerca de 1.500 grãos da amostra de epidoto proveniente de Brejuí-RN foram aquecidos previamente (750 °C por 24 horas, *annealing* total) e então enviados ao Reator Nuclear IPEN/CNEN-SP onde receberam uma fluência de nêutrons térmicos de  $1,85 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2} (\pm 3,3\%)$ .

Os aquecimentos foram então realizados nos fornos construídos pelo Doutorando Pedro Augusto Moreira (Processo FAPESP N° 03/02528-0), os quais possuem sistema de controle de

18 Amostra de Brejuí-RN.

19 Encurtamento dos traços latentes devido a efeitos de tempo e temperatura.

20 *Annealing* total: encurtamento total dos traços existentes no mineral. Aqui o intuito é apagar totalmente os traços fósseis antes de gerar traços induzidos no reator.

21 Tanto a redução de densidade como a redução de comprimento são obtidas dividindo-se a grandeza medida pelo valor da mesma medida sem *annealing* de laboratório. Ou seja,  $d = \rho/\rho_0$  e  $r = L/L_0$ .

temperatura (*Controlador Universal de Processos, Modelo N1100 - Novus Produtos Eletrônicos*) e de armazenamento de dados (*Field Logger - Novus Produtos Eletrônicos*).

Após a realização dos aquecimentos as amostras foram montadas em resina epoxy, polidas e atacadas quimicamente (HF 40%, 35 °C, 16 min.). Além das alíquotas irradiadas e aquecidas foram também montadas alíquotas apenas irradiadas, que servem como fontes de densidade e comprimentos “iniciais” ( $\rho_0$  e  $L_0$ ), isto é, sem *annealing*.

Contudo, após realizar as medidas de densidade e de comprimento, as curvas não apresentaram as quedas esperadas. Ou seja, o teste preliminar de aquecimento (548 °C, 11h) com traços fósseis não representou o comportamento de encurtamento dos traços induzidos. Isso porque os traços fósseis possuíam uma história preliminar de *annealing* natural, o que provavelmente acelerou a diminuição na densidade de traços. Sendo assim novos pontos tiveram de ser acrescentados às curvas. Uma segunda irradiação foi então realizada com fluência de nêutrons térmicos de  $1,46 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  ( $\pm 4,1 \%$ ).

Os novos aquecimentos foram realizados no forno “AGM Labor”, fabricado pela Indústria Forlabo Ltda, com alcance máximo de temperatura de 1200 °C e controle digital OMRON, devido às temperaturas exigidas. Em ambos os fornos a temperatura foi periodicamente registrada através do *Field Logger*.

Nos novos aquecimentos optou-se por trabalhar com tempos de 10 e 100 horas. Como não se sabia com que velocidade as reduções de densidade e de comprimento aconteceriam (os dados referentes ao primeiro conjunto de aquecimentos não foram suficientes para se estruturar os novos tempos e temperaturas a serem utilizados no segundo conjunto de aquecimentos) foi realizado primeiramente apenas um aquecimento de 750 °C, 10 h. Após as medidas escolheu-se o próximo ponto de aquecimento. Esse foi o mesmo procedimento adotado para os aquecimentos de 100 h. Na Tabela 08 são mostrados os pontos finais do experimento de *annealing*.

	T (°C)				
	700	750	775	800	850
10 horas		X		X	X
100 horas	X	X	X		

Tabela 08 – Segundo conjunto de pontos de *annealing*.

Após a realização dos aquecimentos as amostras foram montadas em resina epoxy, polidas e atacadas quimicamente (HF 40%, 35 °C, 16 min.). Além das alíquotas irradiadas e aquecidas foram também montadas alíquotas apenas irradiadas, que servem como fontes de densidade e comprimentos “iniciais” ( $\rho_0$  e  $L_0$ ), isto é, sem *annealing*.

Os erros associados as temperaturas podem ser vistos na Tabela 09. Vale ressaltar que as temperaturas registradas pelo *field logger* são registradas em números inteiros. O termopar utilizado foi calibrado pelo Laboratório de Termometria Salcas, credenciado no CGCRE/INMETRO (sob o n° 139).

Temperatura (°C)	Tempo		
	10 h	100 h	1000 h
340	337 ± 01	338 ± 01	338 ± 01
410	408 ± 01	409 ± 01	407 ± 01
480	477 ± 01	483 ± 01	476 ± 01
550	549 ± 01	548 ± 01	549 ± 01
700		682 ± 01	
750	747 ± 01	748 ± 01	
775		771 ± 01	
800	795 ± 01		
850	846 ± 01		

Tabela 09 – Variação da temperatura durante a realização dos aquecimentos.

Os valores de  $\rho_0$ ,  $L_0$  e  $\rho_0^{e22}$  obtidos são apresentados na Tabela 10, abaixo:

---

<sup>22</sup> $\rho_0^e$  é a densidade inicial de traços escuros.

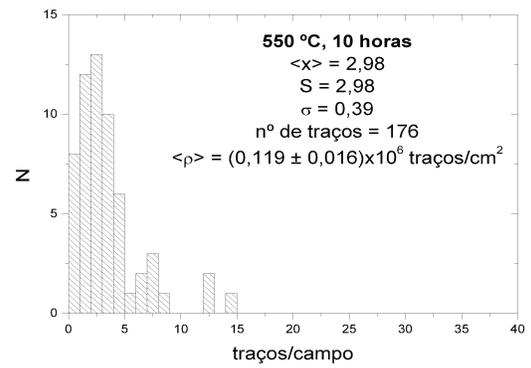
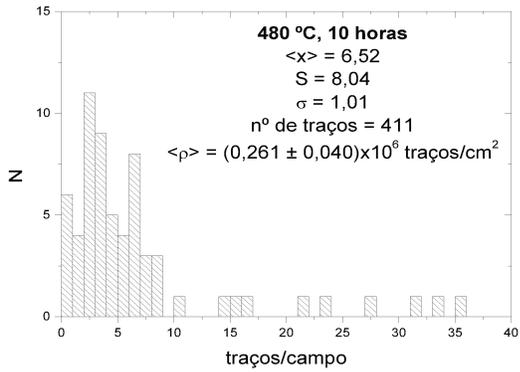
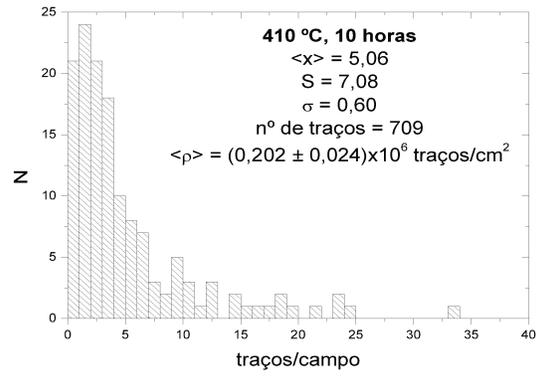
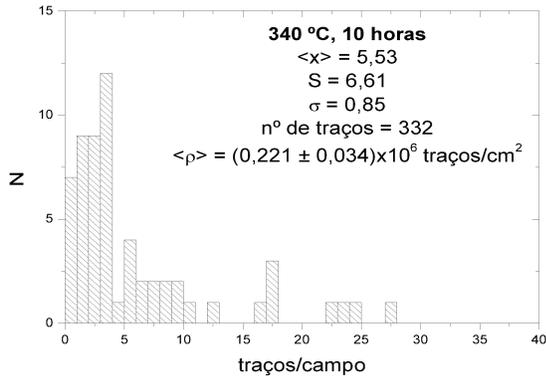
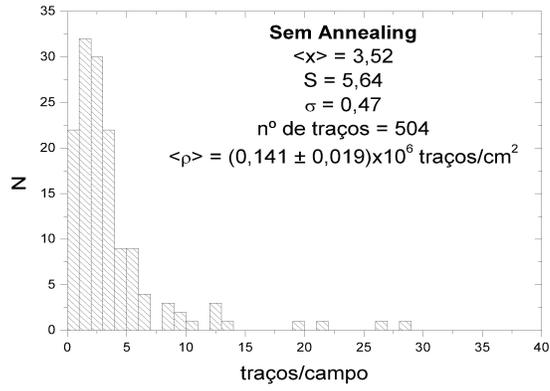
Primeiro conjunto de aquecimentos ( $\phi_0 \approx 1,85 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ )	$\rho_0$ (traços/campo) $\pm 1\sigma$	$L_0$ ( $\mu\text{m}$ ) $\pm 1\sigma$	$\rho^e_0$ (traços/campo) $\pm 1\sigma$
'Sem Annealing'	$3,52 \pm 0,47$	$13,79 \pm 0,30$	$0,72 \pm 0,10$
Segundo conjunto de aquecimentos ( $\phi_0 \approx 1,46 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ )	$\rho_0$ (traços/campo) $\pm 1\sigma$	$L_0$ ( $\mu\text{m}$ ) $\pm 1\sigma$	$\rho^e_0$ (traços/campo) $\pm 1\sigma$
'Sem Annealing - A'	$5,31 \pm 0,66$	$14,05 \pm 0,20$	$1,04 \pm 0,17$
'Sem Annealing - B'	$4,64 \pm 0,41$	$14,13 \pm 0,34$	$0,76 \pm 0,10$
'Sem Annealing - C'	$5,27 \pm 0,53$	$13,89 \pm 0,32$	$0,75 \pm 0,13$
'Sem Annealing - D'	$6,21 \pm 1,08$	$14,06 \pm 0,57$	$0,63 \pm 0,11$

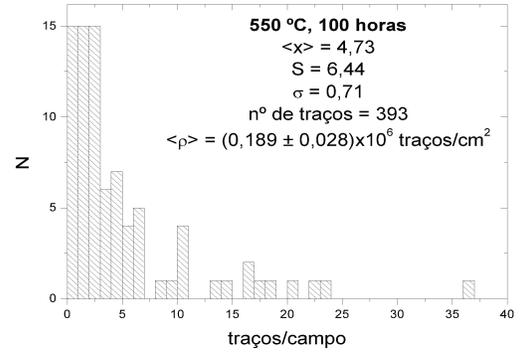
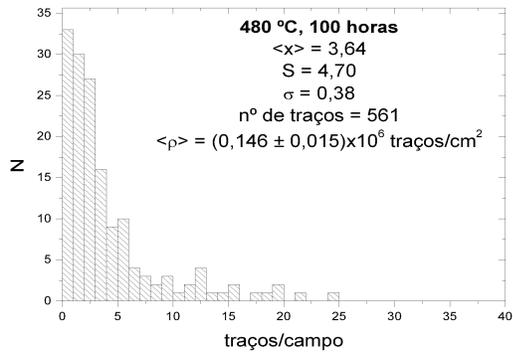
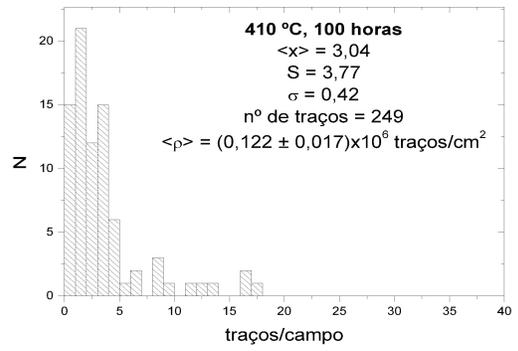
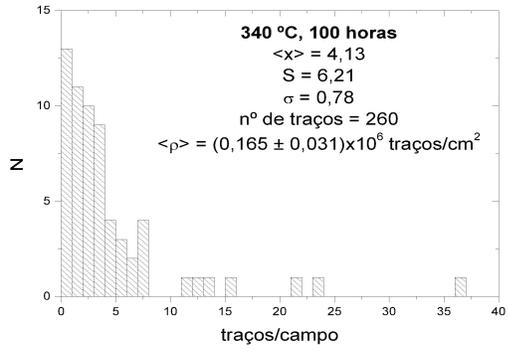
Tabela 10 – Valores de  $\rho_0$ ,  $L_0$  e  $\rho^e_0$ , para os dois conjuntos de aquecimento.

As densidades e comprimentos reduzidos são apresentados na Tabela 11 e os histogramas correspondentes na Figuras 16 – 21:

T (°C)	10 horas			100 horas			1000 horas		
	$d \pm 1\sigma$ ( $\rho/\rho_0$ )	$r \pm 1\sigma$ ( $L/L_0$ )	$e \pm 1\sigma$ ( $\rho^e/\rho^e_0$ )	$d \pm 1\sigma$ ( $\rho/\rho_0$ )	$r \pm 1\sigma$ ( $L/L_0$ )	$e \pm 1\sigma$ ( $\rho^e/\rho^e_0$ )	$d \pm 1\sigma$ ( $\rho/\rho_0$ )	$r \pm 1\sigma$ ( $L/L_0$ )	$e \pm 1\sigma$ ( $\rho^e/\rho^e_0$ )
340	$1,57 \pm 0,32$	$0,94 \pm 0,03$	$1,60 \pm 0,30$	$1,17 \pm 0,27$	$0,96 \pm 0,04$	$0,83 \pm 0,20$	$1,48 \pm 0,25$	$0,98 \pm 0,03$	$1,03 \pm 0,19$
410	$1,44 \pm 0,26$	$0,95 \pm 0,03$	$1,15 \pm 0,21$	$0,86 \pm 0,17$	$0,96 \pm 0,03$	$0,78 \pm 0,15$	$1,52 \pm 0,28$	$0,93 \pm 0,03$	$1,18 \pm 0,21$
480	$1,85 \pm 0,38$	$0,93 \pm 0,03$	$1,47 \pm 0,31$	$1,03 \pm 0,17$	$0,89 \pm 0,03$	$0,86 \pm 0,17$	$1,20 \pm 0,23$	$0,95 \pm 0,03$	$0,79 \pm 0,16$
550	$0,85 \pm 0,16$	$0,95 \pm 0,04$	$0,54 \pm 0,15$	$1,34 \pm 0,27$	$0,83 \pm 0,03$	$1,10 \pm 0,23$	$0,90 \pm 0,19$	$0,86 \pm 0,02$	$0,67 \pm 0,18$
700				$0,48 \pm 0,09$	$0,81 \pm 0,04$	$0,78 \pm 0,20$			
750	$0,80 \pm 0,10$	$0,81 \pm 0,02$	$0,55 \pm 0,11$	$0,48 \pm 0,06$	$0,72 \pm 0,05$	$0,34 \pm 0,07$			
775				$0,11 \pm 0,03$	$0,57 \pm 0,03$	$0,11 \pm 0,05$			
800	$0,21 \pm 0,05$	$0,64 \pm 0,03$	$0,31 \pm 0,09$						
850	0	0	0						

Tabela 11 – Densidades e comprimentos reduzidos, para os aquecimentos de 10, 100 e 1000 horas.





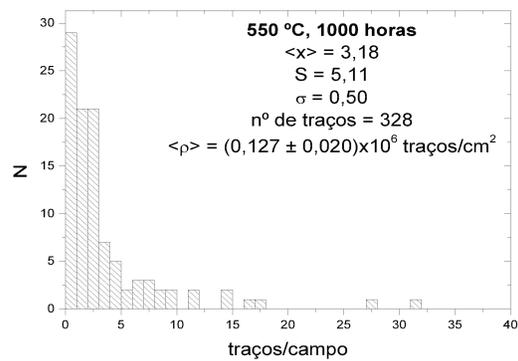
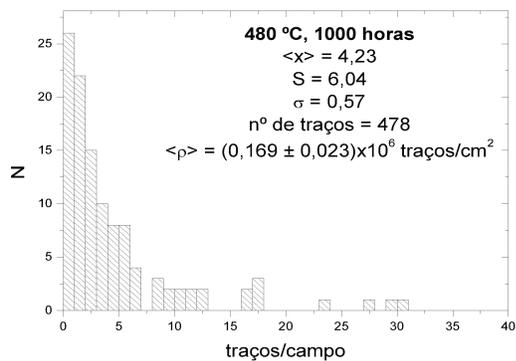
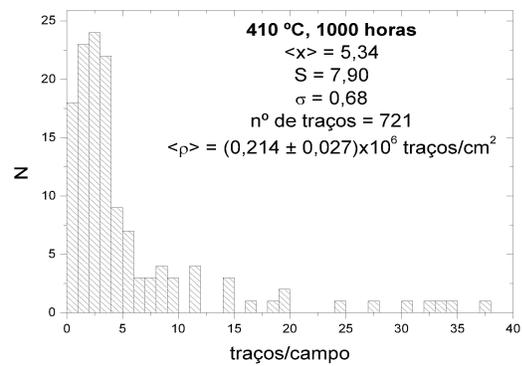
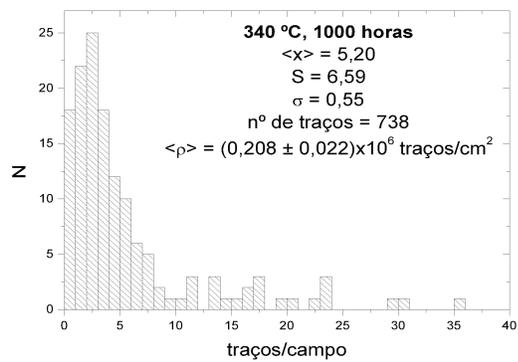
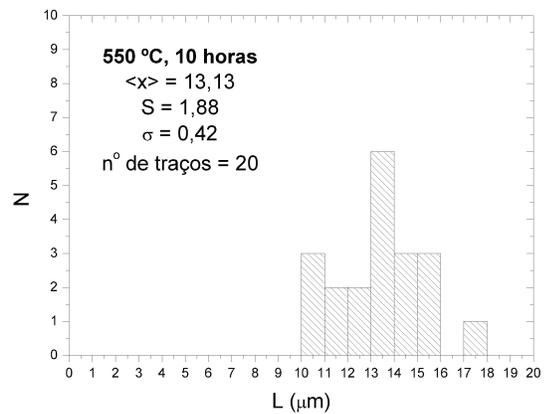
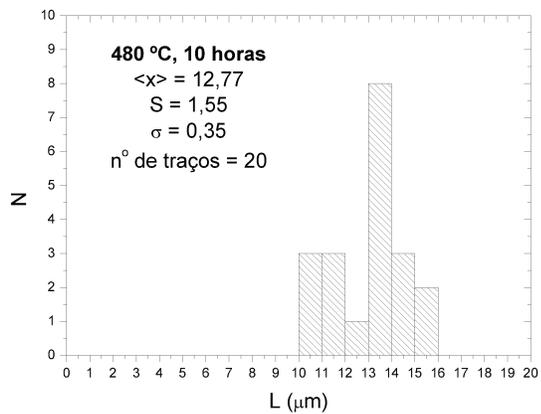
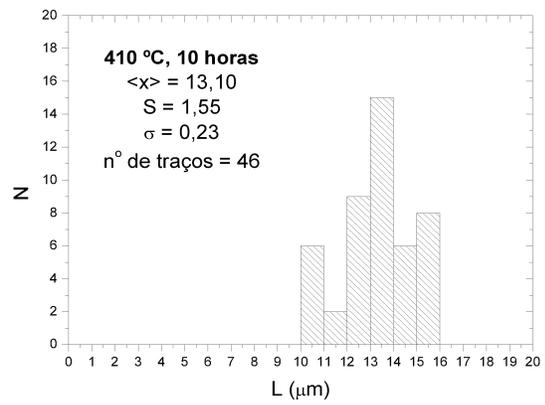
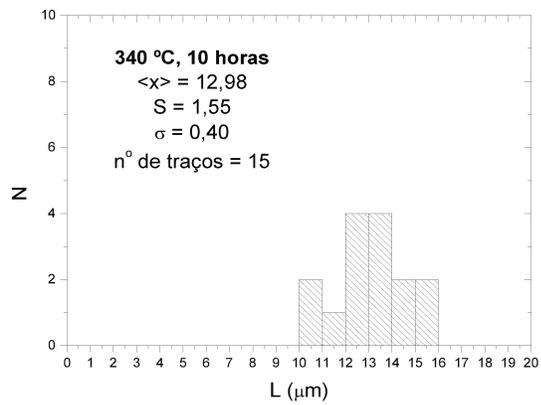
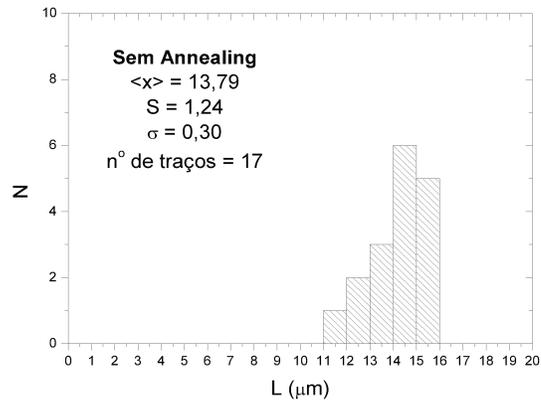
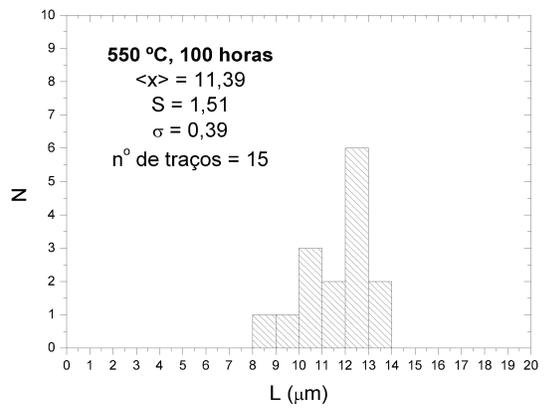
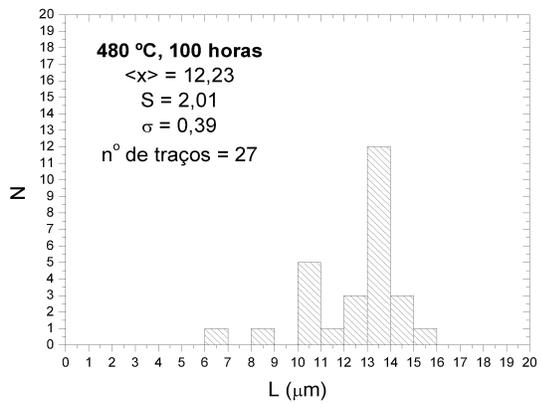
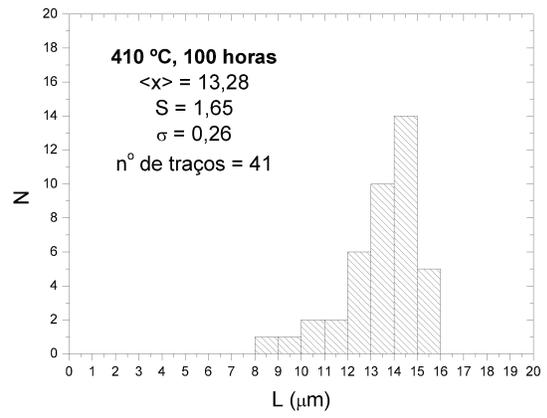
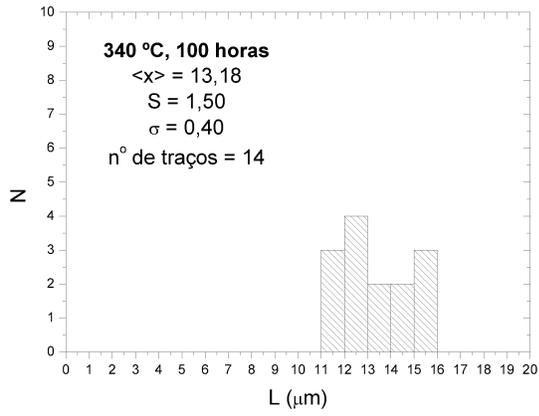


Figura 16 – Histogramas de densidade para o primeiro conjunto de medidas de *annealing*.





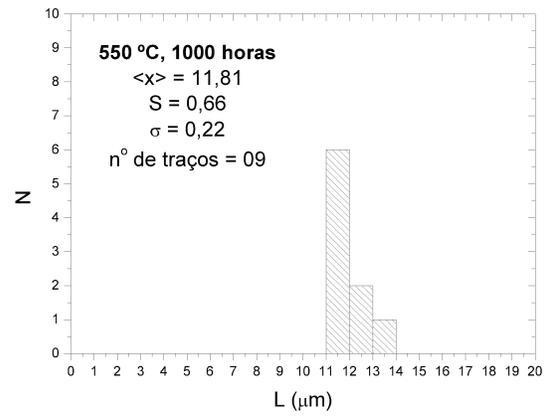
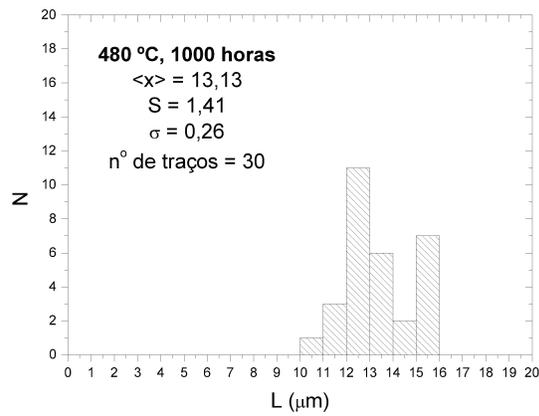
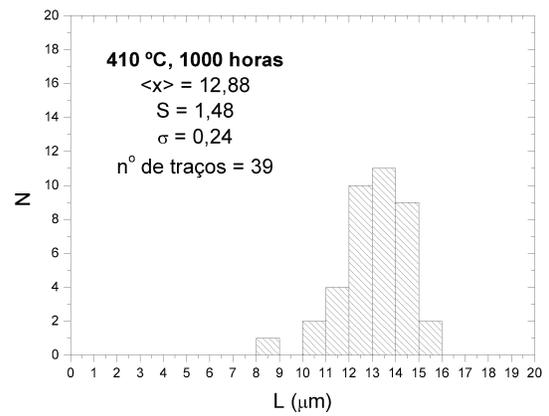
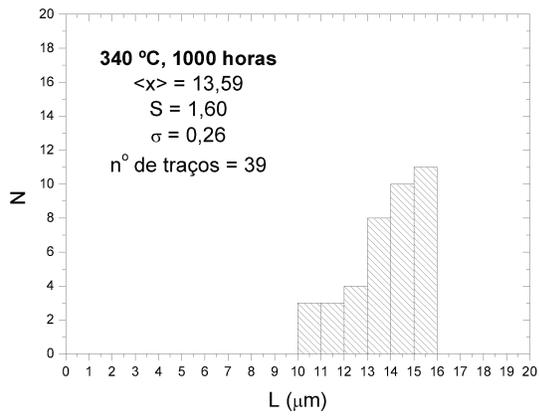
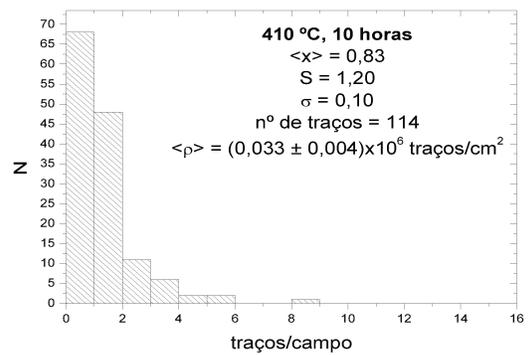
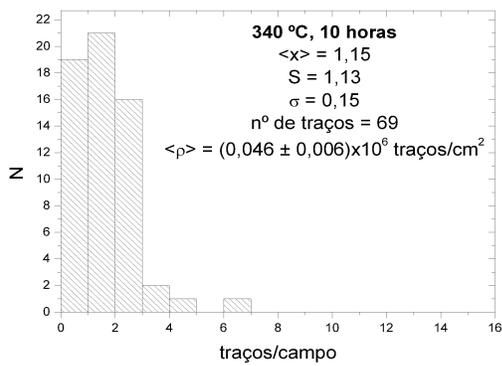
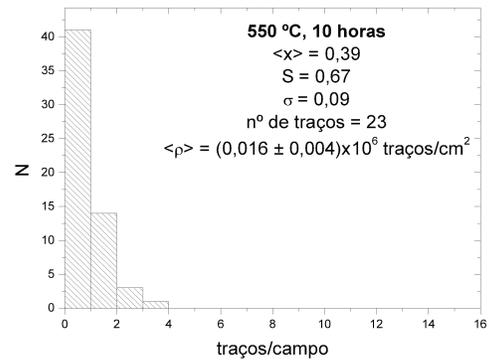
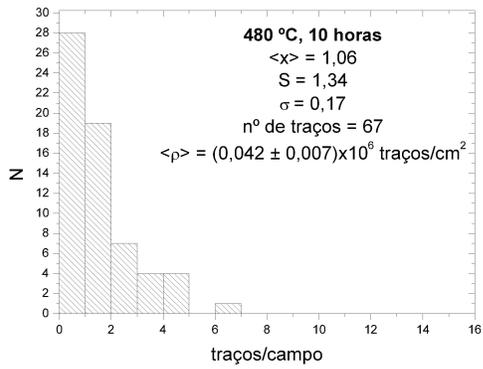
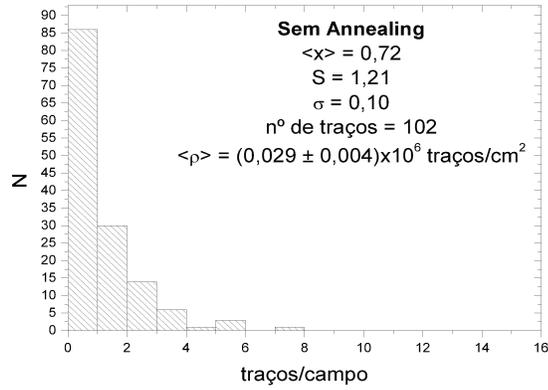
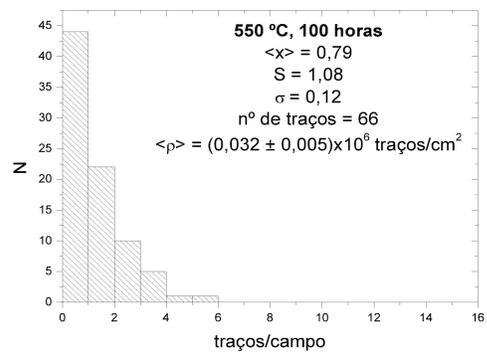
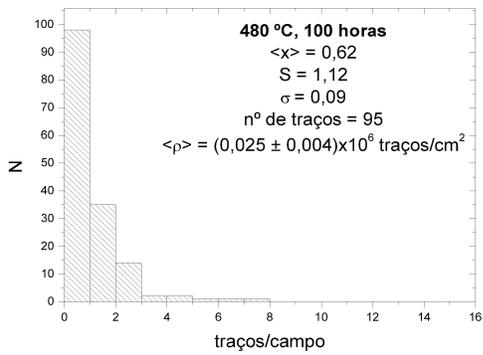
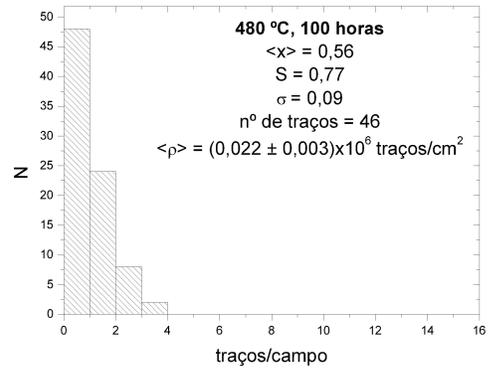
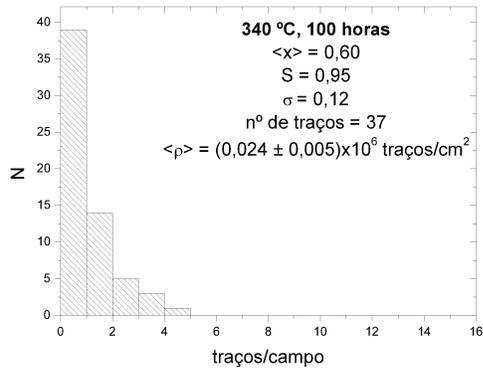


Figura 17 – Histogramas de comprimento para o primeiro conjunto de medidas de *annealing*.





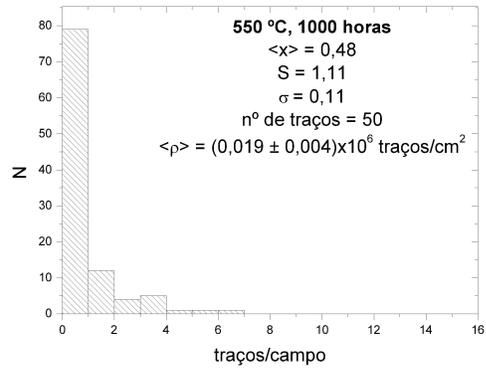
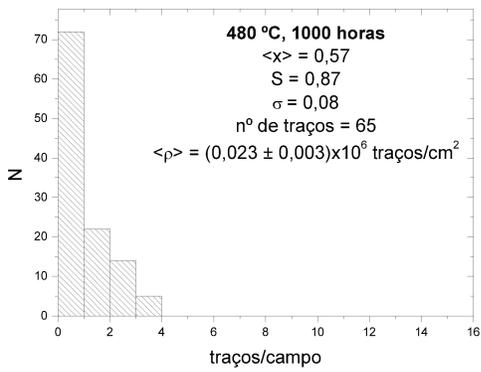
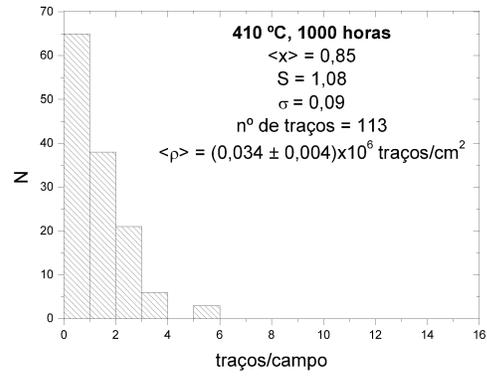
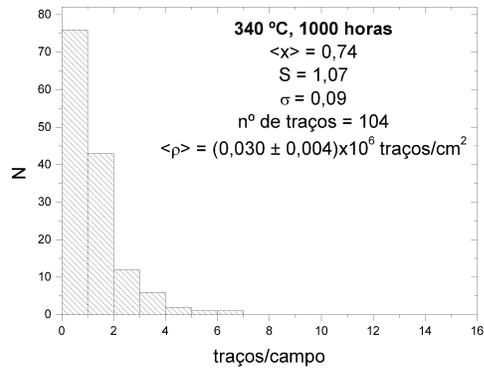
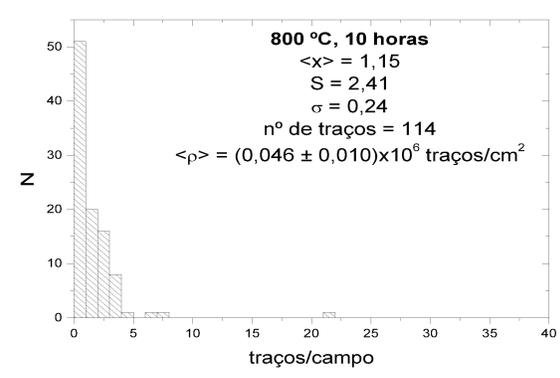
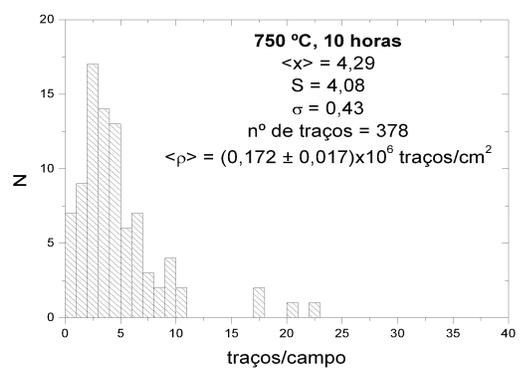
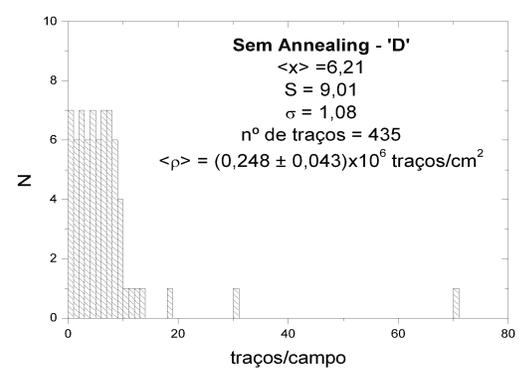
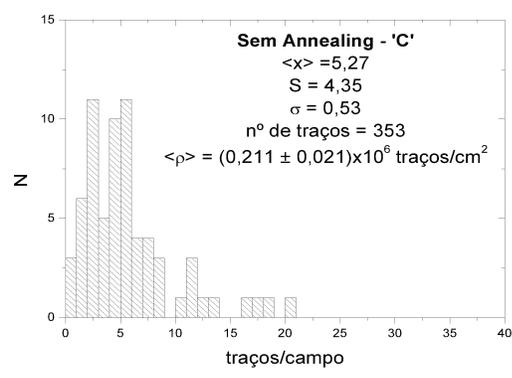
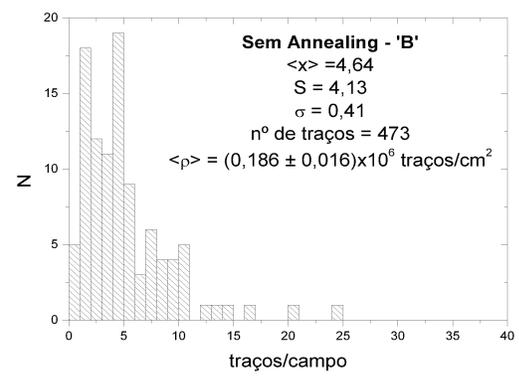
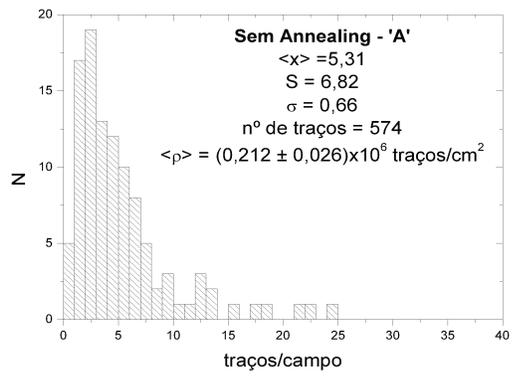


Figura 18 – Histogramas de densidade de traços escuros para o primeiro conjunto de medidas de *annealing*.



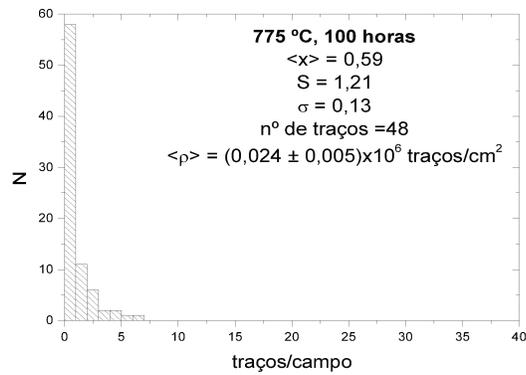
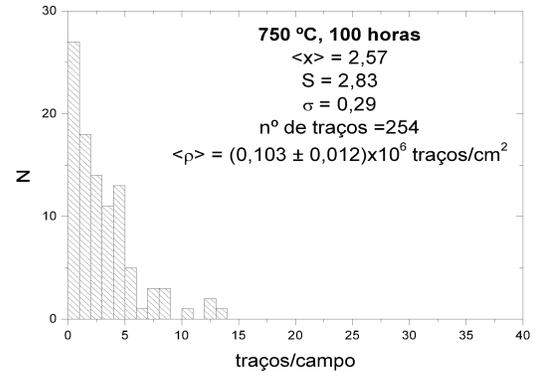
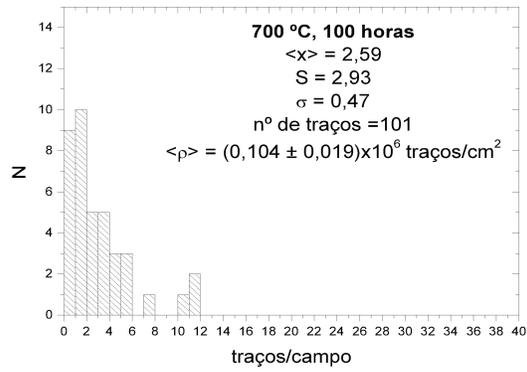
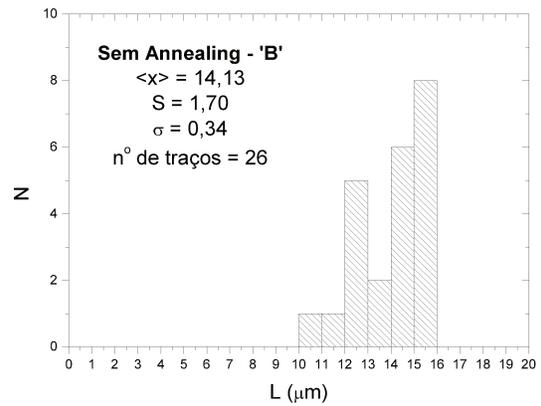
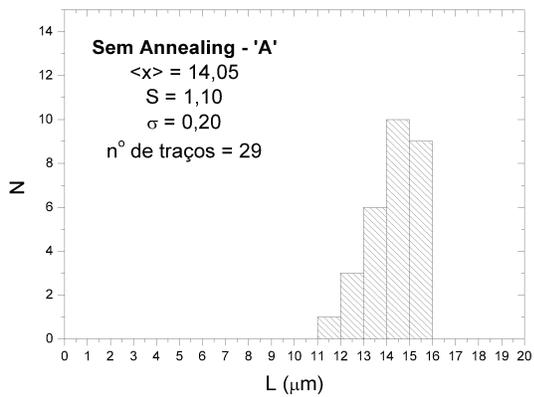


Figura 19 – Histogramas de densidade para o segundo conjunto de medidas de *annealing*.



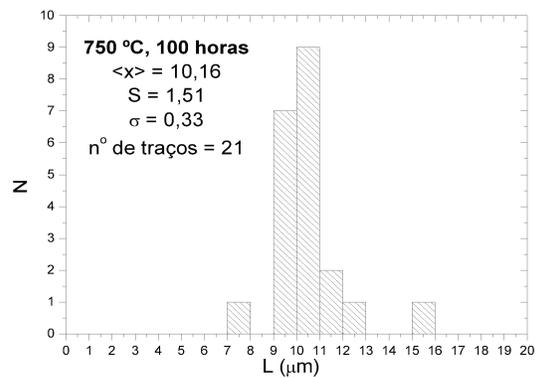
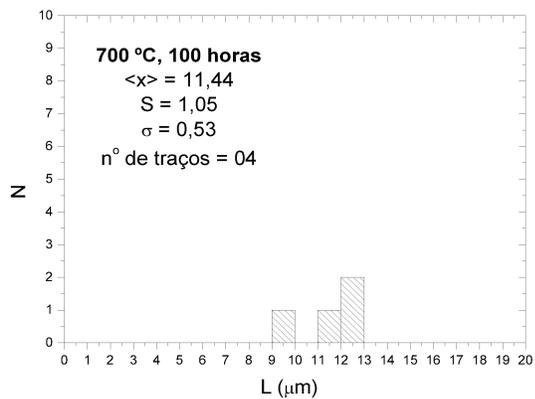
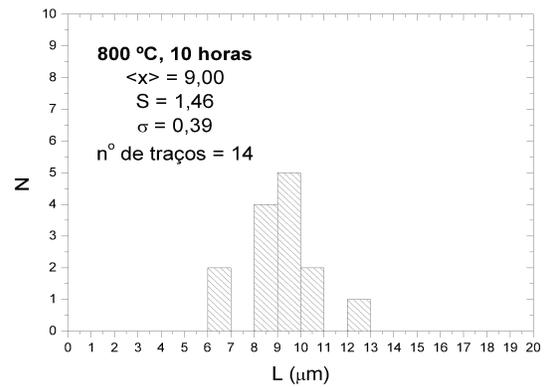
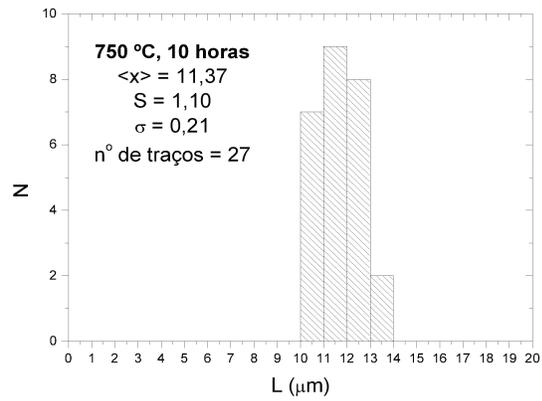
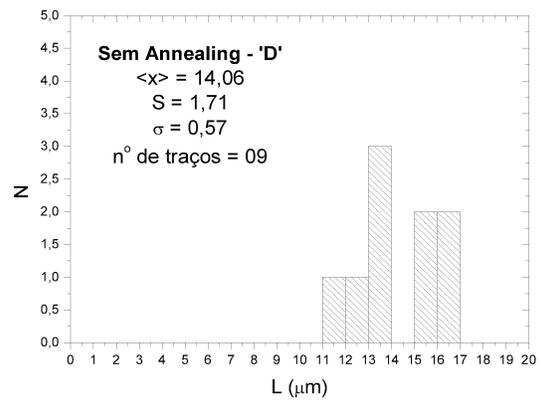
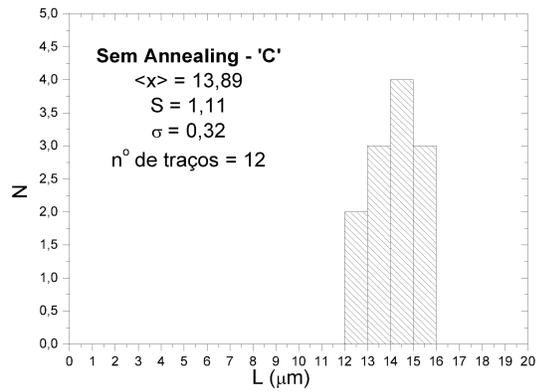
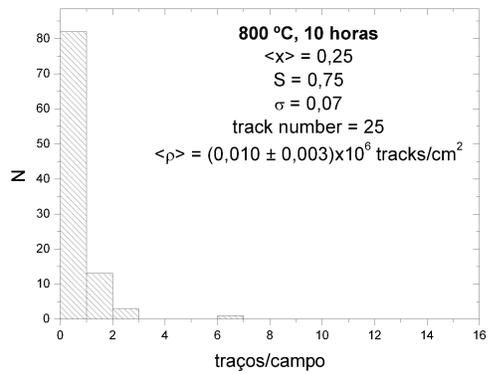
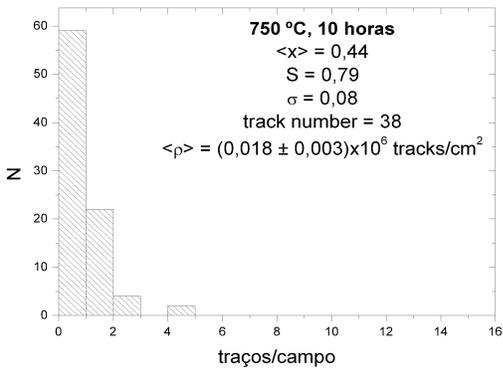
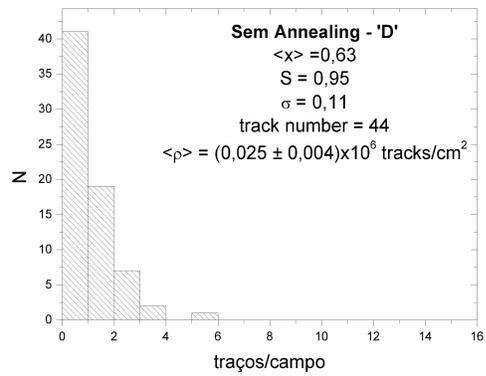
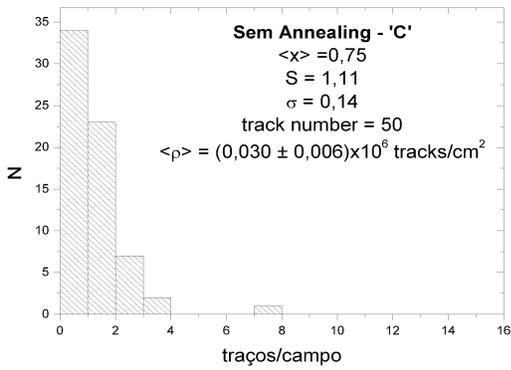
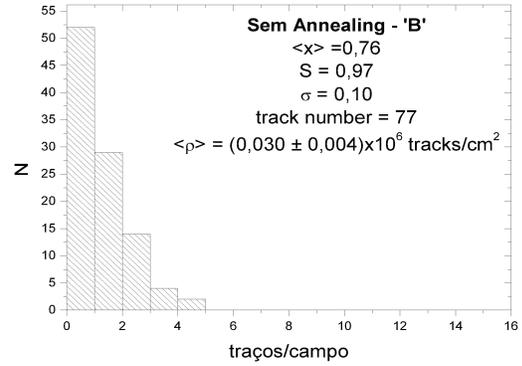
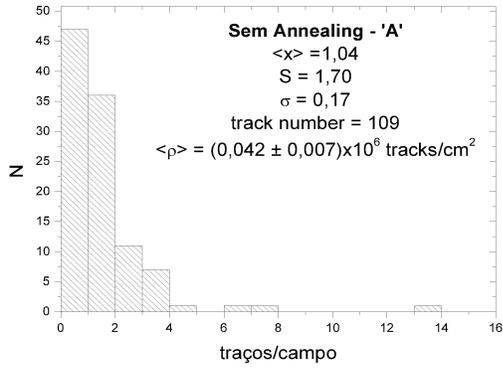


Figura 20 – Histogramas de comprimento para o segundo conjunto de medidas de *annealing*.



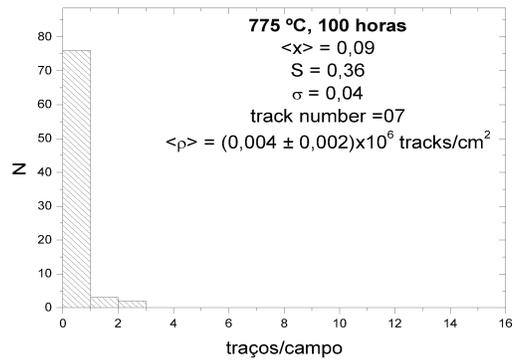
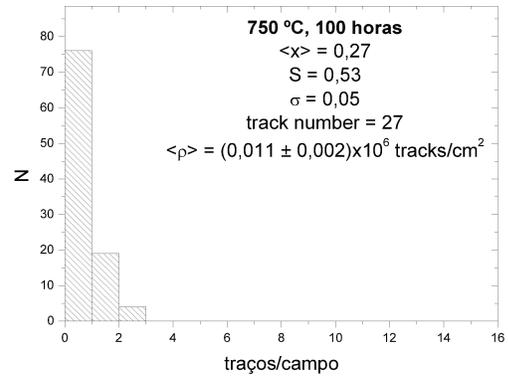
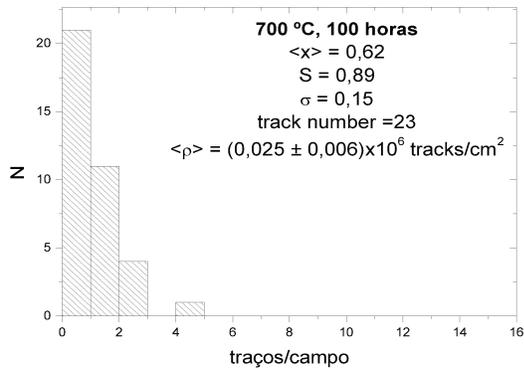


Figura 21 – Histogramas de densidade para o segundo conjunto de medidas de *annealing*.

São as curvas de *annealing*:

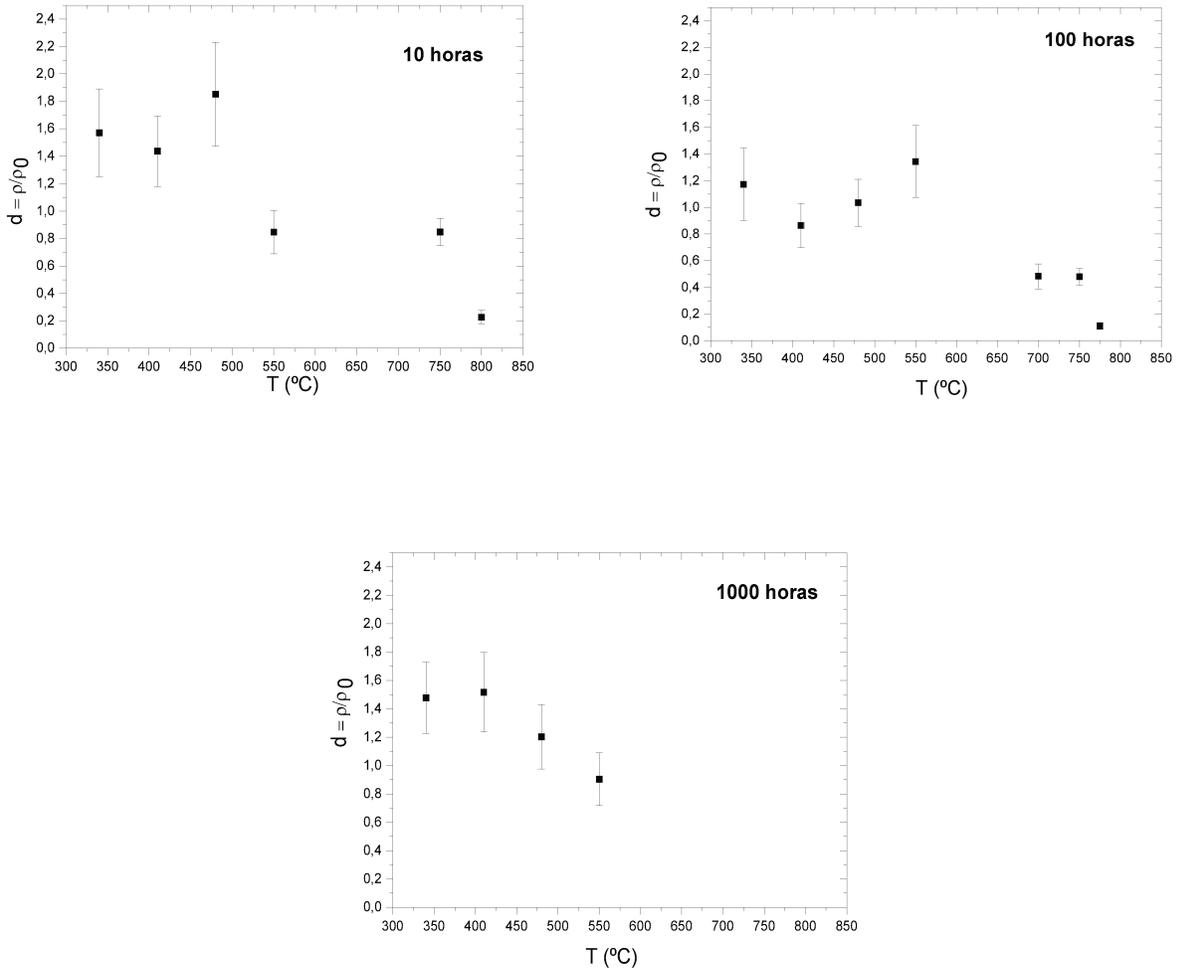


Figura 22 – Relação entre a densidade total normalizada de traços e a temperatura, para tempos de 10, 100 e 1000 horas.

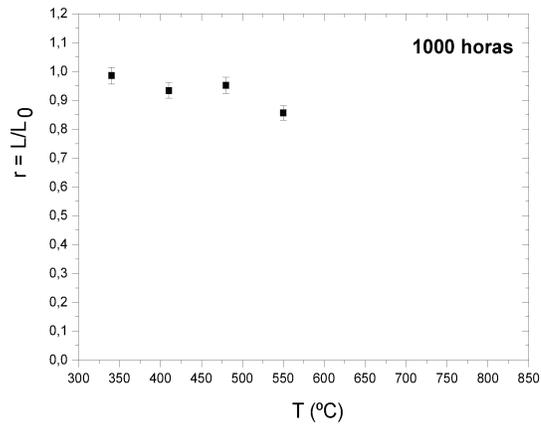
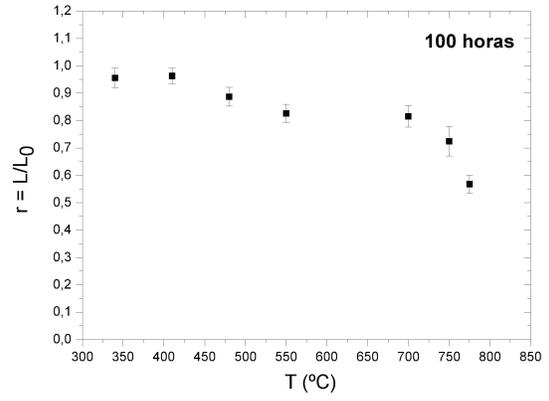
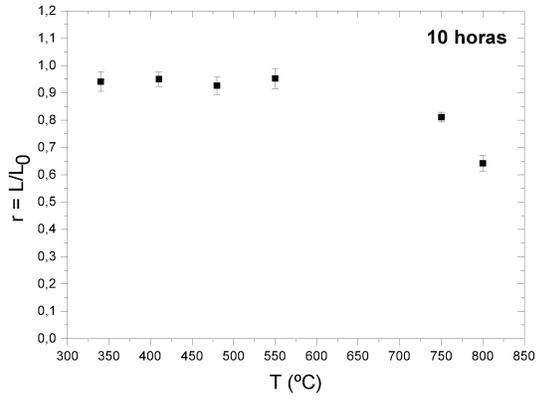


Figura 23 – Relação entre o comprimento normalizado dos traços e a temperatura, para tempos de 10, 100 e 1000 horas.

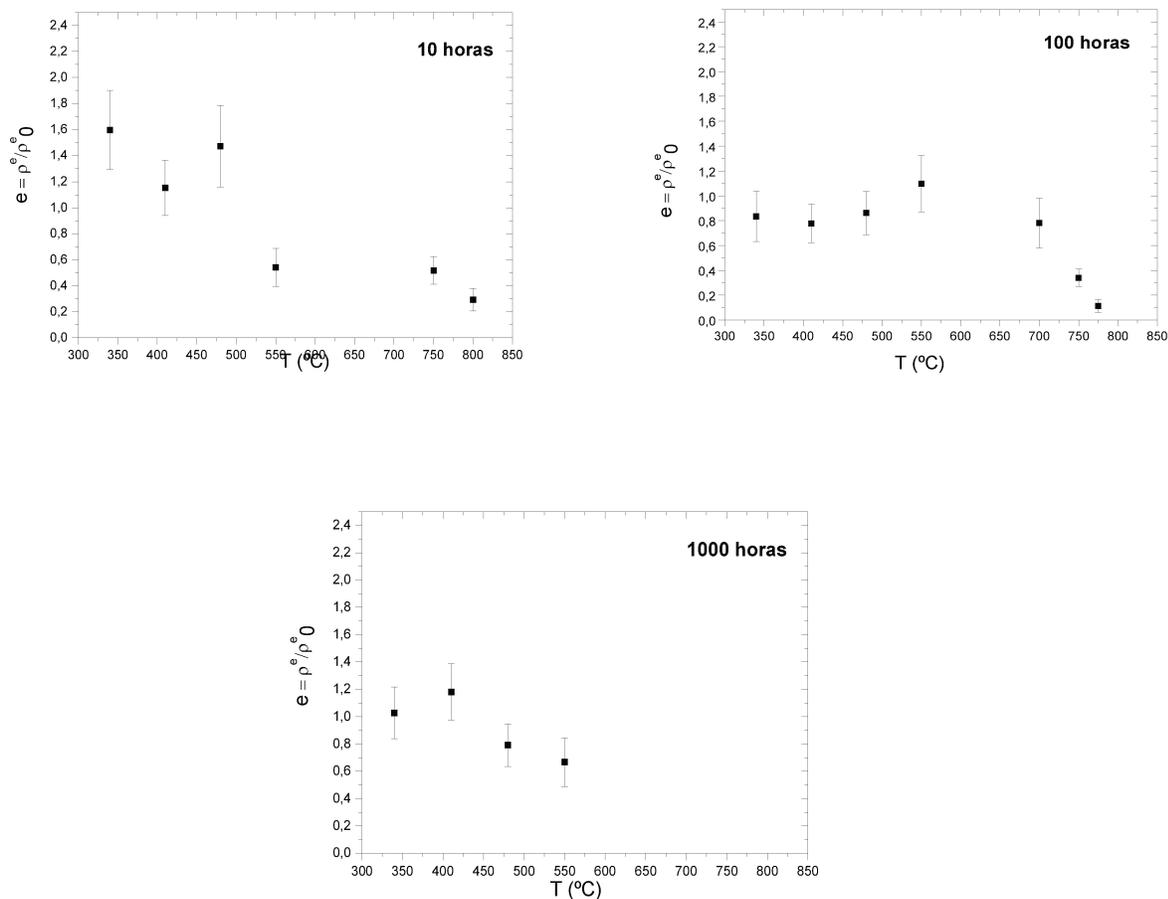


Figura 24 – Relação entre a densidade normalizada de traços escuros e a temperatura, para tempos de 10, 100 e 1000 horas.

Observa-se uma variação da densidade total normalizada, bem como da densidade de traços escuros, nas Figuras 22 e 24. Essa variação é atribuída à uma não homogeneidade do conteúdo de urânio entre os grãos utilizados no experimento de *annealing*. Vale ressaltar que esses grãos foram obtidos quebrando-se partes de um monocristal maior, proveniente de Brejuí-RN, logo esse comportamento não era esperado. A redução do comprimento frente à temperatura, que não depende da variação do conteúdo de urânio, é menos dispersa no intervalo de 300 à 550 °C.

O conjunto de aquecimento de 100h aparenta ter um platô entre 550 e 700 °C. Jonckheere e

Wagner (2000) apresentam experimentos de redução de traços com comportamento similar, para a titanita. As hipóteses levantadas por eles para explicar esse fenômeno são: i) mudança (de fase) na estrutura cristalina, ii) processos de *annealing* competitivos, ou iii) diferenças de estrutura atômica ao longo dos traços de fissão. São necessários mais pontos, nesse intervalo entre 550 e 700 °C, para averiguar esse comportamento.

Os traços escuros apresentam um comportamento muito similar ao apresentado pela contagem de todos os traços (densidade total). O interessante de se trabalhar com traços escuros é que a princípio eles sofrem menor influência da anisotropia de ataque químico. Assim sendo este efeito de anisotropia não possui influência forte na variação observada na densidade normalizada *versus* temperatura.

Os trabalhos iniciais sobre estudo de *annealing* em epidoto (Naeser *et al.* (1970); Saini *et al.* (1978)) apresentam apenas dados referentes à redução da densidade de traços frente ao tratamento térmico. Os dados referentes à redução do comprimento nunca foram medidos.

A Figura 25 abaixo apresenta a curva de correção de  $\rho/\rho_0$  *versus*  $L/L_0$ . Novamente observa-se a variação de urânio influenciando nos erros de densidade, para valores de  $d$  por volta de 1.

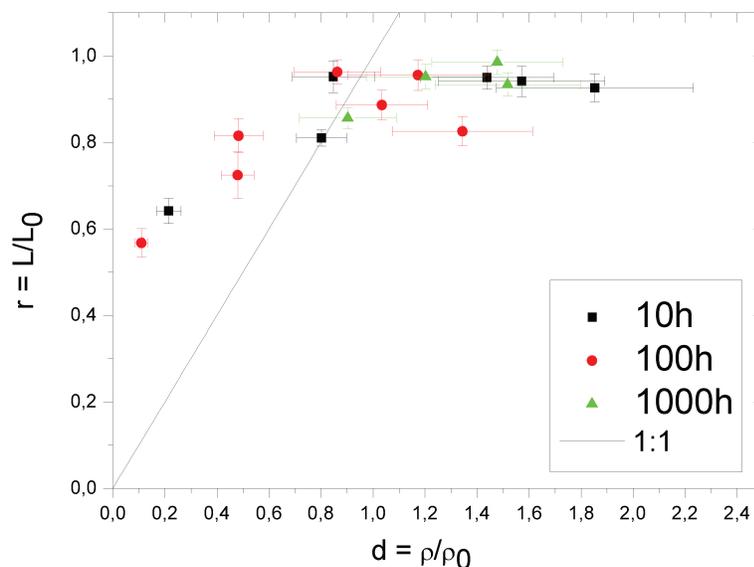


Figura 25 – Relação entre redução de comprimento,  $L/L_0$ , e redução de densidade,  $\rho/\rho_0$ , de traços.

A correção de idades via o comprimento dos traços foi proposta por Storzer e Wagner (1969). Essa correção baseia-se no fato de que os traços que sofreram *annealing* natural são menores que seus correspondentes induzidos, o que pode alterar a densidade de traços fósseis medida. Não conhecemos na literatura uma curva de correção para o epidoto.

A título de comparação é exibida a mesma curva para a apatita (Figura 26). Em ambos os minerais a queda da densidade é mais rápida do que a do comprimento, fazendo com que a curva tenda para o valores de  $r$  por volta de 0,6.

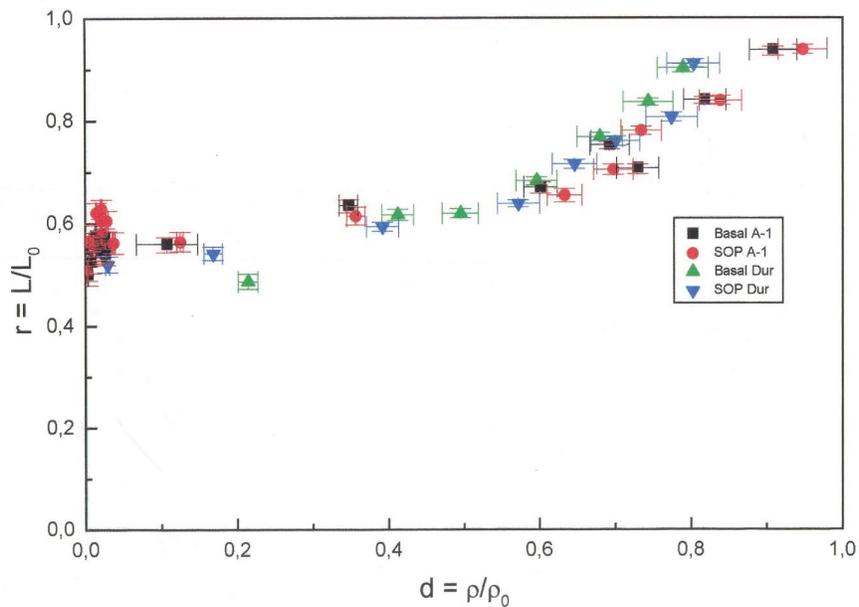


Figura 26 – Curva de correção de  $\rho/\rho_0$  versus  $L/L_0$  para a apatita. (Saenz, 1998)

## 4.2 – Ajuste dos dados com o modelo cinético

Para realizar o ajuste que conduzirá à uma estimativa da zona de *annealing* parcial (ZAP) para o epidoto, utilizar-se-á o modelo cinético proposto por Guedes e colaboradores (2004, 2005b). A zona de *annealing* parcial é uma região no espaço de tempo-temperatura limitada por contornos de *iso-annealing*<sup>23</sup> de 10% e 90% de redução na densidade de traços. A ZAP será obtida a partir da extrapolação do modelo de *annealing*, cujos parâmetros foram encontrados por um ajuste com dados de laboratório, para escalas temporais geológicas, ou seja, da ordem de milhões de anos.

A ZAP será estimada considerando que ocorre o surgimento de novos traços durante o *annealing* natural. Sendo assim, a duração do aquecimento,  $t$ , será dividida em  $N_p$  intervalos de duração  $(t/N_p)$ . Então, a redução de um traço gerado em um dado intervalo será computada para todos os intervalos subseqüentes. O mesmo procedimento será aplicado para os traços gerados em todos os intervalos. A redução final dos traços será a média das reduções ocorridas em todos os intervalos  $N_p$ . Variando a temperatura e a duração do aquecimento encontrar-se-á os limites da ZAP.

O modelo cinético baseia-se na suposição de que o traço é composto por uma região permeada com sítios atômicos vazios (Yada *et al.*, 1987), o que causa distorção da estrutura cristalina do mineral. A regeneração da estrutura cristalina ocorre quando átomos deslocados ocupam sítios vazios. A estabilidade do traço é atribuída à existência de uma barreira de energia potencial que evita uma restauração imediata da rede. Para ocupar os sítios vazios os átomos deslocados têm de ser transmitidos através da barreira. Adicionalmente é proposto que as características da barreira (energia e largura) dependem do número de sítios vazios remanescentes. Quando a energia térmica atômica é maior que a barreira de potencial o traço é imediatamente restaurado.

---

23 Mesmo grau de *annealing*.

Contudo a grandeza mensurável após o tratamento do mineral para o método dos traços de fissão é o comprimento. Dessa forma, é necessário transformar a quantidade de sítios vazios remanescentes no traço latente em comprimento de um traço confinado atacado. Guedes *et al.* (2004, 2005a) propõe que o ataque químico obedece à leis de razão, como a maioria das reações químicas. Isso permitiu a explicação de resultados experimentais que relacionam a redução da densidade de traços superficiais e a redução do comprimento dos mesmos, o que apresentava um desvio do comportamento previsto por considerações geométricas. A principal implicação do modelo é que as razões de ataque químico dependem da quantidade residual de defeitos que compõe o traço (Guedes *et al.*, 2005b).

Levando-se em conta que os traços apresentam simetria cilíndrica escolhe-se seu comprimento como principal característica de seu volume. Considerando o número de sítios,  $N$ , proporcional ao volume do traço e assumindo que a velocidade de ataque dos defeitos é muito maior que a da estrutura não danificada, foi proposto que:

$$L = kN^n \quad [5],$$

com  $k$  e  $n$  sendo parâmetros relacionados ao volume do traço. Se a lei de razões for obedecida os parâmetros  $k$  e  $n$  devem também depender das condições de ataque químico. Tomando  $L_0$  e  $N_0$  como sendo o comprimento inicial atacado e o número inicial de sítios vazios, isto é, rapidamente após o traço atingir seu primeiro equilíbrio, o comprimento reduzido é:

$$\frac{L}{L_0} = \left( \frac{N}{N_0} \right)^n \quad [6],$$

o que, com demais considerações (Guedes *et al.*, 2005b) conduz à:

$$\frac{L}{L_0} = \exp \left\{ -n \exp \left[ -w (U - k_B T)^{(1/2)} \right] \right\} \quad [7].$$

Eq. [7] descreve o comportamento de experimentos de *annealing* à tempos fixos e temperaturas variáveis. A constante  $w$  depende da largura da barreira e da característica dos átomos deslocados. Com o progresso do *annealing* o número de átomos transmitidos aumenta e a barreira de potencial diminui. Portanto, dentro deste modelo, a dependência temporal do *annealing* é atribuída à evolução da barreira. Para considerar simultaneamente múltiplos *annealings* com o tempo fixo, uma relação empírica da variação temporal da barreira é proposta:

$$U = U_0 - \sum_{j=1}^{\infty} A_j [\ln(t)]^j \quad [8].$$

Na Eq. [8],  $t$  é o tempo normalizado e o fator normalizante é estabelecido como 1 s.  $U_0$  é a energia da barreira de potencial logo após a formação do traço e os  $A_j$ s são coeficientes que controlam a dependência temporal da barreira de energia.

O ajuste dos parâmetros da Eq. [7] para o epídoto foi realizado utilizando-se o método de minimização do valor de  $\chi^2$  disponível no *software* Origin® 7.0. Os valores obtidos foram:  $n = 3$ ;  $w = 29,420$ ;  $U_0 = 0,124$ ;  $A_1 = 2,93 \times 10^{-3}$ ;  $A_2 = 4 \times 10^{-5}$ . As curvas correspondentes são mostradas na Figura 27 (linhas sólidas).

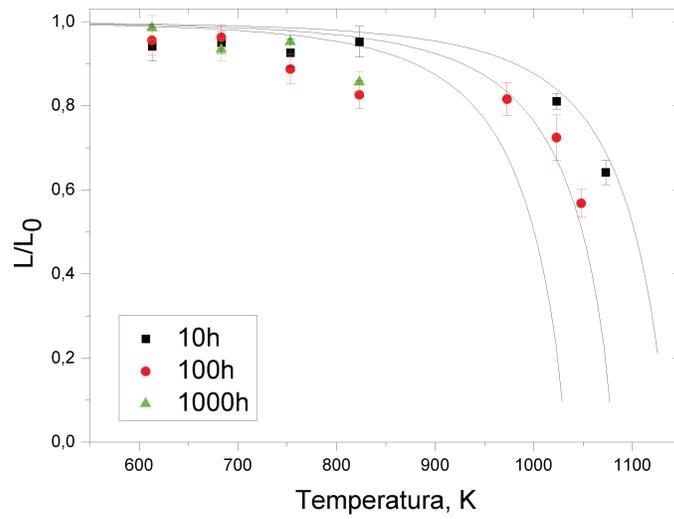


Figura 27 – Ajuste de dados de *annealing* com modelo cinético.

Estimando agora a zona de *annealing* parcial para o epídoto:

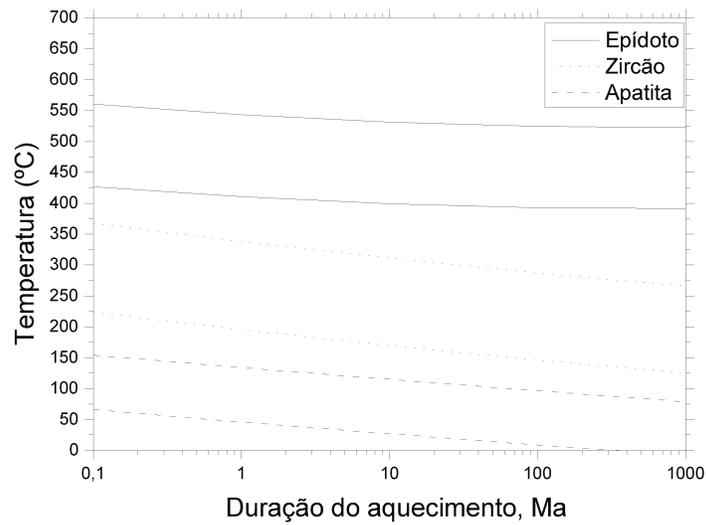


Figura 28 – Zona de *annealing* parcial para epídoto, zircão e apatita.

Observa-se que a ZAP do epidoto possui limite superior maior que as ZAP da apatita e do zircão. Isso significa que o epidoto é um mineral mais refratário que a apatita e que o zircão, ou seja, os traços de fissão contidos no epidoto são mais resistentes a aquecimentos. Esse resultado também corrobora a expectativa de se utilizar os três minerais numa análise conjunta.

### 4.3 – Ajuste dos dados com o modelo de Laslett *et al.* (1987)

Uma outra maneira de se realizar o ajuste dos dados de *annealing* é utilizar o modelo de Laslett *et al.* (1987), baseado nas Equações de Arrhenius. Essas equações são utilizadas para descrever a variação da velocidade de uma reação mediante à temperatura na qual ela se encontra. Nessa visão, dados representando um mesmo grau de *annealing* apresentam-se como linhas retas (contornos) no espaço tempo-temperatura. Uma das maneiras de se apresentar essa equação é a seguinte:

$$\ln(t) = A + BT^{-1} \quad [9]$$

onde A é uma constante e B é normalmente interpretado em termos de  $E/k_B$ , onde  $k_B$  é a constante de Boltzmann e E é a energia de ativação. Segundo Laslett, os parâmetros A e B podem ser representados como funções do grau de *annealing* dos traços de fissão. Ou seja:

$$\ln(t) = A(r) + B(r)T^{-1} \quad [10]$$

Em um modelo de *fanning* de Arrhenius os contornos de comprimento médio constante em um gráfico de  $\log(t)$  por  $T^{-1}$  são linhas retas que se cruzam em um ponto  $(T_c^{-1}; \log(t_c))$ . A posição deste ponto relativamente aos dados determina a inclinação dos contornos de Arrhenius e o grau de *fanning*. A equação do modelo possui a forma:

$$g(L/L_0) = c_0 + c_1 \frac{\log(t) - \log(t_c)}{T^{-1} - T_c^{-1}} \quad [11]$$

onde  $L$  é comprimento médio dos traços aquecidos à temperatura  $T$  (Kelvin) por um tempo  $t$  (horas),  $L_0$  é o comprimento médio inicial dos traços sem *annealing*,  $c_0$  e  $c_1$  são coeficientes a serem encontrados, e  $g(L/L_0)$  é uma função conveniente a ser escolhida. Continuando com os argumentos de Laslett *et al.* (1996) chega-se à Equação:

$$L = L_0 \left[ 1 - \left( c_1 + c_2 \frac{\ln(t) - c_3}{T^{-1} - c_4} \right) \right] \quad [12],$$

na qual quatro parâmetros devem ser determinados.

O ajuste dos dados (Figura 29) conduziu aos seguintes valores:  $c_1 = 29,611$ ;  $c_2 = -5,3 \times 10^{-4}$ ;  $c_3 = 130,243$ ;  $c_4 = 3,02 \times 10^{-3}$ . O valor medido de  $L_0$  é 13,98.

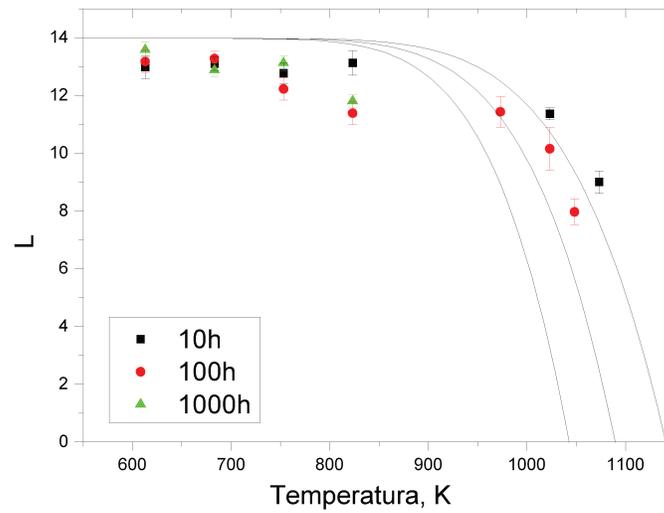


Figura 29 – Ajuste de dados de *annealing* com modelo Laslett.

Não foi possível estimar uma ZAP coerente a partir dos ajustes tentados com o modelo de Laslett. As conseguidas possuíam limites que aumentavam com o tempo, o que é implausível fisicamente.

## Conclusão

*Digo sempre com firmeza  
Pois sou capaz de provar  
Quem é firme balanceia e quem zombar pode tombar  
Esta força balanceia  
Faz as estrelas brilhar  
Foge o vento das alturas, treme a terra e geme o mar  
A meu Pai eu agradeço  
Por esta compreensão  
Todos busquem a Santa Paz para si e seus irmãos*

*'Eu pedi e tive o toque' Alfredo Gregório de Melo*

## 5 - Conclusão

Foram obtidas idades para a Serra da Mantiqueira via o método dos traços de fissão aplicado ao epídoto utilizando-se tanto o Método das Populações como o Método do Detector Externo. Essas idades foram concordantes entre si. As idades das apatitas, epídotos e zircões obtidas para a região estudada foram respectivamente:  $(127 \pm 10)$  Ma,  $(201 \pm 15)$  Ma e  $(369 \pm 15)$  Ma. Esses resultados indicam que na Serra da Mantiqueira os zircões entraram na ZAP a  $\sim 350$  Ma (neste caso a ZAP começa em  $\sim 150^\circ\text{C}$ , como pode ser visto na Figura 28) e que ocorreu uma epidotização a  $\sim 200$  Ma. Isto porque o epídoto possui uma ZAP acima da do zircão, assim, sua idade menor que a do zircão implica em uma idade de formação e não em uma idade de entrada na ZAP. A epidotização a  $\sim 200$  Ma pode estar relacionada com reativações de falhamentos antes da abertura do Oceano Atlântico ( $\sim 130$  Ma). As idades das apatitas estão relacionadas com a abertura do Atlântico e corroboram resultados anteriores (Guedes *et al.*, 1999; Tello *et al.*, 2005).

O conjunto de dados de *annealing* obtido é inédito para epídoto, uma vez que apresenta a redução do comprimento dos traços mediante tratamento térmico. Os trabalhos de Naeser *et al.* (1970) e Saini *et al.* (1978) apresentam apenas dados de redução de densidade. A curva de correção de idades de epídoto via comprimento de traços também é inédita. As estimativas quanto à zona de *annealing* parcial conduziram a valores superiores aos existentes para apatita e para zircão, o que corrobora a expectativa de se utilizar os três minerais em conjunto, alcançando diferentes graus de *annealing* mensurável.

Dessa forma desenvolveu-se tanto a parte metodológica como a parte de aplicação do Método dos Traços de Fissão ao Epídoto.

*Eu peço, eu peço, eu peço ao Pai Divino  
Que me dê a Santa Luz pra iluminar o meu caminho  
Eu peço à Virgem Mãe e a Jesus Cristo redentor  
Iluminai o meu caminho nesta estrada do amor*

*'Eu peço' Raimundo Irineu Serra*

## 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  $D_p/D_i$  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).

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

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 fluor apatite*. Geoch. Cosmoch. 55. pg. 1449-1465 (1991).

Curvo, E. A. C. *Estudo da datação por traços de fissão em epidoto*. Tese de Mestrado – Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Física "Gleb Wataghin" (2002).

Curvo, E. A. C.; Hadler N., J. C.; Iunes, P. J.; Guedes, S.; Tello S., C. A.; Paulo, S. R.; Hackspacher, P. C.; Palissari, R.; Moreira, P. A. F. P. *On Epidote fission track dating*. Radiation Measurements. 39 (6); pg. 641-645 (2005).

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 California 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).

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. 245; 2. pg. 441-442 (2000).

Guedes, S.; Hadler N., J. C.; Iunes, P. J.; Zunica, A.; Tello S., C. A.; Paulo, S. R. *The use of the  $U(n,f)$  reaction dosimetry in the determination of the  $\lambda_f$  value through fission tracks techniques*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A. 496; pg. 215-221 (2003).

Guedes, S.; Hadler N., J. C.; Iunes, P. J.; Saenz, C. A. T. *Kinetic model for the relationship between confined fission-track length shortening and fission-track age reduction in minerals*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. 217 (4); pg. 627-636 (2004).

Guedes, S.; Iunes, P. J.; Hadler N., J. C.; Bigazzi G.; Tello S., C. A.; Alencar I.; Palissari R.; Curvo, E. A. C.; Moreira, P. A. F. P. *Kinetic model for the relationship between mean diameter shortening and age reduction in glass samples*. Radiation Measurements. 39 (6); pg. 647-652 (2005a).

Guedes, S.; Hadler N., J. C.; Iunes, P. J.; Oliveira, K. M. G.; Moreira, P. A. F. P.; Tello S., C. A. *Kinetic model for the annealing of fission tracks in zircon*. Radiation Measurements. 40; pg. 517-521 (2005b).

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).

Hackspacher, P. C.; Ribeiro, L. F. B.; Ribeiro, M. C. S.; Fetter, A. H.; Hadler N., J. C.; Tello Saenz, C. A.; Dantas, E. L. *Consolidation and break-up of the South American platform in southeastern Brazil: Tectonothermal and denudation histories*. Gondwana Research. 7; 1. pg. 91-101 (2004).

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).

Iwano, H.; Danhara, T. *A re-investigation of the geometry factors for fission-track dating of apatite, sphene and zircon*. In P. Van den Haute and F. De Corte (eds.), "Advances in Fission-Track

Geochronology”. pg. 47-66 (1998).

Jonckheere, R. C.; Wagner, G. A. *On the thermal stability of fossil and neutron-induced fission-tracks in natural titanite*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. 168; pg. 78-87 (2000).

Lal, N.; Waraich, R. S. *Comments on the paper “A new etching technique for developing fission tracks in epidote”*. (Letter to the Editor) Nucl. Tracks. 7; 4. pg. 191 (1983).

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).

Laslett, G. M.; Galbraith, R. F. *Statistical modelling of thermal annealing of fission tracks in apatite*. Geoch. Cosmoch. 60. pg. 5117-5131 (1996).

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).

Nóbrega, M. A.; Sá, J. M.; Bezerra, F. H. R.; Hadler N., J. C.; Iunes, P. J.; Guedes, S.; Tello S., C. A.; Hackspacher, P. C.; Lima-Filho, F. P. *The use of apatite fission track thermochronology to constrain fault movements and sedimentary basin evolution in northeastern Brazil*. Radiation Measurements. 39; pg. 627-633 (2005).

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).

Ribeiro L. F. B.; Hackspacher, P. C.; Ribeiro, M. C. S.; Hadler N., J. C.; Tello S., C. A.; Iunes, P. J.; Franco, A. O. B.; Godoy, D. F. *Thermotectonic and fault dynamic analysis of Precambrian basement and tectonic constraints with the Parana basin*. Radiation Measurements. 39; pg. 669-673 (2005).

Saenz, C. A. T.; *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).

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. 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.; Hadler N., J. C.; Iunes, P. J.; Guedes, S.; Hackspacher, P. C.; Ribeiro, L. F. B.; Paulo, S.R.; Osorio A, A. M. *Thermochronology of the South American platform in the state of São Paulo, Brazil, through apatite fission tracks*. Radiation Measurements. 39 (6); pg. 635-640 (2005).

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).

Yada, K.; Tanji, T., Sunagawa, I. *Radiation induced lattice defects in natural zircon ( $ZrSiO_4$ ) observed at atomic resolution*. Phys. Chem. Min. 14, 197-204 (1987).

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