

ESTUDO METODOLÓGICO DA DATAÇÃO DE VIDROS VULCÂNICOS  
PELO MÉTODO DO TRAÇO DE FISSÃO

ALUNA : ANA MARIA OSORIO ARAYA  
ORIENTADOR : DR. JULIO CESAR HADLER NETO  
CO-ORIENTADOR : DR. GIULIO BIGAZZI

TESE SUBMETIDA AO INSTITUTO DE FÍSICA  
GLEB WATAGHIN DA UNIVERSIDADE ESTADUAL  
DE CAMPINAS COMO PARTE DOS REQUISITOS  
PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM  
CIÊNCIAS.

*Este exemplar corresponde à redação final da  
tese defendida pela aluna Ana Maria Osorio Araya  
e aprovada pela comissão julgadora*

*[Assinatura]*  
05/03/87

Fevereiro de 1987

A MINHA MÃE

A OSVALDO E JULIANA ANDREA

AOS MEUS IRMÃOS,  
AOS JULIOS E  
TERESA  
DEDICO

## AGRADECIMENTOS

A página mais difícil de escrever é esta porque, na verdade, os meus agradecimentos são para muitas pessoas e, é difícil exprimir em poucas linhas a minha gratidão a cada uma delas.

Agradeço aos professores Júlio, Giulio e Lattes; aos "Júlios", por seu apoio, confiança e conhecimentos dados. Ao Lattes, por suas inesquecíveis tardes de conversa instrutiva e apoio. Um agradecimento ao professor Bellandi por ter me mostrado um caminho, e, à Marília do IPEN por sua ajuda na irradiação das amostras.

Agradeço aos meus colegas de grupo: Teresa, Toninho, Ana Paula, Pedro, Raquel e Ligia por me tirarem da minha seriedade e me brindarem com sua amizade. Vai um agradecimento especial para o Sérgio por sua ajuda incondicional na preparação desta tese.

Agradeço à Mari, Sandra e a todo pessoal do departamento por seu apoio e disponibilidade.

Agradeço às secretárias da pós-graduação por sua ajuda quando estava perdida com os formulários....

Agradeço aos meus amigos Vicene, Jaime, as duas Rosas, e todos que não estão mencionados, pelas horas de estudo e por sua bonita amizade.

Agradeço especialmente a uma pessoa que não está mais conosco, e que embora não fosse mais do Instituto de Física, sempre foi do nosso grupo e que será sempre lembrado com muito carinho por sua excepcional disponibilidade e por sua habilidade e competência nos consertos técnicos. Com saudade, ao Sr. Juvenal Xavier de Oliveira.

Agradeço, enfim, a todos que de uma forma ou outra colaboraram para minha formação intelectual e pessoal.

## RESUMO

Após uma descrição do método e da análise da equação da idade, são apresentados a metodologia empregada na construção das curvas de correção e os resultados obtidos do estudo das curvas de correção e das idades corrigidas.

De um estudo da técnica de correção pelas dimensões concluímos que o efeito da irradiação no reator sobre esta técnica é desprezível e que a curva de correção independe do tratamento térmico, mas depende do tratamento químico e da amostra.

Da comparação entre as idades corrigidas que obtivemos utilizando ambas as técnicas de correção e as idades obtidas por outros autores podemos dizer que elas são concordantes e que, dentro da técnica da idade de plateau, o plateau isócrono e o plateau isotérmico fornecem os mesmos resultados.

## ABSTRACT

After a description of the method and from the analysis of the age equation we show the methodology used in the plotting of the correction curve and the results of the study of correction curves and corrected ages.

From a study of the size correction method we see that the reactor irradiation effect on the curve is negligible and that the correction curve is independent of the thermal treatment but, it depends on chemical treatment and sample.

Comparing the corrected ages obtained from both correction method and the ages given by other authors we can conclude that they are in agreement and concerning the plateau method, both isothermal and isochronic plateau give the same results.

## ÍNDICE

|                                                                                                   |          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------|----------|
| CAPÍTULO 1: Introdução.....                                                                       | pág. 1   |
| CAPÍTULO 2: Método de datação pelo traço de fissão.....                                           | pág. 3   |
| 2.1 Análise da equação da idade.....                                                              | pág. 8   |
| CAPÍTULO 3: Método de correção das idades aparentes.....                                          | pág. 11  |
| 3.1 Técnica de correção pelas dimensões dos traços.....                                           | pág. 14  |
| 3.2 Técnica de correção do plateau.....                                                           | pág. 17  |
| CAPÍTULO 4: Metodologia.....                                                                      | pág. 19  |
| 4.1 Preparação da amostra.....                                                                    | pág. 19  |
| 4.2 Ataque químico.....                                                                           | pág. 20  |
| 4.3 Observação ao microscópio óptico.....                                                         | pág. 229 |
| 4.4 Precisão das medidas das razões $\rho/\rho_0$ e $D/D_0$ .....                                 | pág. 32  |
| 4.5 Calibração da idade do traço de fissão.....                                                   | pág. 37  |
| CAPÍTULO 5: Resultados e análise dos resultados.....                                              | pág. 38  |
| 5.1 Efeitos da irradiação no reator sobre a técnica de<br>correção pelas dimensões.....           | pág. 38  |
| 5.2 Dependência da curva de correção com o ataque quí-<br>mico, tratamento térmico e amostra..... | pág. 48  |
| 5.3 Comparação entre as duas técnicas de correção.....                                            | pág. 67  |
| CAPÍTULO 6: Conclusões.....                                                                       | pág. 77  |
| APÊNDICE I: Critérios para registro de partículas carrega-<br>das.....                            | pág. 79  |
| APÊNDICE II: As amostras.....                                                                     | pág. 84  |
| REFERÊNCIAS.....                                                                                  | pág. 87  |

## 1.- Introdução.

A datação pelo método do traço de fissão tem sido utilizada há cerca de 20 anos e embora seja uma técnica simples para datar sua metodologia ainda não está completamente estudada.

Esta técnica além da simplicidade, é uma ferramenta importante para os pesquisadores da área da geologia em geral, especialmente porque pode ser utilizada em rochas que não podem ser datadas por outros métodos. Outra aplicação interessa ao campo da Arqueologia, o uso do método do traço de fissão é nesta área mais limitado, mas foi possível a datação de material arqueológico, e através da datação, pode-se obter a proveniência dos manufaturados de obsidiana encontrados em sítios pré-históricos. Um dos materiais nos quais a datação com o traço de fissão é muito importante é o vidro natural, que é muito difundido e no qual obtêm-se idades confiáveis só com o traço de fissão.

Dentro dos problemas apresentados na datação de vidros vulcânicos temos o fading do traço de fissão espontânea ocorrido devido ou a eventos térmicos fortes ou mesmo a temperatura ambiente, o que resulta numa diminuição do diâmetro e da densidade superficial dos traços, motivo pelo qual as idades destas amostras são mais baixas que as idades verdadeiras, e precisa-se de uma correção da idade.

Foram desenvolvidas duas técnicas de correção das idades, a técnica de correção pelas dimensões e a técnica da idade de plateau, e o nosso objetivo foi o de estudar e avaliar a validade de ambas duas, para isto estudamos: 1) os efeitos da irradiação no reator sobre a técnica de correção pelas dimensões, 11)

a dependência desta técnica com o ataque químico, tratamento térmico e amostra e iii) comparamos as idades obtidas por ambas técnicas de correção.

De nosso trabalho podemos dizer que os resultados são positivos, seja porque eles confirmam o que foi observado por outros autores ou porque deles surgiram caminhos que vão implicar numa possível melhoria da metodologia empregada na obtenção dos dados.

As investigações, feitas por Fleischer, Price e Walker a partir de 1962, que resultaram no surgimento de um novo método de datação, o do traço de fissão, foram motivadas por um trabalho efetuado por Silk e Barnes (1959), no qual se pode constatar que os danos de radiação causados por fragmentos de fissão de urânio em micas muscovitas podiam ser observadas diretamente ao microscópio eletrônico.\*

Porém logo se constatou que o microscópio eletrônico não era um instrumento de observação conveniente, porque o feixe de elétrons produzia a reconstrução da rede cristalina, em torno dos traços ou danos originados pelos fragmentos de fissão, fazendo com que, através deste fading artificial, os traços não ficassem estáveis durante o processo de observação.

---

\*Posteriormente Fleischer, Price e Walker (1975) fizeram uma correção à história inicial do método do traço de fissão: na realidade foi D.A. Young (Nature, 1958) quem primeiro verificou que cristais inorgânicos registravam traços de fragmentos de fissão. Em seu trabalho, que ficou esquecido por mais de 15 anos, Young não só formulou um modelo para a formação dos traços muito semelhante ao formulado posteriormente por aqueles autores, como já utilizou ataque químico e observação dos traços ao microscópio ótico.



Os principais méritos daqueles pesquisadores foram: i) verificaram que os danos de radiação de fragmentos de fissão causados em diversos minerais transparentes, do tipo silicatos, podiam ser observados ao microscópio óptico após um ataque químico conveniente, fato este que tornou o trabalho no campo dos detetores sólidos de traços de íons pesados, bastante simples do ponto de vista de equipamento necessário e ii) mostraram que a existência de traços de fissão espontânea (que podia ser atribuída às fissões espontâneas do urânio-238) naqueles minerais abria o caminho para um novo método de datação, já que o número de traços fósseis observados/cm<sup>2</sup> estava relacionado com a idade T do mineral a ser datado, de forma facilmente obtível através das leis do decaimento radioativo.

A datação pelo traço de fissão é uma técnica simples que permite obter idades de amostras de minerais e vidros naturais num intervalo de tempo bastante amplo; entre 10<sup>3</sup> e 10<sup>9</sup> anos, e cuja precisão, entre outras variáveis, é limitada pelo número de traços fósseis que se pode observar.

O método do traço de fissão pode ser utilizado mesmo quando o mineral sofreu um aquecimento durante sua história geológica, que lhe cancelou parcialmente os traços latentes produzidos até então (fading), neste caso técnicas de correção podem ser utilizadas e a idade correta pode ser obtida, assim como, em alguns casos, a informação sobre a época em que ocorreu o evento térmico pode também ser extraída. Em alguns materiais um "fading" parcial ocorre a temperatura ambiente também.

## 2.1.- Obtenção da equação da idade.

A formação dos traços de fissão em minerais e vidros naturais se deve ao fato de que os fragmentos de fissão são partículas de grande massa (o carga) que transferem para o meio grande quantidade de energia cinética.

Quando um núcleo de urânio-238, contido como impureza num dado mineral, decai por fissão espontânea ele se divide num fragmento leve e outro pesado com massas mais prováveis de  $\sim 100$  e  $135$  u.m.a. e com uma energia cinética total dos fragmentos de  $\sim 170$  Mev. Os núcleos produzidos pela fissão, fortemente carregados, exercem um efeito muito maior na matéria através da qual eles passam do que radiação  $\alpha$   $\beta$  ou  $\gamma$ . Como resultado desta interação, como está indicado no apêndice 1, a estrutura cristalina do mineral fica completamente desarranjada nas imediações do local onde ocorre a fissão e um pequeno canal de diâmetro da ordem de  $20\text{\AA}$  e de comprimento da ordem de  $10-20\mu$  é formado. A este "conjunto", canal mais região desorganizada da rede cristalina, dá-se comumente o nome de traço latente.

Num mineral ou vidro que contém átomos de urânio distribuídos uniformemente em seu volume, o número total de decaimentos, originados de seu isótopo urânio-238, ocorridos no intervalo  $0-t$  (o zero se refere ao tempo de formação do mineral) é:

$$N(t) = {}^{238}\text{N}_U (e^{\lambda t} - 1) \quad (1)$$

onde  $^{238}\text{N}_\text{U}$  é o número de átomos de urânio-238/cm<sup>3</sup> presentes na amostra no tempo  $t$ ,  $\lambda = \lambda_\alpha + \lambda_f$  onde  $\lambda_\alpha$  é a constante de decaimento para o decaimento  $\alpha$  e  $\lambda_f$  representa a constante de decaimento para fissão espontânea ( $\lambda = \lambda_\alpha$  pois  $\lambda_f \ll \lambda_\alpha$ ).

Como minerais e vidros, em geral, não registram os traços de partículas alfa, o número de fissões espontâneas/cm<sup>3</sup>,  $N_S$ , ocorridas no intervalo de 0-t é

$$N_S = \frac{\lambda_f}{\lambda} {}^{238}\text{N}_\text{U} (e^{\lambda t} - 1) \quad (2)$$

Para idades pequenas comparadas com a meia-vida do urânio-238 ( $4,5 \times 10^9$  a.), pode-se considerar a sua quantidade constante no tempo, e o número de fissões/cm<sup>3</sup> pode então ser escrito diretamente como:

$$N_S = \lambda_f {}^{238}\text{N}_\text{U} T \quad (3)$$

Como  $^{238}\text{N}_\text{U}$  é uma quantidade que não é fácil de se medir, irradiando-se o mineral a ser datado com um fluxo,  $\phi$ , de neutrons lentos se produz em seu interior uma certa quantidade de fissões induzidas/cm<sup>3</sup>,  $N_I$ :

$$N_I = \sigma \phi {}^{235}\text{N}_\text{U} \quad (4)$$

onde  $^{235}\text{N}_\text{U}$  é o número de átomos de urânio-235/cm<sup>3</sup>,  $\sigma$  é a seção de choque para fissão do urânio-235 induzida por neutrons lentos.

De (2) e (4) e de (3) e (4) respectivamente, pode-se obter as equações da idade do mineral relacionadas com os números de traços por cm<sup>3</sup>,  $N_\text{S}$  e  $N_\text{I}$  :

$$T = \frac{1}{\lambda} \ln \left\{ 1 + \frac{\lambda}{\lambda_\text{F}} \frac{\phi \sigma}{\eta} \frac{N_\text{S}}{N_\text{I}} \right\} , \quad \text{e} \quad (5)$$

$$T = \frac{\phi \sigma}{\lambda_\text{F} \eta} \frac{N_\text{S}}{N_\text{I}} \quad (6)$$

onde  $\eta = ^{238}\text{N}_\text{U} / ^{235}\text{N}_\text{U}$ , razão isotópica entre os isótopos 238 e 235 do urânio, que é uma constante da natureza.

Submetendo-se a amostra, antes da irradiação com neutrons, a um reagente químico que ataca com maior velocidade a região do mineral cuja estrutura cristalina foi danificada pelos fragmentos da fissão do que o corpo do mineral, é possível se observar, ao microscópio óptico, o número de traços fósseis/cm<sup>2</sup>,  $\rho_\text{S}$ , que é proporcional a  $N_\text{S}$ , sendo a constante de proporcionalidade,  $\epsilon^{238}$ , um fator de eficiência que depende das características do mineral, da sua história geológica e do ataque químico, e que relaciona o número de fissões reveladas por cm<sup>2</sup> com o número de fissões/cm<sup>3</sup> ocorridas no corpo do mineral; ou seja:

$$\rho_\text{S} = N_\text{S} \times \epsilon^{238}$$

Submetendo-se a amostra, após a irradiação com neutrons, a um novo ataque químico, obtém-se o número de traços

do fissão induzida por  $\text{cm}^2$ ,  $\rho_I$ , que do modo análogo pode ser escrito como  $\rho_I \approx N_I \times \epsilon^{235}$ , onde  $\epsilon^{235}$  é o fator de eficiência para os traços induzidos.

Desta forma as equações de idade (5) e (6), esta vale para  $t \leq 6 \times 10^8$  anos, relacionadas com as quantidades observadas  $\rho_S$  e  $\rho_I$ , respectivamente, podem ser escritas:

$$T = \frac{1}{\lambda} \ln \left\{ 1 + \frac{\lambda}{\lambda_f} \frac{\phi \sigma}{n} \frac{\rho_S}{\rho_I} \frac{\epsilon^{235}}{\epsilon^{238}} \right\}, \quad \text{e} \quad (7)$$

$$T = \frac{\phi \sigma}{\lambda_f n} \frac{\rho_S}{\rho_I} \frac{\epsilon^{235}}{\epsilon^{238}} \quad (8)$$

A quantidade  $\phi \sigma$ , acima, é convencional: no reator,  $\phi$  (e  $\sigma$ ) varia com o tempo, em função da energia dos neutrons. Isto não foi levado em conta porque a menos de uma primeira calibração de referencia, as outras calibrações aqui usadas foram baseadas sobre o fenômeno da fissão induzida (veja capítulo IV).

## 2.2.- Análise da equação da idade.

Nos primeiros anos do método de datação com traços de fissão escrevia-se as equações (7) e (8), respectivamente, como:

$$T = \frac{1}{\lambda_f} \ln \left\{ 1 + \frac{\lambda}{\lambda_f} \frac{\phi \sigma}{\eta} \frac{\rho_S}{\rho_I} \right\} \quad , \quad e \quad (9)$$

$$T = \frac{\phi \sigma}{\lambda_f \eta} \frac{\rho_S}{\rho_I} \quad (10)$$

porque se sabia que as características da fissão espontânea do urânio-238, (energia, carga e massa dos fragmentos) eram muito semelhantes às da fissão induzida, por nêutrons lentos, do urânio-235, e se suponha que  $\rho_S$  e  $\rho_I$  eram iguais a  $N_S$  e  $N_I$ , respectivamente.

Nas equações (7) e (8) pode-se considerar  $\epsilon^{238} = \epsilon^{235}$  se os traços latentes de fissão espontânea do urânio-238 permanecem inalterados durante a história geológica do mineral. Esta hipótese está implícita nas equações (9) e (10).

Porém a idade obtida quando esta hipótese é considerada, muito frequentemente não concorda com a idade esperada do ponto de vista geológico ou com idades obtidas por outros métodos radiométricos, como K-Ar e Rb-Sr.

Vários pesquisadores, (Fleischer et al (1965), Bigazzi (1967), Nishimura (1971)) que dataram vidros, minerais e cerâmicas feitas pelo homem, acharam que as idades obtidas pelo método do traço de fissão era menor que a idade esperada, do ponto de vista geológico ou arqueológico.

Nestes casos foi mostrado que a amostra havia sido submetida a um evento térmico natural, ou aquecida artificialmente. Bigazzi (1967), em seu trabalho citado anteriormente, mostrou que os traços de fissão espontânea de urânio-238, em micas muscovitas que não tinham sido submetidas a eventos geológicos de temperaturas intensas, apresentavam fading: o alcance médio dos traços fósseis era sempre menor que o dos traços induzidos, indicando que os traços de fissão são sensíveis à temperatura, e mesmo à temperatura ambiente, num intervalo de tempo geológico, os traços, em alguns casos, se encontram parcialmente cancelados.

A equação da idade corrigida, obtida neste trabalho de Bigazzi, é a equação da idade aparente do mineral (aquela obtida supondo que  $\epsilon^{238} = \epsilon^{235}$ ) multiplicada por  $R_I / R_F$ , a razão entre os alcances dos traços induzidos e fósseis. Este fator multiplicativo corrige a idade corretamente, porque em micas muscovitas é igual à razão  $\epsilon^{235} / \epsilon^{238}$ , cujo inverso dá o número percentual de traços fósseis perdidos devido ao fading (J. C. Hadler N., (1982)).

Nos casos anteriores os traços espontâneos apresentam uma dimensão menor que a dos traços induzidos, já que o aquecimento produz uma reconstituição do material na região danificada pelos fragmentos de fissão. Como consequência  $\epsilon^{238} < \epsilon^{235}$ , o  $\rho_I / \rho_S$  não é igual à razão entre o número de fissões espontâneas e fissões induzidas ocorridas por unidade de volume.

A idade de uma amostra que sofreu fading vai resultar numa idade menor do que a sua idade verdadeira, a idade aparente, que é obtida quando se assume que  $\epsilon^{238} \approx \epsilon^{235}$  (equações (9) e (10)).

Os minerais e vidros naturais que contêm urânio natural como impureza, podem registrar os traços das fissões espontâneas do urânio-238 produzidas durante sua história geológica. O número de traços de fissão espontânea que resiste ao tempo depende da história geológica e das características do mineral.

Nos estudos feitos em amostras datadas pelo método do traço de fissão, observou-se que o fading dos traços é muito comum em alguns materiais, como os vidros vulcânicos, e pode ser:

1) Um fading parcial, a idade da amostra é uma idade aparente menor do que a idade verdadeira, neste caso a distribuição dos diâmetros dos traços fóssois e induzidos são diferentes como pode ser notado na figura 1a), onde a razão  $\bar{D}_S / \bar{D}_I$ ,  $\bar{D}_S$  diâmetro médio dos traços fóssois e  $\bar{D}_I$  dos traços induzidos, é igual a .77, para uma amostra de obsidiana do Equador. A idade aparente desta amostra deve ser corrigida por um fator relativamente alto. Na figura 1a) a linha contínua representa a distribuição dos traços espontâneos versus seu diâmetro médio em microns, e a linha pontilhada a distribuição dos traços induzidos.

11) Um fading desprezível ou de pouca intensidade, figura 1b), onde uma amostra de vidro vulcânico da Ilha de Lipari apresenta uma distribuição aproximadamente igual dos traços espontâneos e induzidos, o que implica que a idade obtida ou não precisa, ou precisa só de uma pequena correção.



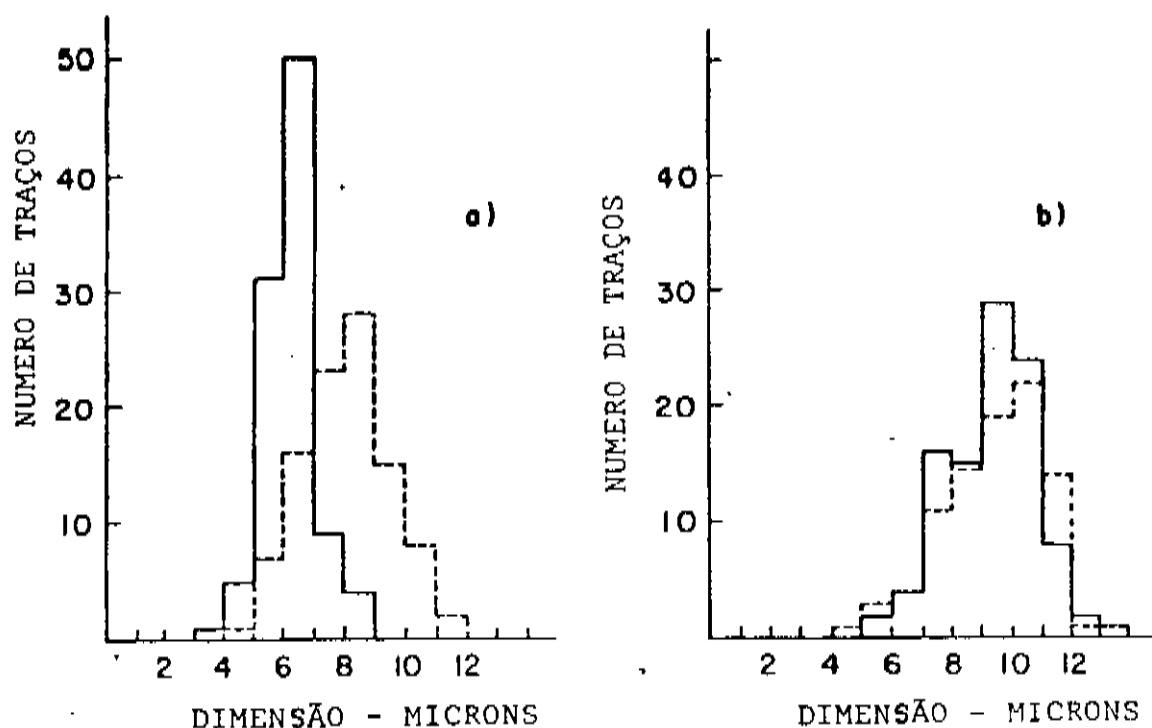


Figura 1:

Distribuição de traços espontâneos (linha contínua) e traços induzidos (linha cortada) versus sua dimensão média em microns.

a) a razão  $D_s/D_i$  é aproximadamente .77 para uma amostra do Equador e b) a razão  $D_s/D_i$  é aprox. .95 para a amostra de Lipari 81-5. Em ambos os casos os dados referem-se a traços de fissão espontâneos e induzidos não aquocidos.

III) Um caso especial é aquele do fading artificial produzido pelo homem, neste caso a idade obtida representa a idade arqueológica da amostra. Um exemplo interessante é o trabalho de Nishimura, 1971, onde ele separou cristais de zircônio de algumas cerâmicas do Japão. Como os traços de fissão foram cancelados durante o cozimento da cerâmica, os traços de fissão observados nasceram após o tratamento térmico resultando na idade arqueológica do objeto. O uso da obsidiana para fazer manufaturados foi muito difundido na pré-história: são frequentes casos onde se encontra, em manufaturados, um fading total dos traços existentes antes do seu uso. A idade obtida, nestes casos, mede o intervalo de tempo decorrido desde a manipulação do manufaturado pelo homem pré-histórico.

Nos casos em que há fading parcial dos traços para se obter a idade verdadeira da amostra foram desenvolvidas técnicas de correção da idade aparente: a técnica de correção pelas dimensões dos traços e a técnica do plateau. O fato destas técnicas funcionarem corretamente, como veremos no decorrer desta tese, significa que os traços de fissão contêm informações sobre a presença ou não de um fading parcial e sobre sua intensidade.

No caso de um fading total (artificial ou natural) a idade geológica "primitiva" não pode ser deduzida pelos traços, sendo a idade do traço de fissão a idade do fading.

### 3.1.- Técnica de correção pelas dimensões dos traços

Esta técnica é a mais antiga e foi proposta por Storzer and Wagner, (1969). Ela baseia-se na construção no laboratório de uma curva de correção ( $D/D_0$  versus  $\rho / \rho_0$ ,  $D$  e  $D_0$  são os diâmetros médios dos traços nas amostras aquecidas e não aquecidas respectivamente e  $\rho$  e  $\rho_0$  são densidades superficiais de traços nas amostras aquecidas e não aquecidas respectivamente) obtida submetendo-se amostras irradiadas no reator a tratamentos térmicos artificiais de intensidade crescente, e visa determinar o número percentual de traços fósseis que foram cancelados devido ao fading.

Num mineral onde  $v_T \gg v_g$  ( $v_T$  é a velocidade de dissolução química ao longo do canal e  $v_g$  a velocidade de ataque geral na superfície do material), como é o caso da mica muscovita, quando se efetua um ataque químico de "saturação" ( $\rho$  independente do tempo de ataque) sabe-se que  $\rho \propto R \propto \epsilon$ . Neste caso a curva de correção  $R/R_0$  versus  $\rho / \rho_0$  daria uma reta passando pelo origem e pelo ponto (1,1).

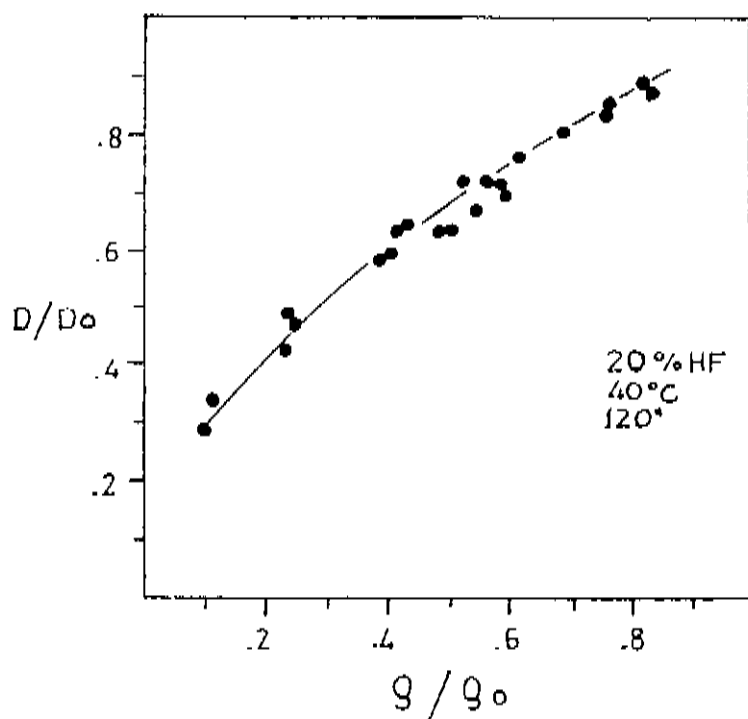
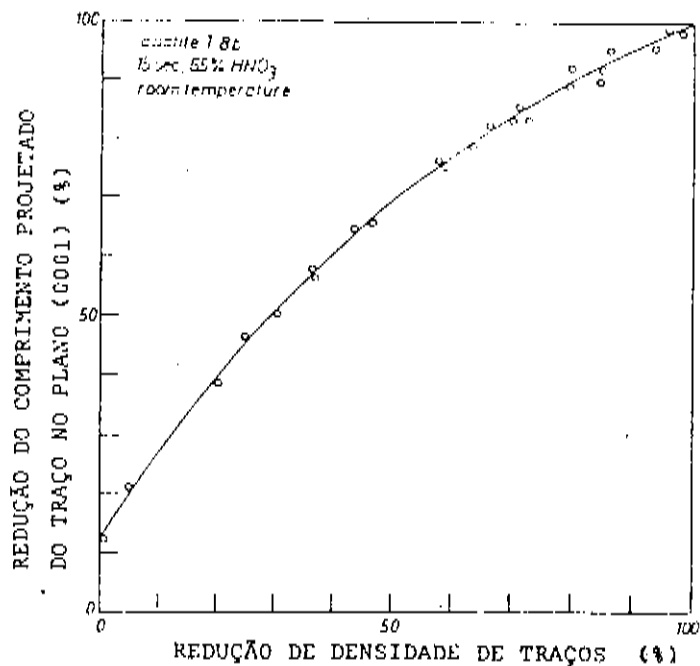
Após o trabalho de Bigazzi, citado atrás, verificou-se que havia uma relação quase linear entre  $R$  e  $D$  em alguns minerais. Como medir  $D$  é muito mais fácil de medir que  $R$  (em alguns casos, como vidros vulcânicos, a medida de  $R$  é impossível) optou-se por  $D$  em alguns materiais.

No caso de vidros vulcânicos, como  $v_T$  é apenas maior que  $v_g$ , não se obtém um ataque químico de "saturação" (obtem-se apenas que  $\rho$  é aproximadamente independente do tempo de ataque). Desta forma as relações de proporcionalidade entre  $\rho$ ,  $R$

o  $\epsilon$  são apenas aproximadas. A curva de correção  $D/D_0$  versus  $\rho/\rho_0$  visa determinar indiretamente a razão  $\epsilon^{235}/\epsilon^{238}$ , esta curva determina diretamente, através de  $\rho/\rho_0$ , qual o fator de correção a que se deve multiplicar a idade aparente para corrigi-la.

A curva de correção assim construída permite que a densidade superficial dos traços espontâneos,  $\rho_S$ , de uma amostra que sofreu fading possa ser corrigida. Para isto assume-se que a razão  $\bar{D}_S/\bar{D}_I$  da amostra que se quer datar possa ser representada por  $\bar{D}/\bar{D}_0$  da curva de correção da amostra. Através da curva de correção obtém-se a correspondente razão  $\rho/\rho_0$ , que representa a fração percentual dos traços fósseis da amostra que são reveláveis nas condições de ataque químico utilizadas (se usa o mesmo ataque químico tanto para levantar a curva de correção como para datar as amostras cuja idade vai ser corrigida pela curva de correção). Multiplicando-se  $\rho_S$  (ou a idade aparente já que são proporcionais) por  $\rho_0/\rho$  se normaliza a densidade superficial dos traços fósseis e se obtém a idade corrigida.

Este método de correção foi criticado por Boellstorff and Steineck, 1975, Boellstorff, 1980, mas os resultados experimentais e a análise deste método apresentada em Bernardes et al., 1986, mostra que ele funciona corretamente. A figura 2 apresenta duas curvas de correção pelas dimensões.



**Figura 2:**

Curvas de correção pela técnica das dimensões para duas amostras diferentes: a) apatita submetida a um ataque químico de 65% HNO<sub>3</sub> 23°C - 15" (Wagner e Storzer, 1970), e b) vidro vulcânico de Monte Arci, o ataque químico neste caso foi: 20% HF - 40°C - 120". (Curva cedida por Giulio Bigazzi).

### 3.2.- Técnica de correção do plateau

Um outro método de correção da idade aparente é o método de correção do plateau, proposto por Burchart et al. (1973), Storzer (1972, 1973), e Storzer and Poupoau (1973). Neste método de correção a amostra a ser datada é dividida em duas partes, uma das quais é irradiada com neutrons, e frações das duas partes, uma contendo traços de fissão espontânea e outra contendo traços de fissão induzida, são submetidas a tratamentos térmicos artificiais para obter a razão  $\rho_S / \rho_I$ , para cada aquecimento.

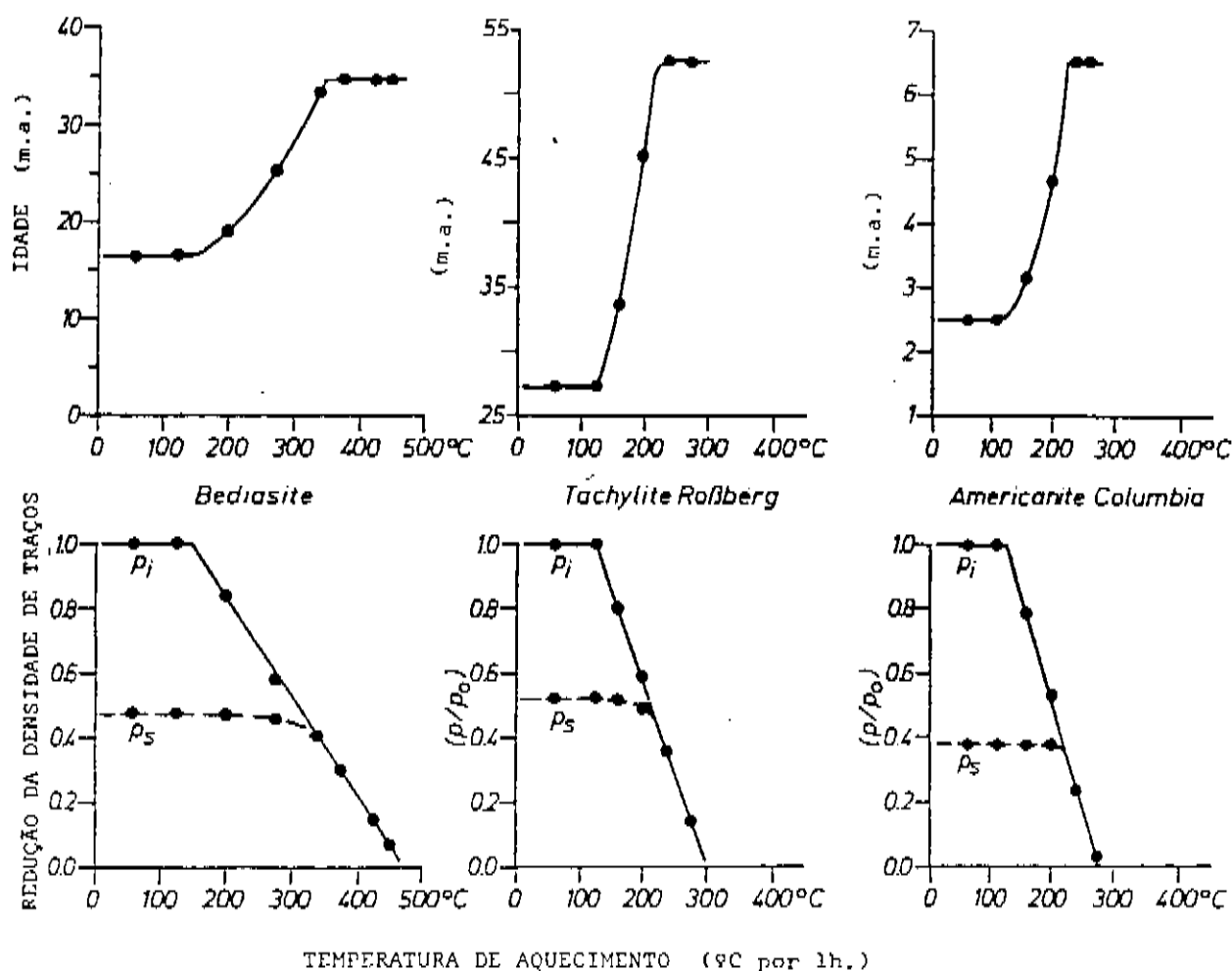
O método de correção do plateau está baseado nas diferentes resistências dos traços fósseis e induzidos ao tratamento térmico no laboratório, quando os traços fósseis sofreram um fading parcial.

Aquecendo-se em laboratório, de forma crescente, amostras que contêm traços fósseis e amostras irradiadas, acaba-se obtendo que  $D_S / D_I \simeq 1$ . Isto ocorre quando o aquecimento artificial foi tão intenso que o fading natural mais o fading artificial dos traços fósseis é aproximadamente igual ao fading artificial dos traços induzidos. Nesta situação a razão  $\epsilon^{235} / \epsilon^{238}$  tende a 1 e a razão  $\rho_S / \rho_I$  tende a um valor constante que representa a razão das densidades superficiais quando não há fading, ou seja,  $T$ , que depende da razão  $\rho_S / \rho_I$ , atinge um plateau e não é mais alterado por aquecimentos mais intensos.

Na obtenção da idade do plateau, utilizam-se duas técnicas: mantendo-se o tempo de aquecimento constante e variando o grau de aquecimento em forma crescente, plateau isócrono, ou mantendo a temperatura constante e variando-se o tempo de aquecimen-

to em forma crescente, plateau isotérmico. A figura 3 apresenta três curvas de plateau para três amostras diferentes.

As técnicas de correção acima citadas são muito importantes, porque a presença de fading, embora rara em alguns minerais (zircônio, esfene, por exemplo) ocorre com certa frequência em outros (por exemplo apatita e nos vidros naturais, nos quais o fading ocorre também à temperatura ambiente).



**Figura 3:**

Medida da idade de plateau isócrono (tratamentos térmicos de uma hora) para três amostras de vidro diferentes:  $p_i$  e  $p_s$  são as densidades de traços induzidos e espontâneos, respectivamente, em função do tratamento térmico. O plateau é alcançado quando  $p_s/p_i$  é constante.

Na datação de minerais e vidros naturais a metodologia empregada para a revelação dos traços latentes depende do tipo de amostra. O tamanho e forma dos traços é diferente nos diferentes materiais.

Para obter uma boa amplificação do traço latente, ao microscópio óptico, a preparação da amostra assim como o ataque químico são muito importantes, já que destes fatores depende a obtenção das medidas de dimensões e densidades com a maior precisão possível.

##### 4.1 - Preparação da amostra

A amostra, em nosso caso vidro vulcânico, é fragmentada para obter dois grupos de iguais características. Cada um destes grupos por sua vez será fragmentado para obter as superfícies internas, que após um ataque químico serão analisadas ao microscópio óptico. Em alguns casos os pequenos vidros obtidos da fragmentação, são montados em resina e daí a superfície é polida e atacada quimicamente.



Um destes grupos será utilizado para a contagem ao microscópio dos traços de fissão espontânea, assim como a medida do seu diâmetro. O outro grupo será irradiado no reator com uma dose de neutrons térmicos para obter a densidade superficial dos traços induzidos, densidade esta obtida usando a técnica da subtração: como a amostra irradiada contém traços de fissão espontânea o traços induzidos ( $\rho_{I+S}$ ),  $\rho_I$  pode ser obtido através de:

$$\rho_I = \rho_{S+I} - \rho_S .$$

É importante indicar que como estamos trabalhando com superfícies internas, antes da fragmentação da amostra aquecida, devemos re-atacar as superfícies externas, assim poderemos distinguir claramente ambas as superfícies: na superfície externa os traços de fissão têm um diâmetro muito maior comparado com aqueles das superfícies internas.

## 4.2 - Ataque químico

### 4.2.1 - Aspectos gerais

O ataque químico dos traços latentes em um dado material depende da natureza do material, do reagente químico utilizado e de características das partículas que produzem os traços latentes. Pode-se também descrever o ataque através de um parâmo-

tro que engloba as dependências citadas:  $R_T = V_T/V_G$ , onde  $V_T$ , como já foi dito, é a velocidade de dissolução química ao longo do canal produzido pela partícula ionizante, e  $V_G$  é a velocidade de ataque geral na superfície do material. Se entramos em detalhes o ataque descrito por  $V_T$  é complicado: inicialmente existe um tempo de "incubação", período em que o ataque se faz lentamente porque a renovação do reagente químico ao longo do canal produzido pela partícula - com diâmetro da ordem de dezenas de angstroms - se faz lentamente, posteriormente  $V_T$  aumenta porque a região atacada é aquela que tendo sido danificada pela partícula ionizante tem menos resistência ao ataque químico, o posteriormente quando toda a região danificada já foi corroída pelo reagente,  $V_T$  tende a  $V_G$ .

No caso da revolação de traços em vidros vulcânicos embora o processo de ataque químico deva ser descrito, teoricamente, pelas três fases citadas acima (período de incubação,  $V_T > V_G$  e ataque com velocidade  $V_G$  tanto na superfície do material como nos traços já alargados), como os vidros vulcânicos e particularmente suas regiões danificadas por fragmentos de fissão são altamente reativos ao ataque químico, o que se observa é que o período de incubação é muito curto.

Os parâmetros que afetam  $R_T$  são: parâmetros físico-químicos (temperatura, concentração do agente químico), parâmetros característicos da partícula (energia, carga e massa) e do material (composição química e história geológica).

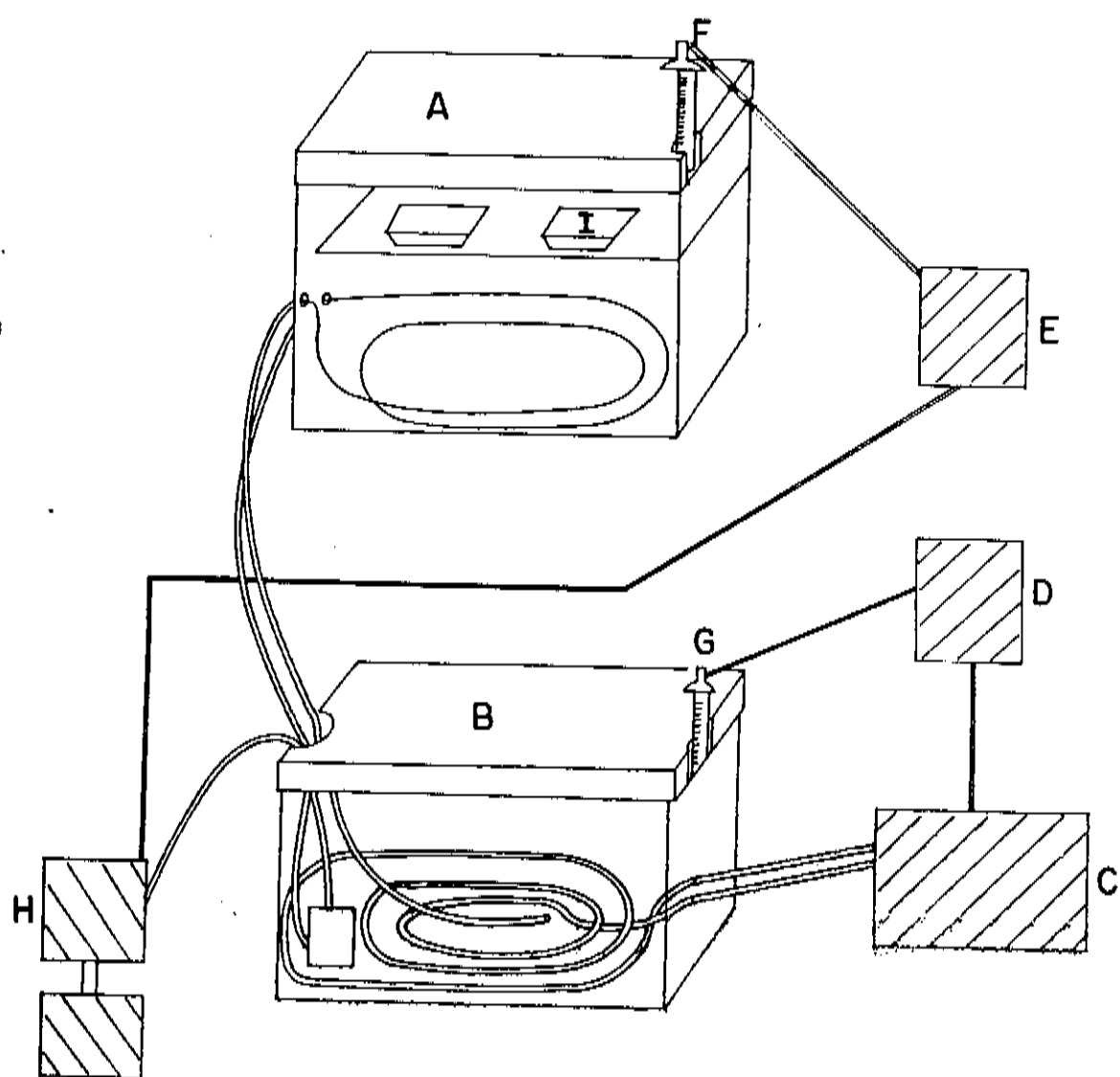
A elevação da temperatura aumenta a velocidade de ataque, por exemplo, no caso da biotita em uma solução aquosa de 20% de ácido fluorídrico, obtém-se ataques químicos semelhantes tanto quando se ataca por um período de tempo  $t$  a  $20^\circ\text{C}$  como quando se ataca por um período  $t/4$  a  $50^\circ\text{C}$ , no caso da mica muscovita nas

mesmas condições descritas acima, precisa-se apenas de um período de ataque de duração  $t/20$ .

Um outro parâmetro muito importante no ataque químico é a concentração do reagente, cujo valor otimizado está relacionado com os outros parâmetros e com as características do material analisado. Cada laboratório regula as condições de ataque diferentemente (temperatura, tempo, concentração). A velocidade do ataque químico pode ser modificada através de técnicas especiais, como por exemplo a utilização de ultrasom ou de fotooxidação. No caso do ataque químico a vidros vulcânicos estas técnicas não são necessárias pela facilidade do ataque: os traços são formados rapidamente devido à alta reatividade dos vidros vulcânicos ao reagente utilizado, normalmente ácido fluorídrico.

#### 4.2.2 - Padronização do ataque químico para vidros vulcânicos

Foi construído um sistema de refrigeração para manter a temperatura do ácido no valor desejado. O sistema consta de dois tanques de água (mostrado na figura 5), A e B, um recipiente que contém ácido, I, dois termômetros F e G ligados aos rolés E e D. F faz E ligar o motor H (conectado com um flexível à bomba de circulação J) quando a temperatura do banho B é maior de um determinado valor. Foi escolhida para A uma temperatura de  $15^{\circ}\text{C}$ ,



**Figura 4:**

Sistema de refrigeração do banho termostatado montado no laboratório de Cronologia, Departamento de Raios Cósmicos, para ataque químico padronizado de vidros vulcânicos. No texto é explicado cada uma das suas partes.

enquanto que a temperatura de B foi termostatada a 3°C. Esta diferença limita o tempo de funcionamento do motor H. O esquema deste sistema é mostrado na figura 4.

Para obter a padronização do ataque químico a que serão submetidas as amostras, variamos o tempo de ataque de 30" a 120" em intervalos de 30", mantendo-se constante a temperatura do banho em 15°C e a concentração do ácido fluorídrico em 25%. Revelamos nestas condições amostras de vidros vulcânicos contendo traços de fissão espontânea e outras contendo traços de fissão induzida. Ambos os tipos de amostras são do Monte Arci, Sardenha, Itália; as que contêm traços de fissão induzida foram submetidas a uma dose de neutrons térmicos de  $2.5 \times 10^{15}$  n/cm<sup>2</sup>, no reator do CAMEN, Pisa.

Mediu-se a densidade de traços espontâneos e traços induzidos em função do tempo de ataque, os dados obtidos estão na tabela 1. O aumento na densidade de traços em função do tempo de ataque é apresentada na figura 5.

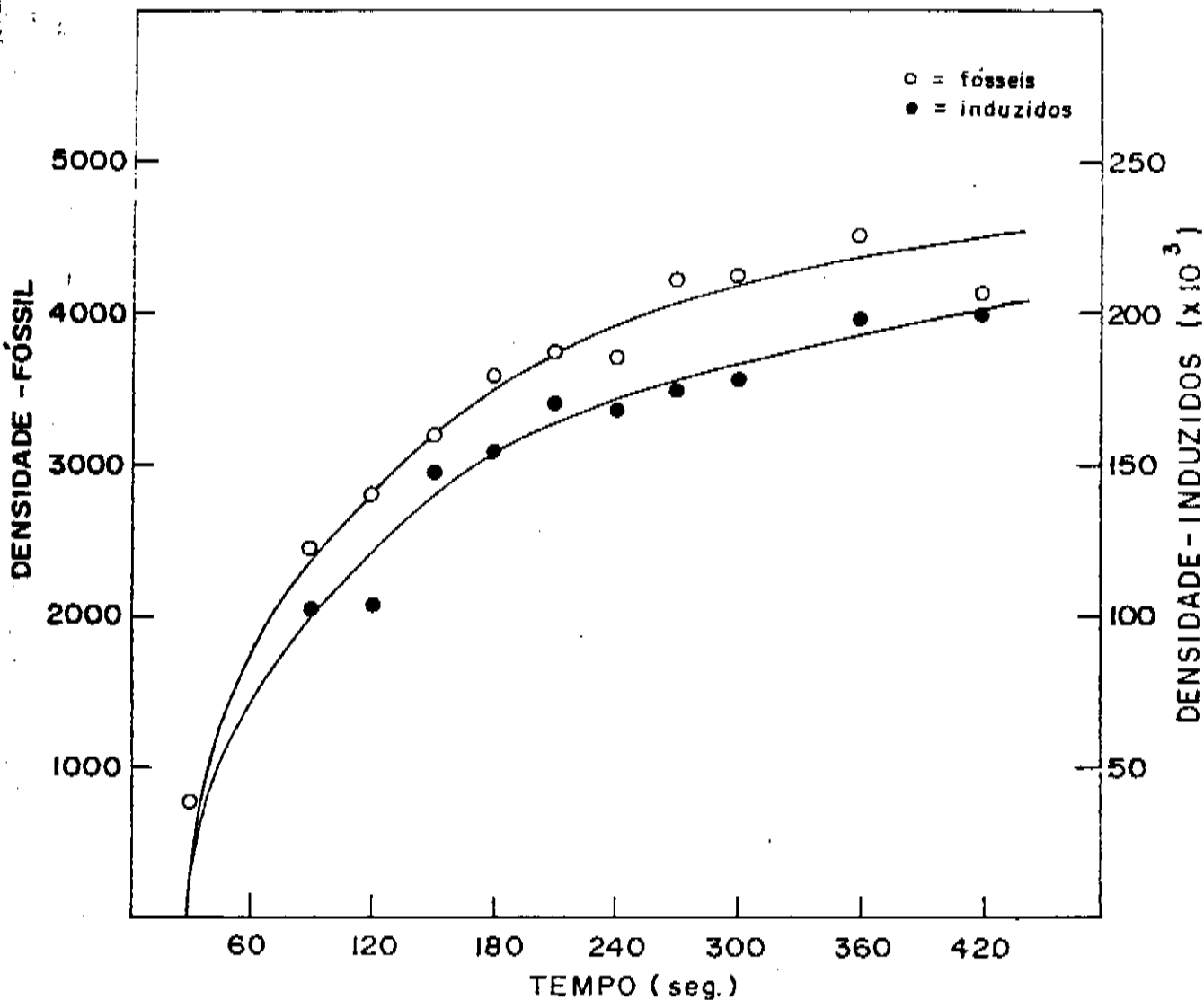
Na figura 5 observa-se que a curva apresenta uma rápida subida até aproximadamente 210", que corresponde à revolução química dos traços cujos danos se estenderam até a superfície da amostra.

Normalmente, o tempo de ataque padrão em minerais bastante reativos ao ataque químico é tomado logo após o fim do crescimento rápido do número de traços; no nosso caso então escolhemos 240" como o tempo do nosso ataque padrão.

As figuras 6 e 7 apresentam curvas de padronização de ataques químicos realizados em diferentes condições. Ambas as figuras apresentam as mesmas características que a curva da figura 5, o o ataque padronizado nestos casos foi escolhido da mesma

| Tempo<br>(seg) | $\bar{D}$ ( $\mu$ ) |       | $\rho$ (tr / $\text{cm}^2$ ) |                        |
|----------------|---------------------|-------|------------------------------|------------------------|
|                | $D_S$               | $D_I$ | $\rho_S (\times 10^3)$       | $\rho_I (\times 10^4)$ |
| 30             | 1,95                | 1,62  | 0,8                          | 0,1                    |
| 90             | 2,22                | 3,32  | 2,4                          | 10,3                   |
| 120            | 3,06                | 4,30  | 2,8                          | 10,3                   |
| 150            | 3,67                | 5,10  | 3,2                          | 14,8                   |
| 180            | 4,25                | 5,70  | 3,6                          | 15,4                   |
| 210            | 4,78                | 5,77  | 3,8                          | 17,2                   |
| 240            | 5,53                | 6,14  | 3,7                          | 17,0                   |
| 270            | 6,09                | 7,53  | 4,2                          | 17,5                   |
| 300            | 8,30                | 7,03  | 4,3                          | 18,0                   |
| 360            | 7,78                | 8,90  | 4,5                          | 20,0                   |
| 420            | 7,79                | 9,71  | 4,2                          | 20,1                   |

Tabela 1. - Dados obtidos para a padronização do ataque químico de amostras de vidro vulcânico submetidas a um banho de 25%HF a 15°C. Foi contado o número de traços em 30 campos, para obter a densidade por  $\text{cm}^2$ ,  $\rho$ , e mediu-se o diâmetro médio,  $\bar{D}$ , de 80 traços em amostras da obsidiana de Monte Arari: a contagem foi feita em frações contendo traços de fissão induzida e outras contendo traços de fissão espontânea ( $D_S$  e refere-se as amostras contendo traços de fissão espontânea,  $D_I$  e às que contem traços de fissão induzida).



**Figura 5:**

Densidade de traços espontâneos e induzidos em função do tempo de ataque (25% HF a 15 °C), para a obsidiana de Monte Arcl. Observa-se que, até 210", a curva apresenta uma rápida subida que corresponde à revolução química dos traços cujos danos se estenderam até a superfície externa da amostra. O tempo escolhido para o nosso ataque químico padrão foi 240".

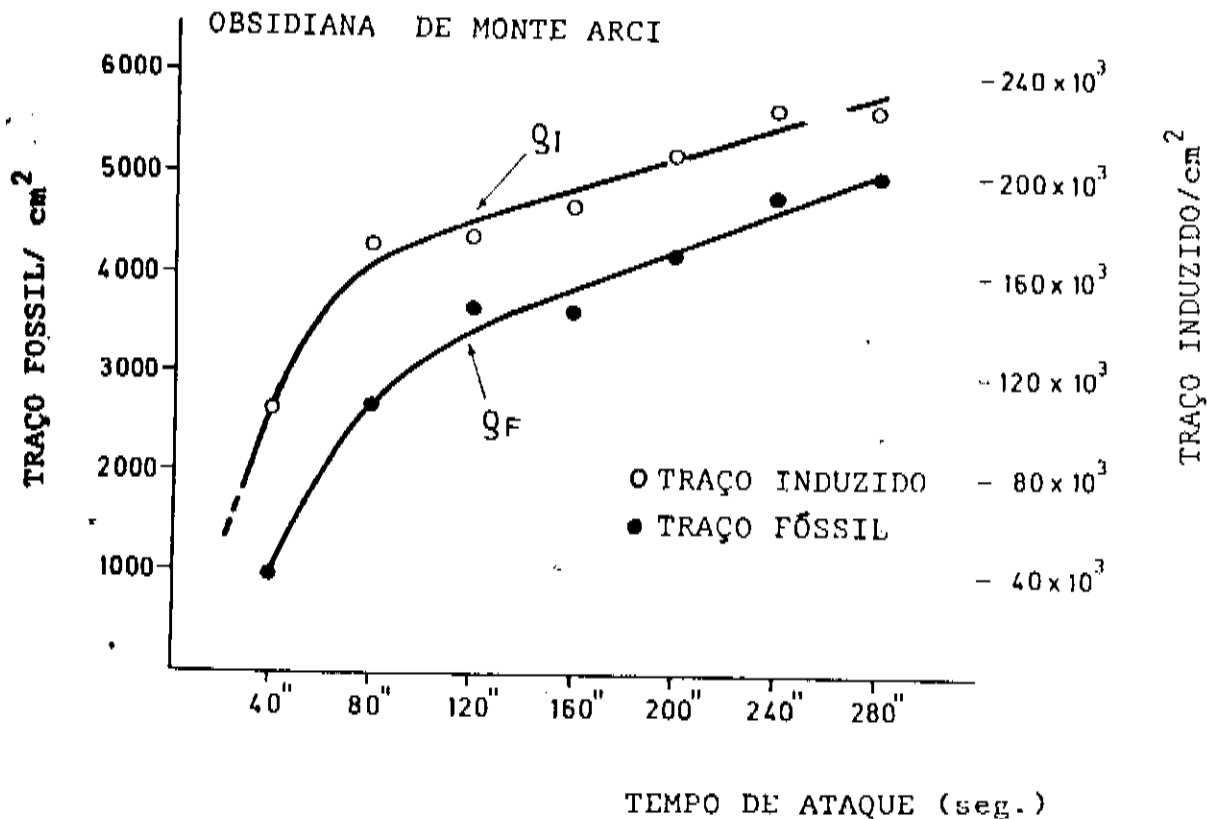
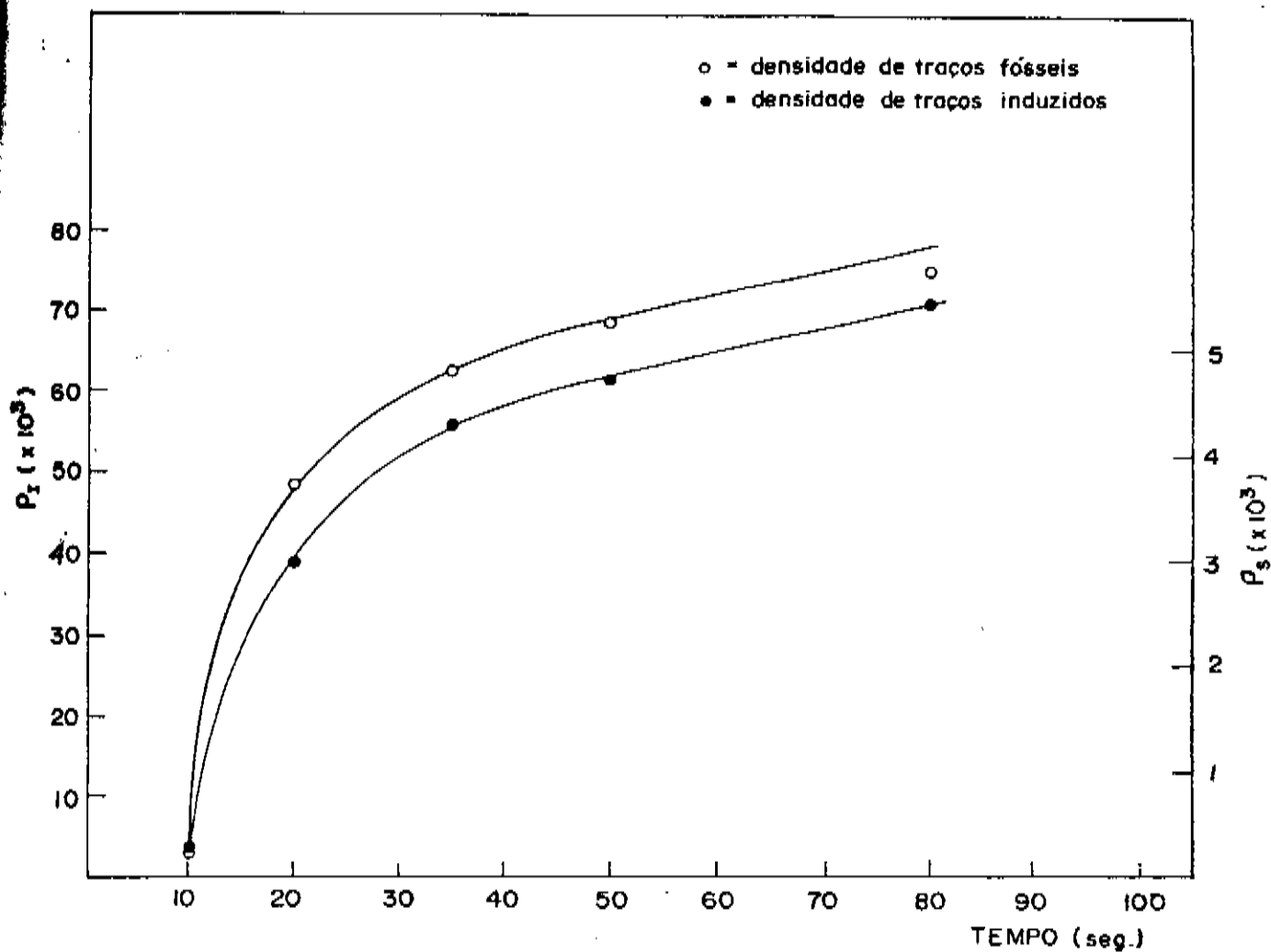


Figura 6:

Densidade superficial de traços fósseis e induzidos em função do tempo de ataque para a mesma obsidiana da figura 5. O tempo escolhido para o ataque químico foi 120", 20% HF, 40°C. A curva foi obtida por Bigazzi e Radi (1981).





Figura\_Z:

Padronização do ataque químico para obsidiana das figuras 5 e 6. Neste caso, as condições de ataque são diferentes: 10% HF - 20 °C. O tempo escolhido para o ataque químico foi 10".

forma que o nosso; na figura 6 escolheu-se 120" e na figura 7 40".

Os critérios usados para fixar a concentração do ácido, a temperatura e o tempo de ataque, na padronização do ataque, estão ligados à eleição de valores destes parâmetros que permitam medida com menor erro (tempos de ataque mais longos implicam numa melhor reproduzibilidade e, principalmente, uniformidade do ataque), e as características do meio ambiente (temperatura média do laboratório).

É importante notar que estes três parâmetros estão interligados: a diminuição no valor de um implica na escolha de um valor mais alto dos outros.

#### 4.3 - Observação ao microscópio óptico

Para obter tanto a densidade superficial dos traços de fissão quanto o seu diâmetro médio, é necessário adotar certos critérios na observação dos traços ao microscópio óptico.

Após o ataque químico a amostra, em nosso caso um vidro vulcânico, apresenta os traços de fissão revelados pela ação do reagente químico. Junto com estes traços aparecem figuras de ataque que às vezes podem ser confundidas com os traços devido a sua forma, mas os traços de fissão de urânio em vidros vulcânicos geralmente apresentam características próprias: forma geralmente

arredondada ou oval, profundidade resultante do ataque químico na região danificada pelos fragmentos de fissão, o contorno mais nítido do que o das outras figuras de ataque.

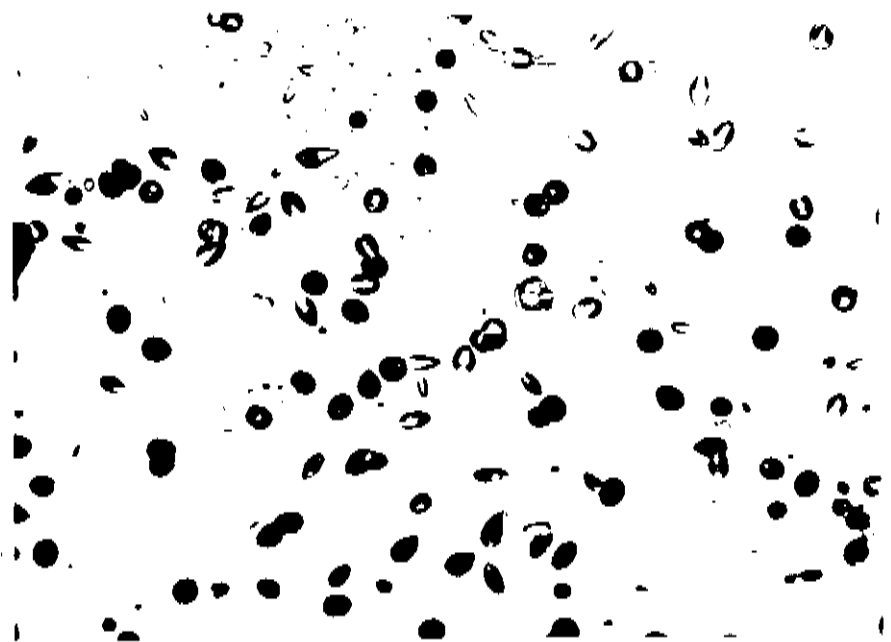
Na obtenção da densidade superficial, tanto dos traços de fissão espontânea como dos traços de fissão induzida, utiliza-se uma ocular com retículo, apropriada para medidas de área: em cada área conta-se todos os traços que ali estão contidos. É importante a escolha das áreas a serem observadas, que devem ser lisas e limpas, qualidade que em cacos de vidro vulcânico, às vezes, é difícil de achar.

A medida dos diâmetros dos traços de fissão é obtida através de uma ocular com filar. Modo-se o diâmetro de cada traço, de uma área escolhida que apresente uma boa imagem ao observador, e se o traço tem forma oval modo-se o seu diâmetro maior: deve-se medir todos os traços de cada área escolhida, ao acaso, por mais pequenos que eles sejam.

Foi utilizado um microscópio com as seguintes características:

- i) microscópio Leitz Ortholux
- ii) ocular com filar, Wild, 15x,
- iii) ocular com retículo, Zeiss, 12.5x,
- iv) objetiva de 40/0.65, Leitz.

Na figura 8 apresentamos uma fotomicrografia contendo traços de fissão do urânio num vidro vulcânico do Equador.



**Figura\_8:**

Traços de fissão induzida numa amostra do Equador. Os traços podem ser identificados facilmente.

#### 4.1 - Precisão das medidas das razões $\rho/\rho_0$ e $D/D_0$

Na datação de vidros vulcânicos pelo método do traço de fissão, a precisão das medidas das razões  $\rho/\rho_0$  e  $\bar{D}/\bar{D}_0$  é muito importante, tanto na obtenção das curvas de correção como no cálculo da idade das amostras.

Vários trabalhos sobre estatística, dentro do método do traço de fissão, foram analisados por Bigazzi et al. (1986), onde se conclui que, quando o urânio está distribuído uniformemente em minerais ou vidros, uma "análise estatística convencional", com variância de Poisson, pode dar uma avaliação confiável do erro da medida da razão  $\rho_S/\rho_I$ .

Nesta tese utilizamos tanto as fórmulas como os procedimentos experimentais usados por Bernardes et al. (1986), na obtenção das medidas das razões mencionadas e de seus erros sobre os quais discorreremos brevemente.

Foram medidas as dimensões de 600 traços (após um ataque de 120" em 25% HF a 40°C), em 6 superfícies diferentes de uma amostra da obsidiana de Viničky, Eslováquia. O desvio padrão da média foi obtido através da equação padrão:

$$\frac{\bar{S}}{D} = \frac{\sqrt{\frac{\sum (D_i - \bar{D})^2}{n}}}{\frac{n(n-1)}{D}} \quad (11)$$

onde  $n$  é o número de traços,  $D_i$  é o diâmetro do  $i$ ésimo traço,  $\bar{D}$  é o diâmetro médio dos  $n$  traços. Dividindo-se os traços em grupos de 100 (6 grupos) e 20 traços (30 grupos) obteve-se em média  $\bar{S}/\bar{D}$  de aproximadamente 2.5% e 5.6% respectivamente.

Para verificar se a equação (11) fornece uma avaliação realística do erro do diâmetro médio dos traços, foi calculado o desvio padrão percentual dos diâmetros médios, através da equação padrão:

$$\frac{\bar{S}}{\bar{D}} = \left[ \frac{\sum_{j=1}^m (D_j - \bar{D})^2}{(m - 1)} \right]^{1/2} / \bar{D} \quad (12)$$

em 6 grupos de 100 traços e 30 grupos de 20 traços. Neste caso  $\bar{D}$  representa a grande média dos diâmetros médios dos grupos,  $D_j$  o diâmetro médio do  $j$ ésimo grupo, e  $m$  o número de grupos (respectivamente 6 e 30). Os dados obtidos, 6.7% e 9.4% respectivamente, não concordam com os valores acima de 2.5% e 5.6%. Fazendo-se a hipótese de que a discrepância entre os valores obtidos através das equações (11) e (12) fosse devido a um ataque químico não uniforme, a experiência foi repetida utilizando, para grupos de 100 e 20 traços, superfícies atacadas juntas no mesmo banho; os grupos de 100 traços e de 20 foram feitos com traços provenientes de 5 superfícies diferentes. Através de (12), foram obtidos neste caso os valores 2.2% e 4.8%, que têm concordância com os dados obtidos através da equação (11).

Os dados desta experiência concordam com os dados obtidos de uma obsidiana de Monte Arci (Bernardes et al. (1986)).

Neste caso foram comparadas as medidas da razão  $\bar{D}_S/\bar{D}_I$  obtida de 16 e de 10 medidas nas quais os traços espontâneos e induzidos, embora atacados nas mesmas condições, não foram atacados juntos, com aquela obtida de 22 e de 10 medidas nas quais as frações irradiada e não irradiada foram atacadas juntas.

Através da equação (11), usada para grupos de 100 traços espontâneos e induzidos, e achando-se o erro percentual da razão  $\bar{D}_S/\bar{D}_I$  através da equação:

$$\varepsilon(\bar{D}_S/\bar{D}_I) = \left[ (\bar{S}/\bar{D})_S^2 + (\bar{S}/\bar{D})_I^2 \right]^{1/2} \quad (13)$$

$(\bar{S}/\bar{D})_S$  e  $(\bar{S}/\bar{D})_I$  são os valores obtidos sobre os traços de fissão espontânea e induzida pela equação (11)), foi obtido em média um valor de 2.1%.

Através da equação (12), usada neste caso, para medir o desvio padrão das 16 e 10 medidas de  $\bar{D}_S/\bar{D}_I$  acima, se obtém valores bem maiores (5.1% e 6.6% respectivamente).

Quando traços espontâneos e induzidos foram atacados juntos (as 22 e 10 amostras medidas acima), através da equação (12) foi obtido para  $\bar{D}_S/\bar{D}_I$ , um desvio padrão de 2.4% e 2.0% respectivamente, valores bem concordantes com 2.1% previsto pela equação (11).

Dos dados acima pode-se concluir que as equações (11) e (13) fornecem uma avaliação razoavelmente fiel do erro que afeta uma medida da razão  $\bar{D}_S/\bar{D}_I$  só se os traços espontâneos e induzidos são atacados juntos e para maior segurança, se uma medida do diâmetro médio é obtida utilizando várias frações da amostra. Para

se obter um erro entre 2% e 3% é necessário medir 100 traços espontâneos e 100 traços induzidos.

Em relação ao erro que afeta  $\rho/\rho_0$  (ou  $\rho_g/\rho_f$ ), muitas medidas demonstraram que, geralmente, nos vidros vulcânicos os traços estão distribuídos de acordo com a distribuição de Poisson (Bernardes et al. (1986)). Isto foi controlado para cada medida de  $\rho$ , e também para verificar se o mesmo tipo de distribuição era encontrado nas amostras submetidas a fading artificial. Sempre achamos distribuições que não apresentavam desvios significativos da distribuição de Poisson, o que significa, também, que o aquecimento dos traços foi uniforme. O erro padrão percentual da média ( $\bar{S}/\bar{N}$ ) é obtido pela equação:

$$\frac{\bar{S}}{\bar{N}} = \left[ \frac{\sum (N_i - \bar{N})^2}{n(n-1)} \right]^{1/2} / \bar{N} \quad (14)$$

onde  $N_i$  é o número de traços contados no  $i$ ésimo campo,  $\bar{N}$  é a média,  $n$  é o número de campos observados. O  $\chi^2$  é obtido através da equação:

$$\chi^2 = \frac{\sum (N_i - \bar{N})^2}{\bar{N}} \quad (15)$$

onde se assume a média como valor esperado que fornece uma avaliação da distribuição superficial dos traços. Comparando  $\bar{S}/\bar{N}$  e  $\sigma_p$ , o erro poissoniano percentual  $(1/n_T)^{1/2}$ , onde  $n_T$  é  $n_g$  ou  $n_f$ , número total de traços fósseis ou induzidos, e principal-



mente, o valor de  $n$  o  $\chi^2$  calculado pela equação (15) (que para uma distribuição poissoniana tende a  $n-1$ ), conclui-se que as distribuições dos valores analisados nesta tese concordam em geral com distribuições poissonianas. Consequentemente, o erro percentual de  $\rho/\rho_0$  pode ser calculado através da equação:

$$\sigma(\rho/\rho_0) = (1/n_T + 1/n_{T_0})^{1/2} \quad (16)$$

onde  $n_T$  é o número de traços contados na amostra aquecida e  $n_{T_0}$  é o número de traços contados na amostra não aquecida.

Para o erro da razão  $\rho_S/\rho_I$  (cálculo das idades), usou-se a mesma equação (16), mudando  $n_T$  por  $n_S$  e  $n_{T_0}$  por  $n_I$ , cujos significados são evidentes.

Embora o erro poissoniano seja uma avaliação realística do erro da densidade de traços nas amostras analisadas neste trabalho, preferiu-se usar na equação (16), por questão de prudência, o erro experimental  $\bar{S}/\bar{N}$ , equação (14), quando este era maior do que  $\sigma_p$ .

#### 4.5 - Calibração da idade do traço de fissão

Dentro da calibração da idade do traço de fissão, é importante notar que já foram publicados os resultados de mais de 40 medidas diretas de  $\lambda_f$ , e os valores mais aceitáveis são  $\lambda_f = 7 \times 10^{-17} \text{ a}^{-1}$  e  $\lambda_f = 8.4 \times 10^{-17} \text{ a}^{-1}$ . O valor de  $\lambda_f$  usado nesta tese é  $6.85 \times 10^{-17} \text{ a}^{-1}$  (Bigazzi et al. (1984)). Este é um valor operacional que produz resultados de idades consistentes com os obtidos por outros métodos de datação, K-Ar e Rb-Sr, quando se utiliza, mesmo indiretamente, uma dosimetria baseada nos padrões SRM 962 e SRM 963 do NBS que foi o que ocorreu neste trabalho. Em todas as irradiações havia uma amostra "padrão" (este padrão "interno" é uma amostra de obsidiana do Monte Arci) que "calibrava" o fluxo de neutrons, referido a uma calibração em que aquela amostra foi irradiada junto com os vidros padrões citados, em outras oportunidades.

## V. - RESULTADOS E ANÁLISE DOS RESULTADOS.

### 5.1. - Efeitos da irradiação no reator sobre a técnica de correção pelas dimensões.

Na correção pela técnica das dimensões está implícito que um valor de  $D_S$  menor do que  $D_I$  é consequência de um fading parcial dos traços fósseis. Como  $D_I$  é medido numa fração que foi irradiada num reator nuclear, se o efeito desta irradiação fosse também uma variação na reatividade química da amostra, uma razão  $D_S / D_I < 1$  poderia ser devida, totalmente ou parcialmente, à irradiação.

Efeitos sobre a velocidade de ataque de irradiações com luz ultravioleta, fótons de altas energias, elétrons e outras partículas em alguns detetores SSNTD já foram observados e estão apresentados em Fleischer et al. (1975).

Num trabalho sobre efeitos de irradiações em mica muscovita desenvolvido em nosso grupo em 1976, se pode concluir que em amostras irradiadas com doses muito intensas de radiação gama ( $\sim 300$  Mrad.) a velocidade de ataque aumentava com a dose de irradiação (Serra D.A.B. relatório de iniciação científica, 1976).

Levando em conta, então, a possibilidade de haver um "efeito reator", sobre a velocidade de ataque dos vidros, tornou-se necessário considerar, como um dos objetivos deste trabalho de tese, o estudo dos efeitos da irradiação dentro da técnica de correção pelas dimensões, já que nesta técnica se utiliza uma

curva de correção construída com dados de amostras que foram irradiadas no reator, para produzir fissões induzidas e, principalmente, porque  $D_5$  e  $D_I$  são medidos em frações que tiveram tratamentos diferentes, do ponto de vista da irradiação com neutrons.

É interessante salientar que além do trabalho efetuado em nosso grupo, Bernardes et al. (1986), não foram publicados na literatura outros trabalhos sobre este aspecto metodológico da correção da idade aparente através das dimensões dos traços.

Para testar a ocorrência ou não deste fenômeno, o jeito mais simples imaginado foi o de estudar o crescimento das dimensões dos traços espontâneos em amostras não irradiadas. Para isto escolhemos três amostras: i) AG-16, obsidiana de Ziyaret, (Anatolia, Turquia) com  $D_5 / D_I \simeq .96$ , o que significa fading de pouquíssima intensidade, ii) Monte Arci, obsidiana da Sardenha, (Itália) com  $D_5 / D_I \simeq .85$ , fading de intensidade moderada, e iii) PM-8, obsidiana de Kasó, (Eslováquia) com  $D_5 / D_I \simeq .76$ , fading relativamente intenso. Duas frações destas amostras foram protegidas com Cd durante a irradiação ao reator, o que permitiu que se irradiasse as amostras com doses da ordem de  $5 \times 10^{16}$  n/cm<sup>2</sup>. (que são muito mais intensas do que as normalmente utilizadas quando se data amostras de vidros vulcânicos ou quando se irradia amostras para a construção da curva de correção pelas dimensões dos traços) sem que as fissões induzidas por neutrons lentos viessem a atrapalhar as medidas da velocidade de ataque efetuadas sobre traços espontâneos mapeados. É claro que nestas irradiações os danos de irradiação se devem a neutrons rápidos e a raios gama.

Os traços de fissão espontânea foram revelados com um ataque químico padrão, em seguida uma fração de cada amostra foi

submetida a uma irradiação com neutrons, após a qual foram modificadas as dimensões médias dos traços das duas frações em função do tempo de ataque, usando a técnica do mapeamento, para poder observar o crescimento dos mesmos traços.

Na tabela 2 estão apresentados os resultados obtidos assim como as características das irradiações. Nas figuras 9 e 10 estão apresentadas as dimensões médias dos traços espontâneos em função do tempo de ataque para diferentes condições de ataque químico. Na figura 9 usou-se um ataque químico de 25%HF- 15°C, e as amostras foram irradiadas no reator IPEN/CNEN de São Paulo, estação 3, com uma dose de  $\sim 2 \times 10^{15}$  n/cm<sup>2</sup>, na figura 10 o ataque químico foi 20%HF- 40°C, e a irradiação foi feita no reator da universidade de Pavia, Itália, com uma dose de  $\sim 2 \times 10^{14}$  n/cm<sup>2</sup>.

Nas figuras 11 e 12 são apresentados os resultados das dimensões médias dos traços em função do tempo de ataque para as amostras irradiadas e não irradiadas. As irradiações foram realizadas no reator IPEN/CNEN, São Paulo, e durante a irradiação as amostras foram protegidas com Cd e variou-se o tempo de irradiação: irradiações e características delas, assim como o coeficiente angular de cada reta estão na tabela 3.

De uma análise das figuras podemos observar:

1.- Na figura 9 observa-se que praticamente não há diferença entre a velocidade do ataque de amostras irradiadas e não irradiadas. Utilizando-se o método dos mínimos quadrados verifica-se que a velocidade do ataque da amostra irradiada é .7% maior que a amostra não irradiada, para a amostra AG-16, e .9% maior para a amostra PM-8.

2.- Na figura 10 pode-se observar que os traços de fissão da fração irradiada tem velocidade do ataque um pouco superior à dos

| Amostra              | Tempo<br>(min) | virgem          |              |                        | (1) irradiada   |              |                        | (2) irradiada   |              |                        |
|----------------------|----------------|-----------------|--------------|------------------------|-----------------|--------------|------------------------|-----------------|--------------|------------------------|
|                      |                | nº de<br>traços | $\sigma_p$ % | $\bar{D}$<br>( $\mu$ ) | nº de<br>traços | $\sigma_p$ % | $\bar{D}$<br>( $\mu$ ) | nº de<br>traços | $\sigma_p$ % | $\bar{D}$<br>( $\mu$ ) |
| AG-16<br>(Turquia)   | 4              | 43              | 3,68         | 8,99                   | 42              | 2,51         | 9,27                   |                 |              |                        |
|                      | 6              | 43              | 2,37         | 13,14                  | 42              | 1,62         | 13,13                  |                 |              |                        |
|                      | 8              | 43              | 1,67         | 16,93                  | 42              | 1,12         | 17,10                  |                 |              |                        |
|                      | 10             | 43              | 1,43         | 19,95                  | 42              | 0,99         | 20,23                  |                 |              |                        |
|                      | 12             | 43              | 1,53         | 22,94                  | 42              | 0,96         | 23,25                  |                 |              |                        |
| PM-8<br>(Eslovaquia) | 4              | 65              | 3,25         | 5,95                   | 83              | 3,69         | 5,80                   |                 |              |                        |
|                      | 6              | 65              | 2,53         | 8,54                   | 83              | 2,91         | 8,37                   |                 |              |                        |
|                      | 8              | 65              | 2,12         | 10,87                  | 83              | 2,50         | 10,74                  |                 |              |                        |
|                      | 10             | 65              | 1,73         | 13,66                  | 83              | 2,08         | 13,60                  |                 |              |                        |
| AG-16*               | 4              | 51              | 2,35         | 8,70                   | 53              | 2,49         | 8,55                   |                 |              |                        |
|                      | 6              | 51              | 1,47         | 13,57                  | 53              | 1,52         | 13,40                  |                 |              |                        |
|                      | 8              | 51              | 1,02         | 17,69                  | 53              | 0,96         | 17,61                  |                 |              |                        |
|                      | 10             | 51              | 0,95         | 21,30                  | 53              | 0,82         | 21,29                  |                 |              |                        |
| PM-8*                | 4              | 79              | 2,85         | 5,77                   | 101             | 2,59         | 5,62                   |                 |              |                        |
|                      | 6              | 79              | 2,20         | 9,00                   | 101             | 2,01         | 8,78                   |                 |              |                        |
|                      | 8              | 79              | 1,99         | 12,03                  | 101             | 1,65         | 11,85                  |                 |              |                        |
|                      | 10             | 79              | 1,79         | 14,74                  | 101             | 1,44         | 14,54                  |                 |              |                        |
| AG-16**              | 4              | 48              | 3,83         | 8,36                   | 47              | 3,30         | 8,65                   | 41              | 3,07         | 9,10                   |
|                      | 6              | 48              | 2,19         | 12,93                  | 47              | 2,06         | 13,44                  | 41              | 1,96         | 13,62                  |
|                      | 8              | 48              | 1,31         | 16,85                  | 47              | 1,34         | 17,45                  | 41              | 1,34         | 17,48                  |
|                      | 10             | 48              | 0,97         | 20,10                  | 47              | 1,08         | 20,84                  | 41              | 1,17         | 20,65                  |
| PM-8**               | 4              | 58              | 3,64         | 5,61                   | 67              | 3,73         | 5,44                   | 40              | 4,35         | 5,40                   |
|                      | 6              | 58              | 2,87         | 8,45                   | 67              | 2,56         | 8,57                   | 40              | 3,01         | 8,20                   |
|                      | 8              | 58              | 2,16         | 11,63                  | 67              | 1,94         | 11,91                  | 40              | 2,43         | 11,24                  |
|                      | 10             | 58              | 1,89         | 14,20                  | 67              | 1,76         | 14,78                  | 40              | 2,27         | 13,73                  |

Tabela 2 - Diâmetro médio em função do tempo de ataque para duas amostras irradiadas: AG-16, Turquia, e PM-8, Eslovaquia. Usando a técnica de mapeamento mediu-se o diâmetro médio dos traços na fração não irradiada (virgem) e irradiada em diferentes condições

nº de traços= número de traços mapeados

$\sigma_p$  % = erro experimental em percentual

$\bar{D}$  ( $\mu$ ) = Diâmetro médio em microns

AG-16\* e PM-8\* = Amostras irradiadas e protegidas com Cd durante uma irradiação de 6'

AG-16\*\* e PM-8\*\* = O tempo de irradiação foi 28', coluna (1), e 139', coluna (2). Em ambos casos as amostras foram protegidas com Cd durante a irradiação.

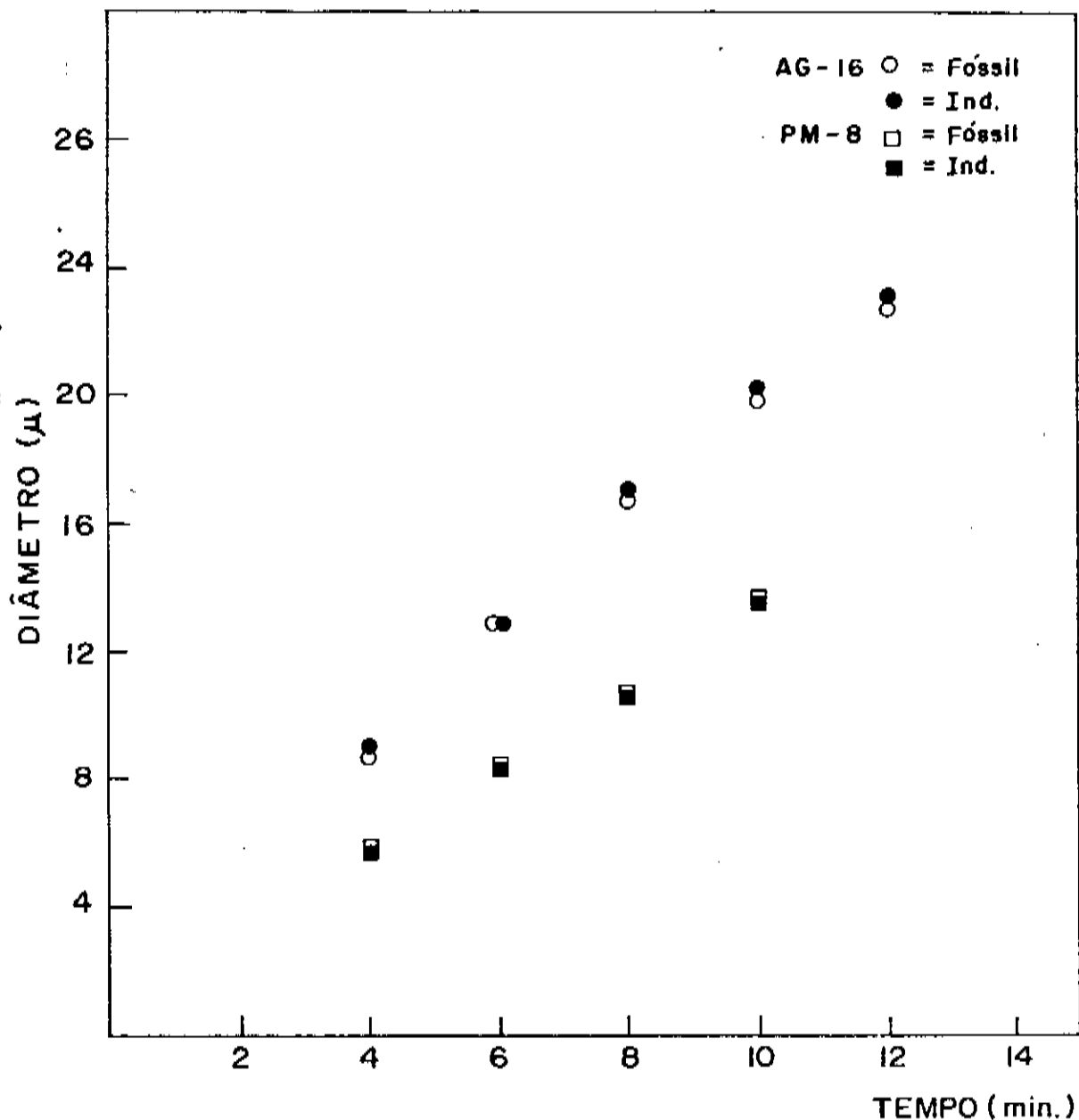
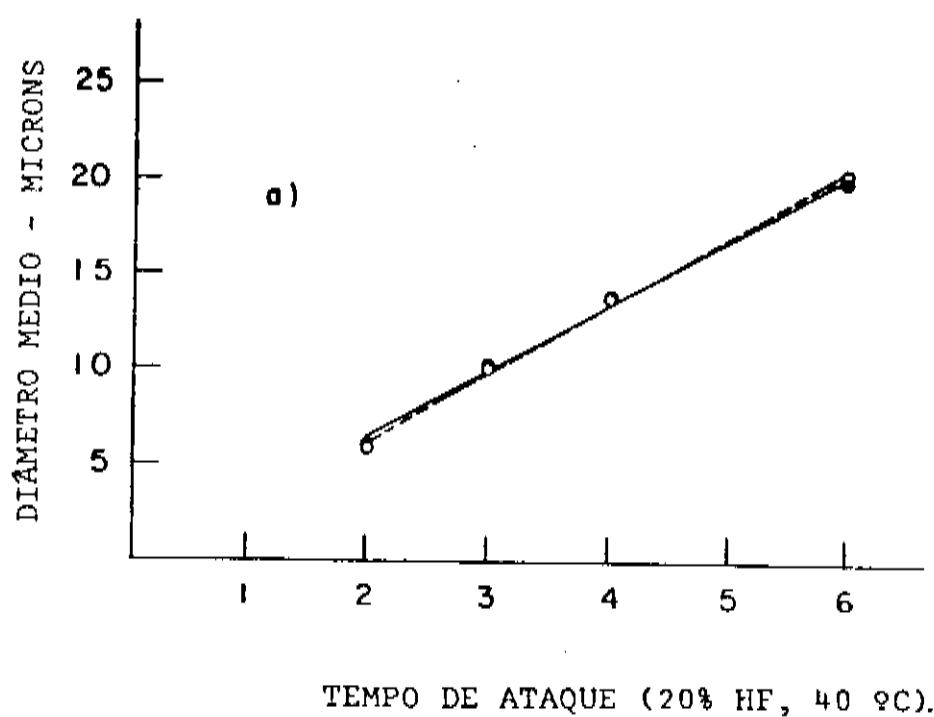


Figura 9:

Diâmetro médio dos traços da amostra irradiada (ind.) e não irradiada (Fóssil) em função do tempo do ataque para duas obsidianas diferentes: AG-16 de Ziyaret (Turquia) e PM-8, Kasó (Eslováquia). As medidas dos diâmetros foi feita usando a técnica do mapeamento, visando observar se tinha uma diferença entre a velocidade de ataque dos traços da amostra irradiada e não irradiada.



Figura\_10:  
Diâmetro médio em função do tempo de ataque para uma obsidiana do Monte Arci (Itália): uma fração da amostra foi irradiada no reator de Pavia (Itália), linha cortada, a outra fração não foi irradiada (Bernardes et al. (1986)).



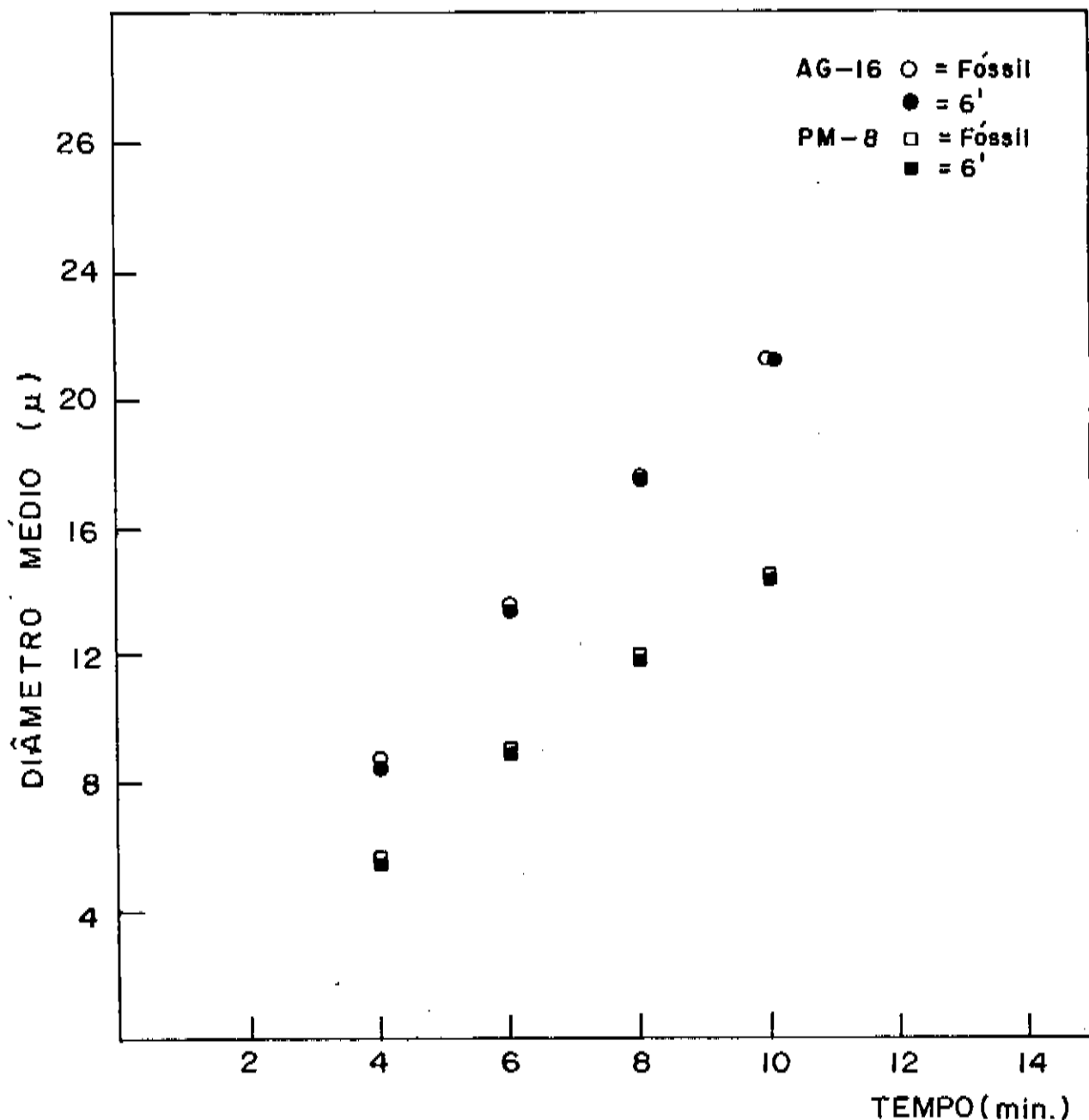


Figura 11:

Diâmetro médio em função do tempo de ataque para as amostras AG-16 e PM-8. As amostras irradiadas foram protegidas com cádmio para que as fissões induzidas por neutrons lentos não atrapalhassem a medida dos traços fósseis mapeados. O círculo em preto, ou quadrado no caso da amostra PM-8, vem indicar a fração irradiada (6' de irradiação com uma dose total de  $2 \times 10^{15}$  neutrons/cm<sup>2</sup>).

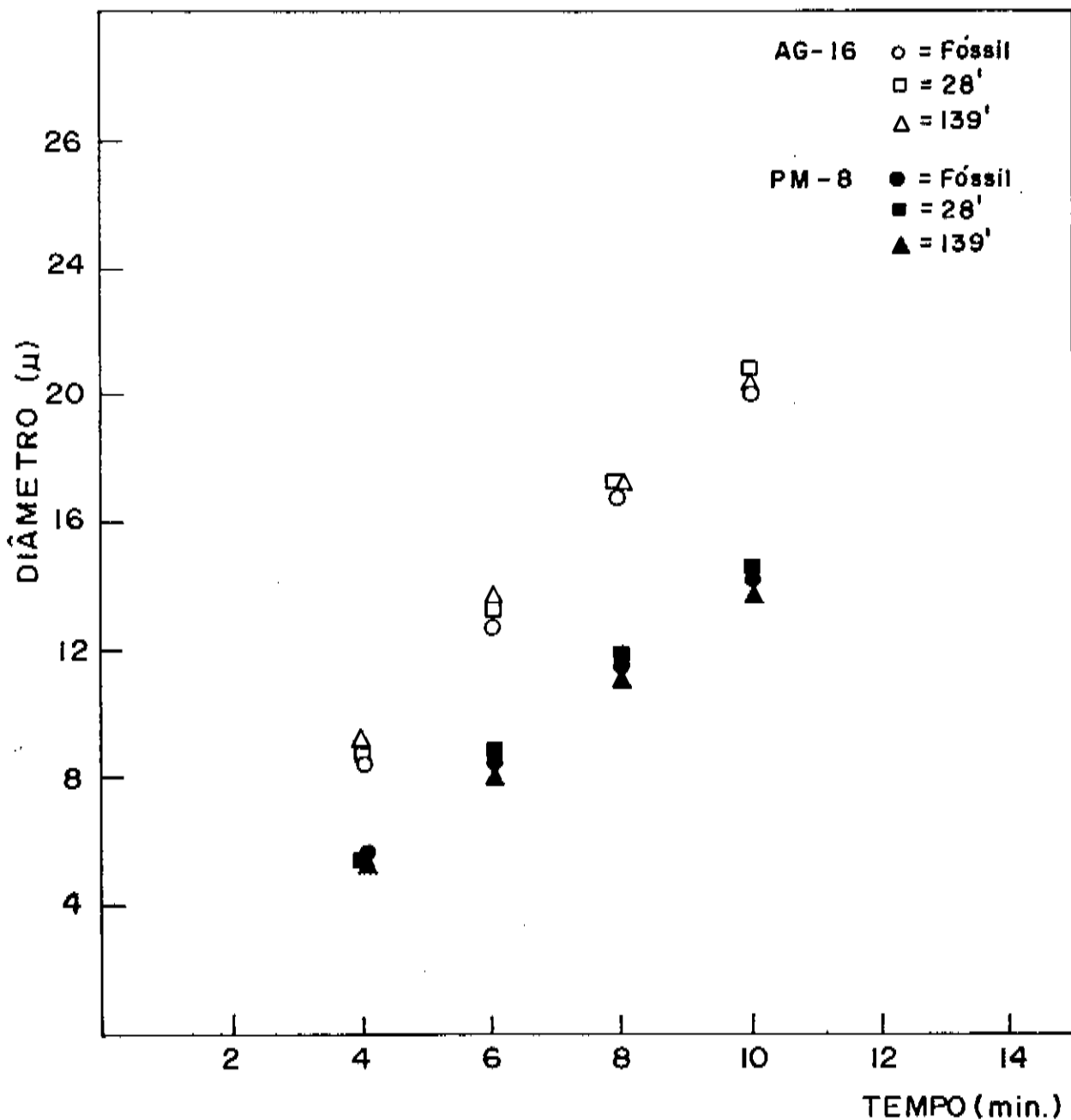


Figura 12:

Diâmetro médio em função do tempo de ataque. Da mesma forma que na figura anterior, as amostras irradiadas foram protegidas com cádmio. 28' e 139' são os tempos de irradiação; as doses alcançadas foram de  $1 \times 10^{16}$  e  $5 \times 10^{16} \text{ n / cm}^2$  respectivamente.

| AMOSTRA | NÃO<br>IRRADIADA | $2 \times 10^{15}$ | $2 \times 10^{15}$<br>(Cd-6') | $1 \times 10^{16}$<br>(Cd-28') | $5 \times 10^{16}$<br>(Cd-139') |
|---------|------------------|--------------------|-------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|
| AG-16   | 1.74             | 1.75<br>(+.7%)     |                               |                                |                                 |
|         | 2.10             |                    | 2.12<br>(+1.2%)               |                                |                                 |
|         | 1.96             |                    |                               | 2.02<br>(+3.4%)                | 1.93<br>(-1.6%)                 |
| PM-8    | 1.27             | 1.29<br>(.9%)      |                               |                                |                                 |
|         | 1.50             |                    | 1.49<br>(-.4%)                |                                |                                 |
|         | 1.45             |                    |                               | 1.57<br>(+8.3%)                | 1.40<br>(-3.2%)                 |

Tabela 3. - Coeficientes angulares das retas obtidas com os dados da tabela anterior, para as diferentes irradiações. O valor indicado entre parenteses é a diferença entre o coeficiente angular da reta da fração irradiada com respeito da não irradiada.

traços de fissão da fração não irradiada: o coeficiente angular da amostra irradiada é 5% mais elevado.

3.- Na figura 11 são apresentados os dados da velocidade do ataque para as mesmas amostras da figura 10, neste caso durante a irradiação as amostras foram protegidas com Cd: o tempo de irradiação foi 6' com uma dose de  $\sim 2 \times 10^{15}$  n/cm<sup>2</sup>, para ambas as amostras.

Podemos observar que para ambas as amostras a fração irradiada praticamente não apresenta diferença na velocidade de ataque com respeito à amostra não irradiada: no caso da amostra AG-16 o coeficiente angular é 1,2% mais elevado na fração irradiada, e na amostra PM-8 o coeficiente angular é .4% menor com respeito à amostra não irradiada.

4.- Por último na figura 12 temos as velocidades de ataque para as duas amostras não irradiadas e irradiadas e protegidas com Cd: a irradiação foi  $1 \times 10^{16}$  durante 28' e  $5 \times 10^{16}$  n/cm<sup>2</sup> durante 139'.

O coeficiente angular foi calculado para cada caso: as diferenças entre o coeficiente angular das amostras irradiadas 28' e 139' com respeito à não irradiada foi 3,4% e -1,6% respectivamente para a amostra AG-16 e 8,3% e -3,2%, na amostra PM-8.

Calculando o erro que afeta os coeficientes angulares, nos encontramos valores entre 3% e 4%, do que podemos dizer que as diferenças entre os coeficientes angulares das frações irradiadas e não irradiadas estão dentro do erro, ou seja as pequenas diferenças entre eles indica que não houve uma diferença significativa nas velocidades de ataque (o valor 8,3% encontrado não é significativo dentro dos sete valores que estão dentro do erro citado) das amostras irradiadas com respeito às não irra-

diadas: o efeito da irradiação, se existir, é apenas um efeito que não interfere nas medidas das razões  $\bar{D}/\bar{D}_0$  e  $\rho/\rho_0$ , nas condições em que foi efetuado este trabalho

## 5.2.-Dependência da curva de correção com ataque químico, tratamento térmico e amostra.

Nos artigos onde questionam a validade das correções, Boellstorff et al. (1975) e (1980) discordam da hipótese sobre a qual se baseia a técnica de correção pelas dimensões: a de que uma diminuição no tamanho médio dos traços para um dado ataque químico, corresponde a uma só diminuição da densidade superficial, independentemente do fenómeno térmico que a provocou, ou seja, discordam se se pode comparar o efeito de um fenómeno térmico a baixa temperatura, que ocorre durante um período de tempo longo, com aqueles provocados em laboratório a altas temperaturas num período de tempo curto.

É surpreendente salientar que os autores acima criticam este método de correção utilizando uma curva construída por Storzer e Wagner (1971), (para um dado tipo de vidro natural chamado tectita) para corrigir os dados obtidos por eles de um dado material diferente e cujo tratamento químico a que foi submetido foi diferente do utilizado por Storzer e Wagner.

O procedimento experimental empregado por aqueles autores só seria correto se estivesse já demonstrada a existência de uma curva de corrosão universal, independente das características do vidro e do ataque químico.

Neste item da tese de mestrado estudamos a validade das críticas mencionadas acima e procuramos avaliar a possibilidade de se obter uma curva de corrosão padrão para vidros vulcânicos, que independa do tratamento químico, do tratamento térmico e da amostra, pelo menos para amostras do mesmo tipo. Além das críticas citadas, a justificativa desta pesquisa é que uma curva padrão facilitaria muito o trabalho experimental; um apoio está no trabalho de Somogy e Nagy (1972) que propõe uma curva padrão do tipo  $\bar{D}/\bar{D}_0 = (\rho/\rho_0)^{1/2}$ , que seria atingida quando o ataque químico dos traços é suficientemente prolongado.

#### 5.2.1.- Dependência da curva de corrosão com ataque químico.

Nesta parte de nossa pesquisa construímos uma curva de corrosão para uma amostra da obsidiana de Monto Arci, Itália. Para isto submetemos uma fração da amostra irradiada (contendo traços de fissão induzida) a tratamentos químicos diferentes, os dados estão na tabela 4. Como podemos observar na tabela, mudou-se tanto o tempo de ataque como a temperatura do banho e a concentração do ácido, e dos dados da tabela 4 e da figura 13 podemos dizer que:

| Aq.  | $n_C$<br>$n_D$ | $n_T$ | $x^2$ | $\rho(\text{tr/cm}^2)$<br>$\bar{D}(\mu)$  | $\rho / \rho_0$<br>$\bar{D}/\bar{D}_0$ |
|------|----------------|-------|-------|-------------------------------------------|----------------------------------------|
| -    | 50<br>100      | 1232  | 54,3  | $1,85 \pm 3,00$ (2,84)<br>$8,10 \pm 1,83$ |                                        |
| 15'  | 100<br>100     | 3923  | 77,1  | $1,74 \pm 1,41$ (1,59)<br>$7,59 \pm 1,99$ | $.94 \pm 3,39$<br>$.94 \pm 2,70$       |
| 30'  | 100<br>100     | 3520  | 102,1 | $1,56 \pm 1,71$ (1,69)<br>$6,88 \pm 1,91$ | $.84 \pm 3,45$<br>$.85 \pm 2,65$       |
| -    | 100<br>101     | 3667  | 102,5 | $1,63 \pm 1,68$ (1,65)<br>$9,22 \pm 1,73$ |                                        |
| 1 h  | 100<br>101     | 2765  | 112,3 | $1,23 \pm 2,03$ (1,90)<br>$7,10 \pm 1,87$ | $.75 \pm 2,64$<br>$.77 \pm 2,55$       |
| 3 h  | 50<br>100      | 783   | 41,7  | $1,18 \pm 3,30$ (3,57)<br>$7,30 \pm 1,50$ | $.72 \pm 3,94$<br>$.79 \pm 2,29$       |
| -    | 100<br>100     | 4066  | 121,0 | $1,81 \pm 1,73$ (1,56)<br>$9,49 \pm 1,93$ |                                        |
| 13 h | 100<br>100     | 2801  | 118,6 | $1,24 \pm 2,06$ (1,89)<br>$6,98 \pm 1,51$ | $.69 \pm 2,69$<br>$.74 \pm 2,45$       |
| 23 h | 100<br>100     | 2615  | 116,1 | $1,16 \pm 2,12$ (1,96)<br>$6,17 \pm 1,91$ | $.64 \pm 2,74$<br>$.65 \pm 2,72$       |
| 47 h | 100<br>101     | 2287  | 125,8 | $1,02 \pm 2,35$ (2,09)<br>$5,47 \pm 2,72$ | $.56 \pm 2,92$<br>$.58 \pm 3,33$       |
| -    | 98<br>100      | 3834  | 108,0 | $1,74 \pm 1,70$ (1,62)<br>$9,40 \pm 2,25$ |                                        |
| 13 h | 80<br>99       | 2252  | 87,4  | $1,25 \pm 2,22$ (2,10)<br>$7,11 \pm 1,74$ | $.72 \pm 2,80$<br>$.76 \pm 2,84$       |
| 23 h | 100<br>100     | 2252  | 110,2 | $1,00 \pm 2,22$ (2,10)<br>$6,44 \pm 2,34$ | $.57 \pm 2,80$<br>$.69 \pm 2,90$       |

( continua )

| Aq.   | $n_C$<br>$n_D$ | $n_T$ | $\chi^2$ | $\rho$ (tr/cm <sup>2</sup> )<br>$\bar{D}(\mu)$ | $\rho/\rho_0$<br>$\bar{D}/\bar{D}_0$ |
|-------|----------------|-------|----------|------------------------------------------------|--------------------------------------|
| 47 h  | 101            | 2422  | 111,3    | 1,10±2,14 (2,03)                               | .61±2,70                             |
|       | 100            |       |          | 6,72±2,40                                      | .71±2,91                             |
| -     | 100            | 4038  | 95,1     | 1,79±1,54 (1,57)                               |                                      |
|       | 100            |       |          | 9,00±2,20                                      |                                      |
| 100 h | 100            | 1991  | 92,7     | 0,89±2,17 (2,24)                               | .49,±2,73                            |
|       | 100            |       |          | 5,72±1,79                                      | .63 ±2,90                            |
| 198 h | 100            | 2064  | 93,5     | 0,92±2,14 (2,20)                               | .51 ±2,70                            |
|       | 101            |       |          | 5,30±2,07                                      | .59 ±3,08                            |
| -     | 100            | 3911  | 131,5    | 1,74±1,84 (1,60)                               |                                      |
|       | 100            |       |          | 9,80±2,08                                      |                                      |
| 100 h | 100            | 2178  | 87,9     | 0,97±2,02 (2,14)                               | .56 ±2,82                            |
|       | 100            |       |          | 5,80±1,99                                      | .59 ±2,88                            |
| 198 h | 100            | 1882  | 91,3     | 0,84±2,21 (2,31)                               | .48 ±2,95                            |
|       | 100            |       |          | 5,50±1,93                                      | .56 ±2,84                            |
| -     | 100            | 4111  | 86,5     | 1,82±1,45 (1,56)                               |                                      |
|       | 100            |       |          | 8,50±1,84                                      |                                      |
| 422 h | 100            | 1635  | 101,3    | 7,26±2,50 (2,47)                               | .40 ±2,95                            |
|       | 100            |       |          | 4,60±2,14                                      | .54 ±2,82                            |
| 422 h | 100            | 1691  | 105,7    | 7,51±2,51 (2,43)                               | .41 ±2,95                            |
|       | 100            |       |          | 4,20±2,15                                      | .49 ±2,83                            |

Tabela 4a. - Dados obtidos da amostra de Monte Arce submetida a tratamento térmico de 200°C e ataque químico padrão. Foram obtidas as razões  $\bar{D}/\bar{D}_0$  ( $\bar{D}_0$  refere-se ao diâmetro médio dos traços induzidos não aquecidos) e  $\rho/\rho_0$  ( $\rho_0$  refere-se à densidade superficial dos traços induzidos não aquecidos)

Aq. = tempo de aquecimento

$n_C$  e  $n_D$  = representam respectivamente o número de campos contados e o número de traços medidos

$n_T$  = número total de traços contados para cada aquecimento

$\chi^2$  = valores obtidos do teste de  $\chi^2$  que numa distribuição possioniana tende a  $(n-1)$

$\rho$  = densidade de traços por cm<sup>2</sup>. A ordem de grandeza é de 10<sup>5</sup> e cada medida apresenta o erro experimental dado em porcentagem e o erro possioniano, entre parenteses

$\bar{D}$  = diâmetro médio dos traços em unidades de microns ( $\mu$ ), mais o erro experimental percentual da medida

$\rho/\rho_0$  = razão entre as densidades de traços induzidos aquecidos e não aquecidos com seu respectivo erro experimental em percentual

$\bar{D}/\bar{D}_0$  = diâmetro médio dos traços de fissão induzida aquecidos e não aquecidos com o erro percentual da razão



| Aq.   | $n_C$<br>$n_D$ | $n_T$ | $\chi^2$ | $\rho$ (tr/cm <sup>2</sup> )<br>$\bar{D}(\mu)$ | $\rho/\rho_0$<br>$\bar{D}/\bar{D}_0$ |
|-------|----------------|-------|----------|------------------------------------------------|--------------------------------------|
| -     | 100            | 11262 | 76,8     | 5,00±0,83 (0,94)                               |                                      |
|       | 100            |       |          | 8,00±1,77                                      |                                      |
| 5 h   | 100            | 9881  | 121,7    | 4,40±1,12 (1,0)                                | .88±1,46                             |
|       | 100            |       |          | 7,50±1,26                                      | .94±2,17                             |
| 518 h | 100            | 7383  | 75,6     | 3,30±2,02 (1,16)                               | .66±1,49                             |
|       | 100            |       |          | 6,00±1,62                                      | .75±2,40                             |
| 998 h | 100            | 6406  | 108,2    | 2,85±1,31 (1,25)                               | .57±1,61                             |
|       | 100            |       |          | 5,60±1,93                                      | .70±2,62                             |
| -     | 100            | 6596  | 72,6     | 4,96±1,05 (1,23)                               |                                      |
|       | 100            |       |          | 8,56±1,20                                      |                                      |
| 2 h   | 100            | 6094  | 103,1    | 4,58±1,31 (1,28)                               | .92±2,24                             |
|       | 100            |       |          | 8,00±1,73                                      | .93±2,34                             |
| 518 h | 100            | 4293  | 81,4     | 3,23±1,38 (1,53)                               | .65±2,38                             |
|       | 100            |       |          | 5,88±1,83                                      | .69±2,42                             |
| 998 h | 100            | 4183  | 96,8     | 3,14±1,53 (1,55)                               | .63±2,39                             |
|       | 100            |       |          | 5,58±2,51                                      | .65±2,97                             |

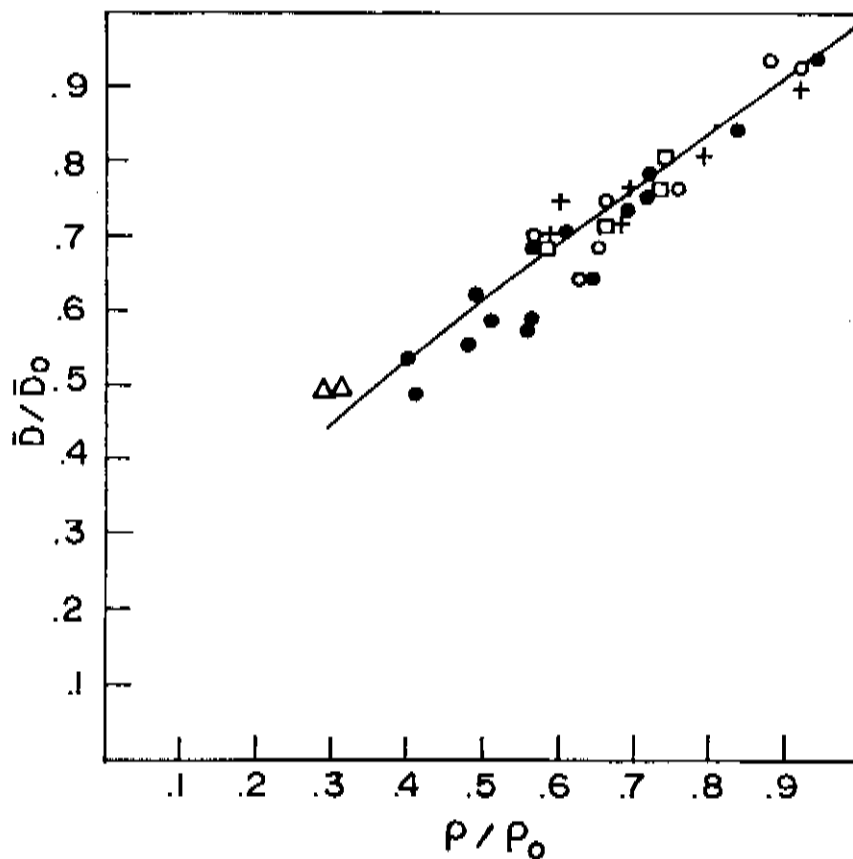
Tabela 4b. - Dados obtidos da mesma amostra da tabela anterior, submetida a um tratamento térmico de 150°C.

| Aq.   | $n_C$<br>$n_D$ | $n_T$ | $\chi^2$ | $\rho$ (tr/cm <sup>2</sup> )<br>$\bar{D}(\mu)$ | $\rho/\rho_0$<br>$\bar{D}/\bar{D}_0$ |
|-------|----------------|-------|----------|------------------------------------------------|--------------------------------------|
| -     | 100            | 6739  | 85,9     | 5,07±1,13 (1,22)                               | .                                    |
|       | 100            |       |          | 9,9 ±2,19                                      |                                      |
| 2h    | 100            | 6203  | 91,0     | 4,66±1,22 (1,27)                               | .92±1,76                             |
|       | 100            |       |          | 8,91±1,97                                      | .90±2,99                             |
| 34h   | 100            | 5355  | 85,6     | 4,03±1,27 (1,37)                               | .79±1,63                             |
|       | 100            |       |          | 8,0 ±2,14                                      | .81±3,06                             |
| 78h   | 100            | 4672  | 93,1     | 3,61±1,42 (1,46)                               | .69±1,90                             |
|       | 100            |       |          | 7,6 ±1,89                                      | .77±2,89                             |
| 157h  | 100            | 4595  | 97,4     | 3,45±1,46 (1,42)                               | .68±1,92                             |
|       | 100            |       |          | 7,1 ±2,2                                       | .72±3,1                              |
| 319h  | 100            | 4067  | 81,9     | 3,06±1,43 (1,57)                               | .60±1,96                             |
|       | 100            |       |          | 7,4 ±1,97                                      | .75±3,11                             |
| 998h  | 100            | 3871  | 77,6     | 2,91±1,42 (1,61)                               | .57±2,02                             |
|       |                |       |          | 6,9 ±2,1                                       | .70±3,03                             |
| -     | 50             | 1444  | 34,8     | 2,17±2,22 (2,63)                               |                                      |
|       | 100            |       |          | 8,63±2,27                                      |                                      |
| 216*h | 50             | 452   | 31,4     | .68±2,35 (4,70)                                | .31±5,38                             |
|       | 100            |       |          | 4,3 ±1,88                                      | .50±2,95                             |
| -     | 50             | 1459  | 39,7     | 2,2 ±2,35 (2,62)                               |                                      |
|       | 100            |       |          | 11,1 ±1,73                                     |                                      |
| 244*h | 56             | 475   | 39,8     | .64±3,9 (4,58)                                 | .29±5,27                             |
|       | 100            |       |          | 5,61±1,45                                      | .50±2,26                             |

Tabela 1c. - A mesma amostra das tabelas anteriores, neste caso o tratamento térmico foi de 150°C, e o ataque químico de 25%HF- 15°C- 5'. Os dados indicados com \* representam aquecimentos de 250°C.

| Aq.  | $n_C$<br>$n_D$ | $n_T$ | $\chi^2$ | $\rho$ (tr/cm <sup>2</sup> )<br>$\bar{D}(\mu)$ | $\rho/\rho_0$<br>$\bar{D}/\bar{D}_0$ |
|------|----------------|-------|----------|------------------------------------------------|--------------------------------------|
| -    | 55<br>100      | 1472  | 48,1     | 2,0 $\pm$ 2,46 (2,60)<br>12,8 $\pm$ 2,00       |                                      |
| 1 h  | 50<br>100      | 985   | 36,7     | 1,48 $\pm$ 2,76 (3,18)<br>10,36 $\pm$ 1,80     | .74 $\pm$ 4,11<br>.81 $\pm$ 2,69     |
| 3 h  | 50<br>102      | 971   | 47,9     | 1,46 $\pm$ 3,17 (3,21)<br>9,83 $\pm$ 1,55      | .73 $\pm$ 4,52<br>.77 $\pm$ 2,38     |
| 13 h | 50<br>103      | 881   | 39,7     | 1,32 $\pm$ 3,00 (3,36)<br>9,20 $\pm$ 2,14      | .66 $\pm$ 4,25<br>.72 $\pm$ 2,92     |
| 23 h | 50<br>100      | 773   | 38,8     | 1,16 $\pm$ 3,20 (3,60)<br>8,90 $\pm$ 2,34      | .58 $\pm$ 4,44<br>.69 $\pm$ 3,08     |

Tabela 4d. - Nesta tabela a amostra das tabelas anteriores, foi submetida a um tratamento térmico de 200°C e um ataque químico de 20%HF- 40°C- 2'. Para todas estas tabelas vale explicação da tabela 4a.



Figura\_13:

Curva de correção pelas dimensões para uma amostra do Monte Ar-  
ci. A amostra foi submetida a diferentes ataques químicos e dife-  
rentes tratamentos térmicos (tabelas 4 a), b), , c) e d)) para ob-  
servar se existe, ou não, uma dependência com o ataque químico e  
com a temperatura. Os tratamentos térmicos e ataques químicos são:

- = 200 °C → 25% HF - 15 °C - 4'
- = 150 °C → 25% HF - 15 °C - 4'
- + = 150 °C → 25% HF - 15 °C - 5'
- = 200 °C → 20% HF - 40 °C - 2'
- Δ = 250 °C → 25% HF - 15 °C - 4'

(D, D<sub>0</sub> e ρ, ρ<sub>0</sub> se referem às dimensões médias e densidades super-  
ficiais respectivamente das amostras aquecidas e não aquecidas).

1.- A curva de correção depende do ataque químico, embora a curva apresente uma grande dispersão. Pode-se observar que na região onde  $\bar{D}/\bar{D}_0$  vale aproximadamente .5, os pontos experimentais parecem se desviar para o lado esquerdo, isto é observado tanto na figura 13 quanto na 14 e 15, e se deve possivelmente, a que o ataque químico realizado nas amostras foi um tanto mais forte (ver tabela de dados), como podemos observar comparando os valores de  $D_0$ , dos traços não aquecidos, dos últimos ataques químicos com aqueles dos primeiros ataques químicos.

2.- Para a amostra de Monte Arci foram construídas curvas de correção em diferentes condições de ataque químico: uma delas apresentada na figura 2, ataque químico 20% HF- 40°C- 120", obtida por G. Bigazzi (comunicação pessoal), a outra, obtida nesta tese, dados da tabela 4a), 4b), 4c) e 4d). Novamente vemos que existe uma diferença entre as curvas obtidas em condições de ataque químico diferentes e por laboratórios diferentes.

#### 5.2.2.- Dependência da curva de correção pelas dimensões com tratamento térmico.

Em Bernardes et al.(1986) foi feito um estudo sobre a validade do método de correção pelas dimensões, e uma das hipóteses ali avaliadas foi a de que a relação entre a redução do diâmetro e a redução da densidade independe das características do fenômeno que causou o fading. É importante dizer que neste artigo construiu-se uma curva com dados obtidos de diferentes amostras,

mas de mesma origem, coletadas em diferentes pontos, distantes alguns quilômetros um do outro. Estas amostras apresentavam diferentes graus de fading e a curva que mostra a relação dos valores das razões  $\bar{D}_S / \bar{D}_I$  em função de  $T_{app}/T_p$ ,  $T_{app}$  é a idade aparente e  $T_p$  idade de plateau, construída com os dados obtidos de traços de fissão espontânea, é muito semelhante à curva de correção construída submetendo frações das amostra contendo traços de fissão induzida, a tratamentos térmicos a altas temperaturas durante períodos de tempo curto.

Os dados experimentais obtidos nesta tese, tabela 4 e figura 14, mostram resultados muito claros: o tratamento térmico não afeta a curva de correção, o que confirma os resultados do artigo citado acima, dando mais suporte experimental à técnica de correção pelas dimensões.

Aquí o argumento no sentido negativo funciona muito bem: se a curva de correção dependesse da temperatura o método não funcionaria, porque para cada fading teria que se descobrir a temperatura, e seu ciclo, que ocasionou o fading, para nestas condições se levantar a curva de correção adequada.

Com os dados do artigo citado e com os dados desta tese podemos dizer que uma vez levantada a curva de correção para um dado vidro vulcânico ela corrige corretamente as idades de amostras de mesmo origem, que foram submetidas a diferentes graus de fading (desde que, é claro, a amostra a ser datada e as utilizadas para levantar a curva de correção tenham sido atacadas quimicamente em condições iguais).

### 5.2.3.-Dependência da curva de correção pelas dimensões com a amostra.

Foram levantadas três curvas de correção pelas dimensões: amostra de Monte Arci, figura 13,, amostra da Ilha de Lipari, figura 14, e amostra do Equador figura 15, os dados utilizados estão nas tabelas 4, 5, e 6, respectivamente.

Na figura 16 apresentamos as curvas mencionadas assim como uma curva de correção para a amostra de Monte Arci, cedida para esta tese (Bigazzi, comunicação pessoal), e uma curva de correção analítica obtida por Somogy e Nagy, (1972), do tipo  $D/D_0 = (\rho/\rho_0)^{1/2}$  que seria alcançada para ataques químicos bastante prolongados. Nesta figura duas das curvas estão mais próximas, Monte Arci e Equador, em quanto que a terceira, Lipari, é definitivamente diferente (estas curvas foram obtidas nesta tese).

Amostras diferentes significa composição química diferente, logo reatividades diferentes ao ataque químico. Uma amostra menos reativa é subatacada em relação ao mesmo ataque numa amostra mais reativa. Pode ser que aqui também o limite seja a curva de Somogy e Nagy, nossos dados, porém, não são concordantes com essa hipótese, pois a obsidiana do Equador, que é menos reativa do que as outras duas, tem uma curva de correção que mais se aproxima da curva de Somogy e Nagy, o que significa que características das amostras são parâmetros muito importantes na curva de correção.

| Aq. | $n_C$<br>$n_D$ | $n_T$ | $\chi^2$ | $\rho$ (1r/cm <sup>2</sup> )<br>$\bar{D}(\mu)$ | $\rho/\rho_0$<br>$\bar{D}/\bar{D}_0$ |
|-----|----------------|-------|----------|------------------------------------------------|--------------------------------------|
| -   | 100            | 10639 | 103,0    | 4,73±0,99 (,97)                                |                                      |
|     | 102            |       |          | 10,00±2,55                                     |                                      |
| 1 h | 100            | 5664  | 105,6    | 2,52±1,37 (1,30)                               | .53±1,69                             |
|     | 101            |       |          | 7,30±1,79                                      | .73±3,11                             |
| 3 h | 100            | 5007  | 76,7     | 2,22±1,24 (1,4)                                | .47±1,72                             |
|     | 100            |       |          | 6,73±2,22                                      | .67±3,46                             |
| -   | 101            | 11954 | 93,8     | 5,26±0,89 (0,9)                                |                                      |
|     | 100            |       |          | 9,92±3,87                                      |                                      |
| 13h | 100            | 6121  | 105,4    | 2,72±1,32 (1,30)                               | .52±1,60                             |
|     | 101            |       |          | 6,75±2,84                                      | .68±4,80                             |
| 23h | 100            | 5014  | 83,4     | 2,22±1,30 (1,40)                               | .42±1,68                             |
|     | 100            |       |          | 6,37±2,28                                      | .64±4,49                             |
| 47h | 100            | 4392  | 119,2    | 1,95±1,66 (1,50)                               | .37±1,90                             |
|     | 100            |       |          | 5,74±3,04                                      | .58±4,92                             |
| -   | 100            | 10880 | 80,4     | 4,84±0,86 (1,0)                                |                                      |
|     | 100            |       |          | 10,44±2,75                                     |                                      |
| 13h | 100            | 5792  | 86,3     | 2,57±1,23 (1,30)                               | .53±2,80                             |
|     | 100            |       |          | 7,02±2,31                                      | .67±3,41                             |
| 23h | 96             | 4600  | 132,9    | 2,13±1,74 (1,50)                               | .44±2,01                             |
|     | 100            |       |          | 6,55±2,39                                      | .63±3,64                             |
| 47h | 100            | 4153  | 88,9     | 1,85±1,47 (1,60)                               | .38±1,89                             |
|     | 100            |       |          | 5,98±2,69                                      | .57±3,84                             |
| -   | 100            | 11994 | 81,6     | 5,33±0,83 (,90)                                |                                      |
|     | 100            |       |          | 9,75±2,49                                      |                                      |
| 23h | 100            | 4916  | 117,4    | 2,18±1,55 (1,40)                               | .41±1,80                             |
|     | 100            |       |          | 5,88±2,17                                      | .60±3,30                             |
| -   | 100            | 10617 | 78,2     | 4,70±0,86 (1,0)                                |                                      |
|     | 101            |       |          | 10,30±2,52                                     |                                      |
| 100 | 100            | 3226  | 111,3    | 1,43±1,87 (1,8)                                | .30±3,66                             |
|     | 101            |       |          | 4,91±2,19                                      | .48±3,14                             |

(continua)



| Aq.  | $n_C$<br>$n_D$ | $n_T$ | $x'$  | $\rho$ (tr/cm <sup>2</sup> )<br>$\bar{D}(\mu)$ | $\rho/\rho_0$<br>$\bar{D}/\bar{D}_0$ |
|------|----------------|-------|-------|------------------------------------------------|--------------------------------------|
| 198h | 100            | 2574  | 112,5 | 1,14±2,10 (2,0)                                | .24±2,31                             |
|      | 100            |       |       | 5,24±1,89                                      | .51±3,15                             |
| -    | 100            | 10406 | 113,4 | 4,63±1,05 (1,0)                                |                                      |
|      | 100            |       |       | 10,83±2,38                                     |                                      |
| 100h | 100            | 3471  | 86,5  | 1,54±1,59 (1,70)                               | .33±1,99                             |
|      | 100            |       |       | 5,71±2,06                                      | .53±3,15                             |
| 198h | 100            | 2630  | 99,9  | 1,17±1,96 (1,95)                               | .25±2,22                             |
|      | 100            |       |       | 5,22±2,11                                      | .48±3,18                             |
| -    | 100            | 10957 | 80,6  | 4,87±0,86 (0,95)                               |                                      |
|      | 100            |       |       | 8,91±2,53                                      |                                      |
| 422h | 100            | 1919  | 112,6 | 8,53±2,43 (2,28)                               | .17±2,61                             |
|      | 100            |       |       | 4,25±1,95                                      | .48±3,19                             |
| 422h | 100            | 1875  | 80,8  | 8,33±2,09 (2,30)                               | .17±2,49                             |
|      | 100            |       |       | 4,24±1,91                                      | .47±3,17                             |

Tabela 5a. - Dados obtidos da amostra da Ilha de Lipari submetida a um tratamento térmico de 200°C e um ataque químico padrão, 25%HF- 15°C- 4'.

| Aq.     | $n_C$<br>$n_D$ | $n_T$ | $\chi^2$ | $\rho$ (tr/cm <sup>2</sup> )<br>$\bar{D}(\mu)$ | $\rho/\rho_0$<br>$\bar{D}/\bar{D}_0$ |
|---------|----------------|-------|----------|------------------------------------------------|--------------------------------------|
| -       | 51<br>102      | 3110  | 35,7     | 4,59±1,51 (1,79)<br>11,22±1,78                 |                                      |
| 30'     | 53<br>101      | 3022  | 30,4     | 4,29±1,39 (1,82)<br>11,38±1,50                 | .94±2,65<br>1,00±2,33                |
| 1h      | 50<br>100      | 2827  | 44,5     | 4,26±1,79 (1,88)<br>10,94±1,65                 | .93±2,60<br>.98±2,43                 |
| 20h*    | 50<br>100      | 624   | 42,0     | 0,94±3,70 (4,0)<br>5,48±1,33                   | .21±4,38<br>.49±2,22                 |
| 42h*    | 50<br>101      | 475   | 96,6     | 0,71±4,12 (4,59)<br>4,85±1,20                  | .16±4,93<br>.43±2,15                 |
| -       | 50<br>101      | 3345  | 35,6     | 5,03±1,47 (1,72)<br>11,22±2,00                 |                                      |
| 3h      | 50<br>100      | 3072  | 37,4     | 4,62±1,58 (1,8)<br>10,46±1,95                  | .91±2,33<br>.95±2,79                 |
| 7h 30'  | 50<br>100      | 2746  | 33,1     | 4,13±1,57 (1,90)<br>10,00±2,19                 | .82±2,56<br>.89±2,96                 |
| -       | 52<br>100      | 3374  | 41,8     | 4,88±1,56 (1,72)<br>11,54±1,80                 |                                      |
| 1 h 30' | 50<br>101      | 2758  | 51,1     | 4,15±1,94 (1,9)<br>10,1±2,30                   | .85±2,59<br>.88±2,92                 |
| -       | 51<br>100      | 3406  | 46,9     | 5,02±1,66 (1,71)<br>12,09±1,58                 |                                      |
| 23 h    | 52<br>101      | 2752  | 42,2     | 3,98±1,73 (1,90)<br>10,28±1,88                 | .79±2,56<br>.85±2,46                 |
| -       | 50<br>100      | 3403  | 48,6     | 5,12±1,70 (1,71)<br>11,78±1,36                 |                                      |
| 52 h    | 50<br>101      | 2318  | 54,6     | 3,49±2,19 (2,07)<br>9,40±2,70                  | .68±2,78<br>.79±3,02                 |

Tabela 5b. - Dados da amostra da tabela anterior submetida a um tratamento térmico diferente: 150°C e 300°C, este último indicado com \*.

Com os dados desta tabela e a anterior foi construída a curva de correção pelas dimensões, figura 14.

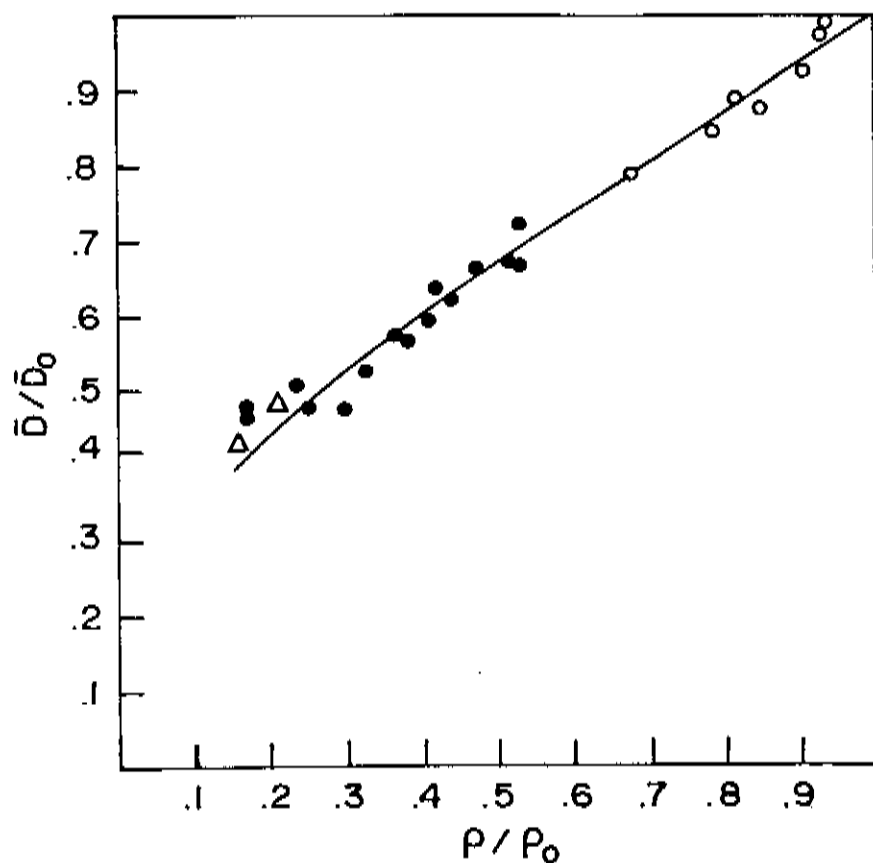


Figura 14:

Curva de correção pelas dimensões para a amostra da ilha de Lipari. A amostra foi submetida a diferentes tratamentos térmicos (a 150 °C, 200 °C e 300°C) e a ataque químico padrão de 4'.

| $\Lambda q.$ | $n_C$<br>$n_D$ | $n_T$ | $x^*$ | $\rho$ (tr/cm <sup>2</sup> )<br>$\bar{D}(\mu)$ | $\rho/\rho_0$<br>$\bar{D}/\bar{D}_0$ |
|--------------|----------------|-------|-------|------------------------------------------------|--------------------------------------|
| -            | 100            | 7602  | 116,8 | 3,38 $\pm$ 1,25 (1,15)                         |                                      |
|              | 100            |       |       | 7,16 $\pm$ 1,42                                |                                      |
| 15'          | 100            | 5675  | 125,9 | 2,52 $\pm$ 1,50 (1,33)                         | .74 $\pm$ 1,95                       |
|              | 100            |       |       | 5,86 $\pm$ 1,65                                | .82 $\pm$ 2,18                       |
| 30'          | 100            | 5214  | 119,6 | 2,32 $\pm$ 1,52 (1,32)                         | .69 $\pm$ 1,97                       |
|              | 100            |       |       | 5,20 $\pm$ 1,67                                | .73 $\pm$ 2,19                       |
| 322 h        | 100            | 3572  | 82,8  | 1,59 $\pm$ 1,53 (1,67)                         | .47 $\pm$ 2,09                       |
|              | 100            |       |       | 4,06 $\pm$ 0,81                                | .57 $\pm$ 1,63                       |
| -            | 100            | 9975  | 116,9 | 4,43 $\pm$ 1,10 (1,0)                          |                                      |
|              | 102            |       |       | 7,74 $\pm$ 2,06                                |                                      |
| 1 h          | 100            | 7108  | 135,2 | 3,20 $\pm$ 1,39 (1,19)                         | .71 $\pm$ 1,77                       |
|              | 100            |       |       | 5,63 $\pm$ 1,18                                | .73 $\pm$ 2,37                       |
| 3 h          | 100            | 6335  | 117,8 | 2,82 $\pm$ 1,37 (1,26)                         | .64 $\pm$ 1,76                       |
|              | 101            |       |       | 5,57 $\pm$ 1,63                                | .72 $\pm$ 2,63                       |
| -            | 100            | 9089  | 115,7 | 4,04 $\pm$ 1,13 (1,04)                         |                                      |
|              | 100            |       |       | 7,60 $\pm$ 1,92                                |                                      |
| 6 h          | 100            | 6196  | 113,8 | 2,75 $\pm$ 1,36 (1,27)                         | .68 $\pm$ 1,77                       |
|              | 100            |       |       | 5,83 $\pm$ 1,58                                | .77 $\pm$ 2,49                       |
| 19 h         | 100            | 5182  | 109,0 | 2,30 $\pm$ 1,46 (1,39)                         | .57 $\pm$ 1,85                       |
|              | 100            |       |       | 5,13 $\pm$ 1,67                                | .67 $\pm$ 2,54                       |
| 45 h         | 100            | 4846  | 87,6  | 2,15 $\pm$ 1,35 (1,43)                         | .53 $\pm$ 1,82                       |
|              | 100            |       |       | 4,90 $\pm$ 2,17                                | .64 $\pm$ 2,90                       |
| 97 h         | 100            | 4420  | 71,0  | 1,96 $\pm$ 1,27 (1,50)                         | .49 $\pm$ 1,88                       |
|              | 100            |       |       | 5,04 $\pm$ 1,49                                | .66 $\pm$ 2,43                       |
| 197 h        | 100            | 4117  | 89,5  | 1,83 $\pm$ 1,48 (1,56)                         | .45 $\pm$ 1,93                       |
|              | 100            |       |       | 4,40 $\pm$ 2,17                                | .58 $\pm$ 2,89                       |
| -            | 50             | 2288  | 40,2  | 3,44 $\pm$ 1,89 (2,09)                         |                                      |
|              | 103            |       |       | 9,21 $\pm$ 1,44                                |                                      |
| 30'          | 53             | 1869  | 48,6  | 2,65 $\pm$ 2,22 (2,31)                         | .77 $\pm$ 3,11                       |
|              | 102            |       |       | 7,40 $\pm$ 1,08                                | .81 $\pm$ 1,80                       |

Tabela 6a. - Os dados apresentados nesta tabela são da amostra do Equador submetida a um tratamento térmico de 200°C e um ataque químico padrão.

| Aq.    | $n_C$<br>$n_D$ | $n_T$ | $x^2$ | $\rho$ (tr/cm <sup>2</sup> )<br>$\bar{D}(\mu)$ | $\rho/\rho_0$<br>$\bar{D}/\bar{D}_0$ |
|--------|----------------|-------|-------|------------------------------------------------|--------------------------------------|
| -      | 50             | 2238  | 33,5  | 3,36±1,75 (2,11)                               |                                      |
|        | 100            |       |       | 7,45±1,86                                      |                                      |
| 30*    | 50             | 2048  | 39,7  | 3,08±1,99 (2,21)                               | .92±3,05                             |
|        | 100            |       |       | 7,0 ±1,96                                      | .94±2,70                             |
| 257h** | 51             | 656   | 34,8  | ,97±3,26 (3,90)                                | .29±4,43                             |
|        | 100            |       |       | 3,80±1,42                                      | .51±2,34                             |
| -      | 50             | 2115  | 46,1  | 3,18±2,10 (2,17)                               |                                      |
|        | 101            |       |       | 9,30±1,46                                      |                                      |
| 257h** | 50             | 609   | 34,8  | ,92±3,41 (4,10)                                | .29±4,99                             |
|        | 110            |       |       | 4,71±1,01                                      | .51±1,78                             |
| 378h** | 51             | 519   | 46,5  | ,77±4,23 (4,38)                                | .24±4,88                             |
|        | 100            |       |       | 4,60±1,18                                      | .50±1,88                             |

Tabela 6b. - A amostra da tabela anterior foi submetida a um tratamento térmico de 150 °C, indicado com \*, e 250 °C, indicado com \*\*.

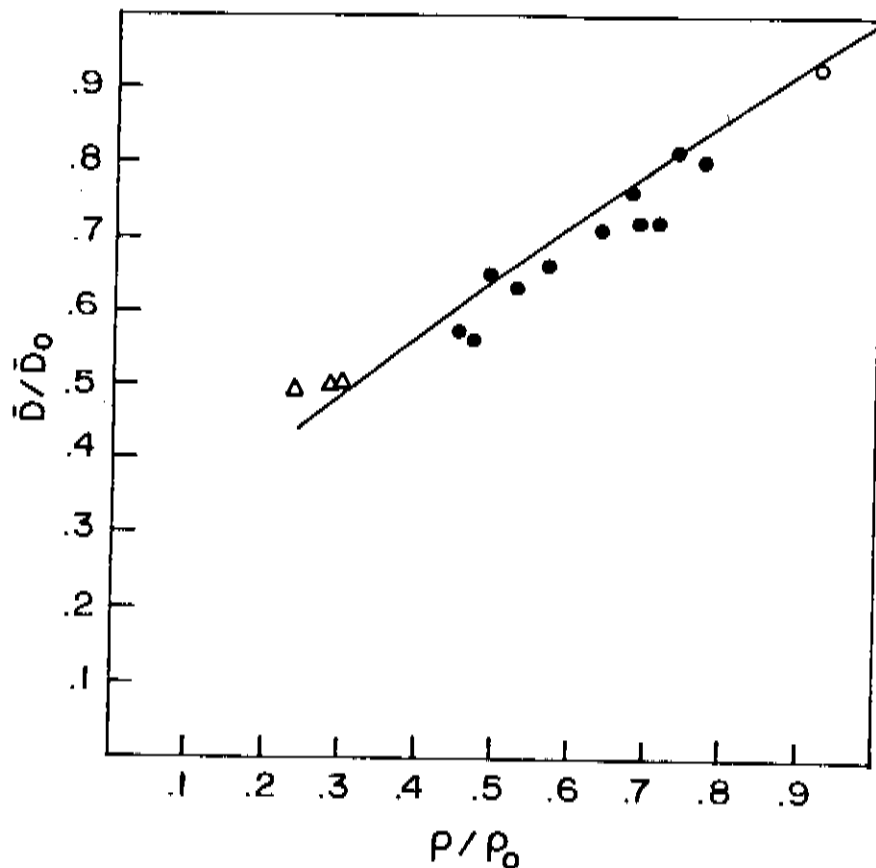
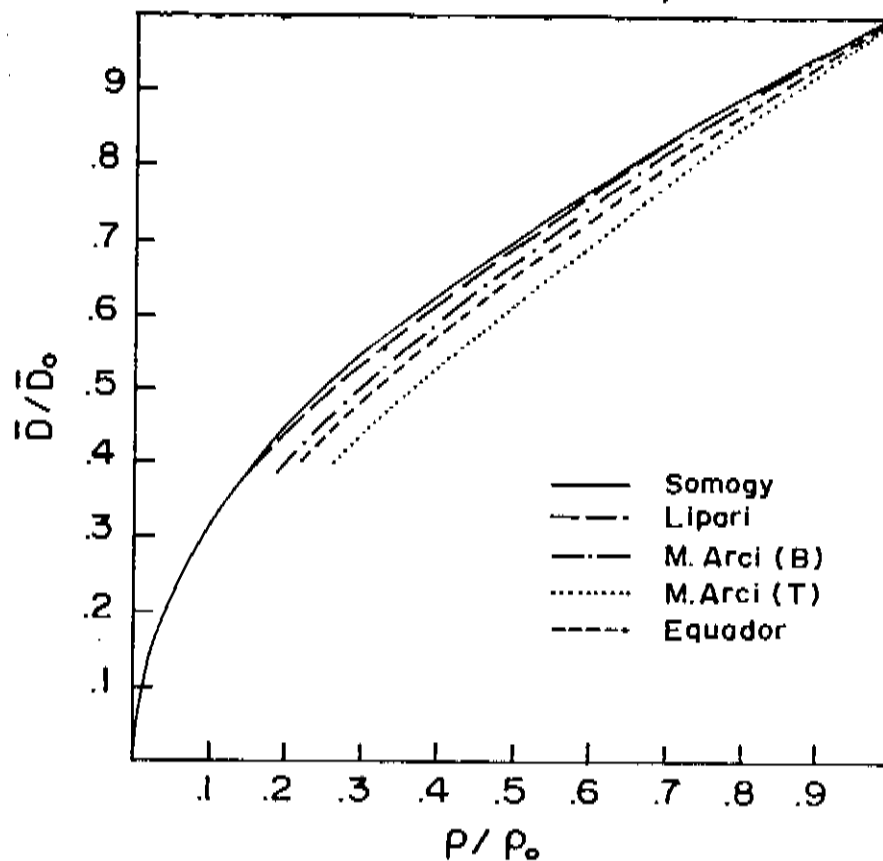


Figura 15:

Curva de correção pelas dimensões para uma amostra do Equador. A amostra foi submetida a um ataque químico padrão e a um tratamento térmico de 200 °C, salvo os dados indicados com o (150 °C) e  $\Delta$  (250 °C)



**Figura 16:**

Nesta figura são apresentadas as curvas de correção pelas dimensões das figuras 13 (M. Arci T), 14 (Lipari) e 15 (Equador), conjuntamente com uma curva obtida por Bigazzi (M. Arci B.) com um ataque padrão de 2', 20% HF a 40 °C. A curva contínua foi calculada por Somogyi e Nagy (1972).

### 5.3.-Comparação entre as duas técnicas de correção.

As técnicas de correção das assim chamadas idades aparentes tem sido estudadas e aplicadas na datação de vidros vulcânicos por Arias et al. (1981) e (1986), e Bernardes et al. (1986). As idades, corrigidas por ambas as técnicas publicadas nestes artigos, são concordantes, o que sugere que ambas são equivalentes, e que o uso de uma ou de outra depende do objetivo do trabalho e das condições experimentais (a técnica de correção pelas dimensões é muito trabalhosa, e não parece apropriada para trabalhos de rotina.

Foram medidas quatro idades de plateau, duas delas pelo plateau isócrono e duas pelo plateau isotérmico, os dados obtidos estão nas tabelas 7, 8, 9 e 10.

Para obter a idade do plateau isócrono, submetemos juntas duas frações da amostra -uma contendo traços de fissão induzida e outra contendo traços de fissão espontânea- a tratamentos térmicos sucessivos: 1h. a 100°C + 1h. a 150°C + 1h. a 200°C....+ 1h a 400°C. Na região do plateau a razão  $\hat{D}_S / \hat{D}_I$  tende a 1 enquanto que a razão  $\rho_S / \rho_I$  tende a um valor constante. Isto acontece também no caso do plateau isotérmico com a diferença de que o tratamento térmico é a temperatura constante e o tempo cresce em progressão geométrica.

As figuras 17 e 19 apresentam os resultados das medidas do plateau isócrono para as amostras de Monte Arci e Equador respectivamente. Dois plateaus isotérmicos são apresentados nas



figuras 18 e 20 para as amostras AG-16 e Monte Arci. Nestes casos, a temperatura foi mantida constante a 200°C e variou-se o tempo de aquecimento, no caso da figura 20 a amostra foi aquecida de 1h. até 144 hs., motivo pelo qual na abcissa o tempo é dado na escala log.

Os resultados obtidos e apresentados nas tabelas 7, 8, 9, e 10 confirmam o que alguns autores já tinham observado, que pode ser resumido nos seguintes pontos:

- 1.- A idade de plateau é maior que a idade aparente só nas amostras nas quais o tamanho médio dos traços espontâneos é menor que dos traços induzidos: a razão entre a idade de plateau e a idade aparente é maior nas amostras nas quais o valor  $\bar{D}_S / \bar{D}_I$  é menor.
- 2.- As duas técnicas de correção, quando usadas nas amostras de vidros vulcânicos forneceram resultados bastante concordantes, isto não está completamente confirmado nos dados obtidos nesta tese porque se trata só de comparações de três idades.
- 3.- Embora os traços espontâneos não afetados pelo fading sejam mais frequentemente encontrados em amostras jovens, a dependência do fading da amostra com condições ambientais é muito forte, por exemplo: 1) a amostra do Equador (CH 37) é mais jovem do que a amostra da Turquia (AG-16), mas o fading da primeira é muito maior já que esta última amostra quase não sofreu fading, 11) a amostra de Monte Arci, figura 20, é uma amostra velha comparada com a amostra do Equador, mas o grande fading que afetou esta última amostra é maior, basta olhar as idades aparentes e corrigidas destas duas amostras. A influência das condições ambientais é bem testemunhada pelas duas amostras de M. Arci que, tomadas em lugares diferentes da mesma lava, apresentam fading diferentes (idades aparentes e  $\bar{D}_S / \bar{D}_I$  bem diferentes).

4. - Um caso onde a amostra sofreu um fading muito pequeno ( $D_s/D \simeq .92$ ) é apresentado na figura 18, tabela 9, (amostra AG-16, Turquia). Neste caso a idade de plateau achada foi  $.85 + .08$  m.a. A correção pela técnica das dimensões não é recomendada de se usar quando a razão  $\bar{D}_s/\bar{D}_T$  for perto de 1, neste caso é muito mais realístico o uso da idade de plateau.

Um outro resultado interessante, sugerido em Arias et al. (1981) é a obtenção da idade da amostra de Monte Arci, utilizando a técnica do plateau isotérmico, figura 20, tabela 10, a idade obtida concorda com a idade obtida pelo plateau isocrônico.

Finalmente as idades corrigidas, obtidas nesta tese, tanto pela técnica de correção pelo diâmetro como pela técnica da idade de plateau, são comparadas com outras idades obtidas por outros autores, tabela 11, de onde pode-se dizer que, em geral, as nossas idades estão em concordância com as outras publicadas, dentro do erro das mesmas.

| Aquecimento<br>(1 h) | $\rho_S$           | $\rho_I$           | $\bar{D}_S/\bar{D}_I$ | Idade<br>(m.a.) |
|----------------------|--------------------|--------------------|-----------------------|-----------------|
| -                    | $4,17 \times 10^3$ | $2,13 \times 10^5$ | .75                   | $2,67 \pm .26$  |
| 150°C                | $4,16 \times 10^3$ | $1,93 \times 10^5$ | .80                   | $2,99 \pm .33$  |
| 200°C                | $4,23 \times 10^3$ | $1,81 \times 10^5$ | .81                   | $3,21 \pm .30$  |
| 250°C                | $3,90 \times 10^3$ | $1,09 \times 10^5$ | .95                   | $4,85 \pm .49$  |
| 300°C                | $3,30 \times 10^3$ | $1,03 \times 10^5$ | .91                   | $4,35 \pm .46$  |
| 350°C                | $2,40 \times 10^3$ | $5,46 \times 10^4$ | .95                   | $5,97 \pm .79$  |

Tabela\_7.- Dados da amostra de Monte Arci para obter a idade de plateau. Usando o método do plateau isócrono achou-se uma idade de plateau de  $4,00 \pm .48$  m.a., maior que a idade aparente,  $2,67 \pm .26$  m.a. o que significa que a amostra sofreu um fading relativamente intenso. O plateau é alcançado a 250°C.

| Aquecimento<br>(250°C) | $\rho_S$           | $\rho_I$           | $\bar{D}_S/\bar{D}_I$ | Idade<br>(m.a.) |
|------------------------|--------------------|--------------------|-----------------------|-----------------|
| -                      | $1,40 \times 10^3$ | $2,34 \times 10^5$ | .92                   | $.705 \pm .057$ |
| 1 h                    | $1,49 \times 10^3$ | $1,99 \times 10^5$ | 1,09                  | $.889 \pm .066$ |
| 3 h                    | $1,02 \times 10^3$ | $1,44 \times 10^5$ | 1,02                  | $.835 \pm .150$ |
| 3 h                    | $1,03 \times 10^3$ | $1,45 \times 10^5$ |                       | $.838 \pm .073$ |

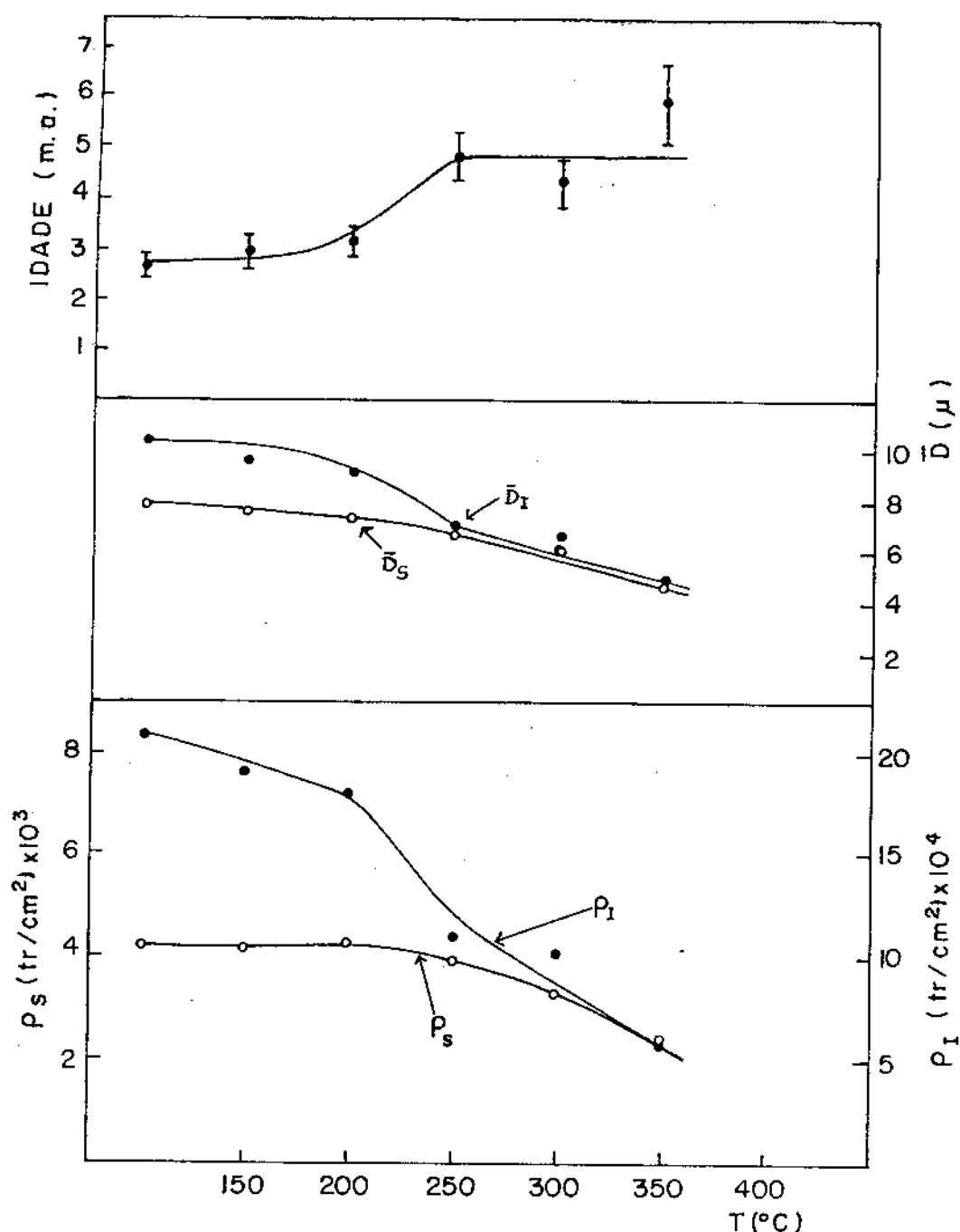
Tabela\_8.- Dados obtidos desde a amostra AG-16, Ziyaret, para a obtenção da idade de plateau, plateau isotérmico, alcançada a uma hora de tratamento de térmico de 200°C. Esta amostra sofreu um fading muito pequeno,  $D_S/D_I \approx .92$ , e a idade aparente,  $.70 \pm .06$  m.a. é um pouco menor que a idade verdadeira, idade de plateau,  $.85 \pm .06$  m.a..

| Aquecimento<br>(1 h) | $\rho_S$ | $\rho_I$           | $\bar{D}_S/\bar{D}_I$ | Idade<br>(m.a.) |
|----------------------|----------|--------------------|-----------------------|-----------------|
| -                    | 551      | $4,00 \times 10^5$ | .87                   | $.19 \pm .025$  |
| 150°C                | 565      | $2,74 \times 10^5$ | .99                   | $.28 \pm .080$  |
| 200°C                | 573      | $2,69 \times 10^5$ | .92                   | $.29 \pm .062$  |
| 250°C                | 644      | $2,48 \times 10^5$ | 1,02                  | $.36 \pm .069$  |
| 300°C                | 481      | $2,03 \times 10^5$ | 1,0                   | $.33 \pm .079$  |
| 350°C                | 292      | $1,15 \times 10^5$ | 1,0                   | $.36 \pm .100$  |

tabeLa\_\_9.- Dados da amostra CH-37, Equador, para obter a idade de plateau,  $.32 \pm .03$  m.a., maior que a idade aparente,  $\sim .19$  m.a.. Esta amostra é relativamente mais nova que a amostra AG-16, mas o fading dela foi maior.

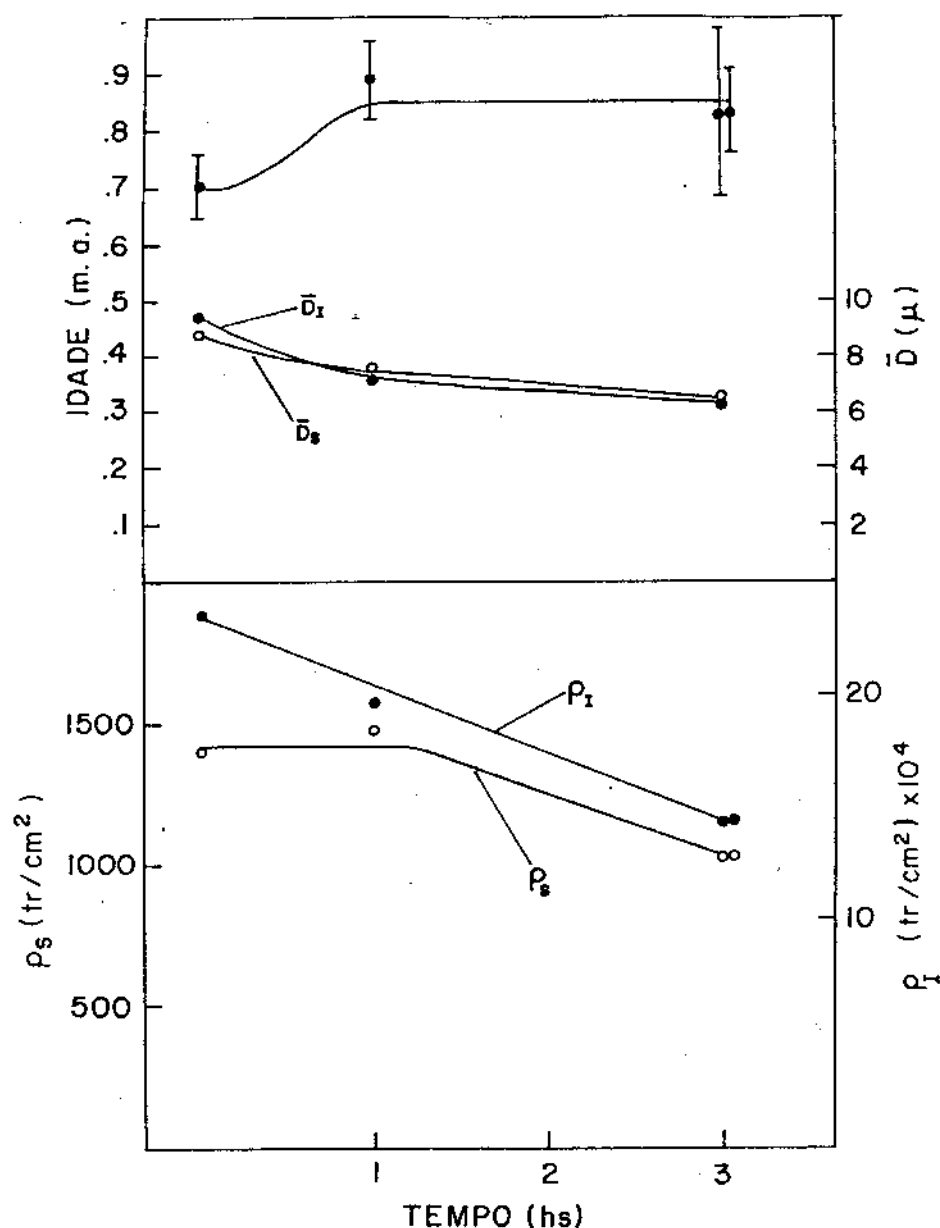
| Aquecimento<br>(°C) | $\rho_S$           | $\rho_I$           | $\bar{D}_S/\bar{D}_I$ | Idade<br>(m.a.) |
|---------------------|--------------------|--------------------|-----------------------|-----------------|
| -                   | $5,45 \times 10^3$ | $3,17 \times 10^5$ | .84                   | $3,80 \pm .31$  |
| 1                   | $5,77 \times 10^3$ | $2,50 \times 10^5$ | .90                   | $5,11 \pm .32$  |
| 3                   | $5,26 \times 10^3$ | $2,33 \times 10^5$ | .91                   | $5,00 \pm .42$  |
| 6                   | $5,13 \times 10^3$ | $2,20 \times 10^5$ | .96                   | $5,15 \pm .42$  |
| 18                  | $5,00 \times 10^3$ | $2,15 \times 10^5$ | .99                   | $5,13 \pm .43$  |
| 36                  | $4,32 \times 10^3$ | $1,77 \times 10^5$ | .94                   | $5,40 \pm .56$  |
| 72                  | $3,86 \times 10^3$ | $1,73 \times 10^5$ | .95                   | $4,92 \pm .48$  |
| 144                 | $3,76 \times 10^3$ | $1,58 \times 10^5$ | .99                   | $5,27 \pm .43$  |

TabeLa\_\_10.- Neste caso a amostra é a mesma que a da tabela 7, mas o método usado para obter a idade de plateau foi outro: plateau isotérmico. As idades obtidas em ambos casos são concordantes mas as idades aparentes são diferentes o que significa que ambas amostras sofreram fading diferente. O tempo de aquecimento variou-se de 1 até 144hs. é o tratamento térmico foi de 200°C.



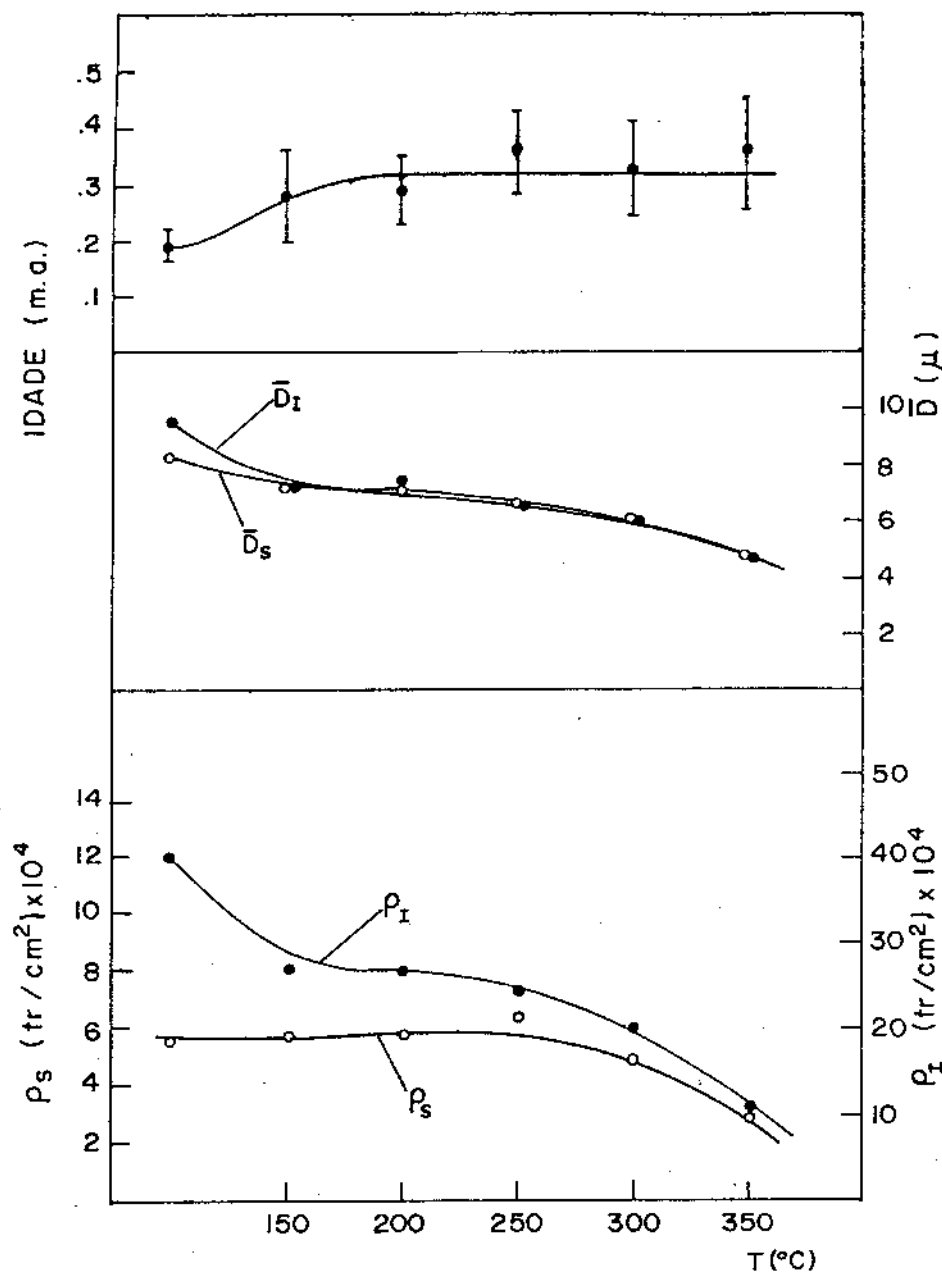
**Figura 17:**

Idade de plateau isócrono (1hs) para uma amostra de Monte Arci. No plateau a razão  $D_S/D_I \approx 1$ . ( $D_S$  é o diâmetro médio dos traços fósseis e  $D_I$  o diâmetro médio dos traços induzidos) e a razão  $\rho_S/\rho_I$ , (densidade superficial de traços fósseis/densidade superficial de traços induzidos) tende a um valor constante. A idade de plateau é  $4.84 \pm .17$  m.a. A escala da abscissa representa o tratamento térmico cumulativo que sofreu a amostra: por exemplo, os pontos correspondentes a 250  $^{\circ}\text{C}$  (idade,  $D_S, D_I, \rho_S, \rho_I$ ) foram medidos na amostra após um aquecimento de 1h a 150  $^{\circ}\text{C}$  + 1h a 200  $^{\circ}\text{C}$  + 1h a 250  $^{\circ}\text{C}$ .



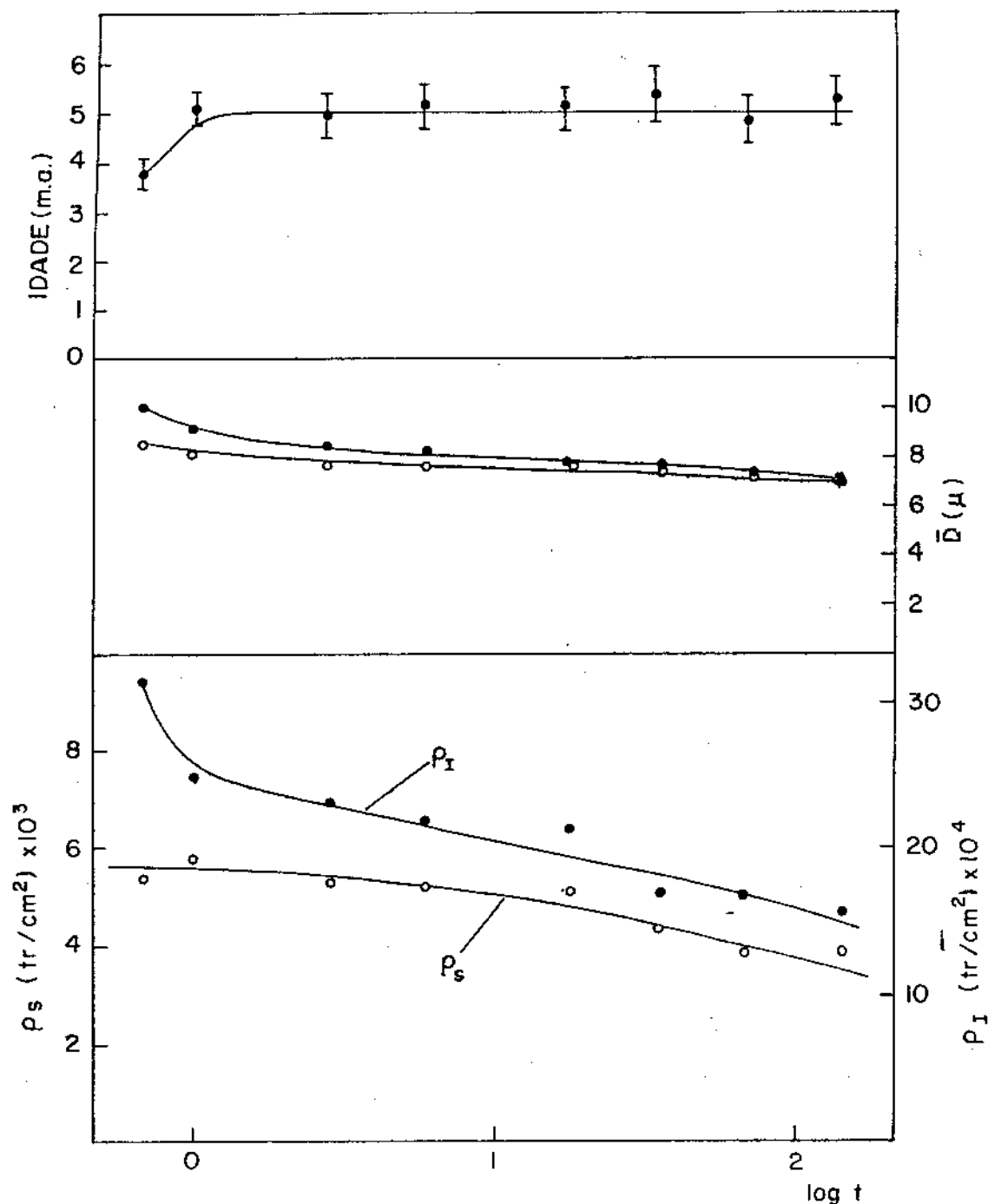
**Figura 18:**

Idade de plateau isotérmico (a 250 °C) para a amostra AG-16, Turquia, podemos observar que a idade aparente  $\approx .7$  m.a. e a idade de plateau  $\approx .85 \pm .06$  m.a., não são muito diferentes. Neste caso  $D_S/D_I \approx .92$  o que indica um pequeno fading dos traços de fissão espontânea. Os pontos correspondentes a 3hs representam duas determinações independentes. A escala da abscissa representa o tempo de aquecimento.



**Figura 19:**

Idade do plateau isócrono para uma amostra do Equador. Temos que indicar que esta amostra apresenta uma densidade superficial de traços espontâneos muito baixa, o que dificulta a obtenção das medidas e aumenta o valor do erro experimental. Para a explicação da escala da abscissa veja a legenda da figura 17.



**Figura 20:**

Idade de plateau para a obsidiana da figura 17. Neste caso a idade de plateau foi obtida pelo plateau isotérmico. A idade corrigida,  $5.1 \pm .17$  m.a., é concordante com a idade obtida pelo plateau isócrono. Neste caso, na abscissa está representado o logaritmo do tempo de aquecimento.



| Amostra            | $\bar{D}_S / \bar{D}_I$    | Idade<br>Aparente<br>(m.a.)                         | Idade corr.<br>S.C.T.<br>(m.a.)                                | Idade de<br>Plateau                            | Referência                                                                                                                      |
|--------------------|----------------------------|-----------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Monte Arci         | 0,75<br>0,84               | 3,10 ± 1,14<br>2,65 ±<br>2,67 ± 1,26<br>3,80 ± 1,31 | 4,90 ± 1,22<br>4,63 ± 1,35<br>4,00 ± 1,48<br>4,81 ± 1,39       | -<br>4,73 ± 1,28<br>4,85 ± 1,31<br>5,10 ± 1,17 | Rigazzi et al. 1981<br>Arias et al. 1986<br>Tese de Mestrado<br>Tese de Mestrado*                                               |
| AG-16<br>(Ziyaret) | 0,92                       | 0,87 ± 0,05<br>0,78 ± 0,04<br>0,70 ± 0,06           | -<br>-<br>-                                                    | 0,89 ± 0,06<br>0,84 ± 0,04<br>0,85 ± 0,06      | Bernardes et al. 1986<br>Arias et al. 1986<br>Tese de Mestrado*                                                                 |
| CH 37<br>(Equador) | 0,82<br>0,74<br>~1<br>0,87 | 0,24<br>0,21<br>-<br>0,21<br>0,18<br>0,19           | 0,33 ± 0,03<br>0,34 ± 0,03<br>-<br>0,28<br>0,29<br>0,24 ± 0,03 | 0,31 ± 0,02<br>0,31 ± 0,02<br>0,32 ± 0,03      | Arias et al. 1986<br>Arias et al. 1986<br>Arias et al. 1986<br>Miller e Wagner 1981<br>Miller e Wagner 1981<br>Tese de Mestrado |

Tabela 11.- Nesta tabela estão os dados das idades aparentes e verdadeiras obtidas nesta tese e comparadas com as obtidas por outros autores. A razão  $\bar{D}_S / \bar{D}_I$  indica a razão entre os diâmetros dos traços ainda não submetidos a aquecimentos térmicos, ou seja, quando obtemos a idade aparente da amostra.

## VI - Conclusões

1. - O efeito da irradiação no reator sobre a técnica de correção pelas dimensões é desprezível dentro da atual precisão do método do traço de fissão.
2. - A curva de correção pelas dimensões depende do ataque químico: ataques químicos mais longos nos levam a obter curvas de correção diferentes.
3. - A curva de correção pelas dimensões não depende do tratamento térmico: um fading artificial pode simular um fading natural.
4. - A curva de correção pelas dimensões depende da amostra: amostras diferentes têm características diferentes que implicam em reatividades diferentes ao ataque químico.
5. - As idades obtidas pelos plateaux isócrono e isotérmico são concordantes. Este resultado é muito importante porque em alguns vidros vulcânicos foi observado que tratamentos térmicos a alta temperatura produzem uma alteração da amostra devido ao escape de água. Se para estas amostras não é possível obter o plateau "isócrono", pode-se obter o plateau isotérmico com uma temperatura mais baixa e com aquecimentos de longa duração.

6. - A idade do plateau é coerente e reproduzível; como já foi dito, em duas amostras da obsidiana de Monte Arci que apresentaram diferentes graus de fading, devido a diferentes condições ambientais, foram obtidas idades concordantes.

2.1 - Critério para registro de traços de partículas carregadas

Como já foi dito antes, em certos materiais o dano de radiação produzida ao longo da trajetória de partículas carregadas pode ser registrado e observado ao microscópio óptico, após um ataque químico numa solução adequada.

Estes materiais que registram e armazenam traços são chamados "Detetores de Traços Nucleares de Estado Sólido", ou "Solid State Nuclear Tracks Detectors", SSNTD: o registro do traço depende de propriedades intrínsecas do material e de características da partícula carregada (carga, massa, energia cinética).

Fleicher et al. (1967) analisaram um trabalho realizado por eles em 1964, sobre critérios empíricos em termos de perda de energia de um íon movendo-se através de um sólido. Neste trabalho irradiaram três materiais diferentes (mica muscovita, nitrato de celulose, e resina de polycarbonato de lexan) com íons pesados de diferentes energias e massas; os resultados obtidos foram consistentes com a hipótese que para cada sólido existe uma perda de energia crítica por unidade de percurso,  $(dE/dx)_c$ , tal que os traços das partículas podem ser revelados no trecho no qual  $dE/dx > (dE/dx)_c$ ; como consequência disto existem partículas que nunca podem ser reveladas em certos materiais, como é o caso das partículas alfa nos minerais em geral.

Com o critério  $(dE/dx)_c$  foi possível identificar as massas mínimas das partículas que podem produzir traços reveláveis em vários detetores sólidos de traços: mica muscovita, nitrato de celulosa, lexan e outros. Por exemplo em dois minerais como mica muscovita e zircônio, as massas mínimas se situam próximas de 20 e 56, respectivamente.

O alcance  $(R = \int_0^R \frac{dx}{dE} dE)$ , pode ser obtido através da equação que descreve a perda de energia de uma partícula carregada num dado meio material monoatômico (se o meio for composto por átomos diferentes a fórmula abaixo se transforma numa soma, onde cada parcela descreve o "peso" sobre  $dE/dx$  dos átomos diferentes que compõem o meio material):

$$-\frac{dE}{dx} = \frac{2\pi n Z^2 e^4}{m v^2} \left[ \ln \left\{ \frac{2m v^2 W_m}{I^2 (1-\beta^2)} \right\} - 2\beta^2 - \delta - U \right] \quad (1)$$

onde:

$E$  = energia total incidente

$v = \beta c$  = velocidade da partícula incidente

$eZ$  = carga da partícula

$n = NZ$  = número de elétrons por centímetro cúbico do meio material

$W_m$  = energia máxima transferida aos elétrons atômicos num choque frontal

$\alpha = e / \hbar c = 1/137$ , constante de estrutura fina

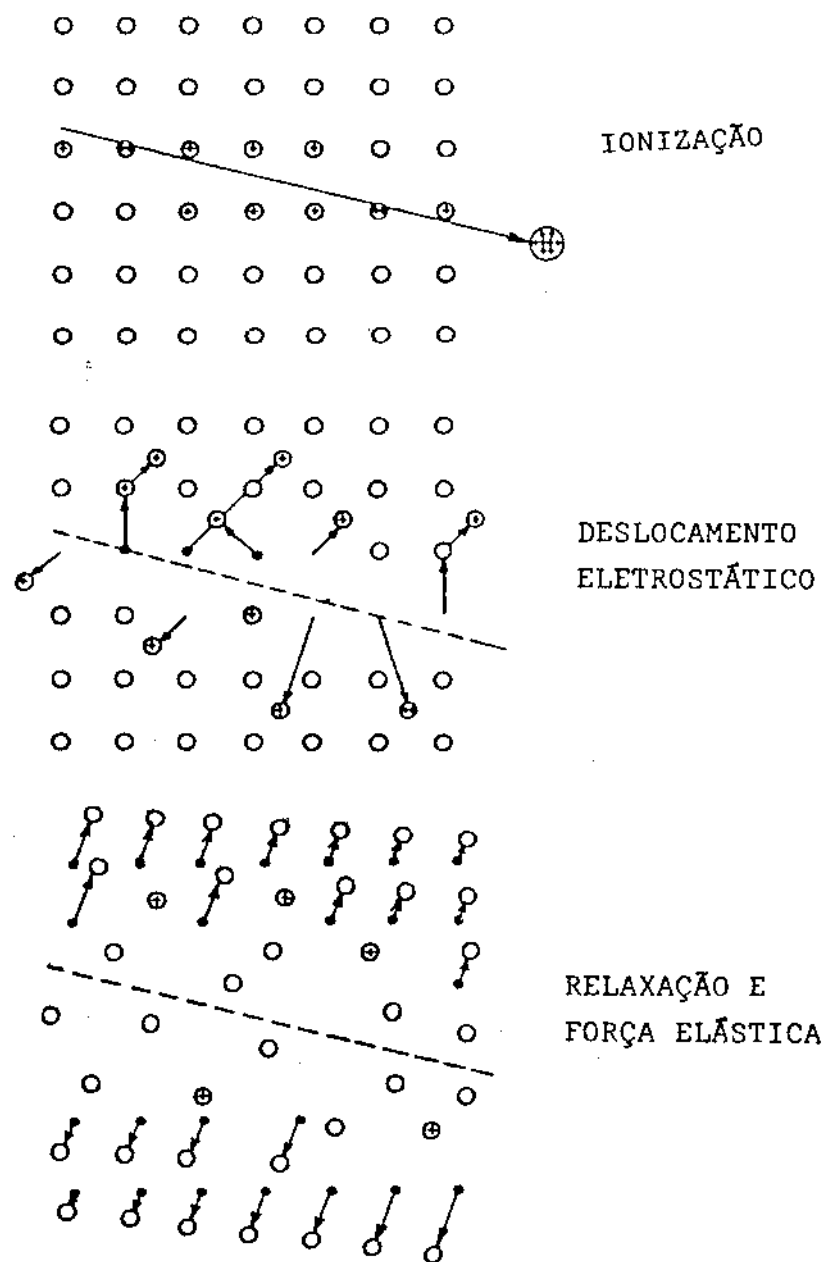
$\delta$  = termo de correção devido ao efeito de densidade, o qual resulta da polarização do meio

U = termo de correção devido à não participação das camadas atômicas interiores (K,L,...) por causa de velocidades incidentes muito fracas.

A equação (1) permite obter em alguns sólidos resultados bastante concordantes com os realmente observados, mas o conceito  $(dE/dx)_c$  oferece previsões erradas em alguns casos sobre a possibilidade de certas partículas serem registradas em determinados detetores (por exemplo, um núcleo de ferro relativístico, segundo o critério  $(dE/dx)_c$ , deveria deixar traços em nitrato de celulose do tipo Nixon-Baldwin, o que não foi observado, Fleischer et al. (1967b)).

Estas previsões erradas motivaram o surgimento de um novo critério, baseado na ionização primária, que é compatível com observações em detetores dielétricos (Fleischer et al. (1967a)) e com o mecanismo "ion explosion spike", (Fleischer et al. (1965)) para explicar a formação do traço de fissão, que indica que a ionização produzida pela partícula que forma traço, cria um cilindro estreito de material com uma carga positiva: "a repulsão de Coulomb do conjunto de ions nesta região, subsequentemente, produz um deslocamento atômico catastrófico criando uma nuvem de átomos intersticiais e vacâncias ao longo da trajetória da partícula". Na figura 1 este tipo de mecanismo está esquematizado.

O novo critério prediz que uma quantidade, obtida de  $dE/dx$ , poderia determinar a presença ou ausência de traços: o número de ions primários formados por unidade de distância ao longo da trajetória da partícula,  $dJ/dx$ . Esta quantidade chamada ionização específica primária por unidade de comprimento, foi calculada por Bethe (1930), e é dada por:



**Figura 1:**

Mecanismo de explosão de íons tipo espiga, para formação de traços em sólidos inorgânicos (Nuclear Tracks in Solids, 1975).

$$\frac{dJ}{dx} = \left( \frac{\alpha Z e^2}{I_0 \beta^2} \right) \left[ \ln \left\{ \frac{2m c^2 \beta^2}{(1 - \beta^2) I_0} \right\} - \beta^2 + 3.04 \right] \quad (2)$$

As previsões através do uso do critério da ionização primária concordam com as observações experimentais.



As amostras:

Obsidiana de Lipari - Lipari é uma pequena ilha perto de Sicília, Itália. Ali se encontra obsidianas com idades entre 1000 até 30.000 anos. A obsidiana desta tese é a chamada "obsidiana de Gabbellotto"; sua idade é perto de 8.500 anos. Este material foi muito comercializado na pré-história: seu uso para manufaturados começou no neolítico antigo e continuou até a idade do bronze.

Encontram-se inúmeras laminas da obsidiana de Lipari nos sítios neolíticos da Itália do Sul, mas sua difusão atingiu também áreas longínquas, como por exemplo, o planalto entre Itália e Iugoslávia, mais de 1000 quilómetros longe da ilha de procedência

Monte Arci. - Na área de Monte Arci, Sardenha, Itália, foram identificadas várias obsidianas: as datações demonstraram que este complexo vulcânico estava ativo no Plioceno antigo. Não foi possível identificar diferenças em idade nas diferentes lavas, porque o método do traço de fissão não tem resolução para identificar pequenas diferenças que representam só pequenas percentuais da idade. As amostras analisadas foram recolhidas na pedreira de Uras e em Pira inferta.

O uso da obsidiana de Monte Arci começou no Neolítico primitivo, e através da ilha da Córsega e da ilha de Capraia se difundiu no continente, onde se espalhou principalmente na Itália

lia central e do norte e na França do sul.

AG-16. Ziyaret. - A procedência da obsidiana de Ziyaret é a Anatólia oriental, Turquia. Ela foi usada para manufaturados, na pré-história, porque facas e pontas de flecha foram encontradas perto da lava, mas não temos informações sobre sua difusão, porque na Anatólia são muitas as obsidianas geológicas usadas pelo homem pré-histórico; um estudo completo da difusão delas está sendo feito na universidade de Adana, Turquia, mas até agora foram publicados só dados preliminares.

Eslováquia. - A procedência da obsidiana do Kasó, analisada nesta toso é a Eslováquia central; sua origem se deve à atividade vulcânica da cordilheira Carpática oriental (Eslováquia, Hungria, região do Tokay, oeste da Ucrânia, União Soviética) e eventos geológicos que, pelos dados experimentais preliminares, ocorrem entre 10 e 20 m.a. atrás. O uso das obsidianas da Eslováquia e da Hungria começou numa época muito antiga da pré-história, manufaturados foram encontrados também em sítios Paleolíticos. A área de difusão, ainda pouco conhecida, foi bastante ampla, pois obsidianas carpáticas já foram coletadas na costa do Mar Adriático, no interior da União Soviética, na Polônia e na Rumania.

Equador. - A obsidiana desta toso foi recolhida a 20 quilômetros a leste de Quito, perto de Pintag. Outras obsidianas de idade maior (cerca de .8 a 2 m.a.) foram identificadas na mesma região.

Na América Latina não existem muitos dados sobre a difusão das obsidianas na pré-história; manufaturados foram encontrados em sítios pré-históricos da Colômbia, Equador, Peru e Bo-

livia.

A obsidiana de Pintag muito provavelmente chegou até a costa do Equador: os dados analíticos encontrados na obsidiana analisada são bem concordantes com aqueles obtidos por Miller and Wagner (1981) em manufaturados do sítio do Palmar.

## REFERÊNCIAS

1. - Arias C., Bigazzi G. e Bonadona F.P., "Size correction and Plateau age in glass shards", Nuclear Tracks, 5, 129-136, (1981).
2. - Arias C., Bernardes C., Bigazzi G., Bonadona F.P., César M. F., Hadler J. C., Oliveira J. X., Osório A. M., Rodi G., Ciência e Cultura, vol. 38, n.2, 285-308, (1986).
3. - Bernardes C., Bigazzi G., Bonadona F. P., Cesar M. F., Hadler J. C., Lattes C. M. G., Osório A. M., "Fission track dating of volcanic glass: Experimental evidence for the validity of the Size-Correction Method, Rev.Física Aplicada e Instrumentação, vol.1, n.3, 288-310, (1986).
4. - Bethe H. A., "Theory of the passage of rapid corpuscular rays through matter", Ann. Physik 5, 325-400, (1930).
5. - Bigazzi G., "Length of fission track and age of muscovite samples", Earth and Planetary Science Letters, n.3, 343-438, (1967).
6. - Bigazzi G., Bonadona F. P., Hadler J. C., "Contribution to statistics in fission track counting", Nucl.Tracks, vol.11,n.3, 123-136, (1986).

7. - Boellstorff J. D. and Steineck P. L., "The stratigraphic significance of fission-tracks ages on ashes in the marine late cenozoic of Southern California", Earth Planet. Sci. Lett., n.27, 143-154, (1975).
8. - Boellstorff J. D., "Are corrected fission track dates correct?", Fission Track Dating Workshop Abstracts, edited by G. Bigazzi, C.N.R., Instituto di Geocronologia e Geochimica Isotópica, Pisa, 10-13 sept., (1980).
9. - Burchart S., Dacowski M., and Galazarca J., "A method for fission track dating of mineral with very high track densities", Astr. Geochron. Isotope Geol. Terrestrial, n.9, 1p, (1973).
10. - Fleischer R. L. and Price P. B., "Decay constant for spontaneous fission of U-238", Phys. Rev. 133, B63-B64, (1964).
11. - Fleischer R. L., Price P. B. and Walker R. M., "The ion exploration spike mechanism for formation of charged particle tracks in solids", J. Appl. Phys., 36, 3645-3652, (1965a).
12. - Fleischer R. L., Price P. B., Walker R. M. and Leaky L. S. R., "Fission track dating of a mesolithic knife", Nature, 205, 1138, (1965b).
13. - Fleischer R. L., Price P. B., Walker R. M. and Hubbard E. L., "Criterion for registration in dielectric track detectors", Phys. Rev. 156, 353-355, (1967a).

14. - Fleischer R. L., Price P. B., Walker R. M., Filz R. C., Fukui F., Holoman E., Friedlander M. W., Rajan R. S. and Tahmano A. S., "Tracks of cosmic rays in plastics", Science, 155, 187-189, (1967b).
15. - Fleischer R. L., Price P. B. and Walker R. M., "Nuclear tracks in solids", University of California Press, (1975).
16. - Nishimura S., "Fission track dating of Archeological glass material from Japan", Nature, 230, 242-243, (1981).
17. - Price P. B. and Walker R. M., "Observation of some particle tracks in natural micas", Nature, 196, 732-734, (1962).
18. - Storzer D. and Wagner G. A., "Correction of thermally lowered fission track ages of tektites", Earth Planet. Sci. Lett., 5, 463-468, (1969).
19. - Storzer D. and Wagner G. A., "Fission track ages of north american tektites", Earth Planet. Sci. Lett., 10, 435-440, (1971).
20. - Storzer D., "Spaltspuren-plateaualter von Glasern und Mineralen: ein neues korrekturverfahren fur thermisch erniedrigte spaltspurenalter", J. Ber. MPI Kernphysik, Heidelberg, p.199, (1972).
21. - Storzer D. "Fission track plateau ages, a new method for correcting thermally lowered track ages", Abstr. Geochron. Isotope Geol. Terrestrial, n.9, 1p, (1973).

22. - Storzer D. and Poupeau G., "Ages-plateau de minéraux et verres par la méthode des traces de fission", C. R. hebd. Séanc. Acad. Sci., série D276, 137-139, (1973).

23. - Hadler J.C., "Medida da Constante de Desintegração do  $^{238}\text{U}$  por Fissão Espontânea", tese de Doutorado, (1982).

24. - Somogyi G. and Nagy M., "Remarks on Fission-Tracks Dating in Dielectric Solids, radiation effects, Vol. 16, pp. 223-231, (1972).