HIDEO KINOSHITA

**APLICABILIDADE DO MÉTODO $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ EM
ROCHAS POLICÍCLICAS**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO APRESENTADA
AO INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS DA
UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO.

SÃO PAULO

1976

HIDEO KINOSHITA

DEDALUS - Acervo - IGC

30900005086

APLICABILIDADE DO MÉTODO $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ EM ROCHAS POLICÍCLICAS

Orientador:

Prof. Dr. Umberto G. Cordani

SÃO PAULO

1976

Í N D I C E

RESUMO	i
ABSTRACT	ii
INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO I - PRINCÍPIOS GERAIS	4
1) Considerações Preliminares sobre o Método K/Ar convencional	4
2) Vantagens e Limitações do Método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$	6
3) Correções para a Interferência dos Isótopos de Argônio Parasitas	8
4) A Contaminação Atmosférica. Sua Influência	10
CAPÍTULO II - TÉCNICAS DE ANÁLISE EMPREGADAS NO CPGeo	12
1) Preparação das Amostras	12
2) Irradiação	12
3) Extração de Argônio	13
4) Análises Espectrométricas	14
5) Elaboração de Diagramas Espectrais	15
6) Elaboração de Diagramas Isocrônicos	16
CAPÍTULO III - DADOS GEOLÓGICOS	19
CAPÍTULO IV - RESULTADOS E DISCUSSÕES	21
a) Idades Aparentes das Biotitas	22
b) Idades Aparentes dos Anfibólios	24
c) Idades Aparentes dos Plagioclásios	26
CONCLUSÕES	29
APÊNDICE A - DETERMINAÇÃO DA IDADE $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$	32
APÊNDICE B - DETERMINAÇÃO DA IDADE $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ PELO MÉTODO DAS ISÓCRONAS	34
APÊNDICE C - DESCRIÇÃO DAS AMOSTRAS	36
BIBLIOGRAFIA	37
TABELAS E GRÁFICOS	42

R E S U M O

Este trabalho apresenta os resultados de doze análises radiométricas pelo método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ em biotitas, anfibólios e plagioclásios de rochas da região de Penhinha. Nove determinações foram efetuadas pela técnica do aquecimento por etapas e três por fusão direta da amostra.

As idades aparentes discordantes em minerais (515-1200 MA), obtidas pela técnica do aquecimento por etapas, parecem evidenciar uma história geológica complexa para a região, e vem confirmar a existência de núcleos de embasamento mais antigos, pré-Brasiliânicos, afetados, pelo menos, por dois ciclos orogênicos, o primeiro pré-Brasiliano e o segundo, Brasiliano.

Por outro lado, as determinações de idade efetuadas por fusão direta em plagioclásios (~ 730 MA), mostraram-se concordantes com as idades aparentes K-Ar convencionais, mas seu significado geológico é nulo.

Os resultados preliminares indicam que a técnica do aquecimento por etapas poderá vir a ser um instrumento valioso no estudo de rochas policíclicas, por permitir possíveis distinções entre rochas perturbadas das não perturbadas. O mesmo, entretanto, não acontece quando aplicamos a técnica da fusão direta, pois seu resultado tem valor meramente comparativo, devendo ser visto, portanto, com muita cautela.

A B S T R A C T

This work presents the results of twelve radiometric analyses by the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method in biotites, amphiboles and plagioclases of rock of the Penhinha region. Nine determinations were made by the techniques of stepwise heating and three by melting of the sample.

The different apparent ages of the minerals (515 - 1200 My), obtained by the technique of stepwise heating, seem to imply a complex geologic history for the region, and confirms the existence of older emplacement nuclei, pre-Brazilians, affected by two orogenic cycles, at least, the first pre-Brazilian and the second, Brazilian.

On the other hand, the age determinations obtained by melting of plagioclases (~ 730 My), agreed with the conventional K-Ar apparent ages, a fact with no geological meaning.

The preliminary results show that the stepwise heating technique may become a valuable tool in the study of polycyclic samples, because it permits to distinguish between disturbed and undisturbed rocks. The same cannot be said of the melting technique. In this latter case the results can be used only comparatively.

I N T R O D U Ç Ã O

Estudos geocronológicos pelo método K-Ar vem sendo realizados entre nós desde 1964, quando foi montado o primeiro laboratório de extração e análise de argônio. Três anos depois saía publicado o trabalho pioneiro desenvolvido no Centro de Pesquisas Geocronológicas da Universidade de São Paulo (CPGeo) pelo grupo de pesquisadores J.H. REYNOLDS*, U.G. CORDANI, K. KAWASHITA e G. AMARAL sobre rochas basálticas do Sul do Brasil (AMARAL et al., 1967). Desde então, mais de 3.300 análises já foram realizadas, aplicando-se esta metodologia em amostras provindas de quase todas as regiões do Brasil como também de outros países, principalmente da América do Sul.

A base do método é a desintegração radioativa $^{40}\text{K} \xrightarrow{\text{c e}} \text{c e } ^{40}\text{Ar}$.

O argônio produzido, embora seja um elemento inerte, por possuir raio atômico maior do que o elemento formador, tende a ficar preso mecanicamente nos retículos espaciais dos minerais onde se forma. No entanto, os minerais na natureza, por apresentarem frequentemente irregularidades estruturais, além de tamanhos e composições diferentes, formando-se normalmente sob temperaturas elevadas, podem deixar escapar argônio continuamente do sistema por difusão. A saída deste gás só se torna desprezível quando a temperatura cai abaixo de certos limites, variáveis para cada mineral, sendo maiores para anfíbios (400 a 450° C) e menores para as micas (200 a 250° C). Uma vez fechado o sistema, o ^{40}Ar tende a se acumular continuamente até que ocorra novo evento, quando então poderá escapar parcial ou totalmente.

Assim, se uma região sofreu vários eventos geotectônicos

* J.H. REYNOLDS - Professor do Departamento de Física da Universidade de California, Berkeley, que dirigiu a instalação e orientou as primeiras pesquisas geocronológicas.

(metamorfismo regional, magmatismo, etc.), o método K-Ar aplicado em rocha total ou em minerais isolados fornecerá, quase sempre a idade aparente mínima referente ao último evento térmico sofrido pelo sistema. Essa idade poderá indicar tanto uma época próxima de um evento geológico significativo (intrusão, último metamorfismo, solidificação de lavas), se o resfriamento do sistema for rápido, como algo entre a formação do mineral e o fechamento do sistema para a difusão do argônio (estágio de um levantamento epirogenético regional de uma cadeia montanhosa), se o resfriamento for lento. Os diferentes processos de resfriamento fazem com que as datações K-Ar convencional muitas vezes indiquem valores defasados de algumas dezenas de milhões de anos de um episódio principal de cristalização metamórfica. Estes problemas levam a restringir a aplicação do método convencional às amostras que permitam as melhores oportunidades de se obterem idades aparentes próximas das épocas reais dos episódios geológicos, isto é, em amostras onde o intervalo de tempo decorrido entre a formação e o fechamento do sistema seja relativamente curto.

Para ampliar o valor interpretativo do método K-Ar, uma nova técnica de análise começou a tomar forma a partir de 1959, quando WANKE & KÖNIG assinalaram as possibilidades de análise do potássio através de seus produtos de reação neutrônica. Esta idéia foi retomada em 1962 por SIGURGEIRSSON que, não só descreveu a técnica básica do método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, como previu a possibilidade de produção simultânea de isótopos parasitas do argônio, derivados da interação neutrônica com o cálcio e/ou potássio, os quais poderiam interferir no cálculo final da idade da amostra.

O primeiro trabalho experimental, no entanto, só foi realizado em 1965, quando foram estudadas as alterações produzidas na composição isotópica de vários gases nobres extraídos de meteoritos irradiados com neutrons (MERRIHUE, 1965).

Posteriormente muitos outros trabalhos foram realizados, tanto em materiais terrestres como em amostras meteoríticas e luna-

res, procurando estabelecer as potencialidades do novo método, à medida que várias questões, nem sempre resolvíveis pelo método tradicional, fossem elucidadas.

Em São Paulo a nova técnica foi implantada por M. BERNAT, pesquisador francês da Organization de Recherche Scientifique et Technique de Otre Mer (ORSTOM), a partir de 1973. Os primeiros trabalhos objetivaram testar as possibilidades de utilização do reator IEA-R1, tipo piscina, de 5 MW pertencente ao Instituto de Energia Atômica de São Paulo (IEA-SP), além de procurar otimizar as condições de irradiação e verificar a utilidade do método na interpretação da evolução geológica das rochas alcalinas do Sul da Bahia (BERNAT et al., 1974).

O presente trabalho tem como principal objetivo verificar a aplicabilidade do método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ no estudo e interpretação da evolução geológica de rochas policíclicas. Foram selecionadas para isso algumas amostras de epidiorito provenientes da região de Penhinha (arredores de São Paulo), pertencentes ao Grupo Açungui, utilizando-se como base geológica o trabalho realizado por COUTINHO (1968) nesta área. A região está situada no interior da faixa de dobramentos Ribeira, que se estende desde o Sul da Bahia até o Uruguai, na costa sulamericana, e sofreu vários eventos (magmatismo, metamorfismo ou deformação) durante o Ciclo Brasileiro (650 a 450 MA). As rochas de Penhinha apresentaram algumas idades K-Ar mais antigas, pré-Brasilianas (CORDANI & BITTENCOURT, 1967), configurando a sua evolução polifásica, propiciando assim um ótimo campo para o objetivo em vista.

Objetivos adicionais, do ponto de vista metodológico, alcançados por este trabalho foram os de comparar a potencialidade interpretativa das técnicas de fusão direta e aquecimento por etapas, bem como estudar a influência da estrutura cristalina de diferentes minerais submetidos à mesma evolução geológica, no tocante ao método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$.

C A P Í T U L O I

PRINCÍPIOS GERAIS

1 - Considerações Preliminares sobre o Método K-Ar Convencional

O potássio existente na natureza, associado a outros elementos, é composto por três isótopos:

^{39}K	93,0800 %
^{40}K	0,0119 %
^{41}K	6,9100 %

Destes, o único isótopo radioativo é o segundo, que decai em ^{40}Ar ou $^{40}\text{Ca}^*$, com meia-vida de $1,47 \times 10^9$ anos, conforme o esquema abaixo (McDOUGALL, I., 1974).

Esquema de decaimento do ^{40}K . Os quatro tipos de decaimento são:

- (1) captura de elétron acompanhado de emissão de raio γ
- (2) captura de elétron sem emissão de raio γ
- (3) emissão de positron (β^+)
- (4) emissão de β^- ou elétron.

Também são indicados a energia, E , liberada em cada decaimento, e o percentual de ^{40}K transformado.

Nota - * Os isótopos de argônio na atmosfera são:

^{36}Ar (0,337%), ^{38}Ar (0,063%), ^{40}Ar (99,000%)

Os isótopos de cálcio na natureza são: ^{40}Ca (96,97%), ^{42}Ca (0,64%), ^{43}Ca (0,14%), ^{44}Ca (2,06%), ^{48}Ca (0,18%) .

Embora os dois processos de decaimento, teoricamente, possam ser utilizados para datações radiométricas, o método baseado na desintegração K-Ca é inviável experimentalmente, pois o elemento cálcio, além de ser um dos mais abundantes na crosta terrestre, tem por composto principal o isótopo ^{40}Ca (96,97%), tornando impraticáveis medidas espectrométricas de pequenas quantidades de cálcio-40 radiogênico. Este problema não existe no método K-Ar, pois o argônio normalmente não faz parte da rocha por ocasião de sua formação, sendo produzido unicamente pelo decaimento do potássio-40. Assim, a idade de uma amostra será proporcional à razão $\left[^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K}\right]$ atual e corresponderá ao tempo decorrido desde sua formação (ou fechamento do sistema) até a sua análise. A equação básica do método será dada por:

$$T = \frac{1}{\lambda_e + \lambda_\beta} \ln \left(1 + \frac{\lambda_e + \lambda_\beta}{\lambda_e} \frac{^{40}\text{Ar}}{^{40}\text{K}} \right) \quad (1)$$

onde:

$$\lambda_\beta = 4,720 \times 10^{-10} \text{ anos}^{-1}$$

$$\lambda_e = 0,584 \times 10^{-10} \text{ anos}^{-1}$$

O método convencional, sucintamente descrito aqui, requer:

- a) análises separadas de Ar e K
- b) pesagens das alíquotas empregadas nas determinações de Ar e K
- c) introdução de um traçador ("spike", ^{38}Ar), além de preencher as seguintes premissas:
 - a) o sistema não pode ter sofrido qualquer perda ou ganho de Ar e/ou K, desde sua formação.
 - b) a quantidade original de isótopos radiogênicos, se houver, deve ser conhecida ou possível de ser calculada.
 - c) o evento original deve ter curta duração comparada com sua idade.

Pormenores relativos à técnica convencional podem ser encontrados em AMARAL et al., 1966.

2 - Vantagens e Limitações do Método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$

No método convencional, como o argônio e o potássio são analisados separadamente, a possível ocorrência de material heterogêneo (caso de rocha total) tem reflexo direto sobre a determinação da idade. Este problema é eliminado no método irradiado por ser desnecessário medir-se a quantidade de potássio na amostra, como também por serem os isótopos ^{39}Ar e ^{40}Ar medidos no mesmo aparelho, nas mesmas condições iniciais e, o que é mais importante, a partir do mesmo material. Acrescente-se a isto, que todo o ^{39}Ar medido provem, com certeza, da irradiação neutrônica do material, pois o mesmo não faz parte da composição natural.

Os outros dois fatores que podem influir no resultado final, pesagem da amostra e introdução do traçador, também são eliminados. O primeiro com a irradiação conjunta de uma amostra-padrão inter-laboratório, de idade perfeitamente conhecida, e o segundo, com a medida da quantidade do ^{40}Ar em função do ^{39}Ar produzido.

Como a medida direta e precisa do fluxo de neutrons e sua distribuição energética apresentam sérias dificuldades práticas, e tendo em vista a possibilidade de perdas parciais de gás durante as várias etapas que vão desde a fusão da amostra até a análise espectrométrica, a irradiação conjunta de um padrão adquire maior importância, na medida em que permite conhecer o rendimento da transformação do isótopo ^{39}K em ^{39}Ar .

Demonstra-se (Apêndice A) que a idade da amostra, pelo método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, é determinada por:

$$T = \frac{1}{\lambda_e + \lambda_\beta} \ln(1 + F.J) \quad (2)$$

onde: $F = \left(\frac{^{40}\text{Ar}_*}{^{39}\text{Ar}} \right)_{\text{med.}}$

$$J = \frac{\left[e^{(\lambda_e + \lambda_\beta) \cdot t_p} - 1 \right]}{\left[{}^{40}\text{Ar}_* / {}^{39}\text{Ar} \right]_p}$$

λ_e, λ_β = constantes de decaimento do ${}^{40}\text{K}$ em ${}^{40}\text{Ar}$ e ${}^{40}\text{Ca}$, respectivamente.

t_p = idade do padrão utilizado.

$\left[{}^{40}\text{Ar}_* / {}^{39}\text{Ar} \right]_p$ = relação isotópica medida referente ao padrão utilizado.

$\left[{}^{40}\text{Ar}_* / {}^{39}\text{Ar} \right]_a$ = relação isotópica medida referente à amostra analisada.

${}^{40}\text{Ar}_*$ = isótopo do argônio radiogênico.

T = idade da amostra a calcular.

A equação (2) só será válida se não forem produzidos isótopos parasitas de argônio em quantidades significativas. Este problema, como veremos no item seguinte, poderá ser minimizado com a escolha adequada das amostras, bem como com o controle do fluxo neutrônico total incidente sobre as mesmas (TURNER, G., 1971).

Normalmente o método é utilizado de duas maneiras, quais sejam:

a) Fusão direta

b) Aquecimento por etapas (incremental heating).

A primeira técnica consiste na fusão direta do material previamente irradiado, purificação do gás liberado, coleta do argônio e finalmente, análise espectrométrica. A idade calculada, função da razão $\left[{}^{40}\text{Ar} / {}^{39}\text{Ar} \right]$ medida, será única para cada amostra e equivalente à idade aparente K-Ar convencional.

A segunda variante, de maior importância interpretativa, só difere no início do processo analítico, pois em lugar de se fundir diretamente o material irradiado, o que se faz é um aquecimento por etapas crescentes de temperatura, com o controle do tempo, até a fusão total da amostra. Neste caso obteremos razões $\left[{}^{40}\text{Ar} / {}^{39}\text{Ar} \right]$ in

dividuais e, conseqüentemente, idades aparentes isoladas, para cada etapa. Com os dados obtidos poderemos traçar diagramas espectrais ou isocrônicos, de grande valia no estudo e interpretação da história termal sofrida pela amostra, como também na detecção de possíveis ocorrências de excesso de argônio.

3 - Correção para a Interferência de Isótopos de Argônio Indesejáveis

Pelo exposto no item anterior, havendo a possibilidade de se perder certa quantidade de gás durante as várias etapas, teremos necessidade de conhecer o rendimento da reação $^{39}\text{K} (n,p) ^{39}\text{Ar}$. Este problema pode ser resolvido irradiando-se, juntamente com as amostras em estudo, padrões inter-laboratório, de idades perfeitamente conhecidas. Fazendo-se isto, poderemos determinar as relações isotópicas $\left[^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar} \right]_p$ do padrão bem como $\left[^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar} \right]_a$ da amostra, que introduzidas na equação (2), permitirão a determinação da idade da amostra analisada.

Entretanto, ao irradiar um material qualquer, surge outro problema: a produção de isótopos parasitas (Tabela 1) que interferirão no cálculo da idade final. Para resolver a questão, BRERETON (70), TURNER (70), DALRYMPLE & LANPHERE (71), irradiaram sais de cálcio e potássio, chegando a resultados bem próximos entre si (Tabela 2), fixando assim os limites abaixo dos quais as quantidades de isótopos parasitas produzidas se tornam desprezíveis.

TABELA 1

$^{39}\text{K} (n,d) ^{38}\text{Ar}$	$^{40}\text{Ca} (n,n\alpha) ^{36}\text{Ar}$
$^{41}\text{K} (n,\alpha,\beta^-) ^{38}\text{Ar}$	$^{40}\text{Ca} (n,\alpha) ^{37}\text{Ar}$
$^{39}\text{K} (n,p) ^{39}\text{Ar}$	$^{42}\text{Ca} (n,n\alpha) ^{38}\text{Ar}$
$^{40}\text{K} (n,p) ^{40}\text{Ar}$	$^{42}\text{Ca} (n,\alpha) ^{39}\text{Ar}$
$^{41}\text{K} (n,d) ^{40}\text{Ar}$	$^{43}\text{Ca} (n,\alpha) ^{40}\text{Ar}$
	$^{44}\text{Ca} (n,n\alpha) ^{40}\text{Ar}$

Reações possíveis devido ao bombardeio neutrônico com o potássio e/ou cálcio, (TURNER, G., 1971).

Além disso, TURNER (71) estudando a possível influência da quantidade de cálcio na amostra em função de sua idade aparente, verificou que, se um mineral tem relação K/Ca maior do que 1 (um) e idade superior a 10 MA, as correções se fazem praticamente desnecessárias. Por outro lado, se a mesma relação for menor do que 1 (um) e/ou as rochas forem de formação recente (idade inferior a 1,0 MA) as correções de F tornam-se essenciais. A equação requerida é a seguinte:

$$F = \frac{A - C_1 B + C_1 C_2 D - C_3}{1 - C_4 D} \quad (3)$$

onde:

$$\begin{aligned} A &= \left[\frac{^{40}\text{Ar}}{^{39}\text{Ar}} \right]_m & C_3 &= \left[\frac{^{40}\text{Ar}}{^{39}\text{Ar}} \right]_K \\ B &= \left[\frac{^{36}\text{Ar}}{^{39}\text{Ar}} \right]_m & C_4 &= \left[\frac{^{39}\text{Ar}}{^{37}\text{Ar}} \right]_{\text{Ca}} \\ C_1 &= \left[\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right]_{\text{atm}} & D &= \left[\frac{^{37}\text{Ar}}{^{39}\text{Ar}} \right]_m \\ C_2 &= \left[\frac{^{36}\text{Ar}}{^{39}\text{Ar}} \right]_{\text{Ca}} \end{aligned}$$

TABELA 2

Interf. com:	^{36}Ar	^{37}Ar	^{39}Ar	^{40}Ar	Ref.:
Ca	$\equiv 0,0$	— o —	$\equiv 1,00$	$(0,012 \pm 0,002)$	1
	$\equiv 0,0$	— o —	$\equiv 1,00$	$(0,031 \pm 0,007)$	2
K	— o —	$\equiv 1,00$	$(8,0 \pm 0,5) \cdot 10^{-4}$		3
	$(2,5 \pm 0,1) \cdot 10^{-4}$	$\equiv 1,00$	$(7,2 \pm 0,2) \cdot 10^{-4}$	$\equiv 0,0$	1
	$(2,7 \pm 0,3) \cdot 10^{-4}$	$\equiv 1,00$	$(8,5 \pm 0,4) \cdot 10^{-4}$	$\equiv 0,0$	2

Notas: A produção de $(^{38}\text{Ar})_{\text{K,Ca}}$, $(^{36}\text{Ar})_{\text{Ca}}$, $(^{40}\text{Ar})_{\text{K}}$ foram desprezíveis.

Ref.: (1) BRERETON (1970)
(2) BERGER & YORK (1970)
(3) TURNER (1971)

Como as amostras selecionadas para este trabalho colocam-se na primeira condição, as correções fizeram-se desnecessárias.

Mesmo assim procurou-se verificar o erro devido às reações parasitas na idade final, utilizando-se para isto os valores médios constantes da Tabela 2 para a correção de F. Levando-se em conta as incertezas na parte experimental e na interpretação dos gráficos espectrométricos no laboratório da CPGeo, o erro não foi superior a 0,05%, em qualquer dos casos.

Deste modo, teoricamente, as principais fontes de erro associadas ao método irradiado são devidas às leituras dos picos relativos aos isótopos de argônio, sobre o mesmo espectrograma. Na prática, os maiores erros advêm das medidas imprecisas dos picos de massa 36, 37 e, eventualmente 39, devido à baixa taxa de produção dos mesmos. Convém lembrar aqui a necessidade de se fazer correções para o decaimento do ^{37}Ar , por ser este isótopo de meia-vida muito curta (35,1 dias).

4 - A Contaminação Atmosférica. Sua Influência.

O fato de alguns pesquisadores tais como DALRYMPLE (69) RODDICK & FARRAR (71) e outros, terem assinalado a presença de proporções variáveis de argônio contaminante, de provável origem profunda, têm levado os geocronólogos a uma preocupação maior quanto ao efeito deste problema sobre as datações K-Ar convencionais.

Com o propósito de verificar possíveis ocorrências de componentes de argônio pré-existentes por ocasião da formação do mineral através de suas razões iniciais, tem-se proposto a utilização de diagramas isocrônicos semelhantes ao método Rb-Sr. Estes diagramas são principalmente de dois tipos:

- a) Diagrama isocrônico $\left[\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right] \times \left[\frac{^{40}\text{K}}{^{36}\text{Ar}} \right]$
(HART (1966), HAYATSU & CARMICHAEL (1970))
- b) Diagrama isocrônico $\left[\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right] \times \left[\frac{^{39}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right]$
(MERRIHUE & TURNER (1966), BERGER & YORK (1970))

Embora as duas variantes possam levar à detecção das contaminações, a primeira não foi utilizada neste trabalho porque, além de se exigir que as amostras sejam cogenéticas, requer o conhecimento da quantidade de potássio existente nas amostras.

O princípio do diagrama isocrônico $\left[^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}\right] \times \left[^{39}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}\right]$ foi descrito com detalhes por BRERETON (1972) e DALRYMPLE & LANPHERE (1974), entre outros. Estes autores trabalharam em amostras terrestres não perturbadas, utilizando as razões $\left[^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}\right]$ e $\left[^{39}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}\right]$ obtidas pelas duas técnicas conhecidas do método, isto é, fusão direta e aquecimento por etapas.

Evidentemente, em amostras cogenéticas e de mesma razão inicial, os pontos obtidos situar-se-ão sobre uma reta, cuja intersecção com a ordenada nos fornecerá a razão inicial entre os isótopos 40 e 36 do argônio, $\left[^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}\right]_0$, enquanto da sua inclinação obteremos, por regressão, a idade da amostra. Caso ocorra argônio em excesso, em quantidades variáveis nas diferentes amostras, os pontos espalhar-se-ão, não permitindo uma definição melhor sobre a composição inicial como também sobre a idade.

C A P Í T U L O I I

TÉCNICAS DE ANÁLISE EMPREGADAS NO CPGeo

1 - Preparação da Amostra

Para esta primeira fase as amostras de epidiorito de Penhinha foram preparadas e submetidas à separação de suas três principais componentes mineralógicas (anfibólio, biotita e plagioclásio), empregando-se as técnicas usuais de britagem, lavagem, peneiramento, separação eletromagnética e/ou bromoformio, em granulação de 60 a 150 meshes*.

Uma vez separados, os minerais foram acondicionados em envelopes de folha de alumínio, em porções aproximadas de 0,100 g (biotitas) a 1,0 g (anfibólio).

A seguir os envelopes foram introduzidos em tubos cilíndricos, também de alumínio, de diâmetro $\sim 1,6$ cm e altura $\sim 3,0$ cm, juntamente com um padrão inter-laboratório (biotita SJ-1)** , de idade bem determinada e enviados ao Instituto de Energia Atômica (IEA-SP) para irradiação neutrônica.

2 - Irradiação

As amostras preparadas foram submetidas a bombardeio neutrônico por um intervalo de tempo aproximado de 40 (quarenta) horas em um reator IEA-R1, tipo piscina, de potência máxima 5 MW , funcionando a 2 MW . Este tempo de irradiação mostrou ser o mais adequado por testes experimentais realizados por BERNAT et al. em 1974, utilizando minerais de alguns maciços alcalinos do Sul da Bahia, de idade pré-Cambriana Superior. Os mesmos autores, por sua vez, ao es-

* 60 meshes $\equiv$ 0,250 mm
150 meshes $\equiv$ 0,105 mm

** Padrão SJ-1 : biotita pura da região de El Mallin, Cordoba, Argentina. idade K-Ar : $(358,0 \pm 15,0)$ MA

tudar a possível influência da variação do fluxo neutrônico, face às posições ocupadas pelas amostras dentro de um tubo ou de tubos diferentes, concluíram que este fator contribui com menos de 1% no resultado final, sendo conseqüentemente desprezível.

Por sua vez, como a temperatura atingida pelas amostras durante a irradiação não deve ter ultrapassado a 150° C (CAMARGO, J., informação verbal) é improvável que tenha ocorrido qualquer perda de argônio.

O controle efetuado sobre o fluxo neutrônico nas posições ocupadas pelos tubos forneceram os seguintes dados:

Irradiação	Tempo da Irradiação	Fluxo Médio (n. térmicos + rápidos)
1ª	41 h 23 min	$1,65 \times 10^{13} \frac{n}{cm^2 \cdot s}$
2ª	40 h	$1,50 \times 10^{13} \frac{n}{cm^2 \cdot s}$

3 - Extração de Argônio

Tanto para a extração e purificação como para a análise espectrométrica do argônio foi utilizada basicamente a técnica de ultra-alto vácuo implantada no CPGeo (AMARAL et al., 1966) e que é a mesma da Universidade da Califórnia, como tem sido descrita sucessivamente por FOLINSBEE, LIPSON & REYNOLDS (56), LIPSON (58) e EVERDEN & CURTISS (65).

As extrações e purificações de argônio efetuadas separadamente em relação às análises espectrométricas, foram realizadas pelos dois processos conhecidos do método irradiado, isto é:

- fusão direta da amostra
- aquecimento por etapas crescentes de temperatura.

No primeiro processo, as amostras foram fundidas completamente em cadinho de molibdenio, utilizando-se um forno de indução

com 5 KW de potência. A mistura de gás liberada foi exposta à ação do forno de Cu-CuO (oxidação dos gases) e a um agente secante, zeólito, responsável pela eliminação de H_2O . Finalmente, o gás foi submetido à ação purificadora do forno de Ti (adsorção e "gettering" dos gases oxidados), para posterior coleta. A manipulação do gás foi feita com o auxílio de carvões ativados e nitrogênio líquido.

A segunda variante só difere da primeira quanto ao início do processo de extração, pois, em lugar da fusão direta efetuaram-se extrações parciais de argônio, aquecendo-se a amostra em etapas de temperaturas crescentes até a fusão total da mesma.

O controle da temperatura foi efetuado introduzindo-se um termo-par de "chromel-alumel" no fundo do cadinho contendo a amostra. Os terminais foram ligados a um potenciômetro "Leeds & Northrup" através de conexões do tipo vidro-metal ("lead-through").

A fim de otimizar as condições de aquecimento e diminuir as possibilidades de qualquer tipo de contaminação, tomou-se o cuidado de fundir os minerais sem os envelopes de alumínio com que foram irradiados.

Ainda com a finalidade de minimizar o problema da contaminação atmosférica, procurou-se fazer um pré-aquecimento de todas as amostras, com forno de indução, por meia hora, a $500^\circ C$, desprezando-se a fração de gás assim liberada. Isto pode ser feito no método $^{40}Ar/^{39}Ar$ uma vez que qualquer perda de ^{40}Ar é acompanhada por perda proporcional de ^{39}Ar . No método convencional, qualquer perda de argônio baixará a idade aparente da amostra, falseando-a.

4 - Análise Espectrométrica

Para cada amostra, o gás purificado foi coletado, selado e transferido da linha de extração para um espectrômetro de massa a fim de se processar a análise isotópica do seu argônio pelo método estático. O espectrômetro de massa utilizado no CPGeo é do tipo Nier,

com ângulo de deflexão de 60° , de focalização simples, de 4 1/2 polegadas de raio de curvatura, fabricado pela Nuclide Corporation e desenhado segundo REYNOLDS (1965). O bombeamento do espectrômetro e do sistema de amostras é feito com bombas "VAC-ION" equipadas com catodos especiais para melhorar a eficiência do bombeamento do argônio.

Correções na discriminação isotópica são feitas periodicamente mediante análises de pequenas quantidades de amostras de argônio atmosférico ($\sim 2 \times 10^{-5}$ cc STP) purificado segundo o mesmo processo descrito anteriormente. Para este trabalho o fator de discriminação utilizado foi igual a 0,9862, pois o valor da razão $\left[\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right]$ determinado para o espectrômetro MS-1 foi igual a 299,6.

Por causa do efeito memória do aparelho, provocado pelos gases adsorvidos nas paredes dos condutos, filamentos, etc., evidenciado por uma lenta e linear deriva das razões isotópicas com o decorrer do tempo, há necessidade também de se corrigir todas as razões obtidas espectrometricamente. Tais correções são feitas extrapolando-se as razões para o tempo "zero" de introdução do gás no aparelho.

5 - Elaboração do Diagrama Espectral

Como foi dito no Cap. I, Ítem 2, a aplicação da técnica do aquecimento por etapas de temperatura controlada, em um mineral, resulta em uma série de idades aparentes isoladas para cada etapa considerada (MERRIHUE & TURNER, 1966). Lançando-se em um gráfico estas idades aparentes (ordenada) em função das frações percentuais de ^{39}Ar (ou ^{40}Ar) liberadas (abscissa) em cada etapa, obteremos um diagrama, denominado "diagrama espectral", cujo aspecto dependerá exclusivamente do comportamento do material analisado na retenção do argônio. Assim, se a amostra em estudo não tiver sido perturbada* por eventos

* Considera-se amostra não perturbada, toda amostra que obedece as seguintes premissas iniciais inerentes ao método K-Ar convencional:

- a) A amostra tem-se mantido como sistema fechado para argônio e potássio desde o evento geológico significativo.
- b) Todo argônio - 40 formado é unicamente produto do decaimento do potássio.

geotectônicos posteriores à sua formação, as idades aparentes calculadas deverão ser similares e, conseqüentemente, irão definir um espectro de idades bem regular e praticamente horizontal (patamar). A idade do patamar, calculada pela média ponderada daquelas frações liberadas, cujas idades parciais sejam similares, fornecer-nos-á a época do fechamento do sistema para a difusão do argônio.

Se, no entanto, a amostra provir de uma região afetada por eventos térmicos posteriores a sua formação, vindo a perder apenas parte de seu argônio, as idades aparentes para cada temperatura apresentarão valores variáveis que se refletirão no seu espectro, complicando muito a sua interpretação. Essa perda parcial do argônio, por difusão, implicará na redução das idades aparentes da amostra, levando-a a tomar valores entre a idade original da rocha e o evento final.

Outrossim, caso ocorra algum tipo de fenômeno que provoque alterações mineralógicas (e/ou químicas), com adição de material, este poderá às vezes trazer argônio de fora e incorporá-lo ao sistema, produzindo idades aparentes mais antigas, muitas vezes sem nenhum significado geológico.

Finalmente, se tiver ocorrido retenção de argônio pré-existente, o espectro de idade também apresentar-se-á complicado, pela liberação desproporcional do ^{40}Ar e ^{39}Ar . O excesso de argônio, em algumas das etapas, fará com que os valores de idade aparente sejam superiores à própria época de formação da amostra.

6 - Elaboração de Diagramas Isocrônicos ($^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$) $\times$ ($^{39}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$)

O método das isócronas difere ligeiramente do anterior no seu aspecto interpretativo, complementando-o frequentemente. Foi inicialmente aplicado por MERRIHUE & TURNER em 1966 usando dados obtidos pela técnica do aquecimento por etapas para meteoritos e, posteriormente, por BERGER & YORK em 1970, para dados determinados por fu

são direta em amostras de um dique basáltico. Seus objetivos são semelhantes aos do método isocrônico Rb-Sr e, como tal, para a sua correta aplicação, é necessário que se satisfaçam as seguintes premissas iniciais:

- a) As amostras devem ser cogenéticas e terem a mesma razão inicial $\left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right)_0$.
- b) As rochas ou minerais devem ter permanecido como sistemas fechados para perda ou ganho de argônio e potássio, desde o último episódio significativo, registrado pela isócrona.

Neste método os valores obtidos, tanto por uma como pela outra técnica usual do método irradiado, são lançados em um diagrama isocrônico semelhante ao do método Rb-Sr, com as razões $\left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right)$ na ordenada e $\left(\frac{^{39}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right)$ na abcissa. Da inclinação da reta traçada calcula-se a razão $\left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{39}\text{Ar}} \right)$ e, por regressão, a idade da amostra. Ao mesmo tempo, a intersecção da reta com a ordenada, por extrapolação, indicará a razão inicial $\left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right)_0$, suposta existente no sistema na época do episódio geológico significativo. A equação básica da isócrona do método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (Apêndice B) semelhante à da isócrona Rb-Sr, é dada por:

$$\left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right)_a = \left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right)_{\text{in.}} + \frac{1}{J} \frac{\lambda_e}{\lambda_e + \lambda_\beta} \left(e^{\lambda t_a} - 1 \right) \left(\frac{^{39}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right)_a \quad (4)$$

A vantagem maior deste modelo é que não há necessidade de se fazer correções ou formular quaisquer hipóteses acerca da composição isotópica inicial do argônio contaminante. Além disso, a isócrona Ar-Ar, por sua utilidade na obtenção das razões iniciais, tem-se mostrado instrumento valioso no estudo de amostras provenientes de regiões policíclicas, bem como para a identificação de possíveis casos de existência de excesso de argônio.

A diferença básica com as isócronas dos métodos Rb-Sr ou K-Ar convencional, é que os dados utilizados no diagrama Ar-Ar provêm totalmente da mesma amostra. Nos dois outros métodos citados, pa

ra que os resultados sejam significativos, é necessário que as amostras colocadas no mesmo diagrama isocrônico sejam cogenéticas, o que leva à avaliação subjetiva por ocasião da escolha dos pontos integrantes da isócrona.

C A P Í T U L O I I I

DADOS GEOLÓGICOS

A extensa faixa de dobramento Ribeira, ativa durante o Ciclo Brasileiro (650 a 450 MA), que ocupa a parte costeira oriental da América do Sul, é separada longitudinalmente em dois segmentos por uma ampla zona de falhas transcorrentes - Zona de Transcorrência São Paulo - que provocou um deslocamento horizontal dextral de aproximadamente 300 km (HASUI et al., 1975).

Ao sul desta zona, e restrito a ela, encontra-se o Grupo São Roque constituído de metassedimentos de origem clástica, com orientação estrutural NE-SW, metamorfoseados em filitos, xistos e gnaisses associados a metabasitos (COUTINHO, 1967). As inúmeras intrusões de natureza granítica presentes nessa área, seriam resultantes de fusão parcial nas zonas profundas do geossinclínio, tal como observado por CORDANI e KAWASHITA (1971). Extensas dobras e falhas, presentes em todo o conjunto, mostram que a área foi afetada por uma enérgica e complexa tectônica plástica, complementada por um metamorfismo regional variável, em geral brando, de fácies xistos-verdes, na parte NW do conjunto. Em contacto com os sedimentos da bacia do Paraná, na região costeira Atlântica, o metamorfismo atingiu graus mais intensos, desde fácies xistos-verdes até fácies anfibolitos. Estes eventos metamórficos e estruturais provocaram deformações e/ou re-cristalizações responsáveis pela presença de certas feições mineralógico-texturais, tais como: diferenciação nos cristais, encurvamento de geminação, desenvolvimento de biotitas, aparecimento de hornblendas e outros minerais metamórficos.

Em alguns lugares da unidade geotectônica, como em Penhinha (Município de São Paulo), são observados ainda núcleos de embasamento antigo, de idades aparentes K-Ar pré-Brasilianas (CORDANI & BITTENCOURT, 1967). Tais rochas parecem ter sofrido pelo menos dois

ciclos orogênicos, o segundo dos quais Brasileiro.

Os estudos petrológicos de COUTINHO (1967), bem como os dados geocronológicos preliminares de CORDANI & BITTENCOURT (1967), permitem caracterizar o núcleo de Penhinha como pertencente ao embasamento do Grupo São Roque. O trabalho de HASUI (1975) representa a síntese mais recente da evolução geológica regional do Grupo São Roque, demonstrando a existência de diversos núcleos considerados polifásicos.

Foi dentro deste contexto que foram selecionadas (T6-65) ou coletadas (HK-1 e HK-2) amostras em vários afloramentos da região, distantes entre si, no máximo, cerca de 300 a 400 metros.

C A P Í T U L O I V

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Para desenvolver este trabalho foram efetuadas doze análises pelo método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ em minerais selecionados de três amostras*, sendo nove pela técnica do aquecimento por etapas de temperatura (cinco etapas) e três por fusão direta da amostra.

Os dados analíticos obtidos pela técnica do aquecimento por etapas, reunidos por tipos de minerais, constam das Tabelas 4, 5 e 6. As tabelas seguintes (Tabelas 4a a 6b), por outro lado, reúnem os dados utilizados para a construção dos diagramas espectrais e isocrônicos necessários para o estudo e interpretação da evolução geológica das rochas policíclicas de Penhinha. Diagramas espectrais e isocrônicos são discutidos por espécies minerais e para cada amostra isoladamente logo adiante.

A título comparativo, seis novas análises K-Ar convencional foram feitas em biotitas e plagioclásios. Seus resultados analíticos são apresentados na Tabela 3 ao lado das três datações disponíveis antigas, duas das quais constam do trabalho de CORDANI & BITTEN COURT (1967). Como pode-se observar, as idades aparentes obtidas para a biotita 3315** (≈ 1033) e para o plagioclásio 3314 (≈ 1032) são aproximadamente inferiores em 10 e 50% respectivamente. Enquanto para a biotita a diferença parece provir da grande variação nos valores medidos do ^{40}Ar radiogênico, tal parece não acontecer para o plagioclásio, pois a grande diferença observada nos valores de "% K" com certeza deve-se a um erro cometido durante a preparação química da alíquota destinada à análise do potássio. Acreditamos que as idades aparentes recentes sejam mais dignas de confiança pelos resultados concordantes obtidos em biotitas e plagioclásios das amostras

* Vide descrição das amostras no Apêndice C.

** Número de SPK das amostras.

HK-1 e HK-2 pelo mesmo método convencional.

Por fim, para se ter uma visão global, todos os resultados $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ e K-Ar convencional (recentes e antigos) foram reunidos na Tabela 7. A Tabela 8, por sua vez, reúne alguns resultados obtidos pelos métodos $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ e K-Ar convencional em pares cogenéticos biotita-feldspato da mesma amostra, para efeito comparativo.

a) Idades Aparentes das Biotitas

Quatro análises em biotitas, de três amostras da região de Penhinha, foram feitas pela técnica do aquecimento por etapas. Dessas quatro análises, duas são repetições (AB-5, AB-5-1) feitas sobre o mesmo material da amostra HK-1, irradiadas em épocas diferentes. Os dados analíticos e seus respectivos diagramas espectrais e isocrônicos estão nas Tabelas 4 a 4b e Figuras 1 a 1d.

Com exceção da biotita AB-10, os demais diagramas espectrais mostraram resultados similares aos modelos de difusão gasosa de argônio, predito por TURNER (1968), isto é, apresentaram valores de idade bem definidos e regulares (patamares), próprios de minerais totalmente rejuvenescidos e sem perturbações posteriores.

A única ressalva a ser feita no resultado dos diagramas espectrais das biotitas AB-5 (AB-5-1) e AB-7 está relacionada à idade média dos patamares. Enquanto o primeiro patamar mostrou uma idade média de 525 MA, aproximadamente concordante com as idades isocrônica (~ 520 MA) e K-Ar convencional (~ 515 MA), o segundo apresentou uma idade média 9% superior à idade aparente K-Ar convencional (510 MA) obtida em análise recentemente feita sobre a mesma amostra, isto é, 555 MA. Este resultado mostra ser aparentemente contraditório, pois concorda com as datações K-Ar convencional (550 MA) e $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (545 MA) obtidas em anfibólios da mesma amostra HK-1. A idade de 555 MA pode simplesmente estar refletindo a baixa razão inicial ($\sim 136,0$) determinada através do diagrama isocrônico, como pode-se observar pela Figura 1c. O motivo deste valor baixo de

$\left[\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right]_{\text{in.}}$ não tem uma explicação mais satisfatória, havendo portanto, necessidade de se fazer mais análises sobre esta amostra, para termos uma conclusão mais definitiva. Por outro lado, o desvio superior a 100% observado na razão inicial está relacionado à maior flutuação dos pontos próximos à origem das coordenadas. Como a idade calculada pelo método convencional nesta amostra está de acordo, dentro dos erros experimentais, com as datações K-Ar e $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ determinadas para as duas outras amostras da região, parece-nos mais confiável considerar este valor como sendo o correto.

Por fim, as idades isoladas determinadas pela técnica do aquecimento por etapas para a biotita AB-10 mostraram-se bastante irregulares, e seu reflexo está no "mergulho" significativamente anômalo observado no seu diagrama espectral à temperatura de 1000 °C. Resultado semelhante na biotita de Eldora, Colorado, foi conseguido por BERGER (1975). Segundo o mesmo autor, este comportamento parece ser típico de mineral afetado por eventos posteriores a sua formação, com perda parcial correspondente de argônio durante esses eventos. Como, no entanto, este resultado só se manifestou na biotita AB-10, devemos considerar suspeita esta hipótese, havendo portanto necessidade de novas análises, refinando-se talvez as temperaturas ou complementando-as com dados de campo mais precisos. Esta aparente perturbação fez com que a idade média calculada através dos valores determinados pela técnica do aquecimento por etapas resultasse em valor mais baixo do que outras idades em biotitas da mesma região, enquanto sua isócrona concordou inteiramente com a biotita AB-5. O desvio um pouco maior da razão inicial é devido a uma flutuação maior dos pontos da isócrona, consequência da idade parcial baixa da 4ª etapa.

Concluindo, podemos observar uma liberação de fração menor de argônio à temperatura de 600° C (geralmente menor do que 5%) em todas as amostras, comportamento este também observado por BERGER (1975). Este fato, segundo ele, baseado no trabalho de GERLING et

al. (1966), parece estar relacionado com o problema da dehidroxilação completa que acontece nestes minerais por volta desta temperatura. Este argônio inicial parece ser proveniente das bordas minerais e com posto essencialmente de contaminação atmosférica. Por este motivo esta etapa foi desprezada para efeito de interpretação, (TURNER, 68). Novamente aqui resta-nos ressaltar a liberação pouco maior ocorrida na biotita AB-7 nesta etapa, consequência possível de um mau contro le da temperatura (mau contacto do terminal do termo-par com os bra- ços metálicos adaptados à garrafa da amostra).

b) Idades Aparentes dos Anfibólios

As duas análises feitas em anfibólios coletados de dois afloramentos diferentes da região de Penhinha, distantes entre si cer- ca de 300 metros, apresentaram resultados com comportamento semelhan- te ao obtido por BERGER (1975) nas hornblendas de Eldora, Colorado, isto é, liberação quase total de argônio e formação de patamares bem regulares a temperaturas elevadas. Seus dados analíticos e respecti- vos diagramas espectrais e isocrônicos estão nas Tabelas 5, 5a, 5b e Figuras 2 e 2a.

Sem considerar a etapa perdida (1000° C) da amostra AB-9, os dois anfibólios analisados pela técnica do aquecimento por etapas não mostraram evidências de alterações posteriores, apresentando es- pectros de idade bem definidos e regulares (patamares) para tempera- turas acima de 900° C, tal que as idades médias obtidas dos patama- res (545 MA) concordaram inteiramente com as idades convencionais (549 MA) e com os valores das isócronas (544 MA). O volume liberado nas três últimas etapas foi superior a 99% para a amostra AB-9 e a- proximadamente 94% para o anfibólio AB-12.

Quanto ao volume de argônio liberado nas duas primeiras etapas, os dados espectrométricos indicaram que o mesmo era composto quase na sua totalidade de argônio contaminante, possivelmente libe-

rado das bordas dos minerais e/ou das paredes dos condutos do aparelho durante a "corrida" espectrométrica. Portanto, estas etapas foram desprezadas como sendo geologicamente irrelevantes para a interpretação dos resultados (TURNER, 1968).

Por outro lado, a fração percentual de ^{40}Ar liberada, pouco maior do que a do isótopo ^{39}Ar , que se observa na última etapa é consequência, possivelmente, da liberação de ^{40}Ar em excesso das porções de plagioclásios (aproximadamente 1,5%) aderidos nos anfibólios e que não foram possíveis de serem separados, mesmo para frações mais finas (100 a 150 meshes). Uma explicação alternativa está ligada à ocorrência de possíveis erros experimentais devido à produção de isótopos parasitas durante a irradiação, evidenciados pela presença de ^{37}Ar .

Quanto ao problema associado ao escape de argônio a altas temperaturas, como foi dito no início, parece estar ligado ao fenômeno semelhante ocorrido com as biotitas. Enquanto o argônio começa a ser liberado a partir de 600° C para as biotitas, depois de completa dehidroxilação, para os anfibólios isto só vem a ocorrer a temperaturas acima de 900° C, quando da sua desidratação quase completa (GERLING et al., 1966).

Concluindo, podemos dizer que os anfibólios, como acontece com as biotitas, não apresentam sítios especiais com possibilidade de "guardar" componentes de ^{40}Ar em excesso. Além disso, as idades ao redor de 545 MA, obtidas pelos vários métodos para os anfibólios de epidioritos, vem confirmar o poder de retentividade superior de argônio destes minerais e, por outro lado, parecem refletir, com grande segurança, a época do fechamento dos sistemas para a difusão de argônio no Ciclo Brasileiro.

c) Idades Aparentes dos Plagioclásios

Seis análises foram feitas em plagioclásios, sendo três pela técnica do aquecimento por etapas e três por fusão direta da amostra. Os dados analíticos e os diagramas espectrais e isocrônicos correspondentes estão nas Tabelas 6 a 6b e Figuras 3 a 3c.

Como pode-se observar, o comportamento dos plagioclásios quanto à liberação do argônio, mostrou-se totalmente diferente aos dois outros minerais anteriormente analisados.

Em primeiro lugar pode-se notar que as idades obtidas, dependendo diretamente das temperaturas em questão, apresentaram valores quase sempre menores do que 500 MA, a baixas temperaturas ($T < 900^\circ \text{C}$) e bem superiores a 500 MA para temperaturas acima de ... 900°C . Como as idades dependem das razões $\left[\frac{^{40}\text{Ar}}{^{39}\text{Ar}} \right]$ obtidas espectrometricamente, é evidente que elas refletirão uma maior ou menor contribuição relativa de um ou outro isótopo liberado em proporções diferentes a cada temperatura considerada.

Para se ter uma melhor visão do problema, foram construídos diagramas espectrais para cada amostra estudada. Podemos observar assim que o volume do isótopo ^{39}Ar liberado a baixas temperaturas foi maior do que o do isótopo ^{40}Ar . Ao contrário, nas últimas etapas, ocorreu liberação proporcionalmente maior de ^{40}Ar do que de ^{39}Ar . Esta liberação desigual dos isótopos de argônio, entretanto, parece definir, pelo menos, dois possíveis patamares para as amostras AB-4b e AB-11a-1, e de três patamares para a amostra AB-8b-1. Os valores destes patamares apresentaram certas concordâncias e particularidades que devem ser ressaltadas: enquanto o primeiro patamar (440 MA) é comum a todas as amostras, entre as temperaturas 600 a 1000°C , tal fato não acontece com os outros, pois o segundo patamar (850 MA) aparentemente só é comum aos plagioclásios AB-8b-1 e AB-11a-1, e o terceiro (1200 MA) às amostras AB-4b e AB-8b-1. Tal

anomalia parece ocorrer frequentemente em minerais com baixa concentração de potássio, podendo estar ligada ao problema de retenção do ^{40}Ar em excesso, pré-existente, acumulado em alguns sítios mais favoráveis da estrutura mineral (talvez vazios ou irregularidades estruturais), e diferentes aos do ^{40}Ar radiogênico, formado posteriormente (KANEOKA, 1974).

Esta hipótese mostra ser bem plausível pois, se os dois isótopos de argônio são produtos do elemento inicial potássio, logicamente os mesmos deveriam se acumular e se distribuir regularmente nas estruturas cristalinas do mineral, uma vez formados e, consequentemente, deveriam ser liberados em proporções semelhantes, quaisquer que fossem as temperaturas consideradas.

Uma vez acontecendo tal fato, a detecção e a determinação quantitativa do excesso de argônio torna-se de capital importância nas datações K-Ar convencional, pois quanto menor o volume de argônio radiogênico formado, maior será o erro incidente sobre a idade da amostra. Este erro estará, evidentemente, camuflado quando se utiliza o método K-Ar convencional, pois, como se sabe, esta metodologia não distingue a contaminação devida ao ^{40}Ar em excesso daquela da atmosférica, fazendo correções somente sobre esta última. De fato os resultados obtidos pelos métodos K-Ar convencional e $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (fusão direta) neste mineral, indicaram valores intermediários (635 - 730 MA) às idades determinadas pela técnica do aquecimento por etapas (440 - 1200 MA). Como não há nenhuma indicação de evento geológico nesta época, estes valores nos levarão, evidentemente, a interpretações incorretas.

O problema do excesso de ^{40}Ar pré-existente também tem seu reflexo nas isócronas, como pode-se notar pelas Figuras 3a a 3c. Enquanto os pontos referentes às baixas temperaturas se distribuem ao longo de retas razoavelmente definidas, com razões iniciais próximas às razões atmosféricas, os pontos obtidos a altas temperaturas se distribuem totalmente fora das mesmas.

Por outro lado, deixando de lado as idades anômalas finais, as datações $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtidas em pares cogenéticos (biotita-feldspato), na mesma amostra, confirmaram resultados K-Ar anteriores: idade K-Ar em biotitas > idades K-Ar em feldspatos. Isto significa que a componente de argônio de baixa temperatura tende a se difundir mais facilmente nos feldspatos do que nas biotitas, possivelmente mesmo a temperaturas ambientes. Entretanto, como os plagioclásios deste trabalho provieram de uma região de evolução geológica complexa, as datações $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (fusão direta), de altas temperaturas, indicaram valores bem mais elevados do que os das biotitas, mostrando assim, a existência de uma segunda componente de argônio (Tabela 8).

De qualquer maneira, como são poucos os dados resultantes de pares cogenéticos biotita-feldspato, obtidos pelo método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, acreditamos ser necessário analisar um maior número desses pares, tanto em amostras de evolução geológicas simples como complexas. Outrossim, para esclarecer e confirmar a existência dos patamares é preciso refinar um pouco mais a temperatura.

CONCLUSÕES

As diferentes idades aparentes $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ em minerais obtidas para as rochas da região de Penhinha, vem confirmar a existência de núcleos de embasamento mais antigos, de idades aparentes pré-Brasilianas, afetadas, pelo menos, por dois ciclos orogênicos, o primeiro pré-Brasiliano e o segundo Brasiliano.

A idade mínima de 1200 MA obtida em plagioclásios, interpretada aqui como sendo o início de retenção de componentes de argônio pré-existente, mostra que a formação deste mineral (e portanto da rocha) é, pelo menos, anterior a esta época.

Por sua vez, as idades mínimas aparentes dos anfibólios (545 MA) e biotitas (515 MA) seriam correspondentes aos limites superior e inferior de resfriamento da região, afetada pelos eventos térmicos ocorridos durante o Ciclo Brasiliano.

Quanto às idades de 850 e 440 MA, obtidas para os dois outros patamares, não tem significados geológicos mais evidentes e consistentes. Estas idades poderiam ser atribuídas talvez a um evento intermediário (850 MA) e, quase com certeza, à perda contínua de argônio, por difusão, mesmo a temperaturas ambientais (440 MA).

Pelos resultados obtidos, portanto, podemos resumir a evolução geológica da região em dois episódios principais:

- 1200 MA - Idade mínima para início do evento formador de minerais pré-Brasiliano.
- 515 , 545 MA - Ciclo Brasiliano. Os dois valores representam limites mínimos e máximos para o resfriamento regional relativo a este Ciclo.

Com relação ao comportamento dos minerais quanto ao problema da difusão gasosa de argônio, quando aplicamos a técnica do aquecimento por etapas, podemos tirar algumas conclusões preliminares, quais sejam:

- a) Amostras com estruturas cristalinas regulares, sem profundas transformações físico-químicas (mineralógicas) e que tenham concentrações relativamente altas de potássio (caso das biotitas), permitem obtenção de resultados concordantes, quaisquer que sejam os métodos de datações utilizados (K-Ar convencional ou $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$).
- b) Amostras com baixas concentrações de potássio, ao contrário, podem apresentar ou não problemas conforme as suas estruturas cristalinas internas. Como exemplos, podemos citar os anfibólios e os plagioclásios. Enquanto os anfibólios apresentaram resultados bem mais uniformes, formando patamares a altas temperaturas, indicando uma regularidade estrutural interna, os plagioclásios mostraram possuir estruturas cristalinas bastante irregulares, cuja maior evidência é a liberação de, pelo menos, dois componentes de argônio, um a baixas T ($T < 1000^\circ\text{C}$) e outro a altas T ($T > 1000^\circ\text{C}$) formando assim mais de um aparente patamar.
- c) Resultados $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ de pares cogenéticos biotita-feldspato, de uma mesma amostra, mostram-se promissores na interpretação de rochas policíclicas pois, devido à existência de componentes diferentes de argônio em feldspatos, poder-se-ia identificar tanto o possível início de evento formador de minerais como o final de um processo geotectônico.

Quanto ao aspecto metodológico, as conclusões preliminares que podemos extrair com a utilização das duas técnicas de análise são:

- a) A técnica do aquecimento por etapas é um instrumento de grande valia na interpretação de dados resultantes de amostras provenientes de áreas policíclicas, pois permite a construção de diagramas espectrais e/ou isocrônicos, a partir dos quais poderemos traçar uma imagem, com boa aproximação, da história termal regional.
- b) Patamares bem definidos, com liberação proporcionalmente igual de ^{39}Ar e ^{40}Ar , podem indicar, com razoável segurança, as épocas aparentes do início de retenção do argônio, isto é, a idade de fe-

chamento do sistema, em episódios primários.

- c) O modelo das isócronas tem sua importância na identificação de possíveis excessos de argônio, se os mesmos forem liberados regularmente a cada etapa de temperatura. Caso contrário, a detecção desses excessos deverá ser feita através do uso dos diagramas espectrais, lançando-se as idades aparentes nas ordenadas e as frações percentuais de ^{39}Ar e ^{40}Ar nas abcissas.
- d) Fusões diretas de amostras irradiadas tem as mesmas funções do método convencional. Isto faz com que o erro que se comete no método do K-Ar convencional, devido a presença de ^{40}Ar em excesso não detectado, também seja mascarado no método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. Foi o que aconteceu com os plagioclásios analisados, que mostraram o possível início de retenção do argônio como sendo 1200 MA e o fim aparente da difusão gasosa a época de 440 MA, quando analisados pela técnica do aquecimento por etapas, enquanto a fusão direta mostrava uma idade aparente de aproximadamente 750 MA, que não corresponde a nenhum evento conhecido para a região.

A P Ê N D I C E A

DETERMINAÇÃO DA IDADE $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$

Seja a equação básica do método K-Ar convencional:

$$^{40}\text{Ar}_* = ^{40}\text{K} \frac{\lambda_e}{\lambda_e + \lambda_\beta} (e^{\lambda t} - 1) \quad (\text{A1})$$

e seja: $^{39}\text{Ar} = ^{39}\text{K} \Delta T \int \phi(E) \sigma(E) dE \quad (\text{A2})$

onde $\Delta T \equiv$ tempo de irradiação

$\phi(E) \equiv$ fluxo de neutrons de energia E

$\sigma(E) \equiv$ secção de choque de captura neutrônica da reação $^{39}\text{K} (n,p) ^{39}\text{Ar}$, à energia E.

a equação integrada que fornece a quantidade de ^{39}Ar produzida por irradiação neutrônica.

Dividindo, $\frac{(\text{A1})}{(\text{A2})}$ temos:

$$\frac{^{40}\text{Ar}_*}{^{39}\text{Ar}} = \frac{^{40}\text{K}}{^{39}\text{K}} \frac{\lambda_e}{\lambda_e + \lambda_\beta} \left[\Delta T \int \phi(E) \sigma(E) dE \right]^{-1} (e^{\lambda t} - 1) \quad (\text{A3})$$

Como a equação (A3) necessita do conhecimento das quantidades relativas de ^{40}K , ^{39}K da amostra, além de ser função de vários fatores $\left[\Delta T, \phi(E), \sigma(E) \right]$ nem sempre determináveis com precisão, é comum irradiar-se juntamente com as amostras em análise, padrões inter-laboratório, de idade conhecida, que servirão de referências. Assim, sejam as equações básicas do método K-Ar:

$$\left(^{40}\text{Ar}_* \right)_p = \frac{\lambda_e}{\lambda_e + \lambda_\beta} \left(^{40}\text{K} \right)_p \left(e^{\lambda t_p} - 1 \right) \quad (\text{A4})$$

$$\left(^{40}\text{Ar}_* \right)_a = \frac{\lambda_e}{\lambda_e + \lambda_\beta} \left(^{40}\text{K} \right)_a \left(e^{\lambda t_a} - 1 \right) \quad (\text{A5})$$

Como na natureza $^{40}\text{K} = r ^{39}\text{K}$ (onde r é cte de proporcionalidade), ao se irradiar neutrônicamente um material que contenha

K, teremos a produção proporcional de ^{39}Ar . Assim, as equações ..
(A4) e (A5) podem ser escritas:

$$\left(\frac{^{40}\text{Ar}_*}{^{39}\text{Ar}} \right)_p = \frac{\lambda_e}{\lambda_e + \lambda_\beta} \cdot \left(\frac{^{39}\text{Ar}}{^{39}\text{Ar}} \right)_p \left(e^{\lambda t_p} - 1 \right) \quad (\text{A6})$$

$$\left(\frac{^{40}\text{Ar}_*}{^{39}\text{Ar}} \right)_a = \frac{\lambda_e}{\lambda_e + \lambda_\beta} \cdot \left(\frac{^{39}\text{Ar}}{^{39}\text{Ar}} \right)_a \left(e^{\lambda t_a} - 1 \right) \quad (\text{A7})$$

Dividindo-se (A6) por (A7):

$$\frac{\left(\frac{^{40}\text{Ar}_*}{^{39}\text{Ar}} \right)_p}{\left(\frac{^{40}\text{Ar}_*}{^{39}\text{Ar}} \right)_a} = \frac{\left(\frac{^{39}\text{Ar}}{^{39}\text{Ar}} \right)_p}{\left(\frac{^{39}\text{Ar}}{^{39}\text{Ar}} \right)_a} \cdot \frac{(e^{\lambda t_p} - 1)}{(e^{\lambda t_a} - 1)} \quad (\text{A8})$$

Rearranjando a equação (A8) e passando ao logarítmo, teremos, finalmente:

$$t_a = \frac{1}{\lambda} \ln \left[1 + \frac{\left(\frac{^{40}\text{Ar}_*}{^{39}\text{Ar}} \right)_a}{\left(\frac{^{40}\text{Ar}_*}{^{39}\text{Ar}} \right)_p} \cdot (e^{\lambda t_p} - 1) \right]$$

$$T = \frac{1}{\lambda_e + \lambda_\beta} \ln(1 + F \cdot J) \quad (\text{A9})$$

onde:

- $\lambda \equiv \lambda_e + \lambda_\beta = 5,305 \times 10^{-10} \text{ anos}^{-1}$
- $T \equiv$ Idade a calcular
- $t_p \equiv$ Idade conhecida da amostra-padrão
- $F \equiv \left(\frac{^{40}\text{Ar}_*}{^{39}\text{Ar}} \right)_a$
- $J \equiv \frac{(e^{\lambda t_p} - 1)}{\left(\frac{^{40}\text{Ar}_*}{^{39}\text{Ar}} \right)_p}$

sendo:

$$\left(\frac{^{40}\text{Ar}_*}{^{39}\text{Ar}} \right) = \left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{39}\text{Ar}} \right)_m - \left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right)_{\text{atm}} \cdot \left(\frac{^{39}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right)_m \quad (\text{A10})$$

NOTA: Para o cálculo das idades $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ foi utilizado o programa DARARG, com propagação de erros, elaborado por KAWASHITA, K. e readaptado por SONOKI, I..

A P Ê N D I C E B

DETERMINAÇÃO DA IDADE PELO MÉTODO DAS ISÓCRONAS

Seja a relação (B1):

$$\left[{}^{40}\text{Ar}_* \right] = \left[{}^{40}\text{Ar} \right] - \left[\left[{}^{40}\text{Ar} \right]_{\text{atm.}} + \left[{}^{40}\text{Ar} \right]_e \right] \quad (\text{B1})$$

$$\left[{}^{40}\text{Ar}_* \right]_a = \left[{}^{40}\text{Ar} \right]_a - \left[{}^{40}\text{Ar} \right]_{\text{in.}}$$

onde $\left[{}^{40}\text{Ar}_* \right] \equiv$ argônio-40 radiogênico da amostra
 $\left[{}^{40}\text{Ar} \right] \equiv$ argônio-40 total liberado pela amostra
 $\left[{}^{40}\text{Ar} \right]_{\text{atm}} \equiv$ argônio-40 atmosférico na amostra
 $\left[{}^{40}\text{Ar} \right]_e \equiv$ argônio-40 "estranho" de origem diferente ao atmosférico.

$$\left[{}^{40}\text{Ar} \right]_{\text{in.}} = \left[{}^{40}\text{Ar} \right]_{\text{atm}} + \left[{}^{40}\text{Ar} \right]_e \quad (\text{B1}')$$

Substituindo (B1) na equação anterior (A8):

$$\frac{\left({}^{40}\text{Ar}_* \right)_p}{\left({}^{40}\text{Ar}_* \right)_a} = \frac{\left({}^{40}\text{Ar} \right)_p - \left({}^{40}\text{Ar} \right)_{\text{in},p}}{\left({}^{40}\text{Ar} \right)_a - \left({}^{40}\text{Ar} \right)_{\text{in},p}} = \frac{\left({}^{39}\text{Ar} \right)_p}{\left({}^{39}\text{Ar} \right)_a} \cdot \frac{(e^{\lambda t_p} - 1)}{(e^{\lambda t_a} - 1)} \quad (\text{B2})$$

Rearranjando convenientemente esta última equação, obtemos:

$$\begin{aligned} \left[{}^{40}\text{Ar} \right]_a &= \left[{}^{40}\text{Ar} \right]_{\text{in}} + \left[\frac{\left({}^{40}\text{Ar} \right)_p - \left({}^{40}\text{Ar} \right)_{\text{in},p}}{\left({}^{39}\text{Ar} \right)_p} \cdot \frac{1}{(e^{\lambda t_p} - 1)} \right] \times \\ &\times \left[{}^{39}\text{Ar} \right]_a \left(e^{\lambda t_a} - 1 \right) \end{aligned} \quad (\text{B3})$$

$$\text{sendo} \quad \left[\frac{\left({}^{40}\text{Ar} \right)_p - \left({}^{40}\text{Ar} \right)_{\text{in},p}}{\left({}^{39}\text{Ar} \right)_p} \cdot \frac{1}{(e^{\lambda t_p} - 1)} \right] \equiv \frac{1}{J} \quad (\text{B4})$$

Finalmente, dividindo-se ambos os membros de (B3) por (^{36}Ar) , teremos:

$$\left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right)_a = \left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right)_{\text{in}} + \frac{1}{J} \left(e^{\lambda t_a} - 1 \right) \left(\frac{^{39}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right)_a \quad (\text{B5})$$

que é da forma:

$$y = a + b.x \quad (\text{equação de uma reta})$$

onde: $y \equiv \left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right)_a$

$$a \equiv \left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right)_{\text{in.}}$$

$$a \equiv \left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right)_{\text{atm}} \quad (\text{quando a contaminação for essencialmente atmosférica})$$

$$b \equiv \frac{1}{J} \left(e^{\lambda t_a} - 1 \right)$$

$$x \equiv \left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}} \right)_a$$

NOTA: Para o cálculo das idades $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ pelo método das isócronas foi utilizado o programa DISODY, elaborado por KAWASHITA, K., e readaptado para o método irradiado por SONOKI, I.. A escolha da melhor reta foi feita pelo método "least square cubic" (YORK, D., 1969).

A P Ê N D I C E C

- T6-65 EPIDIORITO do complexo migmatítico indiferenciado da região de Penhinha, arredores de São Paulo - SP. Textura intergranular de massa fundamental de clino e ortopiroxênio cristalizados independentemente. Plagioclásios zonados (antigos fenocristais) biotita e acessórios. (CORDANI & BITTENCOURT, 1967).
- HK - 1 QUARTZODIORITO intrusivo em migmatito. Penhinha, São Paulo. Textura equigranular com pequena porção de hornblenda transformada em biotitas. Principais minerais componentes: plagioclásio (tipo oligoclásio andesina), biotita, hornblenda, como acessórios, quartzo e piroxênio (tipo diopsídio).
Coletores: U.G. CORDANI, M. BERNAT e H. KINOSHITA.
Estudo de Lâmina: V.A.V. GIRARDI.
- HK - 2 DIORITO intrusivo em migmatito. Penhinha, São Paulo. Textura geral equigranular com alguns porfiróides de plagioclásio na massa mais fina. Transformações mineralógicas observadas: anfibólio em biotita e piroxênio em anfibólio. Principais minerais componentes: plagioclásio (tipo oligoclásio-andesina), biotita e hornblenda; em menor quantidade: piroxênio e quartzo.
Coletores: U.G. CORDANI, M. BERNAT e H. KINOSHITA.
Estudo de Lâmina: V.A.V. GIRARDI.

B I B L I O G R A F I A

- AMARAL, G., CORDANI, U.G., KAWASHITA, K. & REYNOLDS, P.H. (1967)
K-Ar dates of basaltic rocks from Southern Brasil
Geoch. Cosmoch. Acta 30, 159 - 189
- BERGER, G.W. (1975)
 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ step heating of thermally overprinted biotite,
hornblende and potassium feldspar from Eldora, Colorado - Earth
Planet. Sci. Letters 26, 387 - 408
- BERGER, G.W. & YORK, D. (1970)
Precision of the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating technique - Earth Planet
Sci. Letters 9, 39 - 44
- BERNAT, M., CORDANI, U.G., TEIXEIRA, W. & KINOSHITA, H. (1974)
Idades radiométricas das rochas alcalinas do Sul da Bahia
XXIII Congresso Brasileiro de Geologia
- BERNAT, M., CORDANI, U.G., KAWASHITA, K. & KINOSHITA, H. (1975)
A utilização do reator nuclear para a determinação da idade de
rochas: o método $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$
Rev. Ciência e Cultura 27 (10), 1126 - 1132
- BRERETON, N.R. (1970)
Corrections for interfering isotopes in the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating
method
Earth Planet. Sci. Letters 8, 427 - 433
- BRYHNI, I., FITCH, F.J. & MILLER, J.A. (1971)
 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dates from recycled pre-Cambrian rocks in the gneiss
region of the Norwegian Caledonides
Norsk Geologisk Tidsskrift 51, 391 - 406
- CORDANI, U.G., AMARAL, G. & KAWASHITA, K. (1973)
The pre-Cambrian evolution of South America
Sonderdruck aus der Geologischen Rundschau Band 62, 309 - 317

- CORDANI, U.G. & BITTENCOURT, I. (1966)
Determinações de idades K-Ar em rochas do Grupo Açungui
Congresso da Sociedade Brasileira de Geologia - 1967, 218 - 233
- CORDANI, U.G. & KAWASHITA, K. (1971)
Estudo geocronológico pelo método Rb-Sr de rochas graníticas intrusivas no Grupo Açungui
Anais do XXV Congresso Brasileiro de Geologia - 1971, 105 - 110
- COUTINHO, J.M.V. (1972)
Petrologia do Pré-Cambriano em São Paulo e arredores
Boletim IG - Nº 3 - Tese para Professor Catedrático, 1968. Cadeira de Petrologia
- DALRYMPLE, G.B. & LANPHERE, M.A. (1971)
 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ technique of K-Ar dating: a comparison with the conventional technique
Earth Planet. Sci. Letters 12, 300 - 308
- DALRYMPLE, G.B. & LANPHERE, M.A. (1974)
 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age spectra of some undisturbed terrestrial samples
Geoch. Cosmoch. Acta 38, 715 - 738
- DUNHAM, K.C., FITCH, F.J., INERSON, P.R., MILLER, J.A. & MITCHELL, J.G. (1968)
The geocronological significance of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age determinations on White Whin from the northern Pennine orefield
Proc. Roy. Soc. Acta 307, 251 - 266
- FOLINSBEE, R.E., LIPSON, J. & REYNOLDS, J.H. (1956)
Potassium-Argon dating
Geoch. Cosmoch. Acta 10, 60 - 68
- GERLING, E.K., PETROV, V.B. & KOL'TSOVA (1966)
A comparative study of the activation energy of argon liberation and dehydration energy in amphiboles and biotites
Geochemistry Int^{al} 3/2, 295 - 305

- HART, S.R. (1966)
A test for excess radiogenic argon in micas
J. Geophys. Res. 71/6, 1769 - 1770
- HASUI, Y. (1975)
Evolução polifásica do Pré-Cambriano a Oeste de São Paulo
Boletim IG-USP 6, 95 - 108
- HASUI, Y. & HAMA, M. (1972)
Geocronologia do Grupo São Roque pelo método K-Ar
Revista Brasileira de Geociências 2, 18 - 24
- HAYATSU, A. & CARMICHAEL, G.M. (1970)
K-Ar isochron method and initial argon ratios
Earth Planet. Sci. Letters 8, 71 - 76
- KANEOKA, I. (1974)
Investigation of excess argon in ultramafic rocks from the
Kola peninsula by the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method
Earth Planet. Sci. Letters 22, 145 - 156
- LANPHERE, M.A. & ALBEE, A.L. (1974)
 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age measurements in the Worcester Mountains: evidence
of Ordovician and Devonian metamorphic events in Northern Vermont
American J. Science 274/6, 545 - 555
- LANPHERE, M.A. & DALRYMPLE, G.B. (1971)
A test of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age spectrum technique on some terrestrial
minerals
Trans. Am. Geophys. Union 52, 367
- McDOUGALL, I. (1974)
The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method of K-Ar age determination of rocks using
Hifar reactor
Reprinted from the Australian Atomic Energy Commission on
"Atomic Energy in Australia" 17, 3 - 12

MERRIHUE, C.M. (1965)

Trace element determinations and K-Ar dating by spectroscopy
of neutron irradiations samples
Trans. Am. Geophys. Union 46, 125

MERRIHUE, C.M. & TURNER, G. (1966)

K-Ar dating by activation with fast neutrons
J. Geophys. Res. 71, 2852

MILLER, J.A. (1972)

Dating Pliocene and Pleistocene strata using the K-Ar and
 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ methods
Published for the Wenner-Gren Foundation for Antropological
Research, N.Y. by Sottish Academic Press

MITCHELL, J.G. (1968)

The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method for K-Ar age determinations
Geoch. Cosmoch. Acta 32, 781 - 790

MUSSET, A.E. (1969)

Diffusion measurements and K-Ar method of dating
J. Geophys. Res. 18, 257

REYNOLDS, J.H. (1957)

Comparative study of argon content and argon diffusion in
mica and feldspar
Geoch. Cosmoch. Acta 12, 177 - 184

RAMA, S.N.I. & HART, S.R. (1965)

Excess radiogenic argon in fluid inclusions
J. Geophys. Res. 70/2, 509 - 511

RODDICK, J.C. & FARRAR, E. (1971)

High initial argon ratios in hornblende
Earth Planet. Sci. Letters 12, 208 - 214

SHAFIQULLAH, M. & DAMON, P.E. (1974)

Evaluation of K-Ar isochron methods

Geoch. Cosmoch. Acta 38, 1341 - 1358

SIGURGEIRSSON, T. (1962)

Dating recent basalt by K-Ar method

ICELANDIC - Rept. Physical Laboratory of the Univ. Iceland

STUKAS, V. & REYNOLDS, P.H. (1974)

$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of the Long Range Dikes, Newfoundland

Earth Planet. Sci. Letters 22, 256 - 266

TURNER, G. (1971)

$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating: the optimization of irradiation parameters

Earth Planet. Sci. Letters 10, 227 - 234

YORK, D. (1969)

Least squares fitting of a straight line

Canadian J. Phys. 44, 1079

WÄNKE, H. & KÖNIG, H. (1959)

Eine neue method zur Kalium - argon - alterbestimmung und ihre
anwendung auf stein-meteorite

Z. Naturforsch 14a, 860

T A B E L A 3

Nº Cpo	Rocha	Material	Nº Lab.	% K	$^{40}\text{Ar}^*$ (cc STP/g) 10^{-6}	% (^{40}Ar) _{atm}	Idade K-Ar (MA)	Desvio (%)
T6-65	Epidiorito	Plagioclásio	1032*	0,2195	17,19	2,88	1360,0 ± 110,0	8,9
		Plagioclásio	3314	0,4673	16,57	5,00	729,0 ± 12,3	1,7
T6-65	Epidiorito	Biotita	1033*	7,2400	187,30	1,88	557,9 ± 16,7	3,0
			3315	7,1737	168,90	2,23	514,2 ± 13,1	2,5
T6-65	Epidiorito	Anfibólio	1237*	0,3693	9,38	59,26	549,2 ± 54,8	10,0
HK-1	Quartzodiorito	Plagioclásio	3316	0,5888	21,56	4,01	748,3 ± 8,4	1,1
		Biotita	3317	7,6548	178,40	1,50	509,8 ± 15,6	3,1
HK-2	Diorito	Plagioclásio	3318	0,2188	6,59	9,12	635,4 ± 9,8	1,5
		Biotita	3319	7,6069	180,50	2,30	518,7 ± 25,8	5,0

Idades K-Ar convencionais, antigas e recentes.

* Determinações efetuadas por U.G. CORDANI (em CORDANI & BITTENCOURT, 1967)

T A B E L A 4

BIOTITAS	T (°C)	(⁴⁰ Ar/ ³⁹ Ar)	(³⁶ Ar/ ³⁹ Ar)	% Atm	Idade ⁴⁰ Ar/ ³⁹ Ar (MA)	Desvio (%)
Nº Cpo: T6-65	600	158,0	0,1310	24,50	473,2 ± 21,9	4,6
Nº Irr: AB-5	750	340,9	0,6930	60,09	523,4 ± 21,5	4,1
SPK: 2910	900	140,0	0,0180	3,80	528,3 ± 21,5	4,1
J = 0,00240	1000	152,2	0,0490	9,52	538,0 ± 21,8	4,1
Nº Cpo: T6-65	600	123,5	0,1320	31,58	483,8 ± 22,6	4,7
Nº Irr: AB-5-1	750	95,5	0,0099	3,05	526,8 ± 21,6	4,1
SPK: 3029	900	92,2	0,0078	2,51	513,6 ± 20,8	4,1
J = 0,00349	1000	94,0	0,0176	5,53	507,9 ± 20,8	4,1
	FT	94,6	0,0077	2,41	525,8 ± 21,4	4,1
Nº Cpo: HK-1	600	162,5	0,0470	8,55	518,0 ± 21,9	4,2
Nº Irr: AB-7	750	162,8	0,0160	2,94	546,9 ± 22,0	4,0
SPK: 2853	900	165,1	0,0200	3,58	550,2 ± 22,3	4,0
J = 0,00213	1000	165,3	0,0130	2,24	557,6 ± 22,6	4,0
	FT	175,0	0,0390	6,54	563,1 ± 22,7	4,0
Nº Cpo: HK-2	600	224,3	0,1710	22,53	475,0 ± 20,2	4,3
Nº Irr: AB-10	900	198,0	0,0109	1,62	526,8 ± 21,3	4,0
SPK: 2881	1000	194,9	0,0940	14,25	459,6 ± 19,1	4,2
J = 0,00166	FT	261,3	0,2520	28,49	505,8 ± 21,4	4,2

Idades ⁴⁰Ar/³⁹Ar obtidas pela técnica do aquecimento por etapas.

T A B E L A 4a

BIOTITAS	T (°C)	Fração ^{39}Ar (% do Total)	Fração ^{40}Ar (% do Total)	Idade Média do Patamar (MA)
AB-5	600	3,36*	3,09	~ 528,0
	750	41,39	41,57	
	900	35,12	34,99	
	1000	20,13	20,34	
AB-5-1	600	2,90	2,75	~ 520,0
	750	25,81	26,31	
	900	34,51	34,38	
	1000	13,23	13,10	
	FT	23,55	23,47	
AB-7	600	8,78	7,77	~ 555,0
	750	17,86	14,41	
	900	14,88	16,15	
	1000	35,71	36,04	
	FT	22,77	22,63	
AB-10	600	5,20*	4,89	~ 490,0
	900	46,10	49,72	
	1000	43,88	40,49	
	FT	4,83	4,89	

Dados utilizados para a confecção do diagrama espectral 1.

* Frações % ^{39}Ar (ou % ^{40}Ar) na realidade são menores do que as constantes na tabela, pois não foram consideradas as etapas perdidas.

FIG. 1 - DIAGRAMA ESPECTRAL

T A B E L A 4b

BIOTITAS	T (°C)	(⁴⁰ Ar/ ³⁶ Ar)	(³⁹ Ar/ ³⁶ Ar)	(⁴⁰ Ar/ ³⁶ Ar) _{in}	Idade da Isócrona (MA)	Desvio (%)
AB-5	600	1 206,1	7,634	297,4 ± 22,3	517,8 ± 25,3	4,89
	750	491,8	1,443			
	900	7 777,8	55,556			
	1000	3 106,1	20,408			
AB-5-1	600	935,6	7,576	241,7 ± 16,0	522,2 ± 5,4	1,03
	750	9 550,0	100,000			
	900	11 525,0	125,000			
	1000	5 222,2	55,556			
	FT	11 825,0	125,000			
AB-7	600	3 457,4	21,277	136,6 ± 168,7	559,0 ± 19,6	3,50
	750	10 175,0	62,500			
	900	8 255,0	50,000			
	1000	12 715,0	76,920			
	FT	4 487,2	25,650			
AB-10	600	1 311,7	5,848	244,5 ± 40,5	523,7 ± 15,4	2,94
	900	18 000,0	90,909			
	1000	19 490,0	100,000			
	FT	1 037,3	3,968			

Dados utilizados para a construção dos diagramas isocrônicos 1a a 1d.

FIG. 1a - ISÓCRONA $\left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}}\right)$.

FIG. 1b - ISÓCRONA ($^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$).

FIG. 1c - ISÓCRONA $\left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}}\right)$.

FIG. 1d - ISÓCRONA ($^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$).

T A B E L A 5

ANFIBÓLIOS	T (°C)	(⁴⁰ Ar/ ³⁹ Ar)	(³⁶ Ar/ ³⁹ Ar)	(³⁷ Ar/ ³⁹ Ar)	% Atm	Idade ⁴⁰ Ar/ ³⁹ Ar (MA)	Desvio (%)
Nº Cpo: HK-1	900*	160,1	0,0258	0,133	47,60	530,0 ± 21,4	4,0
Nº Irr: AB-9							
SPK: 2863	FT	165,0	0,0123	0,968	2,20	557,6 ± 22,5	4,0
J = 0,00213							
Nº Cpo: HK-2	600	300,5	0,3980	0,697	39,14	495,1 ± 23,9	4,8
Nº Irr: AB-12	750	208,7	0,0450	—	6,37	528,0 ± 21,3	4,0
SPK: 2891	900	212,5	0,0368	—	5,12	542,7 ± 22,2	4,1
J = 0,00166	1000	210,1	0,0320	—	4,50	540,4 ± 21,8	4,0
	FT	207,5	0,0210	0,830	2,98	542,6 ± 21,8	4,0

Idades ⁴⁰Ar/³⁹Ar obtidas pela técnica do aquecimento por etapas.

* Etapas de 600 , 750 °C : ⁴⁰Ar contaminante >> ⁴⁰Ar*

Etapa de 1000 °C : perda durante a montagem na linha espectrométrica.

T A B E L A 5a

ANFIBÓLIO	T (°C)	Fração ^{39}Ar (% do Total)	Fração ^{40}Ar (% do Total)	Idade Média do Patamar (MA)
AB-9	900	18,20	17,51	~ 545,0
	1000*	17,60	19,30	
	FT	64,50	63,19	
AB-12	600	2,16	2,02	~ 540,0
	750	5,98	3,98	
	900	15,00	15,25	
	1000	13,14	13,24	
	FT	63,72	67,23	

Dados utilizados para a confecção do diagrama espectral 2.

* Etapa perdida durante a fase de montagem na linha espectrométrica. O cálculo das frações % ^{39}Ar (e % ^{40}Ar) foi feita por semelhança com a amostra AB-12.

FIG. 2-DIGRAMA ESPECTRAL.

--- ^{39}Ar
 — ^{40}Ar

T A B E L A 5b

ANFIBÓLIOS	T (°C)	(⁴⁰ Ar/ ³⁶ Ar)	(³⁹ Ar/ ³⁶ Ar)	(⁴⁰ Ar/ ³⁶ Ar) _{in}	Idade da Isócrona (MA)	Desvio (%)
AB-9*	900	6 211,8	38,810	—	—	—
	FT	13 693,7	82,970			
AB-12	600	755,0	2,513	248,1 ± 8,6	544,0 ± 3,7	0,69
	750	4 637,8	22,222			
	900	5 743,2	27,027			
	1000	6 565,6	31,250			
	FT	9 881,0	47,619			

Dados utilizados para a construção do diagrama isocrônico 2a.

* Não foi construído diagrama isocrônico para esta amostra por termos somente dois pontos.

FIG. 2a - ISÓCRONA (^{40}Ar ^{39}Ar).

T A B E L A 6

PLAGIOCLÁSIOS	T (°C)	(⁴⁰ Ar/ ³⁹ Ar)	(³⁶ Ar/ ³⁹ Ar)	(³⁷ Ar/ ³⁹ Ar)	% Atm	Idade ⁴⁰ Ar/ ³⁹ Ar (MA)	Desvio (%)
Nº Cpo: T6-65	600	1 042,0	3,130	—	88,76*	421,4 ± 38,6	9,2
Nº Irr: AB-4b	750	567,0	1,528	2,945	79,63	441,0 ± 24,3	5,5
SPK: 2909	900	560,0	1,501	—	79,00	444,0 ± 25,0	5,6
J = 0,00240	1000	704,0	2,010	—	84,37	412,5 ± 27,6	6,7
	FT	995,0	2,060	3,640	61,18	1 221,0 ± 49,1	4,0
Nº Cpo: HK-1	600	144,0	0,197	2,023	40,43	490,5 ± 22,4	4,6
Nº Irr: AB-8b-1	750	94,6	0,044	3,282	13,74	473,3 ± 34,1	7,2
SPK: 3027	900	97,6	0,028	2,501	8,54	511,9 ± 20,8	4,1
J = 0,00349	1000	176,0	0,043	1,840	7,17	850,6 ± 32,0	3,8
	FT	289,0	0,106	5,962	10,85	1 212,4 ± 41,9	3,5
Nº Cpo: HK-2	600	240,0	0,545	5,939	67,10	447,1 ± 29,1	6,5
Nº Irr: AB-11a-1	900	89,0	0,083	9,307	27,56	380,9 ± 16,5	4,3
SPK: 3023	1000	89,4	0,085	9,487	27,99	380,3 ± 16,3	4,3
J = 0,00349	FT	200,3	0,126	11,039	18,62	846,8 ± 31,9	3,8

Idades ⁴⁰Ar/³⁹Ar obtidas pela técnica do aquecimento por etapas.

* A alta percentagem observada nesta amostra é devida a um "leak" ocorrido na garrafa e notado posteriormente às extrações.

T A B E L A 6a

PLAGIOCLÁSIOS	T (°C)	Fração ³⁹ Ar (% do Total)	Fração ⁴⁰ Ar (% do Total)	Idade Média do Patamar (MA)
AB-4b	600	11,17	6,95	~ 430,0
	750	20,67	13,90	
	900	26,26	17,87	
	1000	21,23	13,70	
	FT*	20,67	47,59	
AB-8b-1	600	5,96	2,60	~ 490,0
	750	16,70	11,18	
	900	42,60	30,61	
	1000*	19,68	25,56	
	FT*	15,00	30,06	
AB-11a-1	600	3,81	3,03	~ 400,0
	900	22,22	14,18	
	1000	35,24	22,24	
	FT*	38,73	60,56	

Dados utilizados para a confecção do diagrama espectral 3.

* As etapas assinaladas não foram utilizadas para o cálculo das idades médias dos patamares, devido às possíveis liberações de dois componentes diferentes de argônio.

FIG. 3 - DIAGRAMA ESPECTRAL.

--- ^{39}Ar
 — ^{40}Ar

T A B E L A 6b

PLAGIOCLÁSIO	T (°C)	(⁴⁰ Ar/ ³⁶ Ar)	(³⁹ Ar/ ³⁶ Ar)	(⁴⁰ Ar/ ³⁶ Ar) _{in}	Idade da Isócrona (MA)	Desvio (%)
AB-4b	600	332,9	0,319	294,9 ± 3,9	462,4 ± 29,2	6,3
	750	371,1	0,654			
	900	373,1	0,666			
	1000	350,2	0,498			
	FT	483,2	0,484			
AB-8b-1	600	731,0	5,076	290,1 ± 45,4	496,2 ± 28,0	5,7
	750	2 150,0	22,727			
	900	3 485,7	35,714			
	1000	4 168,1	23,652			
	FT	2 763,9	9,521			
AB-11a-1	600	440,4	1,840	327,1 ± 0,6	367,8 ± 0,9	0,3
	900	1 072,3	12,050			
	1000	1 051,8	11,770			
	FT	1 590,4	7,934			

Dados utilizados para a construção dos diagramas isocrônicos 3a a 3c.

FIG. 3a - ISÓCRONA ($^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$).

FIG. 3b - ISÓCRONA ($^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$).

FIG. 3c - ISÓCRONA ($^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$).

T A B E L A 7

MINERAL	Nº IRR.	Idade ⁴⁰ Ar/ ³⁹ Ar (Média) (MA) (a.e.)	Idade ⁴⁰ Ar/ ³⁹ Ar (f.d.) (MA)	Idade do Patamar (MA)	Idade da Isócrona (MA)	Idade K-Ar conv. (MA)	Idade* K-Ar conv. (MA)
BIOTITA	AB-5	515,5	— o —	528,0	517,8	514,2	557,9
	AB-5-1	511,9		520,0	522,2		
	AB-7	547,2		555,0	559,0	509,8	— o —
	AB-10	492,2		490,0	523,7	518,7	— o —
ANFIBÓLIO	AB-9	543,7	— o —	545,0	— o —	— o —	549,2
	AB-12	530,1		540,0	544,0		
PLAGIOCLÁSIO	AB-4b	447,6	759,9		462,4	729,0	1 360,0
		616,6					
	AB-8b-1	502,5	506,1**		496,2	748,3	— o —
		730,5					
	AB-11a-1	353,6	731,7		367,8	635,3	— o —
		518,9					

* Análises K-Ar convencional realizadas por U.G. CORDANI (em CORDANI & BITTENCOURT, 1967).

** Idade $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (fusão direta) inferior à idade K-Ar convencional, devido a possível perda de gás durante a coleta.

T A B E L A 8

AMOSTRA	ROCHA	MINERAL	IDADE $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (MA)	Ref.
BA-69-17C	Sienito	Feldspato	494 ± 17	1
		Biotita	560 ± 19	
BA-69-17D	Sienito	Feldspato	508 ± 18	1
		Biotita	577 ± 20	
T6-65	Epidiorito	Feldspato	760 ± 31	2
		Biotita	518 ± 25	
HK-2	Diorito	Feldspato	732 ± 28	2
		Biotita	524 ± 15	
SPK 156	Sienito nef.	Feldspato Alcal.	205,0*	3
SPK 098		Biotita	235,9	
SPK 178	Sienito	Feldspato Alcal.	80,1*	3
SPK 177		Biotita	82,1	

Idades $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (fusão direta) obtidas em pares cogenéticos, biotita-feldspato, da mesma amostra.

* Idades K-Ar convencional. Ref.(1) - BERNAT et al. (1974)
 Ref.(2) - Este trabalho
 Ref.(3) - AMARAL et al. (1967)

A G R A D E C I M E N T O S

Para elaborar este trabalho o autor contou com a inestimável colaboração e incentivo de várias pessoas e entidade, às quais deseja agradecer.

Ao Professor Doutor Umberto G. Cordani, orientador das pesquisas, pelo estímulo, orientação e abertura que me proporcionou na realização deste trabalho (dissertação).

Ao Professor Doutor Michel Bernat, pesquisador francês da Organization de Recherche Scientifique et Technique de Outre Mer - (ORSTOM), que me acompanhou, incentivou e orientou em boa parte da pesquisa.

Ao Professor Doutor Koji Kawashita, pelo auxílio na parte espectrométrica, além das discussões e sugestões complementares prestadas.

Ao Professor Doutor Vicente A.V. Girardi, pela colaboração prestada nas descrições de lâminas delgadas.

Aos técnicos Claudio dos Santos e José Roberto Medeiros por algumas extrações de argônio e/ou separação dos minerais.

À Senhorita Ivone Sonoki pela ajuda prestada na adaptação dos programas FORTRAN existentes utilizadas para o cálculo das idades.

À Senhora Dayse Duarte Caliô pela valiosa ajuda dispensada pelo serviço de datilografia.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pela bolsa concedida durante a vigência deste trabalho.

Finalmente, deseja estender seu agradecimento a todos os amigos que de forma direta ou indireta me incentivaram e torceram pelo término da pesquisa.