



PHL 5256

**RELATÓRIO DO ESTÁGIO NO LABORATÓRIO
PRISE DO RESEARCH SCHOOL OF EARTH
SCIENCES DA AUSTRALIAN NATIONAL
UNIVERSITY, CANBERRA - AUSTRÁLIA**

Marcelo Lacerda Vasquez

**Curso de Pós-graduação em Geologia e Geoquímica
Universidade Federal do Pará**

Agosto/2005

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO

ATIVIDADES DESENVOLVIDAS

PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS

Triagem

Montagem

Fotomicrografias

Metalização

Imageamento

SELEÇÃO DOS GRÃOS

ANÁLISES POR SHRIMP

Especificações do Equipamento

Tratamento dos Dados

ANÁLISES POR LA ICP-MS

Especificações do Equipamento

Tratamento dos Dados

ATIVIDADES EXTRAS

SEMINÁRIOS

CONSULTAS BIBLIOGRÁFICAS

EXCURSAO DE CAMPO

AVALIAÇÃO GERAL

Adaptação ao Idioma e Costumes

Infra-estrutura

Trabalho de Pesquisa

Agradecimentos

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

INTRODUÇÃO

O estágio *sanduíche* realizado no laboratório PRISE do Research School of Earth Sciences da Australian National (RSES-ANU) em Canberra, Austrália, se deu entre os meses de abril e agosto de 2005. O doutorando Marcelo Lacerda Vasquez, geólogo do Serviço Geológico do Brasil – CPRM e aluno do Curso de Pós-graduação em Geologia e Geoquímica da Universidade Federal do Pará (UFPA), sob a orientação Prof. Dr. Moacir Jose Buenano Macambira, desenvolveu principalmente atividades analíticas em amostras de minerais de rochas de sua área de estudo com a supervisão do Dr. Richard Armstrong do PRISE. O estágio consistiu de análises isotópicas U-Pb de cristais de zircão, titanita e monazita utilizando sondas iônicas (SHRIMP) e ICP-MS com sistema de laser acoplado, visando à datação dos eventos ígneos e metamórficos que ocorreram na região Iriri-Xingu, Estado do Pará. O conhecimento desses eventos são importantes para o entendimento da evolução crustal e investigação dos limites entre as províncias geocronológicas arqueanas (> 2,5 Ga) e paleoproterozóica (2,5 – 1,6 Ga) propostas para a porção centro-sudeste do Craton Amazônico.

ATIVIDADES DESENVOLVIDAS

As atividades de laboratório foram instruídas pelo Dr. Richard Armstrong e o técnico Charles Magee e consistiram basicamente na preparação de amostras, seleção detalhada dos pontos de análise, procedimentos de operação dos equipamentos e tratamento dos dados analíticos.

Previamente ao estágio, foi feita uma seleção inicial das amostras mais pertinentes a serem utilizadas no estudo pretendido. Antes de iniciar as atividades laboratoriais, o doutorando fez uma exposição detalhada ao supervisor local sobre a geologia da região de estudo, na qual justificou a seleção das amostras para o estudo.

PREPARACAO DE AMOSTRAS

Triagem – Os minerais analisados foram previamente concentrados nos laboratórios e oficinas do Centro de Geociências da UFPA. Desta forma, as atividades iniciaram com a triagem dos grãos de zircão, titanita e monazita com o uso uma lupa binocular Nikon SMZ-1 feita no laboratório SHRIMP Utilities (Figura 1). Os grãos minerais escolhidos foram e fixados sobre uma placa de vidro com fita adesiva dupla e, juntamente com os grãos dos padrões, foram arranjados segundo uma distribuição apropriada para a confecção do suporte de epoxy (*mount*).

Montagem – A confecção do *mount* foi feita na oficina Lapidary Workshop e consistiu na preparação da resina de epoxy, secagem na chapa (50°C, 6 horas), corte, desbaste com lixa de 1200# até alcançar a metade dos grãos. Na seqüência, foi feito o polimento com uma politriz Kent 2, utilizando pasta de diamante de 3µm (10-15min) e 1µm (5-10min) (Figura 2). O monitoramento do nível de desbaste e polimento foi realizado com auxílio de lupa e microscópio.

Fotomicrografias – Foram tomadas fotomicrografias dos grãos à luz refletida (LR) e transmitida (LT), utilizando-se o microscópio binocular Nikon Opiphot 2 e uma

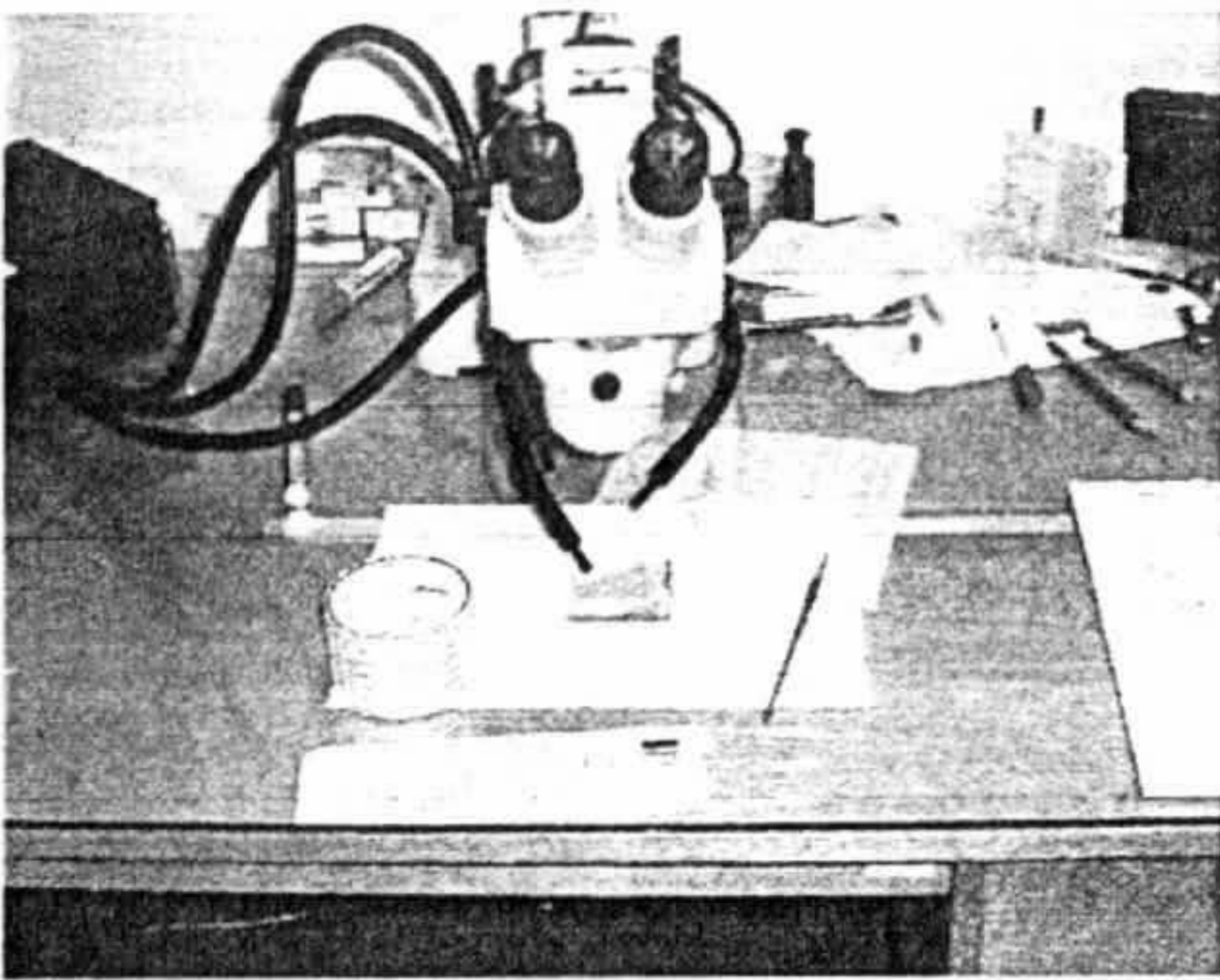


Figura 1: Triagem e arranjo dos grãos.

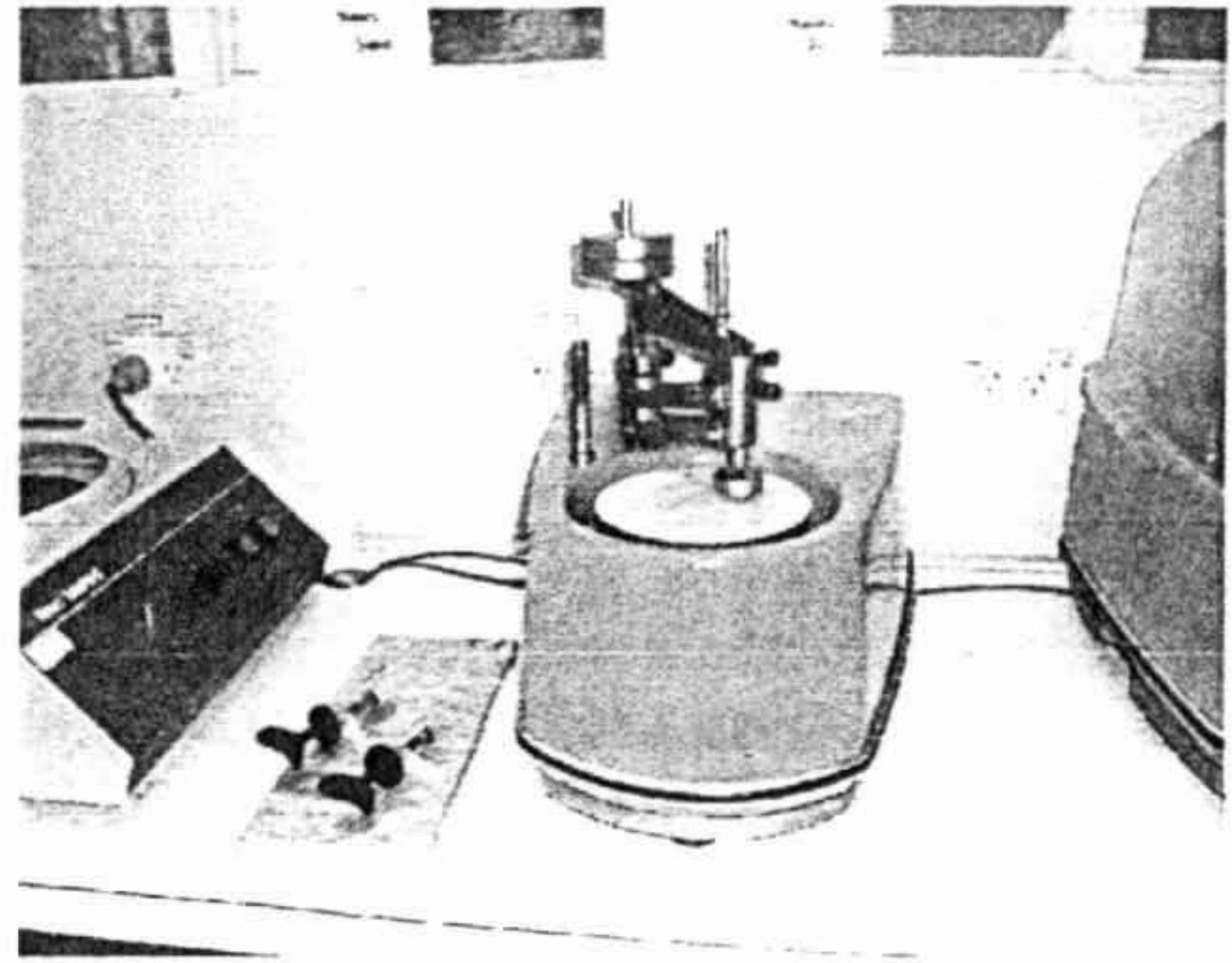


Figura 2: Polimento do *mount*.



Figura 3A: Tomada de fotomicrografias dos grãos.

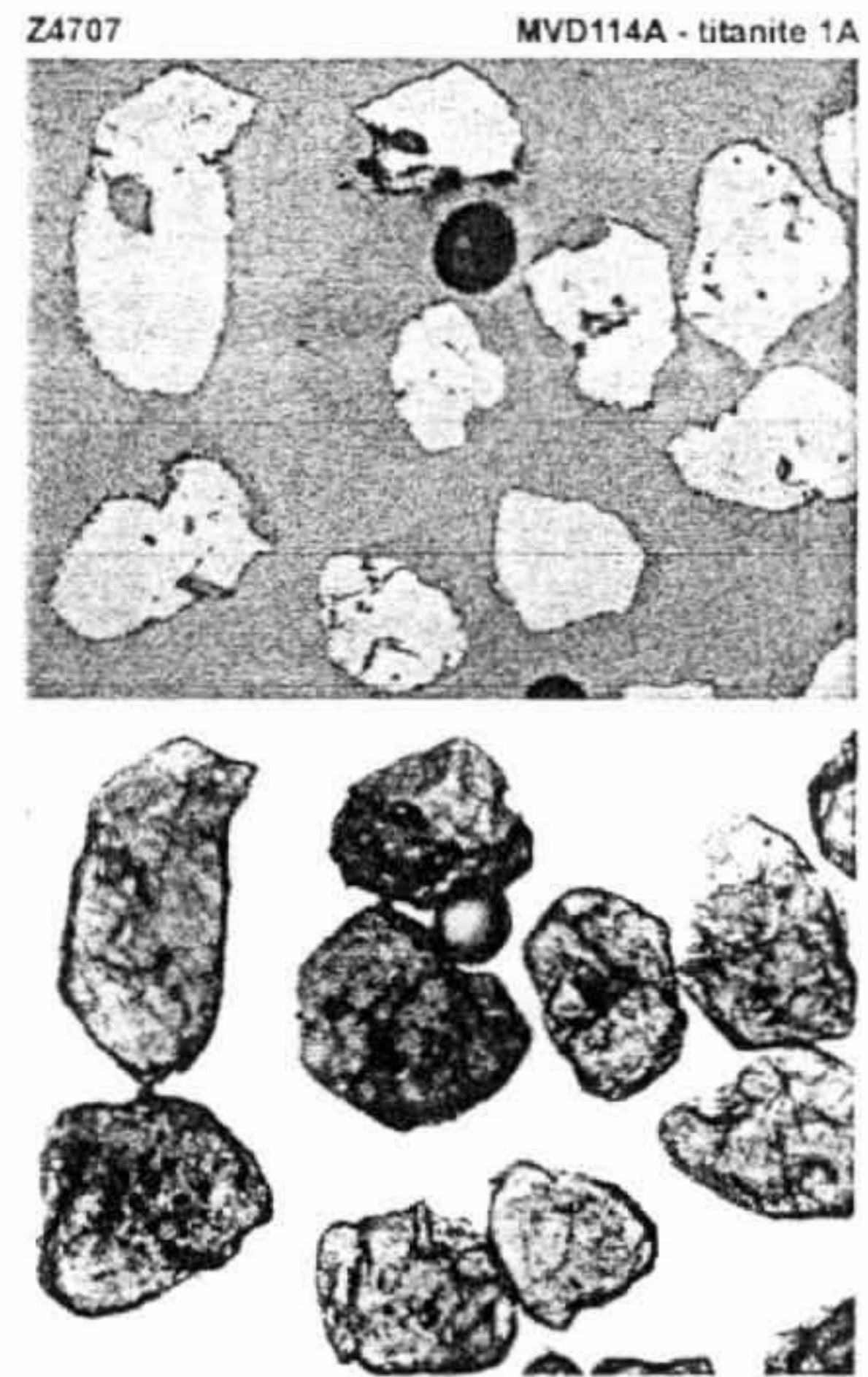


Figura 3B: Fotomicrografias a LR e LT de grãos de titanita.



Figura 4: Metalização do *mount*.

câmera digital Nikon E995 do laboratório SHRIMP Utilities (Figura 3A). As fotos foram editadas como mapas dos *mounts* e fotos de detalhe dos grãos, e foram impressas em cores em uma impressora laser Tektronix Phaser 850. Essas imagens foram utilizadas na seleção dos grãos a serem analisados e como orientação durante as análises (Figura 3B).

Metalização – Posteriormente à tomada de fotos ao microscópio foi feita a limpeza do *mount* com álcool etílico, um composto de hidrocarboneto (Petrol Spirit) e água Milli-Q, passando no final por uma limpeza em cuba de ultra-som. Após a secagem na estufa (50°C, 10 min) foi feita a metalização do *mount* utilizando-se o equipamento Univex 300 (Figura 4) onde, sob condições adequadas de vácuo e de corrente elétrica, deposita uma película de ouro sobre a amostra. Esta película deve ter diferentes espessuras, em função do tempo de metalização, segundo o equipamento a ser utilizado: para o escaneamento por microscopia eletrônica (SEM) é de 20Å, enquanto para análises no SHRIMP II é de 50Å e no SHRIMP RG é de 100Å.

Imageamento – Foram obtidas imagens SEM dos cristais de zircão por catodoluminescência (CL) no microscópio eletrônico Hitachi S-2250 do laboratório do SEM Utilities (Figura 5A). Já os de titanita e monazita foram imageados por *backscattering* (BSE) no microscópio eletrônico Cambridge Streoscan 360 da Research School of Biological Sciences da ANU (Figura 5B). Essas imagens com aumento de 150 a 300 vezes foram utilizadas para investigar as estruturas internas dos cristais e seleção daqueles a serem analisados isotopicamente. As imagens SEM foram editadas e impressas em monocromia em impressora laser.

SELEÇÃO DOS GRÃOS

A partir das fotomicrografias foram selecionados os grãos e pontos nesses grãos a serem analisados, evitando-se aqueles alterados, metamictizados, fraturados e contendo inclusões minerais. As imagens SEM permitiram identificar texturas, estruturas borda-núcleo, zoneamento oscilatório (magmático) e de reabsorção-sobrescrescimento (metamórfico) e núcleos herdados através do contraste das porções ricas e pobres em urânio (Figuras 6A e B). Buscou-se analisar principalmente as bordas dos cristais com objetivo de datar o último evento responsável pela formação do cristal. Esporadicamente, foram analisados núcleos para investigar possíveis componentes herdados.

ANÁLISES POR SHRIMP

Especificações do Equipamento – O equipamento *Sensitive High Mass Resolution Ion Microprobe* (SHRIMP) é uma microssonda iônica que permite a datação pontual *in situ* de partes de grãos minerais através da incidência de um feixe ions de oxigênio com cerca de 25 µm de diâmetro que remove o material ionizado e mede sua composição isotópica em um espectrômetro de massa. O laboratório PRISE do RSES-ANU conta com três gerações desse equipamento, sendo análise isotópica U-Th-Pb em zircão, titanita e monazita a mais rotineira. No presente trabalho foram utilizados somente os equipamentos mais modernos, o SHRIMP II e o SHRIMP RG, de última geração (Figura 7).

Nas análises de rotina são medidos os seguintes isótopos: ^{196}Zr , ^{204}Pb , ^{206}Pb , ^{207}Pb , ^{208}Pb , ^{248}ThO , ^{238}U , $^{254}\text{UO}_2$ e um ruído de fundo (background) com massa próxima do ^{204}Pb . Além disso, para a titanita também é medido o $^{200}\text{CaTi}_2\text{O}_4$ e na

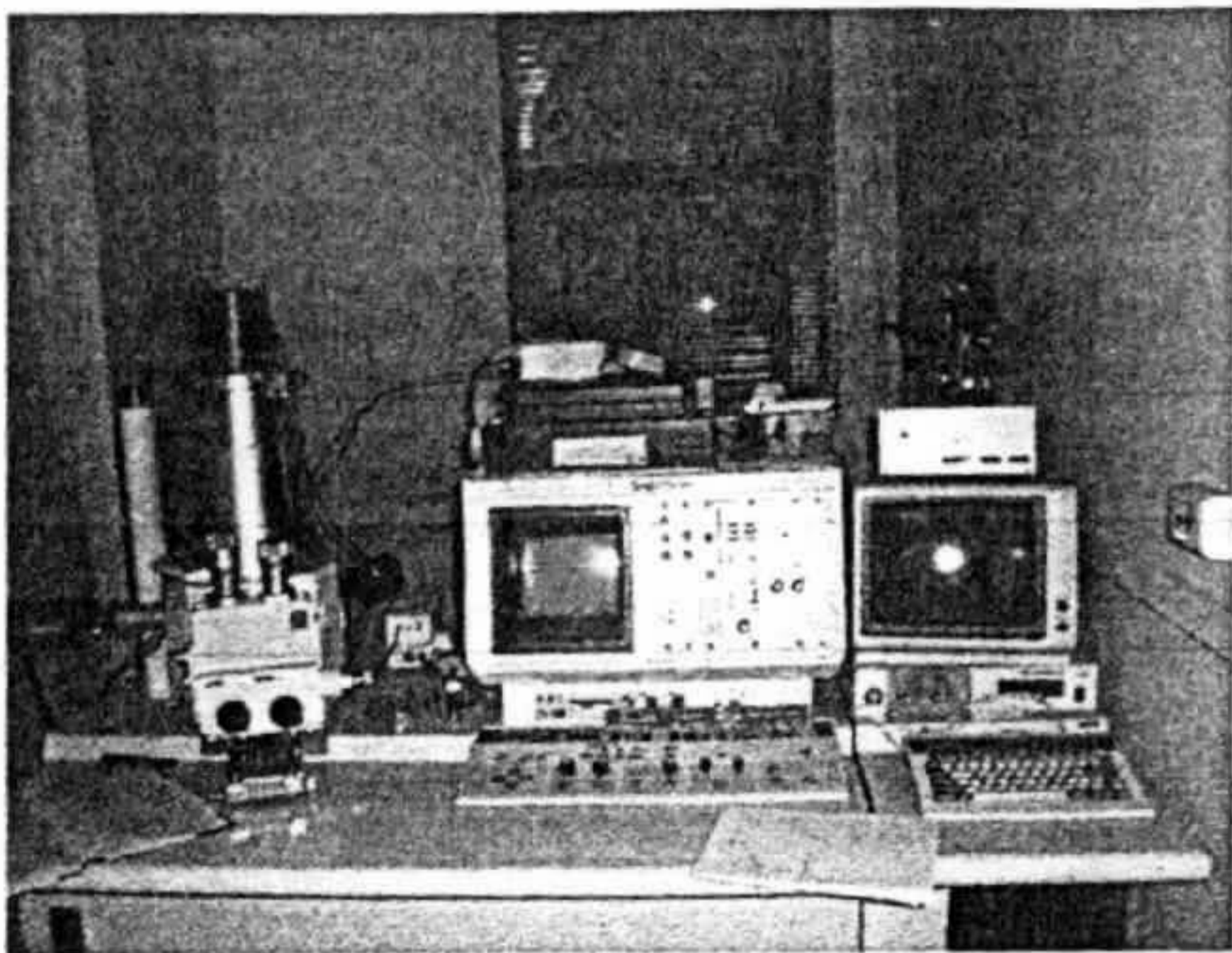


Figura 5A: Microscópio eletrônico utilizado para captura de imagem por catodoluminescência.

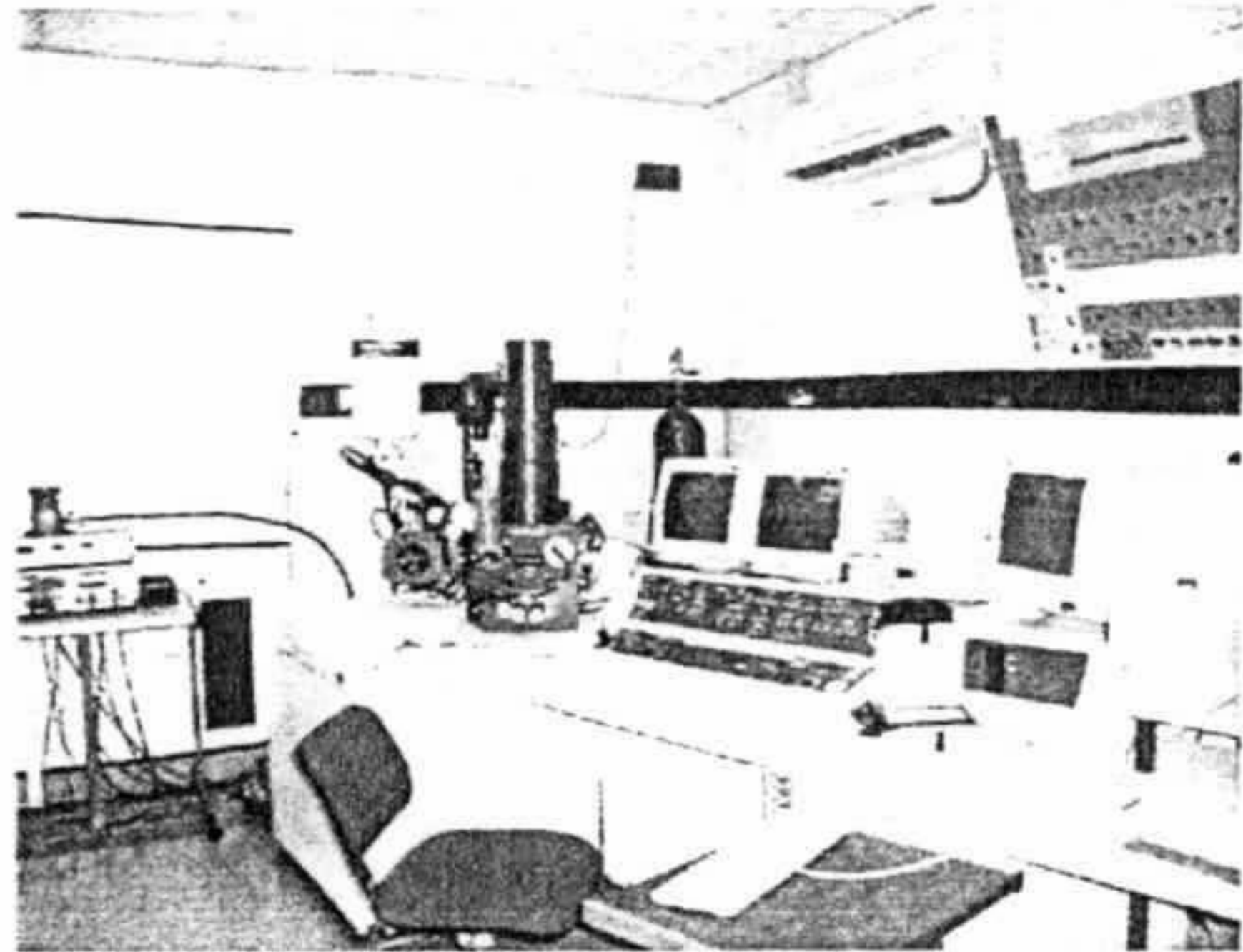


Figura 5B: Microscópio eletrônico utilizado para captura de imagem por *backscatterig*.

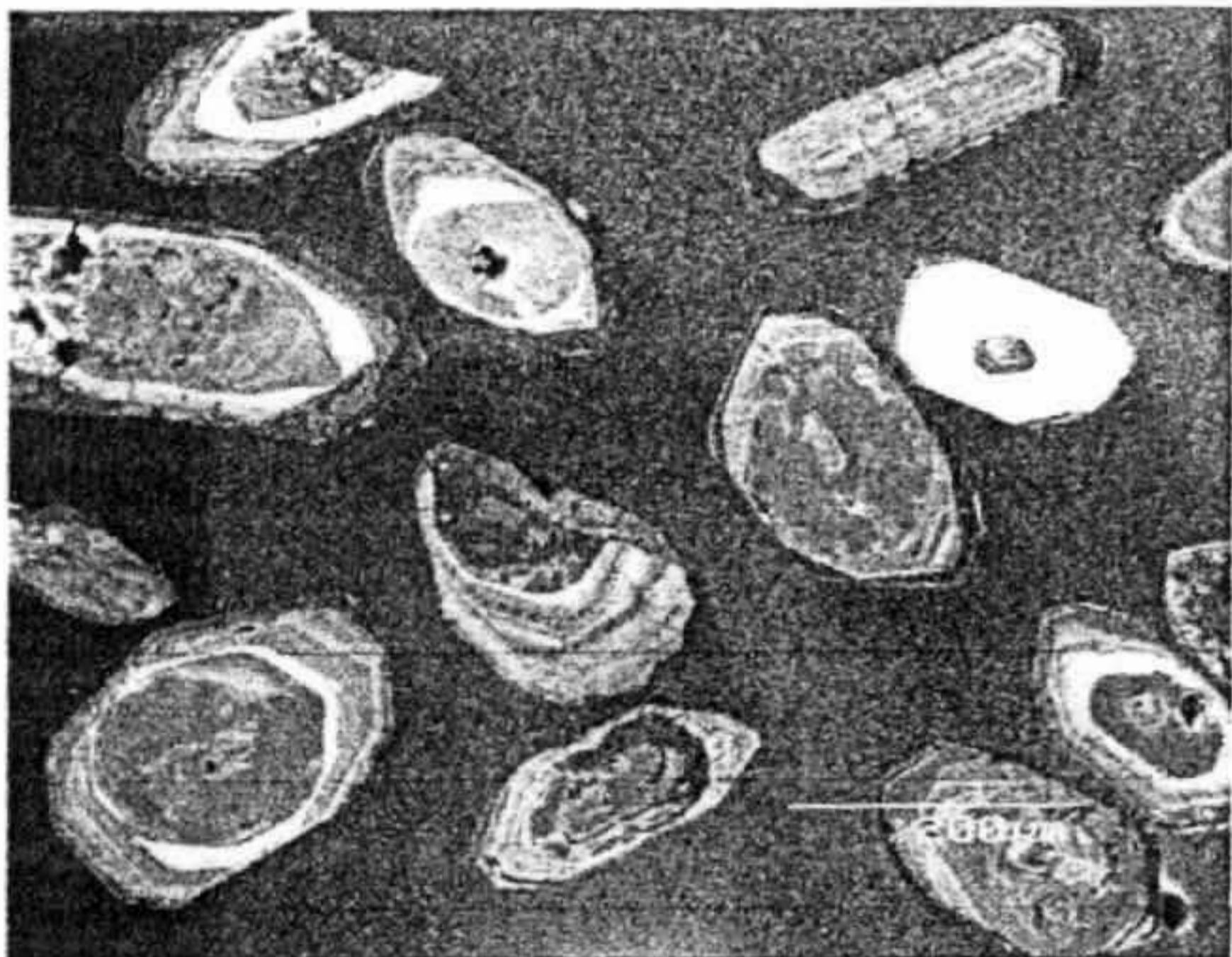


Figura 6A: Núcleo-borda e zonamento oscilatório de cristais de zircão (porções escuras = alto U).

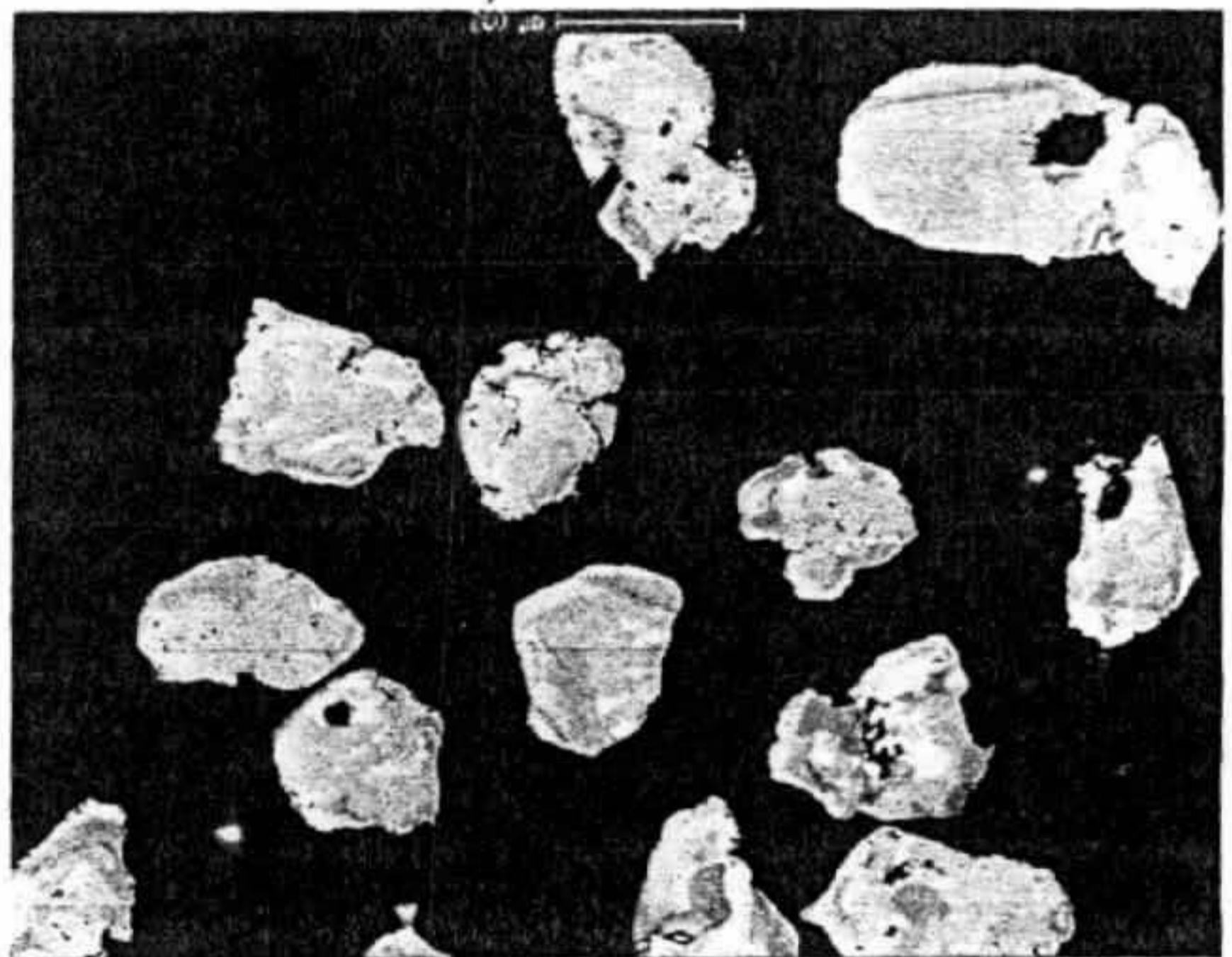


Figura 6B: Cristais de titanita com bordas e feições reabsorção (manchas claras = alto U).

monazita o $^{203}\text{CePO}_2$. Antes de iniciar as análises isotópicas são feitas calibrações para o contador de ions, do fracionamento de massa isotópica e do fracionamento interelementos, conforme descritas em Williams (1998). Cada tipo de análise envolve um número mínimo de grãos, quantidade de varreduras de medidas e tempo de análises diferentes. Por exemplo, para análise de zircão de amostras de rocha foram analisados cerca de 20 grãos, com 6 varreduras e duração de 11 a 13 minutos. Na análise de zircão detrítico proveniente de sedimentos dos rios foram analisados 60 grãos, com 5 varreduras e tempo de análise de 9 a 10 minutos por grão.

Foram feitas análises de padrões que permitem determinar a concentração dos elementos de interesse, monitorar as condições de análise e corrigir as análises isotópicas. Assim, a cada 3 grãos de amostra de rocha é feita uma análise no padrão e, para amostra de zircão detrítico, é feita uma análise de padrão a cada 4 grãos de amostra. Os padrões utilizados são minerais naturais de composição isotópica e idades determinadas por diferentes técnicas do método U-Pb em diversos laboratórios e existe uma série de pré-requisitos de cristalinidade, homogeneidade da composição e uniformidade dos resultados. Nas análises do zircão foram utilizados os padrões SL13 (Claoue-Long et al., 1995) e FC1 (Paces & Miller, 1993), enquanto para a titanita e monazita foram utilizados os padrões BRL-1 (Aleinikoff, com. pess., 2005) e WB.T.329 (Williams, 1996), respectivamente. O doutorando operou cerca de 60 horas no equipamento que conta com interfaces de computadores e vídeos, bem como com rotinas de programa de funcionamento de fácil manuseio (Figura 8).

Tratamento dos Dados – Os dados brutos são tratados para obtenção das concentrações e razões isotópicas através do programa *Squid* versão 1.03 (Ludwig, 2001) que também efetua as correções do Pb comum. Na correção pelo ^{204}Pb , assumem-se idades para as amostras com base nos dados preliminares e, através da curva de evolução do Pb terrestre de Stacey & Kramer (1975), determina-se as composições isotópicas do Pb comum naquelas idades. Por fim, corrige-se a composição de Pb medida na amostra pela subtração do Pb comum inicial. Posteriormente, os dados corrigidos são lançados nos diagramas concórdia e a idade U-Pb é calculada, utilizando o programa *Isoplot/Ex* versão 3.00 (Ludwig, 2003). A partir da distribuição dos pontos no diagrama é feita uma avaliação prévia dos grãos que entram no cálculo final da idade. Outros critérios, como proximidade da curva concórdia (grau de concordância) e efeitos de ganho de Pb comum ou processos de perda de Pb também foram levados em conta.

ANÁLISES POR LA-ICP-MS

Especificações do Equipamento – O laboratório PRISE conta com um *Laser Ablation - Induction Coupled Plasma - Mass Spectrometer* (LA-ICP-MS) constituído por um sistema de laser Excimer (*excited dimer*) Lambda Physic LPX 1201 que opera em um comprimento de onda ultravioleta profundo a 193nm, utilizando uma mistura de Ar e F para produzir uma luz laser (Figura 9A). O material é amostrado com um feixe circular de laser com 32 μm de diâmetro, utilizando uma célula com mistura de He e Ar e levado a um espectrômetro de massa de ICP modelo Agilent 7500S (Figura 9B), onde são medidos os seguintes nuclídeos: ^{29}Si , ^{31}P , ^{49}Ti , ^{89}Y , ^{91}Zr , ^{139}La , ^{140}Ce , ^{147}Sm , ^{153}Eu , ^{163}Dy , ^{175}Lu , ^{177}Hf , ^{206}Pb , ^{207}Pb , ^{208}Pb , ^{232}ThO , ^{235}U e ^{238}U . Foram analisados 100 grãos de zircão detrítico por amostra, em experimento com duração de aproximadamente 1 minuto, cerca de 20 s com o feixe de laser desligado para medida do background e os 40 s restantes com o feixe ligado para 150 varreduras de massa.

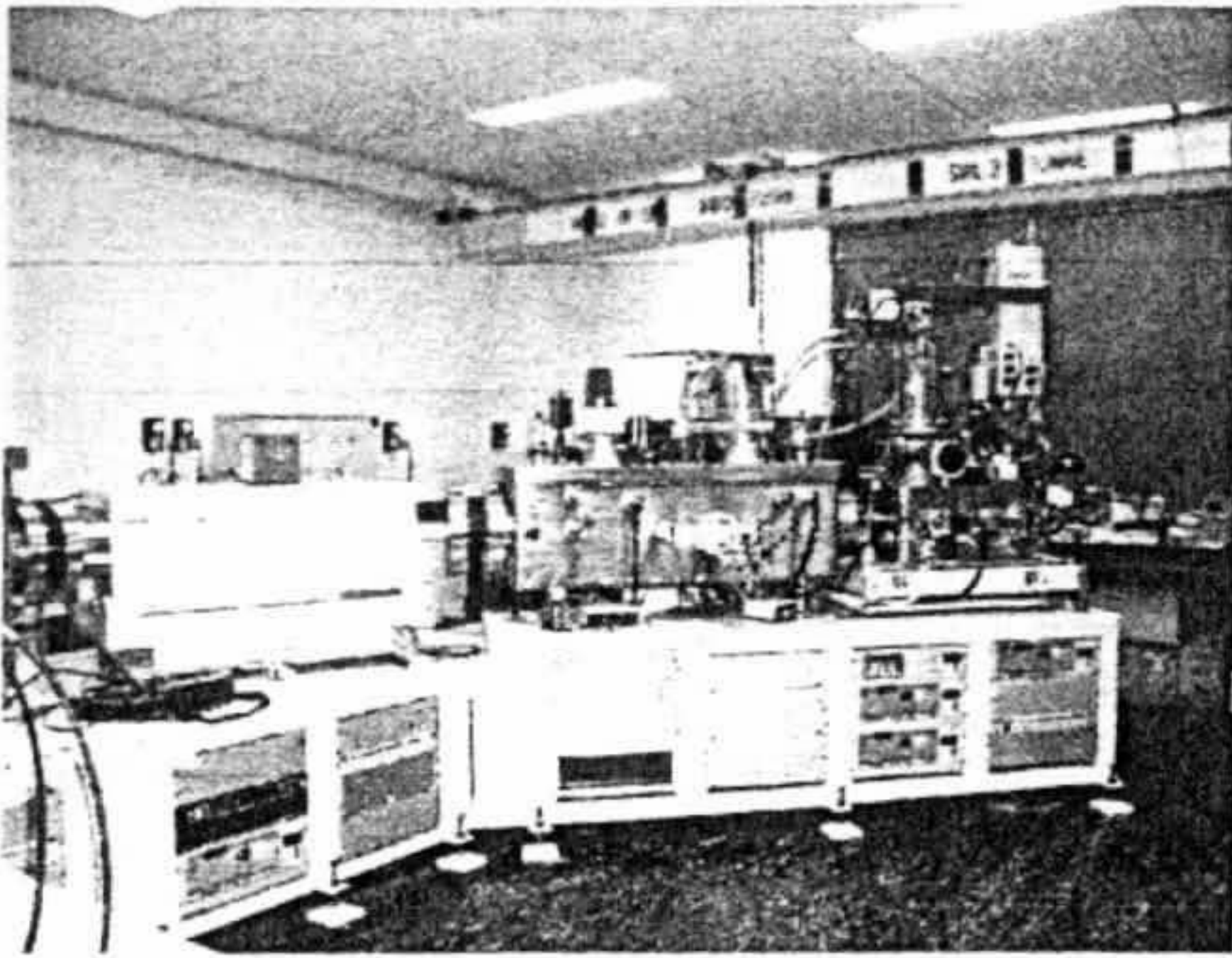


Figura 7: Equipamento SHRIMP-RG

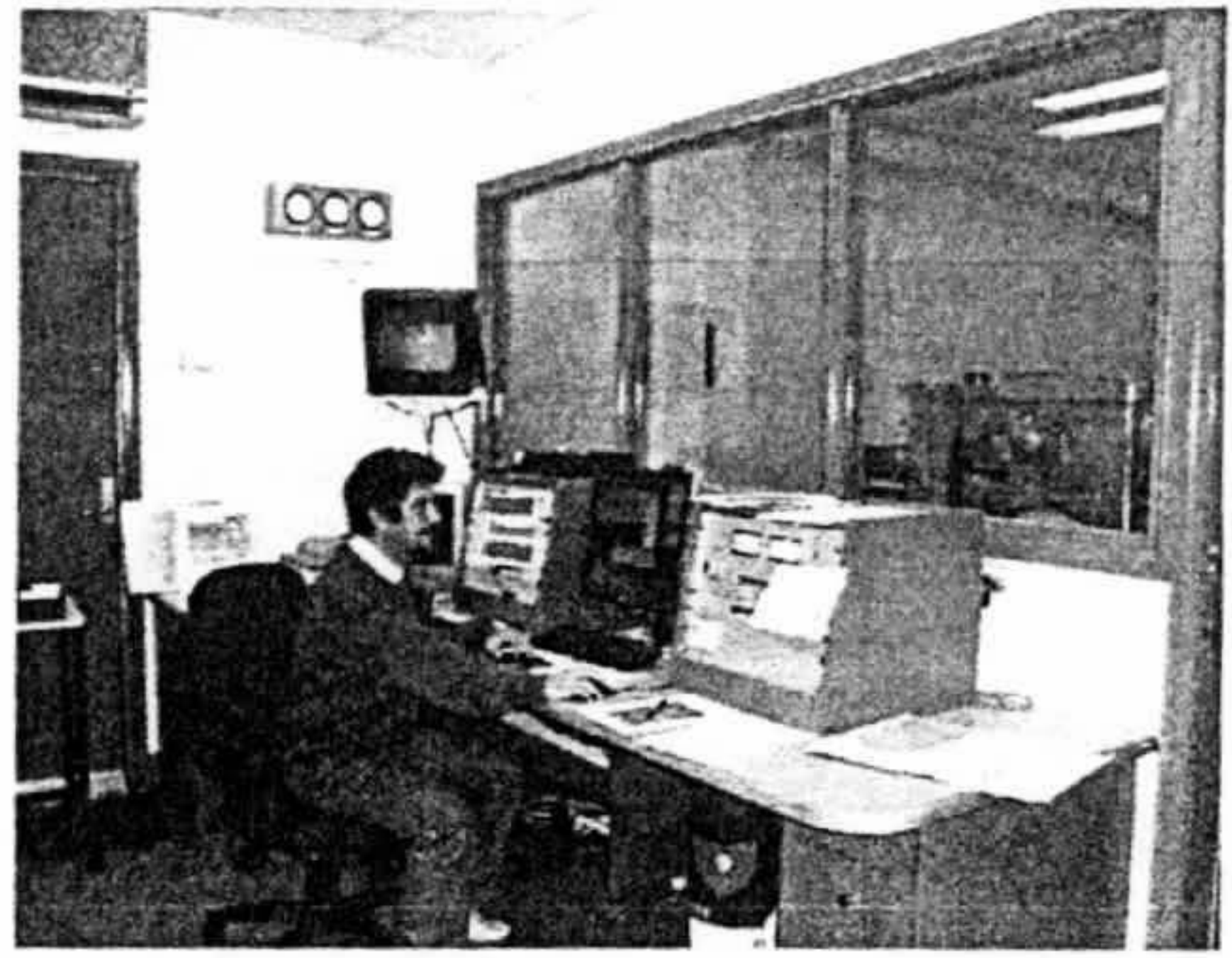


Figura 8: Periféricos do SHRIMP-RG

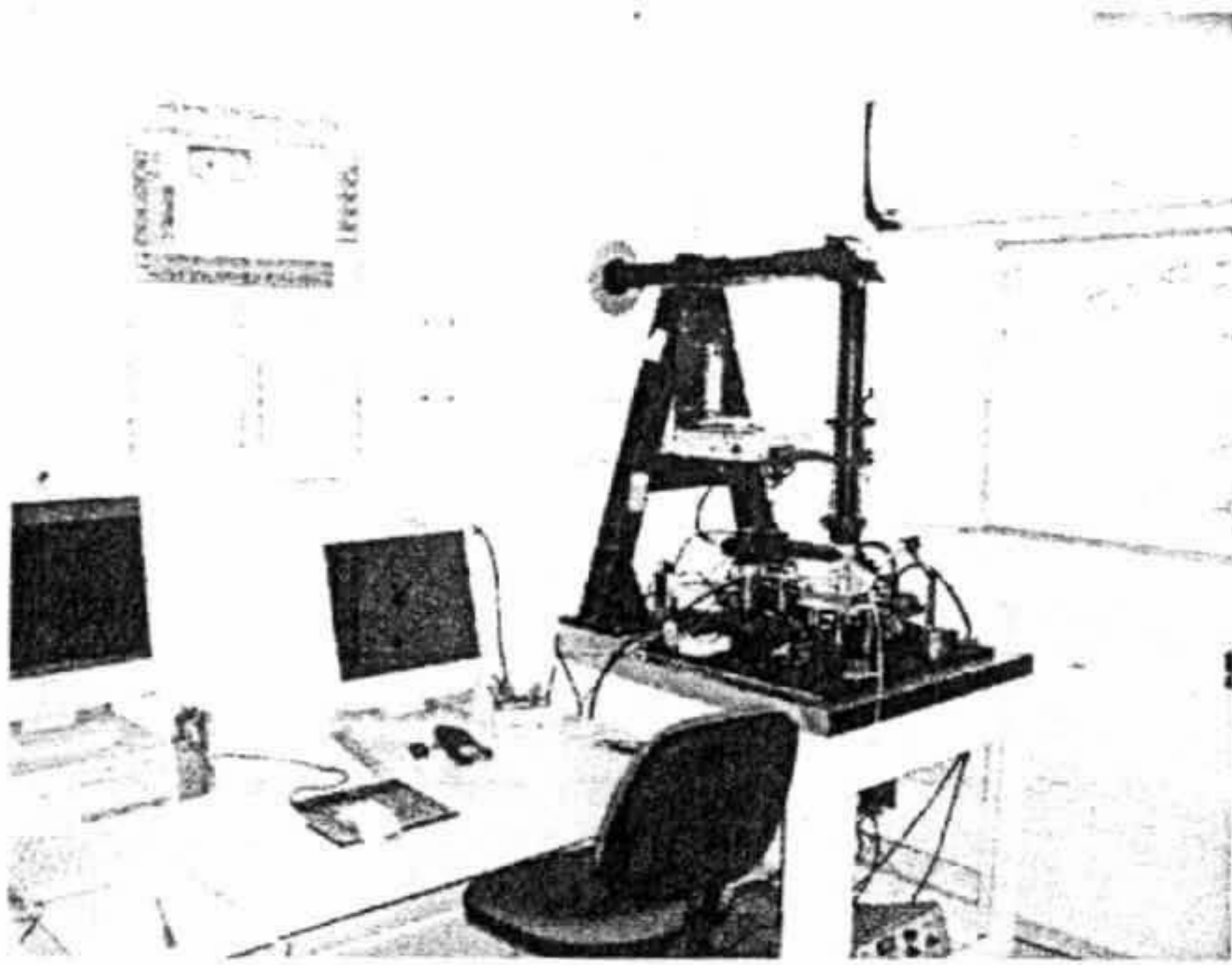


Figura 9A: Sistema de laser do LA-ICP-MS.

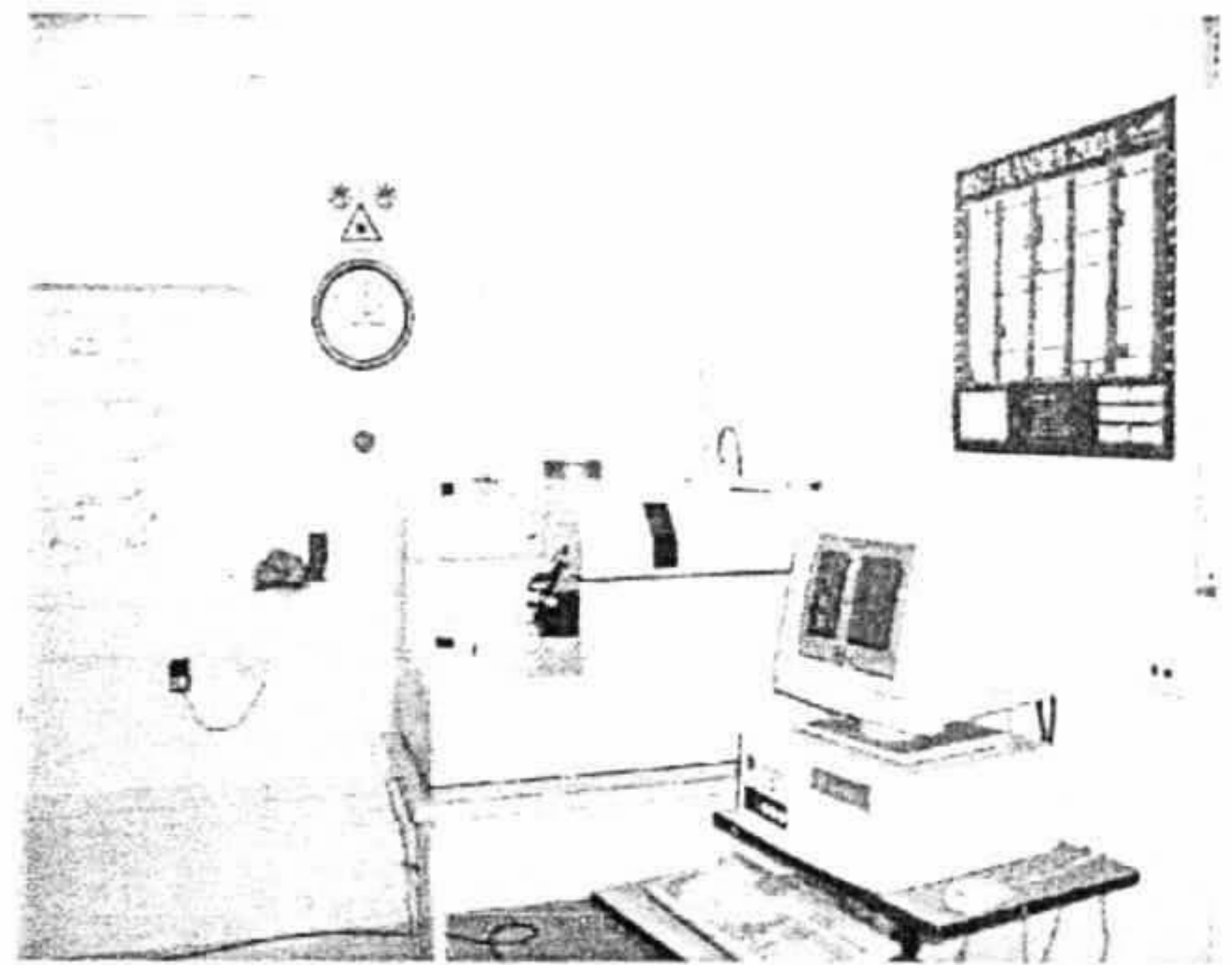


Figura 9B: Espetrometro de massa do LA-ICP-MS.

Os padrões utilizados foram o vidro sintético NIST610 para correção do fracionamento Th/U e o padrão de zircão FCI para determinação das concentrações e correção do Pb comum. As duas primeiras medidas dos padrões foram realizadas a cada 5 grãos de amostra analisados e, em seguida, mudou-se para 10 grãos. O equipamento é de manipulação simples para as análises de rotina, contando com computadores e programa de funcionamento. O doutorando operou o mesmo por cerca de 13 horas.

Tratamento dos Dados – Os dados brutos foram tratados e as idades calculadas, utilizando-se planilhas eletrônicas para Excel da Microsoft desenvolvidas por pesquisadores do RSES (Smith & Palim, 1997). A correção do Pb comum foi feita a partir da razão $^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ esperada para uma idade $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ preliminar e das razões Th/U e $^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ medidas, seguindo o modelo de evolução do Pb de Cumming & Richards (1975). A correção pelo ^{204}Pb se mostra inviável em função da contaminação isobárica do Hg contido no Ar. A partir dos dados corrigidos, foram calculadas idades $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ de cada grão, posteriormente utilizando diagramas de probabilidade cumulativa e histogramas construídos com o Isoplot/Ex. A partir dos resultados finais, foram individualizados diferentes grupos de idade e avaliado o seu significado. Este estudo objetivo realizar uma varredura que forneça um amplo espectro de idades de rochas aflorando da região, permitindo avaliar a contribuição de determinados corpos rochosos relacionados a eventos conhecidos que contribuíram como fonte dos sedimentos atuais e identificar outros ainda não reconhecidos. As amostras de zircão detritico analisadas por ICP foram igualmente datadas também pelo método U-Pb SHRIMP, que tem o Pb comum corrigido pelo ^{204}Pb , com a finalidade de testar os resultados obtidos por LA-ICP-MS.

ATIVIDADES EXTRAS

SEMINÁRIOS - Semanalmente são apresentadas palestras no Jaeger Seminar Room do RSES por pesquisadores da ANU e visitantes. Os temas são relacionados às geociências, abordando áreas diversas, como por exemplo, a evolução das linhas de pesquisa do RSES e dos centros de pesquisas conveniados e sobre os vestígios da vida nos primórdios da formação da Terra. As seguintes palestras e os respectivos palestrantes assistidas foram:

- The Science of Earth Chemistry – Trevor Ireland (RSES-ANU)
- Fluid Involvement in the Earthquake Rupturing – Rick Sibson (University of Otago - New Zeland)
- Life in the Archean: The 3.6-3.85 Ga Itsaq Gneiss – Allen Nutman (RSES-ANU)
- Bar Codes for Orogeny: Linking Plate Tectonics to Birth and Death of Mountain Belts – Gordon Lister (RSES-ANU)
- A Decade of Coral Dating: Quaternary Climates and Sea Level – Tezer Esat (RSES/RSPHYS-ANU)
- Plate Tectonics in Controlling the Emplacement of Diamond-bearing Kimberlites and Related Magmas – Simon Richards

CONSULTAS BIBLIOGRÁFICAS – O doutorando foi cadastrado na biblioteca da RSES na qualidade de visitante acadêmico da ANU o que lhe permitiu acesso às publicações periódicas e livros, bem como acesso *on line* ao catálogo de publicações. Foram copiados arquivos PDF de artigos científicos de periódicos *on line*

Trabalho de Pesquisa – A datação *in situ* de minerais pelo método U-Pb por SHRIMP e LA-ICP-MS permitiu um salto qualitativo na pesquisa desenvolvida a solucionar as principais questões geológicas da área em estudo e forneceu informações adicionais que enriqueceram o estudo sobre a evolução das rochas da região. Dentre as questões geológicas críticas existiam lacunas entre os eventos magmáticos detectados previamente pelo método de evaporação de Pb em zircão em Vasquez *et al.* (no prelo). Através do método U-Pb SHRIMP em zircão foram identificados alguns desses eventos intermediários (2,16 e 2,13 Ga). Adicionalmente, a datação U-Pb SHRIMP em titanita de granitóides deformados permitiu identificar eventos de deformação a alta temperatura (2,17 Ga e 2,15 Ga) e de baixa temperatura (2,06 Ga). A existência de crosta mais antiga foi detectada através da datação de ortognaisses com cerca de 2,5 Ga e granitóides com 2,34 Ga por U-Pb SHRIMP em zircão. O metamorfismo de fácies granulito foi investigado com a datação U-Pb SHRIMP em monazita (2,08Ga) de gnaisses aluminosos migmatizados. A datação de cristais de zircão detritico dos sedimentos dos rios Xingu e Iriri por LA-ICP-MS e SHRIMP permitiu ter-se uma visão da distribuição de idades dos eventos geradores de rocha na região. Assim, foram observados contrastes e semelhanças entre as populações de zircão de cada rio, com uma importante contribuição de rochas fontes de 2,0 - 2,2 Ga e 1,75 - 1,95 Ga comum a ambos e com predomínio de fontes mais antigas (2,6 - 3,3 Ga) no rio Xingu.

Em conclusão, acredita-se que os objetivos foram plenamente alcançados e a qualidade dos dados obtidos garantirá futuras publicações em periódicos internacionais. O acompanhamento do estágio pelo orientador brasileiro (Prof. Moacir Macambira), tanto a distância quanto no período compartilhado no RSES, foi altamente satisfatório. A oportunidade do mesmo participar na obtenção, tratamento e interpretação dos dados obtidos durante parte do estágio foi um fator que incrementou a integração da equipe de pesquisa. Por fim, a experiência adquirida no manuseio dos equipamentos e tratamento dos dados geocronológicos deve qualificar o doutorando a participar da equipe da Rede Geochronos, ora em instalação no Brasil com a participação da UFPA e do Serviço Geológico do Brasil – CPRM, instituições às quais está ligado o autor deste relatório.

Agradecimentos – O autor agradece ao Serviço Geológico do Brasil – CPRM que concedeu a liberação para o afastamento a serviço oficial e pagou cinco análises geocronológicas do estágio. Os agradecimentos são extensivos ao Projeto Nº 103/98 PRONEX (Proc. 66.2103/1998-0) que financiou três análises geocronológicas e a CAPES pela concessão da bolsa PDEE que possibilitou o estagio.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Claoue-Long, J.C.; Compston, W.; Roberts, J.; Fanning, C.M. 1995. Two Carboniferous ages: A comparison of SHRIMP zircon dating with conventional zircon ages and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ analysis. In: W.A. Berggren, D.V. Kent, M-P. Aubry, J. Ardenbol (Eds.) *Geochronology, time scale and global stratigraphic correlation*, Society for Sedimentary Geology, Special Publication, 4: 3-21.
- Cumming, G.L. & Richards, J. 1975. Ore Lead isotope ratios in continuously changing Earth. *Earth Planetary Science Letters*, 48: 97-110.
- Ludwig, K.R. 2001. Squid version 1.03 – A user's manual. Berkeley Geochronological Center Special Publication, Nº 2, 18p.
- Ludwig, K.R. 2003. Isoplot/Ex version 3.00 – A geochronological toolkit for Microsoft Excel. Berkeley Geochronological Center Special Publication, Nº 4, 70p.
- Paces, J.B. & Miller, J.D. 1993. Precise U-Pb ages of Duluth Complex and related mafic intrusions, northeastern Minnesota: geochronological insights into physical, petrogenetic, paleomagnetic and tectonomagmatic process associated with the 1.1 Ga midcontinental system. *Journal Geophysical Research*, 98: 13997-14013.
- Stacey, J.S. & Kramer, J.D. 1975. Approximation of terrestrial lead isotope evolution by a two-stage model. *Earth Planetary Science Letters*, 26: 207-259.
- Smith, K. & Palin, M. 1997. U-Pb data reduction worksheet / Date summary – for Microsoft Excel (unpublished)
- Vasquez M.L.; Macambira, M.J.B.; Galarza, M.A. Granitóides Transamazônicos da Região Irixi-Xingu, Para - Novos dados geológicos e geocronológicos. In: V. Souza & A.C. Horbe (Eds.) *Contribuições a Geologia da Amazônia*, 4 (no prelo).
- Williams, I.S.; Buik, L.S.; Cartwright, I. 1996. An extend episode of early Mesoproterozoic metamorphic fluid flow in the Reynolds Range, central Australia. *Journal Metamorphic Geology*, 14: 29-47p.
- Williams, I.S. 1998. U-Th-Pb geochronology by ion microprobe – Chapter 1. In: M.A. McKibben, W.C. Shanks III, W.I. Rydley (Eds.) *Applications of microanalytical techniques to understanding mineralizing processes*, Reviews in Economic Geology, 7: 1-35.