UNIVERSIDADE FEDERAL DO PAMPA CAMPUS CAÇAPAVA DO SUL BACHARELADO EM GEOLOGIA

DIOGO GABRIEL SPERANDIO

NOVOS *INSIGHTS* METODOLÓGICOS PARA TRAÇOS DE FISSÃO ESPONTÂNEOS EM OLIVINAS DA ILHA DAS FLORES, ARQUIPÉLAGO DOS AÇORES, PORTUGAL

Caçapava do sul

2019

DIOGO GABRIEL SPERANDIO

NOVOS INSIGHTS METODOLÓGICOS PARA TRAÇOS DE FISSÃO ESPONTÂNEOS EM OLIVINAS DA ILHA DAS FLORES, ARQUIPÉLAGO DOS AÇORES, PORTUGAL

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Bacharelado em Geologia da Universidade Federal do Pampa, como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Geologia.

Orientadora: Dr^a Cristiane Heredia Gomes

Caçapava do Sul

2019

Ficha catalográfica elaborada automaticamente com os dados fornecidos

pelo(a) autor(a) através do Módulo de Biblioteca do

Sistema GURI (Gestão Unificada de Recursos Institucionais).

S749r	Sperandio, Diogo Gabriel
	NOVOS INSIGHTS METODOLÓGICOS PARA TRAÇOS DE FISSÃO ESPONTÂNEOS EM
	OLIVINAS DA ILHA DAS FLORES, ARQUIPÉLAGO DOS AÇORES, PORTUGAL / Diogo
	Gabriel Sperandio.
	95 p.
	Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Universidade Federal do Pampa, BACHARELADO EM GEOLOGIA, 2019. "Orientação: Cristiane Heredia Gomes".
	1. Traços de Fissão. 2. Termocronologia. 3. Olivina. 4. Arquipélago dos Açores. 5. Ilha das Flores. I. Título.

DIOGO GABRIEL SPERANDIO

NOVOS INSIGHTS METODOLÓGICOS PARA TRAÇOS DE FISSÃO ESPONTÂNEOS EM OLIVINAS DA ILHA DAS FLORES, ARQUIPÉLAGO DOS AÇORES, PORTUGAL

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Bacharelado em Geologia da Universidade Federal do Pampa, como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Geologia.

Trabalho defendido e aprovado em 5 de dezembro de 2019.

Banca examinadora:

ristigne

Prof. Dr^a. Cristiane Heredia Gomes Orientadora Universidade Federal do Pampa

clar

Prof. Dr^a. Delia Del Pilar Montecinos de Almeida Universidade Federal do Pampa

mann Sci

Prof. Dr^a. Anelise Marlene Schmidt Universidade Federal do Pampa

À minha mãe,

Mara,

que me ensinou sobre a ternura e o prazer pelo conhecimento.

Ao meu pai,

Ivanir,

que fez tanto com tão poucas oportunidades que lhe foram dadas e me ensinou sobre a arte da teimosia.

AGRADECIMENTOS

Em 1971, o grande escritor uruguaio Eduardo Galeano escreveu:

Há dois lados na divisão internacional do trabalho: um em que alguns países se especializaram em ganhar, e outro em que se especializaram em perder. Nossa comarca no mundo, que hoje chamamos América Latina, foi precoce: especializou-se em perder desde os remotos tempos em que os europeus do Renascimento se abalançaram pelos mares e lhe cravaram os dentes na garganta. Passaram-se os séculos e a América Latina aprimorou suas funções. [...] A região continua trabalhando como serviçal, continua existindo para satisfazer as necessidades alheias, como fonte e reserva de petróleo e ferro, de cobre e carne, frutas e café, matérias-primas e alimentos, destinados aos países ricos que, consumindo-os, ganham muito mais do que ganha a América Latina ao produzi-los (Galeano, 1971).

Não poderia começar estes agradecimentos sem citá-lo. Logo ao primeiro parágrafo do seu livro ele consegue descrever as mais profundas raízes de nossa América Latina. Ele exprime a forma como eu vejo o desenvolvimento da universidade na qual, agora, me confere o título de geólogo. Ingressei na Universidade Federal do Pampa, via sistema de cotas para estudantes de escola pública, em março de 2015. Uma universidade que fora anunciada em 27 de julho de 2005, num épico discurso em Bagé pelo então presidente Luiz Inácio Lula da Silva. A Universidade Federal do Pampa, da qual eu sou fruto hoje, é resultado de uma política de expansão e interiorização do ensino superior público, de uma luta de iniciativa popular, iniciada aqui em Caçapava do Sul quando centenas de trabalhadores e trabalhadoras tomaram as ruas em prol da construção de uma universidade no pampa gaúcho. Sim, a unipampa começou a ser nutrida pelo grito popular aqui em Caçapava do Sul.

Como muito bem registrou-se em seu primeiro *Plano de Desenvolvimento Institucional (2009-2013)*, a UNIPAMPA:

> "Veio marcada pela responsabilidade de contribuir com a região em que se edifica - um extenso território, com críticos problemas de desenvolvimento socioeconômico, inclusive de acesso à educação básica e à educação superior - a "metade sul" do Rio Grande do Sul. Veio ainda para contribuir com a integração e o desenvolvimento da região de fronteira do Brasil com o Uruguai e a Argentina."

Não cabia mais ao Pampa Gaúcho, parafraseando o que já citei de Galeano, *"continuar trabalhando como serviçal, continuar existindo para satisfazer as*

necessidades alheias, como fonte e reserva de ferro, de cobre e carne". Era necessário nutrir conhecimento, ciência, educação e cultura numa região edificada em um extenso território com críticos problemas de desenvolvimento socioeconômico.

Portanto, agradeço à UNIVERSIDADE FEDERAL DO PAMPA, e a todos aqueles que incansavelmente a defendem e fazem parte da sua construção. Agradeço pelo mecanismo de transformação social, científico, cultural e de desenvolvimento que ela se tornou. Em pouco tempo de existência já transforma a realidade de uma região historicamente esquecida pelo poderio público, e que hoje faz um importante papel de integração brasileira-uruguaia-argentina, dando acesso à educação superior, gratuita, pública e de qualidade a cidadãos destas três nacionalidades. Agradeço à UNIPAMPA por ter sido um mecanismo de transformação da minha própria realidade.

Ainda é necessário prolongar os meus agradecimentos, conforme segue:

Aos meus pais e aos meus irmãos pelo incansável suporte nessa, e em tantas outras, jornadas:

Mara Ignez Müller Sperandio

Ivanir Antônio Sperandio

Doglas Sperandio

Diego Sperandio

Pelas inesgotáveis conversas sobre geologia, pelas confidências sobre a vida, pela orientação, não somente deste trabalho, mas pela orientação na minha construção acadêmica desde o meu primeiro semestre, e, por me mostrar o quão fascinante pode ser estudar as geociências a partir da geoquímica, agradeço a:

Cristiane Heredia Gomes

Pela convivência e cumplicidade em todas as horas, agradeço a:

Aos meus irmãos da República Geoloki, os quais levarei pra vida e na memória:

André Gustavo da Cunha Ramalho (Andrézin)

Aline Silva Barbosa (Nicotiana)

Issacar Barroso (pai)

Jean Carlo Henzel Taglieber (salaminho)

Renê Souto Coutinho (Renêzin)

Os mais especiais agradecimentos àqueles que estiveram junto comigo no Conselho Superior da Universidade Federal do Pampa (CONSUNI/UNIPAMPA) por longos 3 anos travando calorosos embates e discussões sobre como construir esta universidade:

Primeiramente, agradeço a todos os alunos, dos 10 campi da UNIPAMPA, que confiaram à mim o seu voto, por duas vezes, para que eu fosse eleito e reeleito como conselheiro discente. Incumbindo à minha pessoa, junto com outras 4, a árdua tarefa de fazer valer a voz de quase 14 mil alunos lá dentro.

Estavam comigo defendendo a classe discente, travando incansáveis debates e dando incondicional suporte:

Ewerton da Silva Ferreira

Valéria Vinci Zinelli

Maicon Noetzold Venes Pereira

Yuan Kuen Baltazar da Nóbrega Tong

Fernanda Moreira Gomes

Diego Matos Noronha

Sandro Burgos Casado Teixeira (o melhor pró-reitor de Assuntos Estudantis que esta universidade já teve)

Não posso deixar de agradecer ao reitor, geólogo, Marco Antônio Fontoura Hansen, pelas inúmeras conversas e discussões sempre construtivas dentro do CONSUNI.

Ainda tratando-se do CONSUNI agradeço à todxs os membros, e colegas, da:

Comissão de Regimentos e Normas (CRN) – comissão responsável por analisar e emitir parecer sobre a concordância regimental e estatutária de toda e qualquer proposta de resolução da universidade. Sem dúvidas foi a comissão de mais demandou esforços e empenho de minha parte. Valeu muito a pena.

Comissão de Relações Universidade-Sociedade (CRU-S), onde emitíamos parecer sobre todo e qualquer convênio firmado entre a unipampa e órgão externos. Muito aprendizado nas relações entre instituições.

Comissão de Alteração do Estatuto e do Regimento Geral da Universidade, que me mostrou o quão custoso é discutir um estatuto e um regimento geral de forma integrada, democrática e plural. Eu tenho certeza de que continuarão a fazer um belo trabalho.

À todos os amigos que Caçapava me proporcionou e que me ensinaram a amar esta cidade. Faço um agradecimento MUITO especial à um amigo e companheiro, caçapavano, que me mostrou que não há possibilidades de as coisas não darem certo, elas sempre terão que dar certo de um jeito ou de outro: Giordano Borba de Freitas

À todas as pessoas que, de alguma forma, estiveram nessa caminhada geológica nestes anos, nas horas de estudo, nos campos, mapeamentos, congressos, discussões e, sobretudo, na convivência e construção do que eu sou hoje, agradeço a:

> Miro Sant'Anna Clarice Galhardi Mauricio Dias Daniele Martins Soares João Pedro Santana Débora Regina V. Rocha Marcelo Kotcheski Nauan Benedet Leilane Cristina de Sousa [Willian] Gabriel Smith

> > Juliana Gimenes

Ísis Caroline

Marcos Vinícius Moraes

Hernan Sales

Ana Artine

Fernanda Prestes Gauna

Débora Guimarães

E claro, ao bebê geológico, Luis Henrique

À FAPERGS (Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio Grande do Sul) pela concessão da minha bolsa de estudos. Sem ela, certamente, não estaria concluindo, hoje, esta caminhada.

À toda a infraestrutura da UFRGS e UNIPAMPA que fora disponibilizada, em termos de laboratórios, insumos, instrumentos e, sobretudo, do corpo técnicocientífico para a execução deste trabalho.

Não há outra forma de encerrar estes agradecimentos, se não da forma em que um dos geólogos mais incríveis que eu conheço, Mauricio Dias, escreveu:

VIVA A DEMOCRACIA, A UNIVERSIDADE PÚBLICA E AS COTAS!

VIVA A UNIVERSIDADE FEDERAL DO PAMPA!

"Era como se eu estivesse dentro dum avião que voava a grande altura: Podia ter a visão do conjunto, discernia os contornos do Continente. Viajava num país sem mapas, e outra bússola não possuía além da minha intuição romancista. E isso fora bom".

Érico Verissímo

(Discutindo sobre o livro O Continente da obra O tempo e o vento.)

RESUMO

Este trabalho apresenta um estudo em Traços de Fissão em olivinas presentes nas rochas vulcânicas da Ilha das Flores, Arquipélago dos Açores, Portugal. O estudo almeja promover a discussão acerca da aplicabilidade das olivinas no estudo termocronológico por Traços de Fissão, em uma retomada e aprimoramento da metodologia aplicada na década de 1960. Para tanto, a base de dados deste estudo foi constituída por amostras de rochas dos Complexos Vulcânicos de Base e Superior (CB & CS) da Ilha das Flores. As amostras foram tratadas e analisadas em distintos laboratórios da Universidade Federal do Pampa (Unipampa) e Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). A metodologia do estudo consistiu em etapas de descrição petrográfica das amostras com auxílio de microscopia óptica de luz transmitida, microscopia eletrônica de varredura (MEV), e por fim, o Método Termocronológico de Traços de Fissão, que inclui etapas como: desagregação mineral, separação de olivinas, montagem de pastilhas em resina epoxi e ataque químico para revelação dos traços de fissão. Foram testados quatro ataques químicos com base em Hidróxido de Potássio e Ácido Fluorídrico (T1, T2, T3 e T4) em que são diferenciados os tempos de submissão das olivinas para cada ataque. Os resultados mostraram-se muito promissores para a revelação de traços espontâneos e compreensão da evolução e comportamento dos traços em função do tempo de exposição das olivinas aos agentes químicos de ataque. Deste modo, o estudo contribuiu para o entendimento e aperfeiçoamento da metodologia envolvida na revelação de Traços de Fissão em olivinas magmáticas e com o estudo das olivinas da Ilha das Flores, Arquipélago dos Açores-PT.

Palavras-Chave: Traços de Fissão; Termocronologia; Olivina; Arquipélago dos Açores; Ilha das Flores.

ABSTRACT

This work presents a study in Fission Tracks in olivines presents in the volcanic rocks of Flores Island, Azores Archipelago, Portugal. The study aims to promote the discussion about the applicability of the olivines in the thermochronological study by Fission Tracks, in a resumption and improvement of the methodology applied in the 1960s. For this purpose, the data base of this study was composed of rocks samples from the Volcanic Complexes (BC & UC) of Flores Island. The samples were treated and analyzed in different laboratories of the Federal University of Pampa (Unipampa) and Federal University of Rio Grande do Sul (UFRGS). The methodology of the study consisted of steps of petrographic description of the samples with the aid of transmitted light optical microscopy, (SEM), microscopy scanning electron and finally, the Fission Tracks Thermochronological Method, which includes steps such as: mineral disintegration, separation of olivines, assembly of pellets in epoxy resin and chemical attack to reveal the fission tracks. Four chemical attacks based on Potassium Hydroxide and Hydrochloric Acid (T1, T2, T3 and T4) were tested. There was a differentiation of olivine submission time for each attack. The results were very promising for the revelation of spontaneous tracks and understanding of the evolution and behavior of the traits as a function of the exposure time of olivines to attack chemical agents. Thus, the study contributed to the understanding and improvement of the methodology involved in the revelation of Fission Tracks in magmatic olivines and the study of olivines from Flores Island, Archipelago of the Azores-PT.

Keywords: Fission Tracks; Termocronology; Olivine; Archipelago of the Azores; Flores Island

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Mapa de localização do Árquipélago dos Açores24
Figura 2 Contexto geotectônico do Arquipélago dos Açores, com as idades
radiométricas (em Ma) para cada ilha26
Figura 3 Mapa da Ilha das Flores indicando os Complexos Vulcânicos28
Figura 4 Seções transversais indicando as unidades e complexos vulcânicos para a
Ilha das Flores
Figura 5 Formação do Traço Latente
Figura 6 Diagrama esquemático comparando traços confinados e semi-traços em um
cristal de apatita35
Figura 7 Zonas de comprimento total, encurtamento e apagamento total dos Traços
de Fissão na crosta terrestre36
Figura 8 Composição-temperatura para o sistema Mg2SiO4 - Fe2SiO4 em pressão
atmosférica
Figura 9 Composições das diferentes olivinas no sistema Ca2SiO4-Mg2SiO4-Fe2SiO4
Figura 10 Fluxograma das etapas metodológicas adotadas para a britagem,
moagem, separação e catação mineral45
Figura 11 Modelo da pastilha de impregnação de olivinas desenvolvida (imagem
digital)48
Figura 12 Etapas do processo metodológico de confecção das pastilhas
Figura 13 Processo de acabamento final e lixamento das pastilhas50
Figura 14 Fluxograma da Método dos Traços de Fissão52
Figura 15 Fotomicrografias dos minerais em seção polida54
Figura 16 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (perfil) da olivina 1 na amostra
FL_656
Figura 17 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (perfil) da olivina 2 na amostra
FL_656
Figura 18 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (pontual) da olivina 2 na amostra
FL_657

Figura 19 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (pontual) da olivina 4 na amostra FL_6
Figura 20 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (pontual e perfil) da olivina 3 na amostra FL_6
Figura 21 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (pontual) da olivina 4 na amostra FL_659
Figura 22 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (perfil) da olivina 1 na amostra FL_8
Figura 23 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (pontual) de inclusão férrica na olivina 1 da amostra FL_860
Figura 24 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (perfil) na olivina 3 da amostra FL_860
Figura 25 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (perfil) na olivina 4 da amostra FL_861
Figura 26 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (perfil) na olivina 2 da amostra FL_1061 Figura 27 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (pontual) na olivina 4 da amostra
FL_10
Figura 28 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (perfil) em detalhe na borda superior da olivina 4 da amostra FL_10 (figura anterior)62 Figura 29 Fotomicrografia em MEV na olivina 6 (imagem A) e olivina 3 (imagem B)
da amostra FL_10
com núcleo reliquiar com interdifusão de Fe-Mg e sobrecrescimento rico em Fe da amostra FL_10
Figura 31 Morfologias típicas de olivinas cristalizadas experimentalmente em líquidos magmáticos ultrabásicos em função da velocidade de resfriamento (°C por
hora). Onde $\Delta T ^{\circ}$ C indica o grau de super resfriamento abaixo do <i>liquidus</i> , no qual a olivina começa a se formar
Figura 32 Progressão linear entre cada um dos quatro ataques (T1-T4) em função do tempo de exposição nas soluções químicas
Figura 33 Tempo de Exposição das Olivinas em KOH (minutos) versus HF
(segundos)

Figura 34 Fotomicrografias em microscópio eletrônico de varredura dos Traços de
Fissão espontâneo obtidos no ataque T167
Figura 35 Demonstração de parte dos traços fósseis obtidos durante o ataque T167
Figura 36 Histograma de frequências para os traços espontâneos obtidos na solução
de KOH por 4 minutos e HF em 30 segundos68
Figura 37 Espécimes de Traços Espontâneos revelados em T2. Imagem ao
microscópio eletrônico de varredura69
Figura 38 Fotomicrografia dos traços de fissão espontâneos revelados durante o
ataque T2. Imagem ao Microscópio Eletrônico de Varredura70
Figura 39 Histograma de frequências para os traços fósseis obtidos na solução de
KOH por 9 minutos e HF em 68 segundos71
Figura 40 Histograma de frequências para os traços fósseis obtidos na solução de
KOH por 12 minutos e HF em 90 segundos72
Figura 41 Imagem em Microscópio Eletrônico de Varredura dos Traços de Fissão
Espontâneos revelados no ataque químico T373
Figura 42 Fotomicrografia em Microscópio Eletrônico de Varredura dos Traços de
Fissão Espontâneos revelados no ataque T373
Figura 43 Histograma de frequências para os traços fósseis obtidos na solução de
KOH por 15 minutos e HF em 112 segundos74
Figura 44 Imagem ao MEV dos traços de fissão espontâneos revelados no ataque
T475
Figura 45 Fotomicrografia ao MEV dos Traços de Fissão espontâneos revelados no
ataque T476
Figura 46 Taxas de revelação para os tempos T1, T2, T3 e T4 versus o tamanho dos
Traços (µm) de fissão espontâneos revelados80
Figura 47 Curva de revelação dos Traços de Fissão espontâneos dada pelas
funções: Tempo (f(t)) e Taxa de Revelação (f(txr))81

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 Vulcanoestratigrafia do Complexo de Base e suas subunidades co	m as
idades radiométricas de Azevedo (1998)	29
Tabela 2 Vulcanoestratigrafia da Ilha das Flores	30
Tabela 3 Resumo de características, mínimas, analisadas na descrição petrog	ráfica
das rochas deste estudo	42
Tabela 4 Critérios de seleção mineral adotados durante a execução do trabalho	47

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 Série de decaimento do 238U	33
Equação 2 Sistema químico do grupo das olivinas	37
Equação 3 Relação sistemática entre a composição de equilíbrio entre u	m basalto
natural e a olivina	39
Equação 4 Proporções de Fe:Mg presentes em uma rocha em termos de M	1g#39

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- EDX Espectroscopia de Raios-X por Dispersão em Energia
- HF Ácido Fluorídrico
- KOH Hidróxido de Potássio
- LIP Large Igneous Province¹
- Ma Milhões de anos
- MAR *Mid-Atlantic Ridge*²
- MEV Microscopia Eletrônica de Varredura
- Mg# Número de Mg da lava
- Mol.L⁻¹ Concentração Molar ou Molaridade³
- OI Olivina
- Plg Plágioclásio
- Qtz Quartzo
- T1, T2, T3 ou T4 Tempo 1, Tempo 2, Tempo 3 ou Tempo 4
- TICLE Traço na Clivagem / Traço na Fratura
- TF Traço(s) de Fissão
- TINT Traço no Traço
- TISP Traço Intersectando a Superfície Polida
- UFRGS Universidade Federal do Rio Grande do Sul
- UNIPAMPA Universidade Federal do Pampa

µm – Micrometro⁴

¹ Isto é, grande província ígnea, em tradução livre.

² Isto é, Dorsal Meso-atlântica, em tradução livre.

³ Indica a concentração em quantidade de matéria, isto e, a razão da quantidade de matéria no soluto

⁴ Isto é, a milionésima fração do metro.

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	.21
2.	OBJETIVOS	.22
2.1.	Objetivos Gerais	.22
2.2.	Objetivos Específicos	.23
3.	JUSTIFICATIVA	.23
4.	SITUAÇÃO E LOCALIZAÇÃO DA ÁREA EM ESTUDO	.24
5.	CONTEXTO GEOTECTÔNICO DO ARQUIPÉLAGO DOS AÇORES	.25
6.	EVOLUÇÃO VULCANO-TECTÔNICA DA ILHA DAS FLORES	.26
6.1.	Complexo Vulcânico de Base (CB)	.29
6.2.	Complexo Vulcânico Superior (CS)	.29
7.	TERMOCRONOLOGIA POR TRAÇOS DE FISSÃO	.32
7.1.	O Método Termocronológico – Princípios e Histórico	.32
7.2.	Olivinas: Ensaio acerca das características reológicas e aplicação de T	TF.
		.37
7.2.1	Mineralogênese e Cristaloquímica de Olivinas: Contexto Petrológico	.37
7.2.2	Aplicação de Traços de Fissão em olivinas: Contextualização	da
Pesq	uisa	.40
8.	METODOLOGIA	.41
8.1.	Petrografia das rochas vulcânicas da Ilha das Flores	.41
8.1.1	Confecção de Lâminas Petrográficas	.43
8.2.	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Raio	s-X
por D	ispersão em Energia (EDX) das olivinas	.43
8.3.	Preparação dos minerais para Traços de Fissão	.44
8.3.1	Desagregação da Amostra de Rocha: Britagem e Moagem.	.45
832	Separação e Catação Mineral	.46

8.4.	Confecção das Pastilhas por Impregnação47			
8.4.1	Lixamento e Acabamento Final das Pastilhas			
8.5.	Ataque Químico para Revelação dos Traços de Fissão do ²³⁵ U nas			
Olivir	nas			
	50			
8.5.1	Revelação dos Traços de Fissão com ataque em KOH – HF51			
9.	RESULTADOS E DISCUSSÕES DOS RESULTADOS			
9.1.	Petrografia das amostras de rocha da Ilha das Flores			
9.2.	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) de olivinas presentes nas			
amos	tras de rocha			
9.3.	Separação Mineral e Confecção das Pastilhas por Impregnação64			
9.4.	Ataque Químico e Revelação dos Traços de Fissão65			
9.4.1	Dos Resultados para o Ataque Químico em T166			
9.4.2	Dos Resultados para o Ataque Químico em T2			
9.4.3	Dos Resultados para o Ataque Químico em T371			
9.4.4	Dos Resultados para o Ataque Químico em T474			
9.4.5	Da análise integrada dos resultados para T1, T2, T3 e T476			
9.4.6	Do modelo de curva parametrizada para revelação de traços de fissão			
em olivinas para este estudo81				
10.	CONSIDERAÇÕES FINAIS:83			
REFE	REFERÊNCIAS			

1. INTRODUÇÃO

A ilha das Flores se situa no Arquipélago dos Açores, região autônoma da República de Portugal. Em termos de evolução geológica, esta ilha se localiza no encontro de três placas tectônicas: Africana, Euroasiática e Norte-americana (WHITE *et al.*, 1979), na chamada Junção Tripla dos Açores (ATJ, na sigla em inglês) (SEARLE, 1980). A região das ilhas açorianas apresenta características geológicas peculiares (FRANÇA *et al.*, 2003). Conforme Machado *et al.* (2008) & Miranda *et al.* (1991), a Plataforma Açoriana representa uma região geodinâmica muito complexa e a grande maioria das estruturas geológicas são afetadas por estruturas tectônicas como a Dorsal Meso-atlântica, a Zona de Fratura do Leste dos Açores, o *Rift* da Terceira e a Falha Açores-Gibraltar.

Petrologicamente, a ilha das Flores é constituída por balsaltos, tefritos, tefritofonolitos, hawaiitos, mugearitos, benmoreitos e traquitos. de afinidade alcalina dispostos em Complexos Vulcânicos – os quais discutiremos a seguir. A gênese destas rochas é atribuída à interações entre pluma mantélica e rifteamento da Dorsal Meso-oceânica (MAR) (HILDENBRAND *et al.*, 2014; VOGT & JUNG, 2004; CANNAT *et al.*, 1999; LUÍS *et al.*, 1994; SCHILLING, 1975; SEARLE, 1980; WHITE *et al.*, 1976). Os complexos vulcânicos da ilha⁵, neste trabalho, são separados em dois grandes grupos (o Complexo de Base – BC e o Complexo Superior - CS) de acordo com as características dos distintos eventos vulcânicos como sugerem Azevedo *et al.* (1986) e Azevedo e Ferreira (2006).

Estas rochas apresentam em sua mineralogia principal minerais como augita ((Si,Al)₂O₆), plagioclásio e outros minerais qualificadores⁶ como a olivina ((Fe,Mg)₂SiO₄), mineral de estudo neste trabalho. As olivinas são nesossilicatos de ferro e magnésio que possuem razão Fe/Mg variando entre dois extremos estabelecidos pela Forsterita (Mg₂SiO₄) e pela Faialita (Fe₂SiO₄). As olivinas apresentam um sistema cristalino bipirâmidal ortorrômbico, onde as formas cristalinas relacionam-se com os três eixos cristalográficos de comprimentos desiguais formando ângulos de 90º entre si (KLEIN & DUTROW, 2012).

⁵ Estes complexos vulcânicos são melhor discutidos no *Capítulo 6 EVOLUÇÃO VULCANO-TECTÔNICA DA ILHA DAS FLORES*

⁶ Ao contrário dos minerais essenciais, os Minerais Qualificadores, conforme Gill (2014), são os minerais cuja a presença não afeta o nome raiz, mas permite uma subdivisão qualitativa da rocha. Por exemplo: Olivina-basalto. Neste caso, a olivina é mineral qualificador da rocha.

Diversos são os trabalhos de petrologia experimental envolvendo o estudo de olivinas. Destaca-se trabalhos como o de Toplis & Carroll (1995), que estudaram a fugacidade do O, equilíbrio de fase e relações de equilíbrio em mineral-fusão em sistemas basálticos; Wenk & Tomé (1999), sugeriram modelos de recristalização de olivinas; Sperandio & Gomes (no prelo), estudaram microestruturas em olivinas magmáticas com vistas à compreensão dos processos de mineralogênese; Roeder & Emslie (1970), dissertaram sobre as condições de equilíbrio olivina-liquido (fusão). Assim, é notório que características reológicas da olivina, que transcendem a uma pressão média de 0,3 a 15 GPa e a uma profundidade de 400 km, sejam a chave para o conhecimento da estrutura termal e dinâmica do manto superior (GRIGGS *et al.*, 1960). Ainda, Wenk & Tomé (1999) sugerem que a deformação deste mineral controla a reologia do manto superior. Portanto, o estudo das olivinas permite a compreensão de diversos processos da petrologia.

Por outro lado, o estudo dos Traços de Fissão em diferentes minerais vem sendo aplicado desde a segunda metade do século XX. Afra *et al.* (2012) indicam que o estudo do comprimento e morfologia dos Traços de Fissão podem ser utilizados para determinar a história termal da crosta terrestre e de meteoritos. Neste âmbito, propomos uma discussão teórica e metodológica para a revelação destes Traços de Fissão nas olivinas de rochas vulcânicas da Ilha das Flores.

2. OBJETIVOS

A abordagem realizada e discutida neste estudo, em primeira ótica, abrange um amplo espectro de áreas-fins da Geologia e das Geociências. Pleiteia-se, portanto, executar uma sistematização dos objetos de estudo. Para tanto, esta sistematização é apresentada na forma de *Objetivos Gerais* e *Objetivos Específicos* dados a seguir:

2.1. Objetivos Gerais

- Apresentar uma contribuição ao estudo dos Traços de Fissão espontâneos em olivinas;
- II. Fornecer subsídios paro com o estudo das olivinas das rochas vulcânicas da Ilha das Flores, Arquipélago dos Açores;
- III. Contribuir para o entendimento acerca da metodologia para a revelação dos Traços de Fissão espontâneos em olivinas magmáticas;

IV. Verificar a aplicabilidade e êxito dos Traços de Fissão espontâneos em olivinas na compreensão e estudo das histórias térmicas desses minerais.

2.2. Objetivos Específicos

- Analisar e caracterizar petrográficamente as amostras da Ilha das Flores que contém as olivinas estudadas;
- II. Descrever a química mineral e a cristaloquímica das olivinas presentes nestas rochas por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV);
- III. Realizar separação mineral de olivinas e confeccionar pastilhas em resina epóxi;
- IV. Empregar as técnicas de ataque químico para promover a revelação de Traços de Fissão espontâneos nas olivinas;
- V. Promover a discussão acerca das distintas técnicas de Traços de Fissão por ataque químico em olivinas;
- VI. Experimentar e testar, controladamente, novas formulações para o ataque químico de revelação de Traços de Fissão espontâneos em olivinas com vistas ao refinamento da técnica descrita na literatura.

3. JUSTIFICATIVA

Vários trabalhos estudam a evolução geológica da Ilha das Flores em termos vulcanotectônicos (AZEVEDO & FERREIRA, 2006; FREIRE LUIS *et al.* 1994), hidromagmáticos (MORRISSEAU & TRAINEAU, 1985), petroquímicos (AZEVEDO, 2003), paleomagnetismo (SERUGHETTI & ROCHA, 1968). No entanto, é desconhecido o estudo dos Traços de Fissão espontâneos em olivinas presentes nas rochas vulcânicas dessa ilha. Assim, seu estudo se mostra extremamente importante para o conhecimento científico acerca da evolução da olivina na ilha.

Atualmente, inúmeros trabalhos científicos apresentam abordagens, metodologias e técnicas para aplicar o método de Traços de Fissão (GOMES & ALMEIDA, 2019; GALLAGHER *et al.*, 1994, 1995; BORBA *et al.*, 2002; TELLO *et al.*, 2003; HACKSPACHER *et al.*, 2004; GOMES, 2011; HIRUMA *et al.*, 2010; FRANCO-MAGALHÃES *et al.*, 2010; SIQUEIRA-RIBEIRO *et al.*, 2011; CHEMALE JR. *et al.*, 2012; KARL *et al.*, 2013; DE OLIVEIRA *et al.*, 2016). No entanto, de forma mais geral, esses trabalhos apresentam contribuições que são avaliadas apenas com

exemplos voltados ao estudo de partículas ambientais de apatita e zircão. Além disso, o Método de Traços de Fissão pode ser aplicado para diversos domínios de conhecimento ainda não explorados ou deixados no esquecimento pela academia e principalmente pela indústria - isto é, aplicações para além do foco no petróleo.

A importância deste estudo se justifica por dois motivos principais: propor uma nova metodologia para a revelação de Traços de Fissão espontâneos em olivina e promover estudos para o desenvolvimento científico, destinado à captação de novas tecnologias e de inovação com potencial para patenteamento futuro.

4. SITUAÇÃO E LOCALIZAÇÃO DA ÁREA EM ESTUDO

A área de estudo está localizada no Arquipélago dos Açores. O Arquipélago está situado no Atlântico nordeste e é composto por nove ilhas principais, e um aglomerado de ilhas menores, divididas em três grupos principais: Oriental – formado pelas ilhas de São Miguel e Santa Maria, Central – composto pelas ilhas Terceira, Graciosa, São Jorge, Pico e Faial, por fim, o grupo Ocidental – do qual fazem parte as ilhas Flores (este estudo) e Corvo (Figura 1).



Figura 1 Mapa de localização do Árquipélago dos Açores.

Fonte: adaptado de Beier, Haase & Brandl (2018) com dados gerados a partir do GMT; Wessel & Kroenke (2009); Wessel & Smith (1991) e Vogt & Jung (2004).

Em termos geológicos, o Arquipélago, está situado no Platô dos Açores. O vulcanismo do Arquipélago tem seu processo petrogenético atribuído a interações entre a pluma mantélica e o rifteamento da Dorsal Meso-Oceânica (MAR)⁷ (HILDENBRAND *et al.*, 2014; VOGT & JUNG, 2004; CANNAT *et al.*, 1999; LUÍS *et al.*, 1994; SCHILLING, 1975; SEARLE, 1980; WHITE *et al.*, 1976) entre 20 e 7 milhões de anos atrás (HILDENBRAND *et al.*, 2014; GENTE *et al.*, 2003; CANNAT *et al.*, 1999).

Geotectonicamente as ilhas ocidentais do arquipélago - isto é, Corvo e Flores (este estudo), estão localizadas na placa norte-americana, enquanto que as demais ilhas estão distribuídas na fronteira entre as Placas Euroasiática e Africana. França *et al.* (2003) destacam que as diferentes ilhas se apresentam alinhadas segundo uma faixa de orientação geral NW-SE, apresentando uma extensão de cerca de 600 km entre as ilhas de Santa Maria e Corvo (Figura 1).

5. CONTEXTO GEOTECTÔNICO DO ARQUIPÉLAGO DOS AÇORES

França *et al.* (2003) na obra *Geologia dos Açores: Uma Perspectiva actual,* destacam o Arquipélago dos Açores como estando encravado em uma zona de convergência de uma grande série de estruturas tectônicas onde a dinâmica é diretamente responsável pela sismicidade e vulcanismos atuantes nas ilhas que compõe o arquipélago. As grandes estruturas de regime tectônico que compõe a região do Arquipélago são a Dorsal Meso-Atlântica, o Rifte da Terceira, a Zona de Fratura Norte dos Açores, a Zona de Fratura Este dos Açores e a Zona de Fratura Oeste dos Açores (Figura 2). A ilha das Flores (este estudo) e Corvo estão inseridas na Placa Norte-Americana, enquanto que as demais ilhas estão distribuídas na fronteira entre as Placas Euroasiática e Africana (Figura 2).

⁷ Há certa dificuldade na adequação de termos geocientíficos na língua portuguesa frente ao utilizado na literatura inglesa. No original, em inglês, os autores citados constroem estrutura lexical/semântica próxima à "attributed to plume-ridge interactions".

Figura 2 Contexto geotectônico do Arquipélago dos Açores, com as idades radiométricas (em Ma) para cada ilha. (dados geocronológicos de ABDEL-MONEM *et al.*, 1968, 1975; WHITE *et al.*, 1976; FERRAUD *et al.*, 1980; FERREIRA & MARTINS, 1983; FERAUD *et al.*, 1984; FORJAZ, 1988; AZEVEDO *et al.*, 1991; AZEVEDO, 1999; NUNES, 1999; AZEVEDO *et al.*, 2003). Note o destaque para a Ilha das Flores (este estudo) em vermelho. (Adaptado de AZEVEDO & FERREIRA, 2006).



Fonte: Azevedo e Ferreira, 2006. (Adaptado)

6. EVOLUÇÃO VULCANO-TECTÔNICA DA ILHA DAS FLORES

Azevedo e Ferreira (2006; 1999) e Azevedo, Ferreira e Martins (1991), discutem com profundidade e precisão os eventos vulcânicos e tectônicos que se sucederam ao longo da evolução geológica da Ilha das Flores. Azevedo e Ferreira (2006) aliados aos trabalhos de Blakely (1974); Needham e Francheteau (1974); Freire Luís *et al.* (1994), destacam que ambas as ilhas são partes subaéreas de um único edifício, em grande parte, submarino, construído em um 9.0 a 10.0 Ma. Por outro lado, o cenário tectônico e a construção vulcânica da Ilha das Flores, juntamente com a Ilha Corvo, está, provavelmente, relacionada à geodinâmica da Dorsal Meso-Atlântica e as falhas de transformação a ela associadas (AZEVEDO E FERREIRA, 2006).

Ainda, os mesmos autores, destacam o desenvolvimento de um importante movimento tectônico vertical responsável por afetar a região crustal da Ilha das Flores a partir de 1.0 Ma atrás. Aliado a isto, ocorre destaque para a ilha submersa localizada a 50 km a oeste da ilha das Flores⁸. A evolução tectônica desta ilha submersa sugere que, enquanto na Ilha das Flores processos de soerguimento dominavam, na ilha submersa processos de subsidência eram dominantes (RYAL *et al.*, 1983; AZEVEDO & FERREIRA, 2006). Sugere-se, portanto, que estes concomitantes processos de soerguimento e subsidência suportem o conceito de uma compensação isostática entre dois blocos adjacentes da crosta oceânica (AZEVEDO E FERREIRA, 2006).

As rochas atualmente aflorantes na Ilha das Flores registram produtos e estruturas de vulcanismo subaéreo, bem como de erupções emergentes e submarinas. Deste modo, Azevedo *et al.* (1986) agruparam as lavas e depósitos vulcânicos em dois complexos:

- 1. O **Complexo Vulcânico de Base (CB)**⁹, que inclui todos os produtos e estruturas que resultaram de o vulcanismo submarino e emergente.
- O Complexo Vulcânico Superior (CS), que inclui todos os produtos vulcânicos da atividade vulcânica subarérea.

Azevedo e Ferreira (2006) em seu trabalho destacam que o mapeamento geológico em escala 1:15.000 de Azevedo (1999), corroborado com idades de K/Ar dos trabalhos de Ferraud *et al.* (1980); Azevedo *et al.* (1986); Azevedo (1990); Azevedo *et al.* (1991); Azevedo (1999), e também de ¹⁴C de Morrisseau e Traineau, (1985), além de dados petrográficos e geoquímicos de Torre de Assunção *et al.* (1974); Azevedo (1999; 2003) permitem dividir ambos Complexos (UC, BC) e determinar uma vulcano-estratigrafia relativamente detalhada.

⁸ Atualmente ela é um monte submerso a 450 metros de profundidade.

⁹ Em determinados momentos, neste trabalho, o termo Complexo Inferior é utilizado para designar o CB. Salienta-se, no entanto de que quando isto ocorre a sigla CB sempre estará acompanhando a estrutura frasal.



Figura 3 Mapa da Ilha das Flores indicando os Complexos Vulcânicos.

Fonte: Azevedo e Ferreira, 2006. (adaptado)

6.1. Complexo Vulcânico de Base (CB)

Azevedo (1998), descreve o Complexo Vulcânico de Base (CB) como sendo todas as formações de substrato ao Complexo Superior. Em síntese, são as formações que constituíram a proto-ilha das Flores. França *et al.* (2003) destacam que nestas circunstâncias, a ocorrência subaérea é excepcionalmente limitada ao fato de que é resultado da evolução geotectônica e geomorfológica da ilha e suas oscilações quaternárias do nível médio das águas do mar

França *et al.* (2003) ainda salientam que datações radiométricas aliadas à critérios estratigráficos permitiram que Azevedo (1998) dividisse o Complexo de Base (CB) em duas unidades, CB1 e CB2, com suas respectivas subunidades (Tabela 1; Tabela 2).

Tabela 1 Vulcanoestratigrafia do Complexo de Base e suas subunidades com as idades radiométricas de Azevedo (1998)

Complexo	Subunidade	Idades Radiométricas	
	А	0,75-0,80 Ma & 0,65-0,70 Ma	
CB1	В	1,0-1,5 Ma & 0,75-0,80 Ma	
	С	≅1,8 Ma & 1,0-1,5 Ma	
CP2	D	$2,0-2,5 \text{ Ma} - e \cong 1,8 \text{ Ma}$	
CB2	Е	>2,5 Ma B.P.	

Fonte: França et al. (2005); Azevedo (1998). (adaptado)

6.2. Complexo Vulcânico Superior (CS)

O Complexo Superior é constituído pelos materiais vulcânicos emitidos durante as várias erupções subaéreas que ocorreram na Ilha das Flores (FRANÇA *et al.,* 2003), Neste Complexo Azevedo (1998) considerou três unidades (1, 2 e 3) e oito subunidades distribuídas em: A, B, C e D (CS1); E e F (CS2) e G e H (CS3). As idades dos eventos vulcânicos estão apresentadas na Tabela 2 e foram estabelecidas pelo mesmo autor. Nas unidades do CS ocorrem lavas basálticas, havaíticas, mugearíticas e benmoreíticas, além de piroclastos e depósitos freatomagmáticos (FRANÇA *et al.,* 2003; AZEVEDO, 1998).

Grupo (complexo)	Unidade Vulcânica	Subunidade Vulcânica	Geocronologia (Ma)
	Superior - CS3	Depósitos Freatomagmáticos – H	0.002
		Cones de Escória Strombolianos - G	0.003
	Intermediária - CS2	Hawaiitos Intermediários – F	0.22
Complexo Superior - CS		Basaltos Intermediários – E	0.40
	Inferior - CS	Benmoreitos ¹⁰ -Traquitos Inferiores – D	0.55
		Hawaiitos-Mugearitos - C	
		Basaltos-Hawaiitos Inferiores – B	
		Basaltos Inferiores – A	0.67
		Brechas e Tufos Palagonitizados ¹¹ - a	0.70 - 0.80
	Superior - CB1	Basaltos e Hawaiitos Palagonitizados – b	1.0 - 1.5
Complexo de Base - CB		Brechas Palagonitizadas – c	≅1.8
	Inferior - CB2	Basaltos Palagonitizados – d	2.0-2.2
		Depósitos Vulcanoclásticos Palagonitizados – c	

Fonte: Azevedo & Ferreira, 2006 apud Azevedo 1999. (adaptado)

 ¹⁰ Benmoreite é uma variedade de Traquiandesito rico em sódio
 ¹¹ Isto é, em função do processo de palagonitização – interação entre água e lava basáltica.



Figura 4 Seções transversais indicando as unidades e complexos vulcânicos para a Ilha das Flores.

Fonte: Azevedo e Ferreira, 2006. (adaptado)

7. TERMOCRONOLOGIA POR TRAÇOS DE FISSÃO

Afra *et al.*, (2012) indicam que o estudo do comprimento e morfologia dos Traços de Fissão podem ser usados para determinar a história termal da crosta terrestre e de meteoritos. Os Traços de Fissão são a base do Método Termocronológico. Neste âmbito, as olivinas¹², objeto deste estudo, são investigadas por uma série de autores (FLEISCHER, PRICE & WALKER, 1965; KRISHNASWAMI *et al.*, 1971; MAURETTE, PELLAS & WALKER, 1964). Conforme segue:

7.1. O Método Termocronológico – Princípios e Histórico

"A fast charged particle, when passing through an insulating solid, creates a narrow trail of damage along its trajectory. This damage trail persists in the solid after the particle has come to rest and is called a charged particle track or nuclear track."¹³

É com estas palavras que Wagner e Van den Haute acendem a discussão dos Traços de Fissão, ainda no primeiro parágrafo, do icônico livro *Fission-Track Dating* lançado em 1992 pela Kluwer Academic Publishers.

O estudo dos Traços de Fissão (TF) em minerais remonta a segunda metade da década de 1950 com os trabalhos de Young (1958), Silk & Barnes (1959) e Price & Walker (1962) já no início dos anos 1960. Seus estudos contribuíram para a compreensão e descoberta dos Traços de Fissão espontâneos¹⁴ presentes nas micas, filossilicatos monoclínicos¹⁵, revelados pelo ataque químico com ácido fluorídrico (HF) - uma solução aquosa de Fluoreto de Hidrogênio.

Em dezembro de 1938 Hahm & Strassmann conseguem cindir um átomo de urânio, descobrindo assim a fissão nuclear deste elemento. Hahm & Strassmann bombardearam átomos de ²³⁵U com nêutrons, obtendo, assim, a primeira fissão de U causada artificialmente. Os minerais, de forma geral, apresentam certa quantidade de átomos de urânio (U) em partes por milhão na sua estrutura cristalina. É de notório conhecimento que o isótopo mais estável e abundante do urânio – ²³⁸U –

¹² A cristaloquímica e mineralogênese das olivinas é melhor discutida no capitulo 7.2.1 7.2.1*Mineralogênese e Cristaloquímica de Olivinas: Contexto Petrológico.*

¹³ Em tredução livre: "Uma partícula carregada rapidamente, ao passar por um sólido isolante, cria uma trilha estreita de dano ao longo de sua trajetória. Essa trilha de dano persiste no sólido depois que a partícula parou e é chamada de traço de partícula carregada ou traço nuclear"

¹⁴ Também chamados de traços de fissão naturais ou fósseis.

¹⁵ O sistema cristalino monoclínico é caracterizado por três eixos cristalográficos de comprimentos diferentes.

decai naturalmente. Por outro lado, Young (1958) observou, ineditamente, que materiais de caráter dielétrico conseguem registrar a passagem de partículas carregadas viajando em altas energias, na forma de uma trilha de ionização nesses materiais.

A cadeia de decaimento do ²³⁸U inicia, obviamente, por este elemento e inclui ao longo desta série elementos como astato, bismuto, chumbo, polônio, protactínio, rádio, radônio, tálio e tório. A Equação 1 indica esta série de decaimento.

Equação 1 Série de decaimento do 238U

$$\sum_{92}^{238} U \frac{\alpha}{4.468 \times 10^9 \, y} > \sum_{90}^{234} Th \frac{\beta^-}{24.1 \, d} > \sum_{91}^{234} Pa \left\{ \sum_{1.17 \, mir}^{0.16\%} > \sum_{91}^{234} Pa \frac{\beta^-}{6.7 \, h} \right\} \sum_{92}^{234} U \frac{\alpha}{2.445 \times 10^5 \, y} >$$

$$\sum_{90}^{230} Th \frac{\alpha}{7.7 \times 10^4 \, y} > \sum_{88}^{236} Ra \frac{\alpha}{1600 \, y} > \sum_{86}^{222} Rn \frac{\alpha}{3.8235 \, d} > \sum_{84}^{218} Po \frac{\alpha}{3.05 \, min} > \sum_{82}^{214} Pb \frac{\beta^-}{26.8 \, min} >$$

$$\sum_{83}^{214} Bi \frac{\beta^-}{19.9 \, min} > \sum_{84}^{214} Po \frac{\alpha}{164.3 \, \mu s} > \sum_{82}^{210} Pb \frac{\beta^-}{22.26 \, y} > \sum_{83}^{210} Bi \frac{\beta^-}{5.013 \, d} > \sum_{84}^{210} Po \frac{\alpha}{138.38 \, d} \sum_{82}^{206} Pb$$

Franco (2006) destaca que as fissões espontâneas são produzidas ao longo do tempo em minerais e vidros naturais que contenham partes por milhão de urânio, presente como uma impureza na estrutura cristalina dos minerais. O ²³⁸U é o único radionuclídeo que pode produzir fissões espontâneas em quantidades mensuráveis nestas estruturas cristalinas (FRANCO, 2006). A mesma autora, em consonância com o trabalho de Fleischer *et al.* (1975), destaca que a fissão deste átomo produz dois fragmentos de massa atômica entre 95 e 135.

Estes fragmentos (Figura 5 – *Deslocamento eletrostático*), viajam em direções opostas em energias de ~100 e 70 MeV, respectivamente. Ao longo desta trajetória, em alta energia, estes fragmentos acabam por interagir com os átomos e a estrutura cristalina do mineral. Para Wagner & Van Den Haute (1992) e Franco (2006) a combinação das trajetórias alcançadas por estes dois fragmentos é denominada de traço latente (Figura 5 – *relaxamento e deformação elástica*).



Fonte: Fleischer et al., 1975. (adaptado)

Figura 5 Formação do Traço Latente

A Figura 5 mostra a representação da Teoria da Explosão Iônica – *Ion Explosion Spike Theory.* Houve o desenvolvimento de inúmeras teorias ao longo da segunda metade do século XX, principalmente ao longo da década de 1960, para tentar explicar o processo de formação dos Traços de Fissão. No entanto, a teoria mais aceita atualmente é a do princípio do *spike.*

Fleischer *et al.* (1975) formularam o princípio do *spike* a partir de experimentos teóricos. Em síntese este princípio é utilizado para descrever eventos muito rápidos e de forte intensidade que ocorrem quando partículas energizadas atravessam um sólido (FRANCO, 2006). Neste caso, um mineral.

Hurford (2018) discutindo em seu capítulo intitulado *An Historical Perspective on Fission-Track Thermocronology*¹⁶ no livro editado por Malusà e Fitzgerald - *Fission-Track*

*Thermochronology and its Application to Geology*¹⁷ aborda sobre a compreensão do tamanho dos traços de fissão e o que entendemos sobre isto. Basicamente o autor faz distinção sobre dois tipos de traços diferentes – os *Traços de Superfície* e os *Traços Confinados* (Figura 6). Os Traços de Superfície são, como o próprio nome sugere, aqueles traços projetados no plano/face do mineral em que estamos analisando. Por vezes, estes traços podem ser chamados de semi-traços, uma vez que parte deles foi removida durante processos como o lixamento dos minerais onde estavam contidos. Em contraste, os Traços-Confinados, ocorrem totalmente confinados dentro do grão mineral e são revelados em função de que fraturas ou planos clivagem permitem um espaço para que a solução química possa percolar e

¹⁶ Em tradução livre: Uma Perspectiva Histórica sobre Termocronologia por Traços de Fissão.

¹⁷ Editado pela Springer (Nature) em 2018. Em tradução livre: Termocronologia por Traços de Fissão e sua Aplicação na Geologia.

com isso os revele. O autor ainda faz uso das denominações dadas por Bhandari *et al.* (1971) dos termos TICLE e TINTs, abreviações em inglês para Traço na Clivagem e Traço no Traço, respectivamente. A Figura 6 ilustra estas situações, como segue:

Figura 6 Diagrama esquemático comparando traços confinados e semi-traços em um cristal de apatita. TINCLE é um traço confinado com intersecções de clivagens, fraturas ou até mesmo outro traço, TINT é um traço confinado que intersecta a superfície polida do mineral.



Fonte: Hurford, A.J. 2018 (adaptado)

No entanto, processos de evolução crustal podem apagar os traços naturais presentes na estrutura cristalina destes minerais. A literatura descreve a Zona de Encurtamento Parcial - PAZ¹⁸, dos Traços de Fissão nos minerais (Figura 7). A Zona de Encurtamento Parcial está intrinsecamente relacionada aos processos de denudação e localização dos Traços de Fissão em diferentes profundidades na crosta terrestre frente as condições de temperatura as quais os TF são submetidos. Nakasuga (2010) nos dá uma excelente definição do *annealing*:

Um mineral, quando submetido à alta temperatura, possui uma instabilidade em sua rede cristalina, podendo não haver acúmulo de traços de fissão. Ou seja, o mineral pode se comportar como um sistema aberto. Após alcançar uma temperatura suficientemente baixa, de forma que há uma estabilidade na rede cristalina do mineral, tem-se o início do acúmulo dos traços de fissão espontâneos. Neste caso, o mineral alcançou sua temperatura de fechamento, comportando-se assim, como um sistema fechado. Estudos realizados na década de 60 mostraram que os traços de fissão são sensíveis ao aumento de temperatura (BIGAZZI, 1967; WAGNER, 1968), ou seja, a zona desarranjada dentro do mineral (traço latente) pode ser reorganizada. Isto porque os átomos deslocados com a passagem dos fragmentos de fissão podem retornar a sua posição de origem, devido a efeitos do tempo e temperatura. Este efeito é denominado annealing (NAKASUGA, 2010)

¹⁸ Partial Annealing Zone.

Deste modo, existem basicamente três zonas na crosta terrestre que controlam os Traços de Fissão (Figura 6): (i) zona de comprimento total dos traços, (ii) zona de encurtamento parcial e (iii) zona de apagamento dos traços.

Figura 7 Zonas de comprimento total, encurtamento e apagamento total dos Traços de Fissão na crosta terrestre



Fonte: Rahn, M. 2005. (adaptado)

Price & Walker (1962) destacam que esta estrutura de defeito cristalino, causada em função da ionização das partículas, é uma zona preferencial para o ataque químico – uma vez que este ataque permite que os traços de fissão se tornem excepcionalmente mais espessos, a ponto de que possam ser observados ao microscópio óptico.

Gomes (2011) destaca que um mineral pode vir a ser datado, dada a fração de tempo decorrida desde a sua formação, se acumular um número significativo de TF. Uma vez que, Curvo (2002) salienta, o número de traços espontâneos, ou fósseis, por unidade de área, na superfície do mineral, é uma função da idade do mineral.

Fonseca e Poupeau (1984) destacam que, no entanto, existem premissas a serem obedecidas para que o Método dos Traços de Fissão funcione e possa vir a ser utilizado efetivamente, como se segue:
- No mineral em estudo deve haver concentração de urânio (U) o suficiente para que seja produzida uma densidade maior que 10 traços/cm², no tempo passado desde o resfriamento da amostra;
- Os traços devem ser estáveis a determinadas temperaturas naqueles intervalos de tempo que são comparáveis idade a ser mensurada;
- III. O material deve ser suficientemente livre de inclusões, defeitos e deslocamentos, para permitir a identificação e contagem dos traços;
- IV. A distribuição de urânio no espécime deve ser suficientemente homogênea para permitir uma significativa contagem de Traços de Fissão.

7.2. Olivinas: Ensaio acerca das características reológicas e aplicação de TF

Neste capítulo será apresentada a cristaloquímica e a mineralogênese das olivinas no âmbito de seu estudo petrológico (Título 7.2.1) e o estado da arte no âmbito dos Traços de Fissão em Olivinas (Título 7.2.2).

7.2.1 Mineralogênese e Cristaloquímica de Olivinas: Contexto Petrológico

As olivinas são nesossilicatos¹⁹ ortorrômbicos²⁰ de ferro, magnésio e cálcio, de forma que a composição química destes minerais pode ser expressa pelo sistema mostrado na equação 2.

Equação 2 Sistema químico do grupo das olivinas

$$CaO - MgO - FeO - SiO_2$$
(2)

Neste sistema, como Klein & Dutrow (2012) destacam, a série mais frequente é a da *forsterita – faialita* (Mg₂SiO₄ – Fe₂SiO₄). Os membros desta série são muito comuns como produtos primários de fusões mantélicas com material rico em Mg e empobrecidos em sílica, tais como basaltos, gabros e peridotidos. São altamente

¹⁹ Nesossilicatos diz respeito classificação química dos minerais em diferentes grupos. Neste grupo os tetraedros de SiO₄ estão isolados e ligados uns aos outros por ligações iônicas com cátions intersticiais presentes na estrutura cristalina (Klein & Dutrow, 2012).

²⁰ Ortorrômbico diz respeito ao sistema cristalino do mineral – que resultará na definição de sua forma exterior. Neste caso, no sistema ortorrômbico, os eixos cristalográficos do mineral apresentam comprimentos desiguais e formam um ângulo de 90º entre si. Em geral temos que os eixos a, b e c estão dispostos de forma que a<b<c (Klein & Dutrow, 2012).</p>

refratárias apresentando pontos de fusão, e com isto, de estabilidade/instabilidade cristalina, em 1.890°C e 1.205°C para forsterita e para a faialita, respectivamente. A Figura 8, extraída de Gill (2014), indica as curvas de estabilidade mineral, onde se tem *melt*²¹, *melt* + cristais de olivina e as zonas composição-temperatura, onde se encontra somente cristais de olivina para este sistema.

Petrólogos têm consenso de que os basaltos extravasados na superfície terrestre sofreram, em maior ou menor grau, algum tipo de cristalização fracionada durante o processo de ascensão manto-crosta – inclusive aqueles encontrados nas Dorsais Meso-Oceânicas (MORBs) (GILL, 2014). No entanto, para a compreensão e conhecimento do manto terrestre, sua dinâmica e geoquímica, é necessário ter em vista os líquidos magmáticos primários, que sofreram pouca e insignificante cristalização fracionada (GILL, 2014).

Há, na petrologia experimental, ensaios que permitem analisar o caráter primário de um magma baseado na quantidade de Mg da lava (indicado, por vezes, como Mg#). A Figura 8 ilustra este princípio, na forma que, conforme Gill (op. cit.) ressalta, as composições das olivinas presentes em xenólitos peridotíticos gerados no manto tendem estar na faixa Fo₈₈–Fo₉₂. Na Figura 8 a banda vertical localizada à esquerda, representa este intervalo. Por outro lado, as linhas de amarração horizontal indicam o intervalo de composição do sistema capaz de coexistir juntamente com a olivina mantélica (GILL, 2014).

38

²¹ Em uma tradução livre, do inglês, *melt* é tido como o produto da fusão parcial.

Figura 8 Composição-temperatura para o sistema Mg2SiO4 - Fe2SiO4 em pressão atmosférica. O termo 'ss' (subscrito) indica solução sólida (estabilidade mineral).



Fonte: Gill, 2014 (adaptado).

Roeder & Emslie (1970) em seu trabalho intitulado Olivine-liquid equilibrium mostram, de forma simplificada, uma relação entre a composição de um basalto e a olivina – que pode estar em equilíbrio. A Equação 3 expressa esta relação:

Equação 3 Relação sistemática entre a composição de equilíbrio entre um basalto natural e a olivina

$$\frac{(Fe^{2+}/Mg)^{olivina}}{(Fe^{2+}/Mg)^{liquido magmático}} \approx 0,3$$
(3)

Fonte: Gill (2014).

Onde, o Fe²⁺ e o Mg são proporções atômicas de ferro ferroso e do magnésio presente em cada uma das fases (GILL, 2014; ROEDER & EMSLIE, 1970). É mais comum, no entanto, expressar as proporções Fe:Mg de uma rocha em termos de números de Mg (GILL, 2014). Conforme é expresso na Equação 4.

Equação 4 Proporções de Fe:Mg presentes em uma rocha em termos de Mg#

Número de Mg =
$$\left[\frac{100 \ Mg}{Mg + Fe^{2+}}\right]_{atômico}$$

= $\frac{100 \ (MgO/40,32)}{(MgO/40,32) + (FeO/71,85)}$ (4)

Fonte: Gill (2014)

Existe uma solução sólida completa entre a forsterita (Mg₂SiO₄) e a faialita (FeSiO₄). Há, ainda, outros membros mais raros desde grupo, como a monticellita²² (CaMgSiO₄) e a tefroíta (Mn₂SiO₄). A figura 9 indica as composições das diferentes olivinas no sistema Ca₂SiO₄-Mg₂SiO₄-Fe₂SiO₄.

Figura 9 Composições das diferentes olivinas no sistema Ca₂SiO₄-Mg₂SiO₄-Fe₂SiO₄



Fonte: Klein e Dutrow (2012).

7.2.2 Aplicação de Traços de Fissão em olivinas: Contextualização da Pesquisa

Ao longo das décadas de 1960 e 1970 foram publicados diversos trabalhos com ensaios acerca do estudo de Traços de Fissão em olivinas magmáticas e meteoríticas. Maurette, Pellas & Walker (1964) estudaram os Traços de Fissão induzidos de raios cósmicos em meteriorito. Os autores destacam que o ataque químico às olivinas é excepcionalmente mais complexo do que aquele realizado por Price & Walker dois anos antes, em 1964, em micas (filossilicatos monoclínicos). Para o caso das micas - muscovita, no trabalho de Price e Walker (1962), fora utilizado uma solução de ácido fluorídrico à 20% diluído em água régia em 50° C por 2 minutos.

²² Mineral de alta temperatura em calcários silicificados e dolomíticos metamorfizados.

Maurette, Pellas & Walker obtiveram excepcionais resultados no que tange à revelação dos Traços de Fissão espontâneos em olivinas por meio de sequências alternadas de ataque em soluções fortemente ácidas e fortemente básicas. O objeto metodológico destes autores consistiu no ataque à olivinas em uma solução, a 160°C, composta por 29g de hidróxido de potássio (KOH) e 9g de H₂O por 4 minutos. Decorrido este tempo, uma submissão das olivinas ao ácido fluorídrico (HF) a 5% por 30 segundos é realizada. Os autores repetiram este procedimento, tipicamente, por duas vezes.

Alguns anos mais tarde, Krishnaswami et al., (1971) publicaram outro expoente estudo sobre Traços de Fissão espontâneos em olivinas. Os autores desenvolveram três compostos químicos para revelação desses traços. Segundo estes autores, o êxito da pesquisa se deu com a solução, desenvolvida por estes, denominada *WN*. Uma mistura preparada com 1g de ácido oxálico, 1ml de ácido ortofosfórico (85%), 40g de sal dissódico EDTA em 100ml de água destilada. O pH da solução, geralmente próximo a 3, foi ajustado para 8 com auxílio de uma base forte, neste caso, hidróxido de potássio.

8. METODOLOGIA

O tópico **metodologia** foi dividido nos itens: 1) Petrografia das rochas vulcânicas da Ilha das Flores; 2) Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Raios-X por Dispersão em Energia (EDX) das ; 3) Preparação dos minerais para a revelação dos Traços de F; 4) Confecção das Pastilhas por Impregnação; 5) Ataque Químico para Revelação dos Traços de Fissão do ^{235U} nas e 6) Revelação dos Traços de Fissão espontâneo com ataque em KOH – HF, a fim de se obter uma discussão metodológica mais qualificada.

Deste modo, nos itens abaixo introduzir-se-á as respectivas metodologias utilizadas em cada uma das atividades realizadas. Para além disto, confrontar-se-á os parâmetros metodológicos escolhidos com a bibliografia existente.

8.1. Petrografia das rochas vulcânicas da Ilha das Flores

As características de uma rocha, em especial a petrografia, estão intrinsecamente relacionadas com os processos de resfriamento do magma. Para além disto, os processos de cristalização fracionada, mistura parcial ou completa de magmas, assimilação crustal e a imiscibilidade de magmas são parte fundamental

deste sistema. Inerente a isto, há, portanto, a necessidade de fazer o reconhecimento destes aspectos petrográficos das rochas em estudo para a facilitação da compreensão dos processos petrogenéticos.

A petrografia, coma base no estudo das texturas e estruturas, das rochas ígneas expressa as relações geométricas entre os minerais de uma rocha ou de qualquer material amorfo que esteja presente (vidro, vesículas e amígdalas) que permitem avaliar as condições de cristalização de um magma ou lava.

Assim, neste estudo a petrografia está baseada na descrição das texturas, estruturas e mineralogia encontradas nas rochas investigadas, com base na seguinte delineação indicada na Tabela 3, a seguir:

Tabela 3 Resumo de características, mínimas, analisadas na descrição petrográfica das rochas deste estudo

1 - Aspecto Geral da Rocha:	Descrição geral da rocha em termos de tamanho, grau de alteração (baixo, moderado ou alto), suas cores nas superfícies fresca e alterada.
2 – Mineralogia	Descrição (em termos de tamanho, características e etc) de cada um dos constituintes minerais, sua classificação e sua distribuição percentual na rocha.
2.1 - Grau de Perfeição	Euédrico, subédrico ou anédrico.
2.2 – Hábito	Equidimensional, tabular, lamelar, prismático, esquelético e etc.
22 Outras propriodadas características	Cor, zonação, alteração, inclusões, magnetismo etc.
3 - Grau de Cristalização	Holocristalina - Predominio de minerais; Hipocristalina - Predominio de minerais sobre vidro vulcanico; Hipohialina - Predominio de vidro sobre minerais; Holohialina - Predominio de vidro (podendo ser: Vitrófiro: nome genérico; Obsidiana: Brilho vitreo; Pitchstone: brilho resinoso; Perlito: Vidro cinza (hidratado) com fraturas circulares).
4 – Granulação	Afanítica (minerais não distinguíveis a olho nu): Microcristalima (micrólitos vistos ao microscópio) e Criptocristalina (cristalitos vistos ao microscópio). Fanerítica (minerais distinguíveis a olho nu): Muito fina (<0,5mm); Fina (0,5 – 1mm); Média (1 – 3mm); Grossa (0,3 – 1cm); Muito Grossa (>1cm).
5 - Arranjo entre os minerais	Equigranular (muito fino, fino, médio, grossa, muito grossa); Inequigranular, dividida em: Porfiritica - presença de fenocristais ou megracristais; Vitrofírica - fenocristais envoltos por vidro; Glomeroporfirítica; Seriada e Poiquílitica/ofítica.
6 - Texturas que expressam orientação	Traquítica - dividida em Pilotaxítica (matriz cristalina) e Hialopilítica (matriz vítrea); Spinifex - orientação de cristais aciculares de olivina e piroxênio.
7 - Texturas que expressam intercrescimento	(Micro)Gráfica (microscópica/macroscópica); (micro)Granofírica (arranjo radial) - intercrescimento de quartzo; Mirmequítica - intercrescimento de Qtz e Plg; Pertítica/Antipertitica - exsolução de Na (Albita)/exsolução de K (ortoclásio); Simplectítica - Intercrescimento com hábito vermicular
8 - Texturas cumuláticas	Ortocumulato - crescimento adicional da fase cumulus pós-decantação em sistema fechado; Adcumulato - Crescimento adicional da fase cumulus pós-decantação em sistema aberto; Heterocumulato - crescimento adicional da fase intercumulus poiquiliticamente
9 – Estruturas	Amindala/Vasicula - Preenchida/Vazia: Litofise - Cavidade em esferulito: Púmice (magma
9.1 - Relacionadas a Escape de gases	ácido); Escória (magma básico)
92 - Relacionadas à Movimento da Lava	Foliação de fluxo/lineação de fluxo/dobra de fluxo; Brecha de derrame (textura jigsaw-fit); Blocos (derrame aa)/lava em corda (derrame pahoehoe); Peperito (interação lava e sedimento úmido)
9.3 - Relacionadas a resfriamento Sin/Pós-	Diacláse - junta ou disjunção tabular ou colunar; Entablamento - disjunção curvada;
sie recipionadas a restriamento bill/103	Fratura conchoidal; Perlito - microfratura conchoidal; Almofada - ambiente subaquoso;

deposicional

9.4 - Estruturas tectônicas 10 – Classificação Esferulito - devitrificação; Soldagem (em piroclásticas) - classificada em: Incipiente, moderada e densa (razão comp./larg: 1:1 a 2:1 / 3:1 a 5:1 / e >5:1 respectivamente) (soldagem moderada/densa: textura eutaxítica. Se reomórfico: parataxítica)

Ex.: Foliações <u>Classificação da rocha através dos diagramas Streckeisen e Classificações IUSGS</u> Fonte: Matté, 2016. (adaptado)

8.1.1 Confecção de Lâminas Delgadas

As lâminas delgadas utilizadas neste estudo foram confeccionadas no Laboratório de Laminação e Polimento, do Núcleo de Preparação de Amostras, da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS) e no Laboratório de Mineralogia e Petrografia da Universidade Federal do Pampa (UNIPAMPA).

A preparação das lâminas delgadas seguiu os procedimentos padrões, conforme segue: (i) corte da rocha em serra adiamantada, de forma a se obter uma fatia de rocha com dimensões próximas a 45 mm x 25 mm x 30 mm; (ii) Aquecimento da rocha, em chapa aquecedora, (~60° C); (iii) Impregnação da amostra com Araldite®, endurecedor e acetona; (iv) Polimento da fatia impregnada com abrasivos nas granulometrias 320; 600 e 800 micra; (v) colagem, com resina, da fatia de rocha na lâmina de vidro, sendo que a lâmina já devia estar previamente fosqueada; (vi) Secagem da rocha na lâmina (ao ar livre); (vii) Processo de corte (serrar) longitudinal a fatia de rocha de modo a diminuir ainda mais a sua espessura; (viii) Desbaste da lâmina com a rocha na desbastadora (até que esta fique com uma espessura aproximada de ~60 micra); (ix) submissão da lâmina a politriz giratória com abrasivos de 320, 600, 800 e 1200 micra até obtenção de uma lâmina com espessura de 30 micra (0,03mm). A calibração desta espessura de 0,03 mm era realizada por meio da verificação, da polarização cinza, dos minerais de quartzo e feldspato ao microscópio petrográfico.

8.2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Raios-X por Dispersão em Energia (EDX) das olivinas.

A análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi realizada no Centro de Microscopia e Microanálises da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS) e na Universidade Federal do Pampa (UNIPAMPA) com os equipamentos *Jeol* 6610-LV da UFRGS e *Zeiss* EVO | MA10 da UNIPAMPA.

As imagens foram obtidas com um detector de elétrons retroespalhados (*backscatter electrons detector*), para que deste modo, os níveis de escala de cinza

da imagem fossem proporcionais ao peso atômico médio dos elementos excitados pelo feixe de elétrons durante a varredura.

8.3. Preparação dos minerais para a revelação dos Traços de Fissão espontâneos

O primeiro passo no processo de revelação dos Traços de Fissão espontâneos é a obtenção das amostras de minerais a serem estudadas. Deste modo, no presente estudo as amostras de rochas da Ilha das Flores foram selecionadas de modo a garantir uma correta análise para dados geoquímicos. Isto é, garantindo que as amostras se encontravam livres de processos intempéricos.

Foram selecionados um total de 4 amostras de rocha, que foram submetidas ao processo de britagem em um moinho de discos oscilantes a fim de se obter a redução da granulometria e granularidade, de modo a ser possível a separação dos diferentes constituintes minerálicos. A partir disto, se realizou o processo de separação mineral e confecção das pastilhas por impregnação.

A Figura 10 indica detalhadamente o fluxograma das etapas citadas. O fluxograma representado na Figura 14 (página 52) representa a continuação desde aqui apresentado.



Figura 10 Fluxograma das etapas metodológicas adotadas para a britagem, moagem, separação e catação mineral.

Fonte: Gomes, 2011. (adaptado)

8.3.1 Desagregação da Amostra de Rocha: Britagem e Moagem.

Seguindo a metodologia descrita por Gomes (2011), para britagem e moagem das amostras, utilizou-se uma prensa hidráulica com vistas à redução do tamanho das amostras a fim de que o processamento destas no britador não ficasse comprometido. Como destacado, após a submissão das amostras à prensa hidráulica, estas foram levadas ao britador de mandíbulas afim de garantir a redução de sua granularidade ao diâmetro médio de 10 mm.

Tendo sido realizado o processo de britagem, as amostras foram submetidas à água corrente e secas naturalmente. Após este processo as mesmas foram pulverizadas em moinho de disco por um tempo entre 10 e 20 segundos para a obtenção de uma granulometria final entre 80 e 125µm. Estes procedimentos foram realizados junto ao Laboratório de Preparação de Amostras da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, sempre observando procedimentos laboratoriais, tais como a limpeza dos equipamentos com pincel, álcool etílico, propanona e jatos de ar comprimido para cada amostra tratada.

8.3.2 Separação e Catação Mineral

Contando com a rocha desagregada, resultado obtido através do processo descrito no item 8.3.1 - Desagregação da Amostra de Rocha: Britagem e Moagem, tem início o processo de catação e separação mineral. Esta etapa consiste basicamente em métodos e técnicas utilizados neste estudo para extrair os minerais de interesse.

Inicialmente, com vistas à separação de olivinas, cada uma das amostras foi submetida ao processo de peneiramento. Tendo como referência o trabalho de Gomes (2011), foram utilizadas peneiras de análise granulométrica nas frações 0,177mm²³; 0,0149mm²⁴ e 0,105mm²⁵. Sendo que, para a separação granulométrica de cada uma das amostras, as peneiras foram limpas com jatos de ar comprimido, cerdas de aço e/ou agulhas e pincel.

Após o processo de peneiramento das amostras foram reservadas as frações 0,177 mm e 0,0149 mm, uma vez que as olivinas, o mineral de interesse para este estudo, ficaram retidas nestas respectivas frações. O processo de separação mineral a partir do *pó de rocha* peneirado que fora reservado no processo de peneiramento consistiu em duas etapas: I) Separação de minerais fortemente magnéticos; e II) Separação Eletromagnética, conforme descrito por Gomes (2011).

A separação dos minerais fortemente magnéticos foi realizada com o auxílio de um imã, onde sobre cada uma das amostras capturava os minerais de alta afinidade magnética. A segunda etapa do processo, Separação Eletromagnética, foi realizada com o auxílio do Separador Isodinâmico Frantz. A regulagem do aparelho foi realizada em inclinação frontal de 15º enquanto que a inclinação lateral foi dada em 25º. As amostras foram submetidas às amperagens de 0.1 Å, 0.3 Å, 0,6 Å e 1.0 Å. A olivina, junto com os piroxênios, ilmenita, biotita e outras micas foram separadas em 0.3 A. O Separador Isodinâmico Frantz foi limpo para cada

²³ Isto é, 80 *mesh.*

²⁴ Isto é, 100 mesh.

²⁵ Isto é, 150 mesh.

processamento de diferente amostra a ele submetido. A limpeza deu-se com jatos de ar comprimido, pincel e álcool.

Após a realização das etapas do processo de separação mineral, o processo de seleção final foi manual com o auxílio de uma lupa binocular. Para tanto, neste estudo os minerais foram selecionados com base nas seguintes características (Tabela 4):

Indicador de qualidade
Mineral não deve apresentar nenhum tipo de feição que remeta à processos intempéricos (dissolução ou similares)
Prioridade dada aos minerais prismáticos. Sem quebras, lascas ou afins em sua estrutura cristalina
O mineral deve apresentar tamanho adequado ao estudo. Não deve ser pequeno a ponto de dificultar a visualização dos TF revelados.

Tabela 4 Critérios de seleção mineral adotados durante a execução do trabalho

Fonte: Autor (2019).

8.4. Confecção das Pastilhas por Impregnação

A confecção das pastilhas de minerais por impregnação foi iniciada após a conclusão das etapas descritas nos itens 8.3.1. e 8.3.2. No processo de impregnação das olivinas e montagem das pastilhas, a primeira etapa do processo é a disposição dos minerais na pastilha.

As olivinas foram dispostas com auxílio de uma sonda exploradora endodôntica²⁶, com o cuidado para que o eixo C dos minerais – isto é, o eixo de maior elongação, estivesse alinhado (Figura 11).

²⁶ Sonda exploradora endodôntica é um instrumento odontológico.



Figura 11 Modelo da pastilha de impregnação de olivinas desenvolvida (imagem digital)

A segunda etapa no processo de confecção das pastilhas, foi a preparação da resina a ser aplicada sobre a pastilha. A composição da resina foi dada pelos componentes, epóxi e o seu respectivo catalisador. Neste estudo, a escolha da resina para confecção das pastilhas foi baseada nos seguintes fatores:

- Excelente transparência (do tipo Cristal);
- Boa fluidez;
- Facilidade de Processamento;
- Contração mínima;
- Não liberar subprodutos;
- Excelentes propriedades dielétricas com alta isolação;
- Alta resistência química;
- Alta resistência mecânica;
- Estabilidade aos ciclos térmicos, impactos e ações mecânicas;
- Alta dureza e resistência à abrasão;
- Fácil impregnação na aplicação.

No processo de preparo da resina e do catalisador foi utilizado a proporção indicada pelo fabricante. Após a confecção da resina de poliepóxido, a mesma foi

Fonte: Autor (2019).

aplicada sobre a pastilha, que já contava como os minerais dispostos conforme indicado na Figura 11. A secagem da pastilha foi realizada em temperatura de 23º C (± 3ºC) com um tempo total de 72 horas. A Figura 12 indica as etapas seguidas.

Disposição dos minerais selecionados na pastilha A partir dos minerais já selecionados faz-se a montagem da Os mineras são dispostos na pastilha alinhados no eixo de pastilha de minerais maior elongação (eixo c) Confecção da resina de impregnação Utiliza-se resinas do tipo Cristal de excelente transparência, Para a confecção da resina utiliza-se dois reagentes, a resina e resistência química, estável a ciclos térmicos, boa adesão e o secante. alta dureza. Impregnação da pastilha mineral Bolhas de ar são inconvenientes nas etapas junto ao Com a resina feita, impregna-se a pastilha onde os minerais já microscópio óptico, por isto toma-se extremo cuidado na estão dispostos conforme a etapa 1 deste processo impregnação para que não crie-se bolhas de ar Secagem da pastilha Após impregnadas as pastilhas inicia-se o processo de Para a secagem total é necessário um tempo total de 72 horas secagem. em temperaturas próximas a 25°C

Figura 12 Etapas do processo metodológico de confecção das pastilhas.

Fonte: Autor (2019).

8.4.1 Lixamento e acabamento final das pastilhas

Neste processo, as pastilhas foram submetidas ao lixamento, polimento e acabamento final. Ao final deste processo as pastilhas estão aptas para o processo de ataque químico, bem como a visualização dos minerais impregnados ao microscópio de luz transmitida. O diagrama da Figura 13 demonstra o fluxograma desta etapa.







O processo de Lixamento e o Polimento são realizados com abrasivos de carbeto de silício (SiC) (Pasta de Diamante) nas granulometrias de #200; #600 e #1200. Ambas as faces da pastilha foram lixadas e polidas, de modo a reduzir as imperfeições formadas durante o processo de secagem da resina, bem como, reduzir ao máximo as ranhuras na superfície dos minerais e da pastilha.

8.5. Ataque Químico para Revelação dos Traços de Fissão do ²³⁵U nas olivinas

Neste estudo propomos atacar quimicamente as olivinas para a revelação dos Traços de Fissão espontâneos com base em uma solução de KOH – HF, tendo como base a metodologia de Maurette, Pellas & Walker (1964). Embora, para o caso dos ataques químicos realizados neste estudo, tenham sido testadas variações nas condições de tempo e concentração química do ácido (HF) e da base (KOH) utilizadas por estes autores com vistas a verificar o comportamento dos traços de fissão frente a estas variações. Estas mudanças metodológicas em relação ao trabalho citado buscam aperfeiçoar a referida técnica de ataque químico em relação às condições de tempo e temperatura nas quais as olivinas são submetidas.

8.5.1 Revelação dos Traços de Fissão espontâneo com ataque em KOH – HF

Esta metodologia consistiu em submeter as olivinas à ataques sequenciais em base forte – ácido forte. A metodologia de Maurette, Pellas & Walker (1964) foi tomada como referencial para este ataque químico. No entanto, foi considerado necessário adequações no processo de ataque químico em relação ao tempo e temperatura de exposição das olivinas uma vez que, conforme resultados experimentais obtidos, os traços de fissão espontâneos foram revelados em condições relativamente mais amenas do que aquelas indicadas por estes autores.

A metodologia apresentada por Maurette, Pellas & Walker (1964), consistia na submissão das olivinas à um ataque alternado por 4 minutos em uma solução de NaOH²⁷ à 160º C e uma solução de HF²⁸ por 30 segundos.

Neste estudo submetemos as olivinas à uma solução de Hidróxido de Potássio (KOH), 1 mol.L⁻¹, em 100° C (\pm 3°C) e, em seguida, submetidas ao Ácido Fluorídrico (HF), 10%, em 23° C (\pm 3°C). O processo foi repetido duas vezes para cada ataque/amostra. O tempo de exposição da amostra ao KOH e HF foi variável, no intuito de estudar o comportamento dos traços de fissão espontâneos em relação ao tempo de exposição.

A Figura 14, adaptada de Gomes (2011), indica o fluxo de trabalho que esta pesquisa está seguindo no âmbito do ataque químico para revelação dos traços de fissão espontâneos.

 $^{^{27}}$ 29g de KOH e 9g de H₂O

²⁸ HF em concentração de 5%

Font



Figura 14 Fluxograma da Método dos Traços de Fissão

e: Gomes, C.H., 2011. (adaptado)

9. RESULTADOS E DISCUSSÕES DOS RESULTADOS

9.1. Petrografia das amostras de rocha da Ilha das Flores

Os ensaios petrográficos foram realizados no Laboratório de Microscopia da Universidade Federal do Pampa seguindo os procedimentos indicados no item *Metodologia*. Em síntese, os estudos petrográficos revelaram que as rochas apresentam, em geral, textura porfirítica (Figura 15 – a, b, g) e, por vezes, glomeroporfirítica (Figura 15 - c, e, f), muito vesicular a vesicular, sendo que

disjunções prismáticas são muito comumente encontradas. Em geral, em sua textura porfirítica, se destaca a olivina substituída²⁹ por piroxênio subédrico à euédrico; plagioclásio prismático e raros cristais aglutinados de quartzo.

Além da olivina é possível observar bytownita (An₇₆₋₇₈) e clinopiroxênio como minerais primários. Olivina com borda ou totalmente alterada para iddingsita³⁰, clinopiroxênio e uma pequena proporção de magnetita, vênulas de biotita \pm clorita \pm fluorita \pm óxidos e sulfetos, além de coríndon, fluorita e esfeno. A matriz fanerítica fina em proporção de 3:1 em relação aos pórfiros, por vezes é observada como intergranular e por outras vezes pilotaxítica (Figura 15 - a, c, d, g,) formada por ripas de plagioclásio.

²⁹ A transformação olivina-piroxênio é dada pela seguinte equação (Gill, 2014): Mg₂SiO₄+SiO₂ \rightarrow Mg₂SiO₆ onde temos: olivina+SiO_{2(melt)} \rightarrow enstatita (piroxênio).

³⁰ Iddingsita é um rocha microcistalina derivada da alteração da olivina – muitas vezes é estudada como sendo um mineral. É composta por minerais argilosos, óxidos de ferro, ferri-hidritos e olivina remanescente.

Figura 15 Fotomicrografias dos minerais em seção polida. (a) olivina euédrica seccionada no eixo cristalográfico B. Note as fraturas irregulares típicas para este mineral. (b) olivina euédrica em corte no eixo cristalográfico C. Note a matriz com as ripas de plagioclásio. (c) olivinas euédricas com corte próximo ao eixo cristalográfico A. Note as bordas de alteração para iddingsita bem marcadas. (e) Plagioclásio (Bytownita An₇₆₋₇₈) euédrico sobre a matriz composta pelo mesmo mineral na forma de ripas. Note a olivina euédrica, fraturada e com borda de alteração para iddingsita no canto superior direito. (e) Olivina euédrica com cor de interferência (rosa) entre terceira e quarta ordem. No canto inferior esquerdo é possível identifica um grande mineral de olivina marcado com a alteração, típica para estas rochas, de iddingsita.





(a)



(c)

(d)





(f)

9.2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) de olivinas presentes nas amostras de rocha

A análise por MEV revelou a excepcionalidade das olivinas presentes nas rochas da Ilha das Flores. Em geral, elas contém múltiplos grãos de diferentes tipos, tamanhos e composições. Os grãos normais são de olivinas com Fo₃₃₋₃₆ e faixas estreitas nas bordas ricas em Fe (>250µm; Figura 17; Figura 18; Figura 26). Por vezes, é claramente observado o zoneamento químico progressivo nos grãos (Figura 17; Figura 18). Esses grãos mostram um crescimento excessivo de Fe, que marca o contorno do grão. Olivina com zoneamento normal mostra núcleo rico em Mg (Fo₁₈₋₅₀) e sempre está contornada por um crescimento excessivo em Fe (Fo₁₉₋₆₆) do que os grãos normais.

Grãos subédricos com inclusões de magnetita são também comuns e fraturas bem marcadas (Figura 22, Figura 23). Olivinas normais sempre apresentam os núcleos magnesianos quando coexistem com *dusty olivines*. Esta é uma indicação provável de que os grãos normais foram formados em uma segunda etapa. No entanto, estes grãos são claramente mais forsterísticos do que em outras olivinas da ilha Flores.

A identificação da *dusty olivine* (Fo₃₂₋₆₃) é baseada na presença de diminutas formas alinhadas em seu núcleo (Figura 29(b); Figura 30). Esta olivina, *dusty olivine*, é claramente mais arredondada do que a olivina normal e com tamanho menor (200 µm). Ela tem uma aparência manchada marcada por diminutas formas que ao EDS aparecem com uma tonalidade de cinza claro. Estas porções são mais enriquecidas em Fe do que as partes com tonalidade de cinza escuro, que se mostram ricas em Mg. Algumas *dusty olivines* apresentam um zoneamento químico bem marcado e normal, onde o núcleo é rico em Mg. Notadamente observa-se o excessivo sobrecrescimento de Fe no seu entorno.

Contudo, o núcleo da olivina rica em Mg mostra uma textura distinta em comparação com a borda homogênea. Esse núcleo parece uma trama de filetes entrelaçados ricos em Mg (Fo₁₈₋₅₀) e empobrecidos em Fe (Fo₆₅₋₇₁), ou, por vezes, o inverso. Em alguns grãos é possível observar o núcleo mais destruído, assumindo um padrão em favo de mel (Figura 29). Quando algumas trilhas ricas em Mg desaparecem, o lugar ocupado por elas fica com uma aparência de superfícies de dissolução (Figura 27; Figura 28). A identificação desses grãos como reliquiares se

baseia em parte no tamanho do núcleo anormalmente grande, que é visivelmente marcado pelo aspecto manchado do grão.



Figura 16 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (perfil) da olivina 1 na amostra FL_6.

Figura 17 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (perfil) da olivina 2 na amostra FL_6. Note as variações químicas dadas pela borda de iddingsita



Figura 18 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (pontual) da olivina 2 na amostra FL_6. Note a borda de iddingsita



Figura 19 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (pontual) da olivina 4 na amostra FL_6.





Figura 20 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (pontual e perfil) da olivina 3 na amostra FL_6.



Figura 21 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (pontual) da olivina 4 na amostra FL_6 .

Figura 22 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (perfil) da olivina 1 na amostra FL_8. Note a anomalia química registrada pela inclusão férrica na porção central da olivina





Figura 23 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (pontual) de inclusão férrica na olivina 1 da amostra FL_8. Destaque para os altos valores de Fe e Ti na composição química.

Figura 24 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (perfil) na olivina 3 da amostra FL_8.





Figura 25 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (perfil) na olivina 4 da amostra FL_8.

Figura 26 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (perfil) na olivina 2 da amostra FL_10.



Figura 27 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (pontual) na olivina 4 da amostra FL_10. Perceba a borda férrica.



Figura 28 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (perfil) em detalhe na borda superior da olivina 4 da amostra FL_10 (figura anterior).



Figura 29 Fotomicrografia em MEV na olivina 6 (imagem A) e olivina 3 (imagem B) da amostra FL_10. Note que na imagem A temos uma olivina reliquiar rica em Mg com textura esqueletal. As partes escuras do núcleo são ricas em Fe e as partes claras ricas em Mg. Na imagem B: Núcleos agregados de forsterita (núcleo reliquiar) e sobrecrescimento da borda rico em Fe.





Figura 30 Fotomicrografia em MEV e Microssonda (pontual) de uma *dusty olivine* com núcleo reliquiar com interdifusão de Fe-Mg e sobrecrescimento rico em Fe da amostra FL_10.

A utilização de imagens de elétrons retroespalhados obtidas por MEV constituiu uma técnica útil e eficiente para a investigação da reologia e subseqüente desenvolvimento de fenocristais ferromagnesianos dos minerais aqui estudados. A abordagem delineada neste trabalho é inferida para revelar a existência de fases interdigitadas e sobrecrescidas no desenvolvimento da olivina, que tem propriedades ópticas que normalmente impedem a detecção de tais características na seção delgada e fornece uma definição extremamente clara da variação composicional química desse mineral.

As características da olivina demonstram que esse mineral cristaliza em ambientes com condições ímpares. Os processos diferenciados, seja de fracionamento magmático, pressão ou temperatura, a que foi submetida ficaram impressos em sua composição química e morfologia. Gill (2010) destaca estudos empíricos acerca da cristalização de olivinas em magmas ultrabásicos em função da velocidade de resfriamento Figura 31 Morfologias típicas de olivinas cristalizadas experimentalmente em líquidos magmáticos ultrabásicos em função da velocidade de resfriamento (°C por hora). Onde ΔT °C indica o grau de super resfriamento abaixo do *liquidus*, no qual a olivina começa a se formar.



Fonte: Gill (2010)

Note que as olivinas estudadas, em sua maioria, apresentam uma distinção entre o núcleo rico em Mg e as bordas ricas em Fe. Toplis & Carroll (1995) sugerem que a composição da olivina afeta a relação olivina-magma original. Neste caso, a olivina rica em Mg tende a ter composições próximas às composições do magma original.

Sabe-se, por outro lado, que a formação de olivina rica em ferro se dá em temperaturas inferiores às da olivina rica em magnésio (Deer, 1966). Uma parte do ferro que havia disponível no sistema pode ter sido absorvido pela iddingsita, o que nos faz pensar em uma erupção mais próxima da superfície com vários pulsos que propiciaram o zoneamento e a interdigitação do Fe e do Mg nas olivinas em um ambiente oxidante. As temperaturas, possivelmente, mais elevadas e quantidades insuficientes de SiO₂ limitaram o desenvolvimento de clinopiroxênio. A formação de forsterita sugere uma cristalização em um ambiente com temperaturas em torno de 1800-1900°C.

9.3. Separação Mineral e Confecção das Pastilhas por Impregnação

A separação mineral e a confecção das pastilhas por impregnação, conforme descrito no tópico *Metodologia*, foi realizada no Laboratório de Mineralogia e Petrografia da Universidade Federal do Pampa.

Em síntese, a metodologia aplicada para o desenvolvimento das pastilhas de impregnação mostrou-se satisfatória. A solução de resina epóxi e catalisador (secante), da qual as pastilhas aqui utilizadas foram desenvolvidas. No que se refere à aspectos como (i) transparência da pastilha, (ii) contração, (iii) liberação de subprodutos quando atacada química ou termicamente, (iv) resistência mecânica, (v) estabilidade à ciclos termoquímicos e (vi) facilidade de aplicação/montagem, as pastilhas mostraram-se muito eficazes para os objetivos pretendidos neste trabalho, dadas as condições físico-químicas às quais elas foram submetidas – temperatura e composição das soluções químicas nas quais sofreram ataque.

9.4. Ataque Químico e Revelação dos Traços de Fissão espontâneos

O ataque químico às pastilhas com olivinas foi realizado no Laboratório Institucional de Química da Universidade Federal do Pampa, conforme descrito no tópico *metodologia*, deste trabalho. Estes ataques foram realizados a partir da submissão das Pastilhas por Impregnação, na qual estavam contidas as olivinas aqui estudadas, em uma solução composta por Hidróxido de Potássio (KOH) em 1Mol.L⁻¹ e sequencialmente submetidas à uma solução de HF em volume de 10%.

A fim de que fosse possível a compreensão de forma sistemática do comportamento dos traços de fissão espontâneos nas olivinas em função do tempo de exposição na solução, optou-se por realizar o ataque químico de forma a existir uma relação de progressão linear entre o tempo de exposição para cada uma das pastilhas atacadas (Figura 32).



Figura 32 Progressão linear entre cada um dos quatro ataques (T1-T4) em função do tempo de exposição nas soluções químicas

O tempo de exposição das pastilhas à estas soluções é a peça principal destes ataques químicos. A fim de se verificar o comportamento dos traços em função do tempo de exposição foram testados quatro tempos de ataque químico. Para o ataque químico 1 (T1) o tempo na solução de KOH foi de 4 minutos, enquanto que para o HF foi de 30 segundos. Em T2 o tempo de ataque químico foi 9 minutos e 68 segundos para KOH e HF respectivamente. Nos tempos T3 e T4 as pastilhas permaneceram 12 minutos e 15 minutos em KOH e 90 segundos e 112 segundos em HF, respectivamente. Todos os ataques foram repetidos de forma sequencial por duas vezes em todos os tempos (T1-T4) em temperatura de 98° C (\pm 3° C) para o KOH e 23° (\pm 3° C) para o HF.



Figura 33 Tempo de Exposição das Olivinas em KOH (minutos) versus HF (segundos)

Fonte: Autor (2019).

9.4.1 Dos Resultados para o Ataque Químico em T1

O ataque químico em T1 foi realizado, conforme já relatado em outras ocasiões neste trabalho, com o tempo de exposição em KOH por 4 minutos e em HF por 30 segundos.

Os traços de fissão espontâneos revelados neste ataque químico mostraramse muito promissores conforme revelam as imagens indicadas na Figura 34. Os dados estatísticos (Figura 36) revelam que os comprimentos dos traços de fissão revelados variaram de 1.10 a 7.74 µm. Portanto, temos que a amplitude do tamanho dos traços de fissão para o tempo T1 foi de 6.64 µm.

A maior taxa de revelação dos traços de fissão foi concentrada em TF com tamanhos 3.00 e 4.00µm. Conquanto, a média dos traços de fissão espontâneos analisados foi medida em 3.91µm com um desvio padrão de ±1.68µm – uma vez que

a variância³¹, isto é, a dispersão dos valores em função da média, está dada em



Figura 34 Fotomicrografias em microscópio eletrônico de varredura dos Traços de Fissão espontâneo obtidos no ataque T1. Note que as escalas são diferentes.

2.82µm.

A Figura 35 indica a existência de um traço do tipo *Tincle*³² conforme segue:

Figura 35 Demonstração de parte dos traços fósseis obtidos durante o ataque T1. Repare no TINCLE (Traço de fissão na fratura).



³¹ Tome nota que a Variância (Var) é dada em função de $S^2 = \frac{\sum (x-x)^2}{n-1}$ e que, obviamente, o Desvio Padrão da população amostral é dado por $\sqrt{Var(TF)}$

³² Traço na clivagem ou traço na fratura.

A existência do traço *TINCLE* indica que o mesmo foi revelado a partir da entrada do agente químico na fratura existente naquela região, conforme indica a legenda *fratura* na fotomicrografia. Repare a fratura de aproximadamente 8 micrometros que está no quadrante sudoeste da imagem.

O histograma da Figura 36 faz uma indicação gráfica dos dados citados. Note que o gráfico possui uma assimetria negativa na qual a maior taxa de revelação dos Traços de Fissão espontâneos estão no segundo e terceiro agrupamento (entre 2-4 µm).

Figura 36 Histograma de frequências para os traços espontâneos obtidos na solução de KOH por 4 minutos e HF em 30 segundos



9.4.2 Dos Resultados para o Ataque Químico em T2

O ataque químico para o tempo T2 foi realizado a partir da submissão das pastilhas de olivinas em Hidróxido de Potássio à 98° C (±3° C) por 9 minutos e sequencialmente em Ácido Fluorídrico à 23° C (±3° C) por 68 segundos, com duas repetições.

Figura 37 Espécimes de Traços Espontâneos revelados em T2. Imagem ao microscópio eletrônico de varredura



Nesta metodologia de ataque químico, as olivinas revelaram seus traços de fissão espontâneos em uma faixa bastante ampla de tamanhos. Neste sentido, os tamanhos dos traços de fissão espontâneos, para este ataque, variaram de 5.31µm a 17.31 µm. Isto nos dá uma variância dos dados populacionais (tamanho dos traços de fissão espontâneos) em 12µm.

Os traços de fissão espontâneos revelados neste ataque estão indicados na Figura 37 e Figura

38. A Figura 37 indica claramente esta variação de tamanho dos traços de fissão espontâneos. A Figura 38 nos revelou outra importante feição do ataque, dois traços de fissão espontâneos instersectando a superfície polida (TISP). Cabe ressaltar que o TISP é discutido e indicado no diagrama ilustrativo Figura 6, ilustrado por Hurford (2018), os quais ele denomina de fissuras de ataque, ou semi-traços.

Figura 38 Fotomicrografia dos traços de fissão espontâneos revelados durante o ataque T2. Imagem ao Microscópio Eletrônico de Varredura. Note o Traço de Fissão espontâneo intersectando a superfície polida (TISP)



O histograma da Figura 39 indica que a distribuição de tendências apresentase assimétrica e negativa – isto é, a maior taxa de traços de fissão espontâneos revelados, em função do tamanho, foi dado no primeiro e segundo grupamento de dados (entre 4-8 μm). Por outro lado, a média do tamanho dos traços de fissão espontâneos foi dada em 9.18μm. No entanto, está distante do intervalo dos tamanhos com a maior taxa de revelação. A variância do tamanho dos traços de fissão espontâneos é de 13.29μm, sendo o desvio padrão³³ destes traços ±3.64μm.

³³ Veja a nota de rodapé número 31

Figura 39 Histograma de frequências para os traços fósseis obtidos na solução de KOH por 9 minutos e HF em 68 segundos.



9.4.3 Dos Resultados para o Ataque Químico em T3

O terceiro ataque químico testado (T3) foi dado a partir do ataque químico às olivinas por 12 minutos em KOH e 90 segundos em HF, nas temperaturas de 98° C (±3° C) e 23° C (±3° C), respectivamente.

Os resultados estatísticos deste ataque químico são expressos no histograma da Figura 40. A figura 40 relaciona o número de traços de fissão espontâneos revelados *versus* o tamanho dos traços de fissão espontâneos. O histograma mostra, claramente, uma curva de distribuição de dados assimétricos positivos. Isto indica que temos, portanto, uma maior concentração de dados (assimetria) logo nas primeiras classes do histograma (positiva). Figura 40 Histograma de frequências para os traços fósseis obtidos na solução de KOH por 12 minutos e HF em 90 segundos.



Neste ataque, a maior faixa de revelação de traços de fissão espontâneos nas olivinas, no aspecto que tange ao tamanho, foi na primeira classe de frequência (1-2 μ m). O tamanho de traço de fissão espontâneos revelados, neste ataque, variou de 1.05 μ m a 6.29 μ m, sendo que a variação no tamanho desses traços foi de 5.24 μ m. A análise estatística indica que a média do tamanho dos traços de fissão espontâneos foi 2.91 μ m com um desvio padrão de ±1.40 μ m, uma vez que a variancia da população amostral foi de 1.98 μ m.

A Figura 41 e Figura 42 mostram os traços de fissão espontâneos revelados no ataque T3. Neste ataque foi possível identificar um traço no traço (TINT), ou seja, um traço de fissão espontâneo desenvolvido a partir do ataque químico em outro traço de fissão espontâneo (Figura 41).
Figura 41 Imagem em Microscópio Eletrônico de Varredura dos Traços de Fissão Espontâneos revelados no ataque químico T3. Repare no traço *tipo* TINT (*track-in-track*)



Figura 42 Fotomicrografia em Microscópio Eletrônico de Varredura dos Traços de Fissão Espontâneos revelados no ataque T3



9.4.4 Dos Resultados para o Ataque Químico em T4

Em T4, o ataque químico foi realizado expondo as pastilhas com as olivinas impregnadas por um tempo de 15 minutos em KOH e 112 segundos em HF com temperaturas exatamente iguais àquelas dos outros ataques (98° C (\pm 3° C) e 23°C (\pm 3°C), respectivamente para o KOH e HF.

Os resultados deste ataque são mostrados no histograma da Figura 43 e nas fotomicrografias em MEV (Figura 44 e Figura 45). A Figura 43 relaciona o número de traços de fissão espontâneo revelados *versus* o tamanho dos traços de fissão espontâneo. O histograma mostra, claramente, uma curva de distribuição de dados do tipo multimodal³⁴ embora exista uma maior distribuição de traços de fissão espontâneo revelados no intervalo de classes entre 2 a 4µm.

Figura 43 Histograma de frequências para os traços fósseis obtidos na solução de KOH por 15 minutos e HF em 112 segundos.



³⁴ Isto é, existem, pelo menos, três picos de distribuição do tamanho dos traços no histograma.

Para o ataque T4 nas olivinas, o tamanho dos traço de fissão espontâneos revelados foi de 1.82 μ m. Cabe destaque neste ponto a fato de que, embora, o tamanho do menor traço de fissão espontâneo para T4 tenha sido superior ao traço de fissão espontâneo revelado em T1 (1.10 μ m), ele é excepcionalmente menor do que o tamanho mínimo dos traços de fissão espontâneos revelados em T2 – que foi de 5.31 μ m. Em oposição à isto, o tamanho do maior traço de fissão espontâneo revelado foi de 13.09 μ m. Isto faz com que se tenha uma amplitude do tamanho dos traços de fissão espontâneos em 11.27 μ m. A variância calculada para este ensaio apresentou resultados na ordem de 13.76 μ m, sendo o desvio padrão de ±3.71 μ m.



Figura 44 Imagem ao MEV dos traços de fissão espontâneos revelados no ataque T4. Repare no traço tipo TINT.



Figura 45 Fotomicrografia ao MEV dos Traços de Fissão espontâneos revelados no ataque T4

9.4.5 Da análise integrada dos resultados para T1, T2, T3 e T4

A Figura 46 mostra as taxas de revelação para os diferentes tempos de ataque³⁵ químico em função do tamanho dos traços de fissão espontâneos que foram revelados. Cada uma das curvas amparadas no gráfico indicam um tempo (T1 até T4), por outro lado, em uma leitura cartesiana, o *eixo x* do gráfico está indicando duas variáveis: (i) o tamanho dos traços de fissão espontâneos na barra inferior do eixo, em micrômetros³⁶; e (ii) a representação escalar, na barra superior do mesmo eixo, indicando a medida de grandeza em: (a) traços de fissão espontâneos curtos, (b) traços de fissão espontâneos médios; e (c) traços de fissão espontâneos longos. Por outro lado, o *eixo y* indica a função do número de traços de fissão espontâneos revelados.

Dados os resultados obtidos neste trabalho, exclusivamente em relação ao tamanho dos traços de fissão espontâneos – portanto, aqueles indicados no *eixo x*, foram distinguidos como traços de fissão espontâneos curtos aqueles cujo o tamanho estava compreendido em até 5 µm, os traços de fissão espontâneos

³⁵ Isto é, T1, T2, T3 e T4 – conforme indicado no tópico 9.4 Ataque Químico e Revelação dos Traços de Fissão

³⁶ Isto é, a milionésima fração do metro

médios estão compreendidos entre $5\mu m \le 13\mu m$, enquanto que os traços de fissão espontâneos longos foram compreendidos na fração maior que 13 μm .

É clara a percepção, como mostra a Figura 46, de que as taxas mais elevadas de revelação foram dadas na fração traços de fissão espontâneos curtos para a grande maioria dos ataques realizados³⁷, ficando T2 como o único ensaio onde a maioria dos traços de fissão espontâneos foram revelados na fração traços de fissão espontâneos foram revelados na fração traços de fissão espontâneos médios.

As olivinas atacadas em T1, ou seja, submetidas a duas repetições de 4 minutos em KOH e 30 segundos em HF, revelou a taxa mais elevada de traços de fissão espontâneos na zona traços de fissão espontâneos curtos. Houve um progressivo decaimento do tamanho dos traços de fissão espontâneos *médios* e *longos*. No gráfico da Figura 46 é fácil a observação de uma decréscimo negativo de revelação dos traços de fissão espontâneos de tamanho entre 6 e 7 µm em relação à tendência, uma vez que a quantidade de traços de fissão espontâneos revelados com tamanhos superiores a 7 µm apresentou uma quantidade ligeiramente maior e, logo após isto, uma taxa de queda do tamanho dos traços de fissão espontâneos *versus* tempo de exposição praticamente constante.

Para o tempo T2, ou seja, as olivinas atacadas com duas repetições de 9 minutos em KOH e 68 segundos em HF, a taxa mais elevada de revelação foi dada na *zona de traços* de fissão espontâneos *médios*. Isto sugere que entre o ataque T1 e o ataque T2 há um progressivo alongamento dos traços de fissão espontâneos em função do tempo de exposição na solução. Por outro lado, o número de traços de fissão espontâneos revelados na sua zona de maior revelação, a zona de fissão espontâneos médios, foi inferior a quantidade de traços de fissão espontâneos revelados na maior zona de revelação dos traços de fissão espontâneos em função do tempo, ocorre um progressivo decréscimo na quantidade dos traços de fissão espontâneos revelados entre os ataques T1 e T2.

O ataque T2, ainda, apresentou o que podemos chamar de uma segunda distribuição modal, onde houve um segundo agrupamento de traços de fissão

³⁷ Foram três tempos em que as maiores taxas de revelação foram dadas no grupamento *traços curtos*, são eles: T1, T3 e T4.

espontâneos, desta vez traços de fissão espontâneos longos, embora em quantidade inferior àquela revelada na zona de traços de fissão espontâneos médios.

A partir dos ataques T3 e T4, isto é, a partir de uma exposição de 12 minutos e 15 minutos em KOH e 90 e 112 segundos em HF, respectivamente, houve uma inversão da tendência. Enquanto para os tempos T1 e T2 existe uma tendência de alongamento dos traços de fissão espontâneos em função do tempo na solução, para os tempos T3 e T4 há uma tendência de encurtamento dos traços de fissão espontâneos em função do tempo de exposição na solução.

Quando é realizada uma comparação entre as curvas T2 e T3 nota-se claramente que os traços de fissão espontâneos que permaneceram um tempo mais prolongado na solução (T3) foram encurtados em relação àqueles que ficaram um tempo menor (T2). Enquanto, a maior taxa de revelação dos traços de fissão espontâneos para T2 foi obtida na zona de traços de fissão espontâneos médios, ´para T3 obtivemos esta mesma taxa na zona de traços de fissão espontâneos curtos. Portanto, é evidente o encurtamento dos traços de fissão espontâneos em função do tempo de exposição na solução.

Isto sugere que o ponto de encontro entre os maiores comprimentos de traços de fissão espontâneos revelados e as taxas mais elevadas de revelação para as soluções de KOH e HF, dadas as condições estipuladas no tópico metodologia deste trabalho, estejam próximas a 4-9 minutos em KOH e 30-68 segundos em HF. Portanto, a partir de uma exposição mais prolongada os traços de fissão espontâneos começam a encurtar e sofrer apagamento parcial.

A ideia apresentada no parágrafo anterior é corroborada quando analisamos os resultados obtidos em T4, onde as olivinas foram submetidas a um tempo mais prolongado de ataque químico testado neste trabalho – 15 minutos em KOH e 112 segundos em HF em um ataque químico sequencial por duas vezes. A taxa mais elevada de revelação para este ensaio condiz com a menor de todos os ensaios. A zona de revelação mais elevada foi a zona de traços de fissão espontâneos curtos e com uma quantidade de traços de fissão espontâneos significativamente menor do que os outros três ensaios.

Portanto, os resultados apresentados nestes quatro ensaios, sugerem que as melhores taxas de revelação e comprimento dos traços de fissão espontâneos sejam as obtidas em T1 e T2, conforme mostrado na Figura 46, *zona de Alongamento em função do tempo na solução.* Enquanto que ao transpassarmos de T2 para T3 é notório o encurtamento do tamanho dos traços de fissão espontâneos. Entre T3 e T4, temos o que fora chamado de *zona de encurtamento desses traços em função do tempo de exposição à solução.* Isto indica que nestes tempos de ataque químico foi iniciado uma progressiva diminuição do tamanho dos traços de fissão espontâneos.



Figura 46 Taxas de revelação para os tempos T1, T2, T3 e T4 versus o tamanho dos Traços (µm) de fissão espontâneos revelados

9.4.6 Do modelo de curva parametrizada para revelação de traços de fissão espontâneos em olivinas para este estudo

Com base nos dados obtidos a partir dos ensaios realizados³⁸ optou-se por realizar uma curva, onde fosse possível indicar as zonas de revelação de Traços de Fissão espontâneos em olivinas para ataque químico com base em KOH em 100° C e HF em 23° C, esta curva está indicada na Figura 47.





A curva é dada a partir das variáveis: (i) *Função Revelação f*(txr), que indica a taxa de revelação dos traços de fissão espontâneos, (ii) *Função Tempo f*(t), que indica o tempo de exposição das olivinas à solução química; e (iii) Função Tamanho dos Traços de fissão espontâneos (T em μ m). Nos testes realizados ficou claro e evidente que as taxas mais elevadas de revelação eram dadas logo nos primeiros minutos (T1 e T2) de submissão das olivinas ao ataque químico.

A curva (Figura 47) sugere que as taxas mais elevadas de revelação de traços de fissão espontâneos em olivinas, para ataques químicos sucessivos, com duas repetições, em solução de hidróxido de potássio (1mol.L⁻¹) à 100° C e ácido fluorídrico (10%) à 23° C, são dadas logo nos primeiros minutos (T₀ a T_{5min}). A curva de evolução sugere que a partir de T_{5min} até \cong T_{8min} exista uma segunda distribuição

³⁸ Isto é, T1, T2, T3 e T4.

modal de revelação. Embora, neste caso, com taxas de revelação inferiores àquelas obtidas entre T_0 a T_{5min} . A partir de T_{15min} os dados experimentais sugerem uma revelação de traços de fissão espontâneos em função do tempo insignificante, dada as condições metodológicas expostas anteriormente.

10. CONSIDERAÇÕES FINAIS:

Com base nas observações petrográficas e mineralógicas para as olivinas estudadas propomos que os trabalhos de petrografia das olivinas, em microscópio óptico e MEV, permitiram um novo aporte referencial para o campo da cristaloquímica e, também, mineralogênese das olivinas das rochas vulcânicas da Ilha das Flores. Está claro que as *dusty* olivinas com núcleos reliquiares da Ilha das Flores contém grãos fortemente zonados, marcados por núcleos magnesianos e bordas férricas. Isto nos sugere e nos faz pensar que seja o resultado de processos de cristalização fracionada. No entanto, em alguns casos a identificação deste zoneamento foi incerto. Propomos, portanto, que os núcleos destes grãos são reliquiares, as bordas férricas e os intercrescimentos foram formados em um evento de fusão secundário.

Por outro lado, o desenvolvimento deste estudo possibilitou uma nova discussão acerca da metodologia de ataque químico para revelação de traços de fissão espontâneos em olivinas magmáticas. Obteve-se excepcionais resultados nas diferentes adequações metodológicas propostas para a metodologia de Maurette, Pellas & Walker (1964). Os quatro (T1 a T4) ataques químicos mostraram-se eficazes e satisfatórios com os objetivos aqui propostos.

Os resultados indicam que há um progressivo aumento dos traços de fissão espontâneos nas olivinas quando elas são submetidas aos ataques descritos nos tempos T1 e T2 – que se denominou de *alongamento em função do tempo na solução*. Portanto, a submissão das olivinas à ataques químicos entre 4 e 9 minutos em solução de hidróxido de potássio à 100° C e subsequente ataque em ácido fluorídrico à 23° C por tempo entre 30 a 68 segundos possibilitou as taxas mais elevadas de crescimento de traços de fissão espontâneos. Ao decorrer desta progressão de tempo na solução, conforme demostrado nos ataques T3 e T4, há o que se denominou de *encurtamento em função do tempo na solução*. Isto é, os traços de fissão espontâneos que sofreram taxas mais elevadas de crescimento em T1 e T2 iniciaram um processo de encurtamento quando ultrapassava-se o tempo decorrido destes dois ataques.

É sugestiva e instigante a continuidade deste trabalho no âmbito da aplicação de Métodos Termocronológicos de traços de fissão espontâneos aqui revelados e estudados.

REFERÊNCIAS

ABDELMON. A; FERNANDE. L.A; BOONE, G.A. Pliocene-Pleistocene Minimum K-Ar Ages of Older Eruptive Centers Eastern Azores. In: **Transactions-American Geophysical Union.** 2000 Florida Ave Nw, Washington, Dc 20009 Usa: Amer Geophysical Union, 1968.

ABDEL-MONEM, A.A.; FERNANDEZ, L.A.; BOONE, G.M. K-Ar ages from the eastern Azores group (Santa Maria, São Miguel and the Formigas islands). **Lithos**, v. 8, n. 4, p. 247-254, 1975.

AFRA, B. *et al.* SAXS study of ion tracks in San Carlos olivine and Durango apatite. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, v. 286, p. 243-246, 2012

AZEVEDO, J.M.M.; FERREIRA, M.R.P. The volcanotectonic evolution of Flores Island, Azores (Portugal). Journal of volcanology and geothermal research, v. 156, n. 1-2, p. 90-102, 2006.

AZEVEDO, J.M.M.; FERREIRA, M.R.P.; MARTINS, J.A. The emergent volcanism of Flores island, Azores (Portugal). **Arquipélago**, v. 9, p. 37-46, 1991.

AZEVEDO, J.M.M.; ALVES, E.I.; DIAS, J.L. Contributo para a interpretação vulcanostrutural da ilha do Corvo, Açores. **Ciências da Terra (UNL)**, v. 5, p. 2-3, 2003.

AZEVEDO, J. M. M.; FERREIRA, M.R Portugal. Volcanic gaps and subaerial records ofpalaeo-sea-levels on Flores Island (Azores): tectonic andmorphological implications. **Journal of Geodynamics**, v. 28, n. 2-3, p. 117-129, 1999.

AZEVEDO, J.M.M., FERREIRA, M.P., MARTINS, J.A. O Complexo de Base na Ilha das Flores, **Açores. Mem. Not.**, Publ. Mus. Lab. Mineral. Geol. Univ. Coimbra, Portugal v. 101 p. 55–71. 1986.

BHANDARI, N.; BHAT, S.G.; LAL, D.; RAJAGOPALAN, G.; TAMHANE, A.S.; VENKATAVARADAN, V.S. Fission fragment tracks in apatite: recordable track lengths. **Earth and Planetary Science Letters** v. 13 p.191–199. 1971

BORBA, A.W.; VIGNOL-LELARGE, M.L.M.; MIZUSAKI, A.M.P. Uplift and denudation of the Caçapava do Sul granitoids (southern Brazil) during Late Paleozoic and Mesozoic: constraints from apatite fission-track data. **Journal of South American Earth Sciences**, v. 15, n. 6, p. 683-692, 2002.

BEIER, C.; HAASE, K.M.; BRANDL, P.A. Melting and Mantle Sources in the Azores In: KUEPPERS, U.; BEIER, C. (editores) Volcanoes of the Azores: Revealing the Geological Secrets of the Central Northern Atlantic Islands. 1 ed. Berlin, Germany: Springer-Verlag & Springer Nature, 2018. p. 251-280. DOI: 10.1007/978-3-642-32226-6

CANNAT, M. *et al.* Mid-Atlantic Ridge–Azores hotspot interactions: along-axis migration of a hotspot-derived event of enhanced magmatism 10 to 4 Ma ago. **Earth and Planetary Science Letters**, v. 173, n. 3, p. 257-269, 1999.

CHEMALE JR, F. *et al.* Time constraints on magmatism along the Major Gercino Shear Zone, southern Brazil: implications for West Gondwana reconstruction. **Gondwana Research**, v. 22, n. 1, p. 184-199, 2012.

DE OLIVEIRA, C.H.E. *et al.* Evidence of post-Gondwana breakup in Southern Brazilian Shield: Insights from apatite and zircon fission track thermochronology. **Tectonophysics**, v. 666, p. 173-187, 2016.

FERAUD, G. *et al.* New K-Ar ages, chemical analyses and magnetic data of rocks from the islands of Santa Maria (Azores), Porto Santo and Madeira (Madeira Archipelago) and Gran Canaria (Canary Islands). **Bulletin volcanologique**, v. 44, n. 3, p. 359-375, 1981.

FERAUD, G.; KANEOKA, I.; ALLÈGRE, C.J. K/Ar ages and stress pattern in the Azores: geodynamic implications. **Earth and planetary science letters**, v. 46, n. 2, p. 275-286, 1980.

FERREIRA, M.P.; MARTINS, J.A. Estudos de inversões paleomagnéticas na Ilha Terceira, Açores. **Proceedings of the I Congr. Nac. Geologia. Aveiro. Portugal**, 1983.

FLEISCHER, R.L., PRICE, P.B., WALKER, R.M. Applications of Fission Tracks and Fission Track Dating to Anthropology. (**anais**) 7th international congress on glass. Brussels. 1965.

FLEISCHER, R.L., PRICE, P.B., WALKER, R.M. Effects of Time, Temperature, and Ionization on the formation and stability of Fission Tracks on Minerals and Glasses. J. Geophys. Res. 70. 1497. 1965. FLEISCHER, R.L. *et al.* Nuclear tracks in solids: principles and applications. Univ of California Press, 1975.

FONSECA, A.C.; POUPEAU, G. Datações por trajos de fissão em algumas rochas metamorficas na cidade do Rio de Janeiro. **Anais do XXXIII Congr. Bras. Geol**, p. 2321-2332, 1984.

FORJAZ, V.H. Azores study tour. Field trip guide: Seminar on the prediction of earthquakes. **Econ. Comm. for Europe-UN, Lisbon**, 1988.

FRANÇA, Z. *et al.* Geologia dos Açores: uma perspectiva actual. **Açoreana**, v. 10, n. 1, p. 11-140, 2003.

FRANCO, A.O.B. Termocronologia por traços de fissão em apatitas na região do Arco de Ponta Grossa, entre os alinhamentos de Guapiara e São Jerônimo-Curiúva. **Tese** (Doutorado). Universidade Estadual Paulista. 2006.

FRANCO-MAGALHÃES, A.O.B.; HACKSPACHER, P.C.; SAAD, A.R. Exumação tectônica e reativação de paleolineamentos no Arco de Ponta Grossa: termocronologia por traços de fissão em apatitas. **Revista Brasileira de Geociências**, v. 40, n. 2, p. 184-195, 2010.

GALLAGHER, K.; HAWKESWORTH, C.J.; MANTOVANI, M.S.M. The denudation history of the onshore continental margin of SE Brazil inferred from apatite fission track data. **Journal of Geophysical Research: Solid Earth**, v. 99, n. B9, p. 18117-18145, 1994.

GALLAGHER, K.; HAWKESWORTH, C.J.; MANTOVANI, M.S.M. Denudation, fission track analysis and the long-term evolution of passive margin topography: application to the southeast Brazilian margin. **Journal of South American Earth Sciences**, v. 8, n. 1, p. 65-77, 1995.

GENTE, P. *et al.* Interaction between the Mid-Atlantic Ridge and the Azores hot spot during the last 85 Myr: Emplacement and rifting of the hot spot-derived plateaus. **Geochemistry, Geophysics, Geosystems**, v. 4, n. 10, 2003.

GILL, R. Rochas e processos ígneos: um guia prático. Bookman Editora, 2014.

GLEADOW, A.J.W.; FITZGERALD, P.G. Uplift history and structure of the Transantartic Montains: New evidence from fission track dating of basement apatite in the dry valleys area, southern Victoria Land. **Earth and Planetary Science Letters**, v. 82, p. 1-14, 1987

GRIGGS, D.T. Deformation of rocks at 500°C to 800°C. **Geol. Soc. America. Mem.**, v. 79, p. 39-104, 1960.

GOMES, C.H. História Térmica das regiões sul e sudeste da América do Sul: implicações na compartimentação geotectônica do Gondwana. **Tese** (Doutorado), Universidade Federal do Rio Grande do Sul. 2011.

GOMES, C.H.; ALMEIDA, D.D.P.M. New insights into the Gondwana breakup at the Southern South America by apatite fission-track analyses. **Advances in Geosciences**, v. 47, p. 1-15, 2019. HACKSPACHER, P.C. *et al.* Consolidation and break-up of the South American platform in southeastern Brazil: tectonothermal and denudation histories. **Gondwana Research**, v. 7, n. 1, p. 91-101, 2004.

HILDENBRAND, A. *et al.* Recent plate re-organization at the Azores Triple Junction: Evidence from combined geochemical and geochronological data on Faial, S. Jorge and Terceira volcanic islands. **Lithos**, v. 210, p. 27-39, 2014.

HIRUMA, S.T. *et al.* Denudation history of the Bocaina Plateau, Serra do Mar, southeastern Brazil: Relationships to Gondwana breakup and passive margin development. **Gondwana Research**, v. 18, n. 4, p. 674-687, 2010.

JÚNIOR, C. *et al.* Método dos traços de fissão em apatita e zircão: geocronologia do Grupo Bauru. 2010.

KARL, M. *et al.* Evolution of the South Atlantic passive continental margin in southern Brazil derived from zircon and apatite (U–Th–Sm)/He and fission-track data. **Tectonophysics**, v. 604, p. 224-244, 2013.

KRISHNASWAMI, S. *et al.* Olivines: revelation of tracks of charged particles. **Science**, v. 174, n. 4006, p. 287-291, 1971.

KLEIN, C.; DUTROW, B. **Manual de ciência dos minerais**. Bookman Editora, 2012.

LUIS, J.F. *et al.* The Azores triple junction evolution since 10 Ma from an aeromagnetic survey of the Mid-Atlantic Ridge. **Earth and Planetary Science** Letters, v. 125, n. 1-4, p. 439-459, 1994.

MAURETTE, M.; PELLAS, P.; WALKER, R.M. Cosmic-ray-induced particle tracks in a meteorite. **Nature**, v. 204, n. 4961, p. 821, 1964.

MIRANDA, J.M. *et al.* Tectonic framework of the Azores triple junction. **Geophysical Research Letters**, v. 18, n. 8, p. 1421-1424, 1991.

MORRISSEAU, M. & H. TRAINEAU. Volcanologie. Mise en êvidence d'une activité hydromagmatique holocéne sur l'Ile de Flores (Açores). **C. R. Acad. Sc. Paris**, 301, Série II, 18: 1309-1314. 1985.

NAESER, C.W. Thermal History of Sedimentary Basins Fission-Track Dating of Subsurface Rocks. In: **Aspects of Diagenesis.** Society of Economic Paleontologists and Mineralogists. Special Publication 26 Edited By: P.A. Scholle and P.R. Schluger, 109-112. 1979.

NAKASUGA, W.M. Estudo do annealing de traços de fissão em epídoto. **Dissertação [mestrado]**, Instituto de Geociências e Ciências Exatas da Universidade Estadual Paulista – UNESP campus Rio Claro. 104 f. 2010.

NUNES, J.C. A actividade vulcânica na ilha do Pico do Plistocénico Superior ao Holocénico: mecanismo eruptivo e hazard vulcânico. **Provas de Doutoramento. Univ. dos Açores. Ponta Delgada**, 1999.

PRICE, P.B.; WALKER, R.M. A new detector for heavy particle studies. **Phys.** Lett. 3. pg. 113-115. 1962a.

PRICE, P.B. & WALKER, R.M. Observations of charged-particle tracks in solids. Journal of Applied Physics, 33: 3400-3406. 1962b.

PRICE, P.B.; WALKER, R.M. Chemical etching of charged-particle tracks in solids. **Journal of Applied Physics**. 33. pg. 3407-3412. 1962c.

PRICE, P.B.; WALKER, R.M. Observation of fossil particle tracks in natural micas. **Nature**. 196. pg. 732-734. 1962d.

PRICE, P.B.; WALKER, R.M. Fossil tracks of charged particles in mica and the age of minerals. **J. Geophys. Res.** 68. pg. 4847-4862. 1963.

RAHN, M. Fission tracks and their application in Geology. 2005. 58 slides.

ROEDER, P.L.; EMSLIE, R.F.I. Olivine-liquid equilibrium. Contributions to mineralogy and petrology, v. 29, n. 4, p. 275-289, 1970.

SCHILLING, J.G. Azores mantle blob: rare-earth evidence. Earth and Planetary Science Letters, v. 25, n. 2, p. 103-115, 1975.

SEARLE, R. Tectonic pattern of the Azores spreading centre and triple junction. **Earth and Planetary Science Letters**, v. 51, n. 2, p. 415-434, 1980.

SERUGHETTI, J., ROCHA, A., Études paleomagnetiques de quelques lavas de l'Ile de Flores. **C. R. Hebd. Séances Acad. Sci.**, Série B 267, 1185–1188. 1968.

SILK, E. C.H.; BARNES, R.S. Examination of fission fragment tracks with an electron microscope. **Philosophical Magazine**, v. 4, n. 44, p. 970-972, 1959.

SIQUEIRA-RIBEIRO, Marli C.S. *et al.* Evolução Tectônica e Denudacional da Serra do Mar (SE/BRASIL) no limite entre o Cretáceo Superior e Paleoceno, utilizando análises de Traços de Fissão e U-TH/HE em Apatitas. **Revista Brasileira de Geomorfologia**, v. 12, 2012.

SPERANDIO, D.G.; GOMES, C.H.; DE JESUS SANTANA, J.P. Cristaloquimica e Mineralogênese em Olivinas Magmáticas da Ilha das Flores, Arquipélago Dos Açores Portugal. (**Anais**) Salão Internacional de Ensino, Pesquisa e Extensão, v. 10, n. 3, 2018.

SPERANDIO, D.G.; GOMES, C.H. 2019 (no prelo) Microstructures dans les Olivines Magmatiques: Microscopie Electronique à Balayage et ImageJ dans L'investigation de la Croissance Minérale dans les Roches Volcaniques.

TAGAMI, J.; TAO, L.; PASHLEY, D.H. Correlation among dentin depth, permeability, and bond strength of adhesive resins. **Dental Materials**, v. 6, n. 1, p. 45-50, 1990.

TELLO, C.A.S. *et al.* Recognition of Cretaceous, Paleocene, and Neogene tectonic reactivation through apatite fission-track analysis in Precambrian areas of southeast Brazil: association with the opening of the south Atlantic Ocean. **Journal of South American Earth Sciences**, v. 15, n. 7, p. 765-774, 2003.

TOPLIS, M.J.; CARROLL, M.R. An experimental study of the influence of oxygen fugacity on Fe-Ti oxide stability, phase relations, and mineral—melt equilibria in ferro-basaltic systems. **Journal of Petrology**, v. 36, n. 5, p. 1137-1170, 1995.

TORRE DE ASSUNÇÃO, C.F., CANILHO, M.H., CANÊLHAS, S., Un aperçu sur la pétrografie éruptive des Açores (contributiones portugueses). **Rev. Fac. Ciênc. Lisboa**, Univ. Lisboa 14/1, 77–117. 1974.

TURNER, S. *et al.* U-Th isotope disequilibria and ocean island basalt generation in the Azores. **Oceanographic Literature Review**, v. 1, n. 45, p. 87, 1998.

VOGT, P. R.; JUNG, W. Y. The Terceira Rift as hyper-slow, hotspotdominated oblique spreading axis: a comparison with other slow-spreading plate boundaries. **Earth and Planetary Science Letters**, v. 218, n. 1-2, p. 77-90, 2004.

YAMADA, R.; TAGAMI, T.; NISHIMURA, S. Confined fission-track length measurement of zircon: assessment of factors affecting the paleotemperature estimate. **Chemical geology**, v. 119, n. 1-4, p. 293-306, 1995.

WAGNER, G.A.; REIMER, G.M. Fission track tectonics: the tectonic interpretation of fission track apatite ages. **Earth and Planetary Science Letters**, v. 14, n. 2, p. 263-268, 1972.

WAGNER, G.A. Fission track dating of apatites. **Earth Planet Sci Lett** v. 4, p. 411–415, 1968.

WAGNER, G.A.; REIMER, G.M.; CARPENTER, B.S.; FAUL, H,; VAN DEN LINDEN, R.; GIJBELS, R. The spontaneous fission rate of 238U and fission track dating. **Geochim Cosmochim Acta** v. 39 p. 1279–1286, 1975.

WAGNER, G. & VAN DEN HAUTE, P. Fission Track Dating. Kluwer Academic Publishers, 283 p. 1992. DOI: 10.1007/978-94-011-2478-2

WENK, H.R.; TOMÉ, C.N. Modeling dynamic recrystallization of olivine aggregates deformed in simple shear. **Journal of Geophysical Research: Solid Earth**, v. 104, n. B11, p. 25513-25527, 1999.

WHITE, W.M.; SCHILLING, J.G.; HART, S.R. Evidence for the Azores mantle plume from strontium isotope geochemistry of the Central North Atlantic. **Nature**, v. 263, n. 5579, p. 659, 1976.

WHITE, W.M.; TAPIA, Maria D.M; SCHILLING, J.G. The petrology and geochemistry of the Azores Islands. **Contributions to Mineralogy and Petrology**, v. 69, n. 3, p. 201-213, 1979.

YOUNG, D.A. Etching of radiation damage in lithium fluoride. **Nature**, v. 182, p. 375-377, 1958.