

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

JAQUES SOARES SCHMIDT

**EFEITOS DAS ALTAS PRESSÕES NO RECOZIMENTO DOS TRAÇOS DE
FISSÃO EM APATITA**

Porto Alegre

2011

JAQUES SOARES SCHMIDT

**EFEITOS DAS ALTAS PRESSÕES NO RECOZIMENTO DOS TRAÇOS DE
FISSÃO EM APATITA**

Trabalho de Conclusão do Curso de Geologia do Instituto de Geociências da Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Apresentado na forma de monografia, junto à disciplina Projeto Temático em Geologia III, como requisito parcial para obtenção do grau de Bacharel em Geologia.

Orientadora: Profa. Dra. Maria Lidia Medeiros Vignol Lelarge

Orientadora: Profa. Dra. Naira Maria Balzaretto

Supervisor: Prof. Dr. Rommulo Vieira Conceição

Porto Alegre

2011

Schmidt, Jaques Soares

Efeitos das altas pressões no recozimento dos traços de fissão em apatita. / Jaques Soares Schmidt - Porto Alegre : IGEO/UFRGS, 2011.

[162f]. il.

Trabalho de Conclusão do Curso de Geologia. - Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Instituto de Geociências. Porto Alegre, RS - BR, 2011.

Orientação: Prof^a. Dr^a. Maria Lidia Medeiros Vignol Lelarge
Prof^a. Dr^a. Naira Maria Balzarette

1. Termocronologia. 2. Traços de fissão em apatita. 3. Mineralogia experimental (altas pressões). 4. Mecanismo de recozimento dos traços de fissão. I. Título

Catálogo na Publicação
Biblioteca Geociências - UFRGS
Miriam Alves CRB 10/1947

JAQUES SOARES SCHMIDT

EFEITOS DAS ALTAS PRESSÕES NO RECOZIMENTO DOS TRAÇOS DE FISSÃO EM APATITA

Monografia apresentada como requisito para conclusão do curso de graduação de Geologia, na disciplina GEO – 03015 - Projeto Temático em Geologia III. Departamento de Mineralogia e Petrologia do Instituto de Geociências da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Linha Temática: Petrologia Experimental - altas pressões. Termocronologia pelo método dos traços de fissão. Mecanismo de recozimento dos traços de fissão em apatita.

Aprovada: 25 de novembro de 2011

Profa. Dra. Maria Lidia Medeiros Vignol Lelarge

(Orientadora)

(UFRGS)

Profa. Dra. Naira Maria Balzaretto

(Orientadora)

(UFRGS)

Prof. Dr. Rommulo Vieira Conceição

(Supervisor)

(UFRGS)

Agradecimentos

Gostaria de agradecer a minha querida família que me apoiou nesses anos de graduação. Meu irmão que sempre me ajudava nos momentos de concentração e descontração. Meu pai e mãe pelo incentivo constante. Minhas avós e meu avô pela tolerância da saudade imposta pela dispendiosa carga horária do curso. A todos os parentes que participavam dos eventos comemorativos da família, obrigado pelos ótimos momentos.

A professora Lidia que me apresentou o mundo dos traços de fissão e que aceitou a tarefa de orientar-me num projeto tão exótico. Muito obrigado por todas as discussões e conversas sobre infindáveis assuntos no decorrer desses anos.

A professora Naira pelo apoio na hora das análises espectrais. Obrigado pelas lições condensadas de espectroscopia Raman e FTIR e pelas revisões constantes deste trabalho.

Ao professor Rommulo por seus devaneios divergentes que eventualmente chagavam a idéias sensacionais. As esclarecedoras conversas sobre o funcionamento da prensa e sobre outros projetos nas altas pressões.

Ao professor Frank por ter cedido a apatita de Durango do acervo do Museu de Mineralogia Luiz Englert.

Ao professor Rualdo pelo hercúleo esforço na correção deste trabalho ao longo da cadeira do temático 2.

A Aline e Moema do CME pelo auxílio no uso da serra de diamante.

A Gabriela pela operação dos espectroscópios, suportando as diversas medidas até chegarmos a espectros apresentáveis.

Aos meus companheiros de isolamento nas prensas do IF, que sempre que podiam iam dar uma olhada no cárcere da vez. Vicente e Larissa pelas lições de como cozinhar suas próprias gaxetas. Susan e Márcio por acompanhar o fim dos longos ensaios e pelas conversas sobre assuntos diversos.

Aos meus colegas Saulo, Renata, Karine, Priscila, Adriano, Gustavo, Amanda, Gabriel, Luis Rasera, Humberto, Felipe, Pati, Julia e Tici pelos momentos impagáveis ao longo desses anos no decorrer de aulas e campos.

“What great minds lie in the dust,” said Goyal in a low voice.

“What gorgeous souls have vanished into the buried ages; what marvelous creatures are lost past the remotest memory...

Nevermore will there be the like; now, in the last fleeting moments, humanity festers rich as rotten fruit.”

— **Jack Vance**

The Dying Earth

RESUMO

Termocronologia pelo método dos traços de fissão em apatita tem como objetivos: contar a história termal de bacias sedimentares, estudar a denudação e o soerguimento, datar rochas vulcânicas e realizar estudos de proveniência. A densidade dos traços de fissão permite calcular a idade do último evento térmico e a distribuição de seus comprimentos permite traçar histórias de resfriamento diversas e identificar eventos geológicos diferenciados. O efeito da temperatura sobre os traços é conhecido e usado para determinar a história térmica, contudo o efeito da pressão ainda é discutido quanto a sua influência no recozimento dos traços. Os efeitos da pressão sobre a cinética do recozimento dos traços de fissão em apatita são objeto de estudo deste projeto. As amostras utilizadas consistem de apatitas de Durango e de Fish Canyon Tuff, que são reconhecidas internacionalmente como padrões geológicos do método. Elas foram aquecidas para eliminar os traços espontâneos e em seguida irradiadas para gerar os traços de fissão induzidos que tem densidade e comprimento homogêneos. O controle do recozimento foi estudado qualitativamente por meio de Espectroscopia Raman e Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier para acompanhar os ensaios na Câmara de Bigorna de Diamante. Ensaios na prensa hidráulica de 1.000 tonf em uma câmara de perfil toroidal averiguaram o efeito da pressão aliada à temperatura sobre o recozimento dos traços de fissão. Nestes ensaios as amostras consistiam de pedaços de um macrocristal de apatita de Durango. Durante as 10 horas de ensaios as condições estudadas foram combinações de pressão e temperatura de 2,0 e 4,0 GPa com 0, 150, 190 e 235°C. O recozimento foi acompanhado analisando os comprimentos dos traços de fissão por meio de microscopia óptica. Os resultados demonstraram que o recozimento dos traços de fissão em apatita apresenta uma dependência da pressão para casos submetidos a condições de altas pressões (2,0 e 4,0 GPa). Quando extrapolado para baixas pressões (≤ 400 MPa) condizentes com o contexto geotérmico a que as amostras são submetidas na natureza essa dependência torna-se negligenciável perante a magnitude do efeito da temperatura.

Palavras-chave: Termocronologia. Traços de Fissão em Apatita. Mineralogia Experimental (Altas Pressões). Mecanismo de Recozimento dos Traços de Fissão.

ABSTRACT

Fission track thermochronology has as main objectives: tell the thermal history of sedimentary basins, uplift and denudation study, dating volcanic rocks and provenance studies. Density of fission tracks allows obtain the age of the last thermal event and the distribution of their lengths allows trace cooling histories and identifies several distinct geological events. The effect of temperature on fission track is known and used to determine thermal history, but is still debated the effect of pressure on stability of tracks. In this project, we try to understand the effects of pressure on the annealing kinetics of fission tracks in apatite. Samples of Durango and Fish Canyon Tuff apatite were used on the experiment, chosen by their internationally recognition as standards for calibration of geological dating. The irradiation of the samples generates induced tracks with homogeneous densities and lengths, performed after the total annealing of their spontaneous tracks. To monitor qualitatively the annealing in the experiments inside the Diamond Anvil Cell were used Raman Spectroscopy and Fourier Transform Infrared Spectroscopy. The effect of pressure combined with temperature on the fission tracks annealing was verify with procedures on the hydraulic press of 1.000 tonf with a toroidal chamber profile. The samples used in these procedures are pieces of a Durango apatite. The studied conditions during the 10 hours essays consists in combination of pressure and temperature of 2,0 and 4,0 GPa with 0, 150, 190 and 235°C. The annealing was analyzed using optical microscopy by measuring the lengths of fission tracks. The results indicate that the annealing of fission tracks in apatite has a dependence of pressure for the instances subjected to conditions of high pressures (2,0 and 4,0 GPa). When extrapolated to low pressures (≤ 400 MPa) compatible to the geothermal context that the samples witness in nature this dependence becomes negligible compared to the magnitude of the temperature effect.

Keywords: Fission track. Annealing Kinetics. High Pressure. Apatite.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

<i>Figura 1 – Modelo de pontas de explosão iônica, com a formação dos traços de fissão.</i>	<i>19</i>
<i>Figura 2 – Zonas de estabilidade dos traços de fissão em apatita.</i>	<i>20</i>
<i>Figura 3 – Fluxograma projetual.</i>	<i>23</i>
<i>Figura 4 – Gráficos polares e gráficos de frequência da distribuição do comprimento dos TFA, resultados dos processos experimentais de comprimento de traços confinados espontâneos do tipo TinT.</i>	<i>25</i>
<i>Figura 5 – Comparação qualitativa do modelo clássico de recozimento versus o modelo proposto por Wendt. ..</i>	<i>26</i>
<i>Figura 6 – Comparação dos experimentos de Wendt et al. (2002) com os dados obtidos das perfurações profundas conforme o modelo de recozimento descrito por Laslett et al. (1987).</i>	<i>27</i>
<i>Figura 7 – Gráfico mostra como traços de fissão espontâneos individuais em amostras naturais irão evoluir durante um experimento de recozimento em laboratório.</i>	<i>28</i>
<i>Figura 8 – Gráfico de Arrhenius onde são relacionados os experimentos de recozimento P-T de Wendt et al. 2002 com os dados das perfurações profundas e os experimentos de recozimento.</i>	<i>30</i>
<i>Figura 9 – Comportamento dos espectros Raman quanto à fluência da irradiação.</i>	<i>33</i>
<i>Figura 10 – Comportamento do espectro Raman devido à compressão da célula cristalina da apatita.</i>	<i>34</i>
<i>Figura 11 – Espectro Raman em apatita (a) não irradiadas, (b) irradiada a 10,5 GPa e (c) irradiada a P ambiente</i>	<i>35</i>
<i>Figura 12 – Taxas de recozimentos versus tempo para traços de fissão em apatita.</i>	<i>38</i>
<i>Figura 13 - Serra de diamante modelo 650 (South Bay Technology inc.) do Centro de Microscopia Eletrônica – Instituto de Física.</i>	<i>39</i>
<i>Figura 14 – Forno mufla Sanchis modelo AL - 1050°C do Laboratório de Geologia Isotópica - UFRGS.</i>	<i>39</i>
<i>Quadro 15 – Configuração da pilha de Irradiação.</i>	<i>42</i>
<i>Figura 16 – CN5 (vidro dopado com urânio natural – 12,17 ppm)</i>	<i>43</i>
<i>Figura 17 – Kapton, plástico livre de urânio.</i>	<i>44</i>
<i>Figura 18 – Amostras montadas na pilha de irradiação respeitando os limites de largura e altura definidos pelo IPEN.</i>	<i>44</i>
<i>Figura 19 – Contêiner de chumbo no qual é retornada a pilha de irradiação após ser bombardeada no reator e ficar em repouso por 1 mês nas dependências do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN).</i>	<i>44</i>
<i>Figura 20 – Esquema sistemático das partes constituintes da Câmara de Bigorna de Diamante.</i>	<i>45</i>
<i>Figura 21 – Foto da DAC desmontada, o cilindro é a bigorna superior e a chapinha de metal o porta amostra. ..</i>	<i>47</i>
<i>Figura 22 – Microsonda Raman do LAPMA - IF.</i>	<i>51</i>
<i>Figura 23 – Espectrofotômetro de infravermelho do LAPMA-IF.</i>	<i>55</i>
<i>Figura 24 – Distribuição de pressão na gaxeta dentro do sistema da Prensa de Câmara Toroidal.</i>	<i>56</i>
<i>Figura 25 – Gráfico dos resultados de ensaios de recozimento dos traços de fissão em apatita de Durango correlacionando o comprimento dos traços de fissão versus a temperatura.</i>	<i>57</i>
<i>Figura 26 – Prensas de compactação usadas para fabricação das gaxetas.</i>	<i>58</i>

<i>Figura 27 – A: Apatita de Durango; B: Compactação da mesma em NaCl. C: Conjunto de célula de processamento usada na Prensa de Câmara Toroidal (Dir.- Esq.: Gaxeta, cilindro de Grafite, tampas de Pirofilita, cilindro de h-BN).</i>	60
<i>Figura 28 – Gaxeta antes e depois do ensaio.</i>	60
<i>Figura 29 – A Prensa Hidráulica com Câmara Toroidal de 1.000 tonf com sistema de refrigeração, pertencente ao Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados do Instituto de Física.</i>	61
<i>Figura 30 - Esquema mostrando (a) montagem para calibração de pressão e (b) detalhe do isolamento elétrico do calibrante.</i>	62
<i>Figura 31 - Gráfico mostrando a mudança de tensão versus a força aplicada durante a calibração de pressão com Bismuto e Itérbio para configuração de chumbo.</i>	63
<i>Figura 32 – Curva de pressão versus voltagem do transdutor tipo LVDT para configuração de chumbo.</i>	64
<i>Figura 33 - Esquema mostrando (a) montagem para calibração de temperatura e (b) detalhe do posicionamento do termopar.</i>	65
<i>Figura 34 - Gaxeta montada com termopar no seu interior.</i>	65
<i>Figura 35 - Gráfico mostrando a calibração de temperatura do termopar correlacionada com a potência fornecida para ao aquecimento. Condições de 7,7 GPa configuração grafite.</i>	66
<i>Figura 36 – Imagem de microscopia óptica com aumento de 400 vezes de um grão de apatita de Durango mostrando traços de fissão gerados por irradiação. Os traços confinados da amostra têm $\approx 16 \mu\text{m}$.</i>	69
<i>Figura 37 – Esquema mostrando o procedimento usual para revelação dos traços de fissão em apatita para a determinação da idade e histórias térmicas de uma amostra.</i>	71
<i>Figura 38 – Resina Castoline usada na manufatura das pastilhas para microscopia óptica.</i>	72
<i>Figura 39 – Lixas usadas no polimento das pastilhas. Na seringa há a pasta de diamante a $\frac{1}{4}$ de μm.</i>	72
<i>Figura 40 – Lupa do LGI-UFRGS usada na montagem das amostras.</i>	73
<i>Figura 41 – Microscópio biológico Olympus Bx40 do Laboratório de Geologia Isotópica da UFRGS.</i>	73
<i>Figura 42 - Autoscan de 3 eixos montado em um microscópio Zeiss, do Laboratório de Geologia Isotópica da UFRGS.</i>	73
<i>Figura 43 – Comparação entre face basal (2) e face prismática (1) para amostras totalmente recozidas da apatita de Durango i.e. sem traços de fissão. Medidas de 20 segundos.</i>	75
<i>Figura 44 – Comparação entre face basal (2) e face prismática (1) para amostras naturais da apatita de Durango, com traços de fissão espontâneos. Medidas de 20 segundos.</i>	76
<i>Figura 45 – Comparação entre face basal (2) e face prismática (1) para amostras da apatita de Durango que sofreram recozimento total e posterior irradiação, com a presença de traços induzidos. Medidas de 20 segundos.</i>	76
<i>Figura 46 – Espectros Raman da apatita de Durango com diferentes conteúdos de traços de fissão. Medidas de 180 segundos. Detalhes das densidades e comprimentos dos traços são detalhados na tabela 16 do item 4.4.4.</i>	77
<i>Figura 47 – Gráficos sobrepostos pela deconvolução Lorentziana, após remoção do background.</i>	78

<i>Figura 48 – Gráfico comparativo entre a área do pico 2 da banda do íon fosfato v3 (1082 cm⁻¹) e a densidade de traços em faces prismáticas, baseado na tabela 7 e na tabela 16 do item 4.4.4.</i>	<i>80</i>
<i>Figura 49 – Gráfico comparativo entre a área do pico 1 da banda do íon fosfato v4 (590 cm⁻¹) e a densidade de traços em faces prismáticas, baseado na tabela 7 e na tabela 16 do item 4.4.4.</i>	<i>81</i>
<i>Figura 50 – Gráfico comparativo entre a área do pico 1 da banda do íon fosfato v3 (1055 cm⁻¹) e a densidade de traços em faces prismáticas, baseado na tabela 7 e na tabela 16 do item 4.4.4.</i>	<i>81</i>
<i>Figura 51 – Gráfico comparativo entre a largura a meia altura do pico 1 da banda do íon fosfato v2 (426 cm⁻¹) e a densidade de traços em faces prismáticas, baseado na tabela 8 e na tabela 16 do item 4.4.4.</i>	<i>82</i>
<i>Figura 52 – Gráfico comparativo entre a largura a meia altura do pico 2 da banda do íon fosfato v3 (1082 cm⁻¹) e a densidade de traços em faces prismáticas, baseado na tabela 8 e na tabela 16 do item 4.4.4.</i>	<i>82</i>
<i>Figura 53 – Espectros Raman da apatita de Durango em faces basais com diferentes conteúdos de traços de fissão. Medidas de 20 segundos. Detalhes das densidades e comprimentos dos traços são discriminados na tabela 16 do item 4.4.4.</i>	<i>83</i>
<i>Figura 54 – Espectro FTIR da apatita de Durango</i>	<i>84</i>
<i>Figura 55 – Deconvolução Lorentziana do gráfico FTIR utilizado para definir o comprimento de onda do vale da banda de ≈1080 cm⁻¹.</i>	<i>85</i>
<i>Figura 56 – Curva de pressão versus voltagem do transdutor tipo LVDT para configuração de grafite para o conjunto de gaxetas SL.</i>	<i>86</i>
<i>Figura 57 – Curva de pressão versus voltagem do transdutor tipo LVDT para configuração de grafite para o conjunto de gaxetas V.</i>	<i>87</i>
<i>Figura 58 – Gráfico mostrando a calibração de temperatura do termopar correlacionada com a potência fornecida para ao aquecimento. Condições de 2,5 GPa configuração grafite.</i>	<i>87</i>
<i>Figura 59 – Gráfico mostrando a calibração de temperatura do termopar correlacionada com a potência fornecida para ao aquecimento. Condições de 4,0 GPa configuração grafite.</i>	<i>88</i>
<i>Figura 60 – Fatores de calibração de proporcionalidade zeta para 5 padrões estudados.</i>	<i>92</i>
<i>Figura 61 – Gráficos relacionando o comprimento do traço com o ângulo dele para o eixo c e a frequência dos comprimentos das alíquotas de controle para análises indiretas.</i>	<i>93</i>
<i>Figura 62 - Gráficos relacionando o comprimento do traço com o ângulo dele para o eixo c e a frequência dos comprimentos das alíquotas submetidas a condições de pressão de 2,0 e 4,0 GPa, sem aplicação de temperatura por 10 horas.</i>	<i>95</i>
<i>Figura 63 - Gráficos relacionando o comprimento do traço com o ângulo dele para o eixo c e a frequência dos comprimentos das alíquotas submetidas a condições de pressão de 2,0 GPa, com temperaturas de 150, 190 e 235°C por 10 horas.</i>	<i>96</i>
<i>Figura 64 - Gráficos relacionando o comprimento do traço com o ângulo dele para o eixo c e a frequência dos comprimentos das alíquotas submetidas a condições de pressão de 4,0 GPa, com temperaturas de 150 e 190°C por 10 horas.</i>	<i>97</i>
<i>Figura 65 – Comparação dos ensaios de recozimento de Barbarand et al. 2003 (Anexo C) com os dados obtidos nos ensaios (tabela 17).</i>	<i>99</i>

<i>Figura 66 – Modelo semi-quantitativo das curvas de recozimento parcial dos traços de fissão perante a ação de temperatura e pressão, baseadas nos dados de Barbarand et al. 2003 e ensaios realizados.</i>	<i>100</i>
<i>Figura 67 – Extrapolação do efeito da pressão associada à temperatura para os ensaios de 10 horas. Baseada no modelo semi-quantitativo, figura 66. Dados brutos no apêndice H.</i>	<i>101</i>
<i>Figura 68 – Curvas extrapoladas para diversas pressões de interesse geológico. Baseadas na figura 67, extrapolação feita com ensaios de 10 horas considerando temperatura e pressão. Dados brutos no apêndice I.</i>	<i>102</i>

LISTA DE TABELAS

<i>Tabela 1 – Estimativa teórica da distância total de trajetória para fissão do ^{235}U em fragmentos de fluorapatitas para pressões consideradas.</i>	<i>32</i>
<i>Tabela 2 – Parâmetros dos modos Raman em apatita para diferentes irradiações.</i>	<i>34</i>
<i>Tabela 3 – Idades absolutas e proporção dos teores de F e Cl dos padrões geológicos de apatitas usados nos ensaios.</i>	<i>37</i>
<i>Tabela 4 – Posição das bandas Raman em cm^{-1} para a série composicional da apatita $\text{CA}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}_{1-x}\text{Cl}_x$.</i>	<i>49</i>
<i>Tabela 5 – Séries radioativas de decaimento do U-Pb, com apresentação da abundância natural, dos radionuclídeos radioativos (Isótopos pais), do tempo de meia vida e da constante de decaimento.</i>	<i>67</i>
<i>Tabela 6 – Comparação das bandas e seus respectivos picos, em parêntese, dos espectros Raman mostrados na literatura com os gerados pelas deconvoluções nos padrões de comparação em faces prismáticas da apatita de Durango.</i>	<i>79</i>
<i>Tabela 7 – Medida da área dos picos dos espectros Raman, definidos pelas deconvoluções dos espectros dos padrões de comparação em faces prismáticas da apatita de Durango.</i>	<i>79</i>
<i>Tabela 8 – Medida da largura a meia altura dos picos dos espectros Raman, definidos pelas deconvoluções dos espectros dos padrões de comparação em faces prismáticas da apatita de Durango.</i>	<i>80</i>
<i>Tabela 9 – Bandas de absorção no IR (cm^{-1}).</i>	<i>85</i>
<i>Tabela 10 – Aplicação da equação 2 e 3 de Siddall et al. (1998) para os gráficos de FTIR obtidos, referentes ao vale localizado na banda ≈ 1080.</i>	<i>86</i>
<i>Tabela 11 – Dados da dosimetria neutrônica referentes à irradiação de 2010.</i>	<i>89</i>
<i>Tabela 12 – Dados da dosimetria neutrônica referentes à irradiação de 2008.</i>	<i>90</i>
<i>Tabela 13 – Dados de três medidas do fator de geometria.</i>	<i>90</i>
<i>Tabela 14 – Dados das contagens realizadas para calibração do fator de proporcionalidade zeta.</i>	<i>91</i>
<i>Tabela 15 – Somatório dos fatores zeta para definição do zeta médio do observador.</i>	<i>92</i>
<i>Tabela 16 – Amostras padrões para a espectroscopia Raman que serão usados para comparar com os dados obtidos nos ensaios.</i>	<i>94</i>
<i>Tabela 17 – Compilação dos dados dos ensaios submetidos a condições de 2,0 e 4,0 GPa e temperaturas variando de 0 a 235°C por 10 horas.</i>	<i>98</i>

LISTA DE EQUAÇÕES

<i>Equação 1 – Modelo paralelo: modelamento semi-quantitativo para demonstrar o efeito da pressão na escala relevante para o tempo geológico.....</i>	<i>30</i>
<i>Equação 2 – Equação relacionando o vale de comprimento de onda de $\approx 1080 \text{ cm}^{-1}$ com o conteúdo de flúor (F) das amostras analisadas (COD = 0,88).....</i>	<i>53</i>
<i>Equação 3 – Equação relacionando o vale de comprimento de onda de $\approx 1080 \text{ cm}^{-1}$ com o conteúdo de cloro (Cl) das amostras analisadas (COD = 0,93).....</i>	<i>53</i>
<i>Equação 4 – Equação da idade para traços de fissão.</i>	<i>67</i>

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

P – Pressão.

T – Temperatura.

t – tempo.

TFA – Traços de Fissão em Apatita.

TSZ – Zona de Estabilidade Total (*Total Stability Zone*).

PAZ – Zona de Recozimento Parcial (*Partial Annealing Zone*).

TAZ – Zona de Recozimento Total (*Total Annealing Zone*).

DAC – Célula de Bigorna de Diamante (*Diamond Anvil Cell*).

TinT – Traços Confinados do Tipo Traço no Traço.

TinCLE – Traços Confinados do Tipo Traço em Clivagem.

TinDEF – Traços Confinados do Tipo Traço em Defeitos.

IR – Infravermelho.

LGI – Laboratório de Geologia Isotópica.

LAPMA – Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados.

CME – Centro de Microscopia Eletrônica

IPEN – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.

FCT - *Fish Canyon Tuff*

DUR - Durango

CN5 - Vidro dopado com urânio.

PVA - Álcool Polivinílico

h-BN – Nitreto de Boro hexagonal.

apfu – ânion por unidade de fórmula (*anion per formula unit*).

u.a. – unidade arbitrária.

COD – Coeficiente de determinação (*Coefficient of determination*).

LISTA DE SÍMBOLOS

°C – graus Celsius.

atm – atmosfera (1 atm \approx 0,1 MPa \approx 1 bar).

kbar – quilobar (1.000 bar = 1 kbar \approx 100 MPa).

MPa – Mega Pascal.

GPa – Giga Pascal (1.000 MPa = 1 GPa).

Ma – Mega anos (10^6 anos)

Ga – Giga anos (10^9 anos)

n – nêutrons.

km – quilômetro

cm² – centímetros quadrados.

nm – nanômetro.

µm – micrômetro.

ppm – Parte por milhão.

Å – Ångström.

s – segundos.

y – anos

h – horas.

tonf – Tonelada-força (1 tonf \approx 9,81 quilonewton)

V – volt

mV – milivolt

W – Watt

²³⁸U – Urânio 238.

²³⁵U – Urânio 235.

²⁵²Cf – Califórnio 252.

F – Flúor

Cl – Cloro

t' – idade – relativo ao cálculo da idade de Traços de Fissão em Apatita.

ρ_s – densidades de traços espontâneos.

ρ_i – densidades de traços induzidos.

λ_D – constante de decaimento α do ²³⁸U. ($\lambda_D = \lambda_\alpha + \lambda_f$ dado que $\lambda_\alpha \gg \lambda_f$ logo $\lambda_D \approx \lambda_\alpha$)

λ_{α} – constante de decaimento do ^{238}U por emissão de partícula alfa.

λ_f – constante de decaimento do ^{238}U por fissão espontânea.

ρ_d – densidade de traços do dosímetro.

G – fator de geometria.

ζ – fator de proporcionalidade zeta.

4π – superfície interna do mineral.

2π – superfície externa do mineral.

e.d.– superfície do detector externo.

n – Número de grãos contados

$\sum Nd$ – Somatório do número de traços induzidos contados no dosímetro.

$\sum Ns$ – Somatório do número de traços espontâneos contados na população de grãos.

$\sum Ni$ – Somatório do número de traços induzidos contados no Kapton.

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

se – Erro padrão (*Standard error*)

//c – Paralelo ao eixo cristalográfico “c” (face prismática).

\perp c – Perpendicular ao eixo cristalográfico “c” (face basal).

l – Comprimento final do traço.

l_0 – Comprimento inicial do traço.

$\Delta\nu$ – Deslocamento da frequência da banda – Deslocamento Raman.

$\Delta\Gamma$ – Variação da Largura – Deslocamento Raman.

\approx – Aproximadamente.

$\geq n$ – Maior ou Igual que “n”.

100x – Cem vezes, referente a aumento em microscopia.

10×10 – área.

$10 \times 10 \times 10$ – volume.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	19
1.1. PROBLEMA	21
1.1.1. Hipóteses	21
1.1.2. Técnicas de solução	22
1.2. OBJETIVOS E METAS	22
1.3. FLUXOGRAMA PROJETUAL	23
1.4. APLICAÇÃO GEOLÓGICA	24
2. REFERENCIAL TEÓRICO	24
3. TÉCNICAS	36
3.1. PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA OS ENSAIOS	36
3.1.1. Relevância e adequação das amostras	36
3.1.2. Procedimento	37
3.1.3. Pontos críticos	38
3.1.4. Equipamento utilizado	39
3.2. IRRADIAÇÃO	40
3.2.1. Relevância e adequação da técnica	40
3.2.2. Procedimento	41
3.2.3. Pontos críticos	43
3.2.4. Equipamento utilizado	43
3.3. CÂMARA DE BIGORNA DE DIAMANTE	45
3.3.1. Relevância e adequação da técnica	46
3.3.2. Procedimento	46
3.3.3. Pontos críticos	46
3.3.4. Equipamento utilizado	47
3.3.5. Precisão da técnica	47

3.4. ESPECTROSCOPIA RAMAN	48
3.4.1. Relevância e adequação da técnica	48
3.4.2. Procedimento	50
3.4.4. Equipamento utilizado.....	51
3.4.5. Precisão da técnica.....	52
3.5. ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER.....	52
3.5.1. Relevância e adequação da técnica	53
3.5.2. Procedimento	54
3.5.3. Pontos críticos	54
3.5.4. Equipamento utilizado.....	55
3.6. PRENSA DE CÂMARA TOROIDAL.....	55
3.6.1. Relevância e adequação da técnica	57
3.6.2. Procedimento	58
3.6.3. Pontos críticos	61
3.6.4. Equipamento utilizado.....	61
3.6.5. Precisão da técnica.....	62
3.7. MÉTODO DOS TRAÇOS DE FISSÃO.....	66
3.7.1. Procedimento	68
3.7.2. Pontos críticos	71
3.7.3. Equipamento utilizado.....	72
3.7.4. Precisão da técnica.....	74
4. RESULTADOS	75
4.1. ESPECTROS RAMAN	75
4.1.1. Diferenças entre faces basais e prismáticas.....	75
4.1.2. Padrões com diferentes densidades de traços.	77
4.1.3. Espectros gerados durante o ensaio na DAC	83

4.2. ESPECTROS NO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER.....	84
4.3. CALIBRAÇÃO PRENSA TOROIDAL.....	86
4.4. CONTAGENS POR MEIO DE MICROSCOPIA ÓPTICA.....	89
4.4.1. Dosimetria Neutrônica.....	89
4.4.2. Fator de Geometria.....	90
4.4.3. Fator de proporcionalidade zeta.	91
4.4.4. Contagens para análises indiretas.....	93
4.4.5. Contagens dos ensaios submetidos a condições Pt.....	95
4.4.6. Contagens dos ensaios submetidos a condições PTt.....	96
4.4.7. Modelos das curvas de recozimento.....	99
5. DISCUSSÃO.....	103
6. CONCLUSÃO.....	107
REFERÊNCIAS.....	108
Apêndice A – Dosimetria neutrônica referentes à irradiação de 2010.....	113
Apêndice B – Dosimetria neutrônica referentes à irradiação de 2008.....	116
Apêndice C – Dados das contagens do fator de geometria.	117
Apêndice D – Contagens do fator de proporcionalidade zeta.	121
Apêndice E – Contagens para análises indiretas.....	129
Apêndice F – Contagens dos ensaios submetidos a condições Pt.	139
Apêndice G – Contagens dos ensaios submetidos a condições PTt.....	144
Apêndice H – Dados da extrapolação da pressão associada à temperatura.	157
Apêndice I – Dados das extrapolações para pressões de interesse geológico.....	157
Anexo A - Donelick <i>et al.</i> (2003).....	158
Anexo B - Galbraith <i>et al.</i> 2005.	159
Anexo C - Barbarand <i>et al.</i> 2003.....	160

1. INTRODUÇÃO

Segundo Fleischer *et al.* (1965) o método por traços de fissão é fundamentado na propriedade que o isótopo ^{238}U , contido em alguns minerais, tem de se fissionar espontaneamente de uma maneira contínua no tempo geológico, e na sensibilidade térmica dos defeitos gerados pela fissão no retículo cristalino do mineral.

Durante a fissão o átomo de ^{238}U divide-se em dois novos átomos (Kp e Ba), além de partículas alfa e nêutrons, liberando um grande montante de energia cinética através do lançamento dos dois átomos filhos em direções opostas. Essas partículas ionizantes interagem eletrostaticamente com os átomos do mineral criando um estreito rastro ao longo de sua trajetória na rede cristalina (figura 1). Este desarranjo é formado por vários defeitos com simetria cilíndrica, chamado de traço latente e o sólido que o contém de detector. Os traços são susceptíveis ao calor e permanecem no mineral desde que este não seja aquecido (figura 2), o que levaria ao rearranjo dos átomos perturbados. Para as fluorapatitas que são usadas nesse estudo a zona de estabilidade dos traços de fissão aceita é compreendida entre 60 – 110°C.

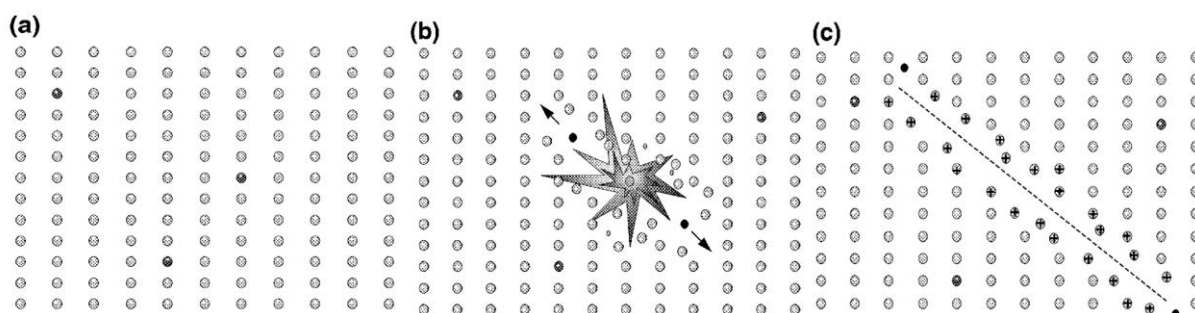


Figura 1 – Modelo de pontas de explosão iônica, com a formação dos traços de fissão.

Fonte: Fleisher *et al.* 1975.

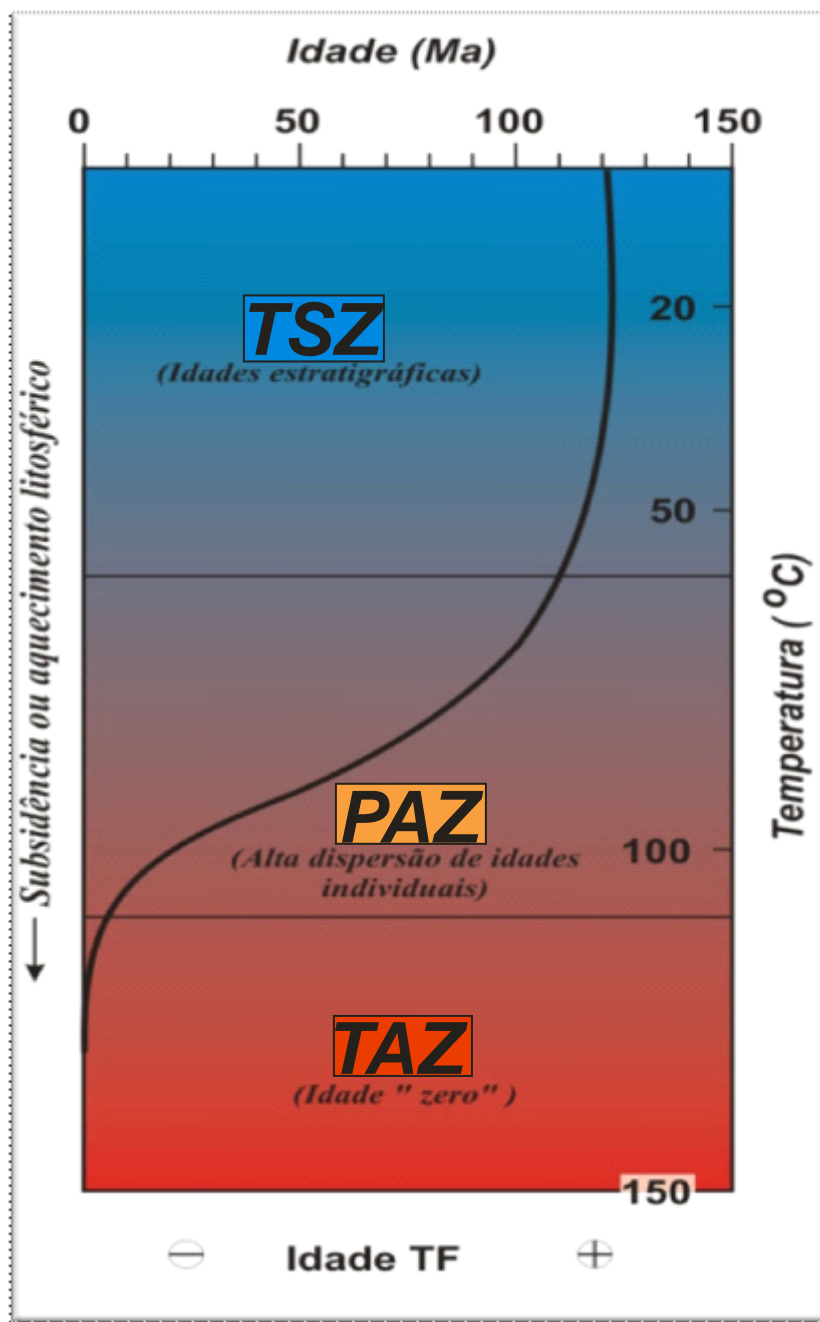


Figura 2 – Zonas de estabilidade dos traços de fissão em apatita.

Notas:

Zona de Recozimento Total (TAZ) onde não há preservação dos traços;

Zona de Recozimento Parcial (PAZ), onde os traços de fissão sofrem recozimento gradual durante o decorrer do tempo geológico;

Zona de Estabilidade Total (TSZ) onde os traços de fissão não sofrem recozimento.

Fonte: Modificado de Naeser *et al.* 1989

Os traços de fissão são formados continuamente através do tempo geológico, a uma taxa conhecida, fazendo com que seja possível utilizar a densidade de traços contidos no mineral para estimar o tempo a partir do qual os traços começaram a se acumular.

1.1. PROBLEMA

Dado que o método dos traços de fissão baseia-se na contagem de defeitos cristalinos na estrutura mineral para se obter indiretamente o número de isótopos filhos em um determinado momento da história do mineral, o mecanismo de estabilidade dos traços de fissão tem elevada importância. Outros fatores poderiam afetar as densidades e os comprimentos dos traços perturbando os resultados e interpretações desses dados.

Esse mecanismo é composto por diversos parâmetros relevantes como a composição química, estequiometria, estrutura cristalina, especiação mineral. Através de sistemáticos trabalhos foi constatado que o mais importante fator para o controle do recozimento dos traços fissionados a partir do ^{238}U é a temperatura, sendo que abaixo da temperatura de fechamento¹ os comprimentos dos traços de fissão ficam congelados no cristal.

O efeito da pressão em traços de fissão em apatita não teve estudos profundos até o trabalho de Wendt *et al.* (2002). Entretanto, devido a questões metodológicas, os resultados não foram bem aceitos pela comunidade como visto em Kohn *et al.* (2003). Mesmo com os trabalhos posteriores de Vidal *et al.* (2003), Donelik *et al.* (2003), Cruz *et al.* (2005), Liu *et al.* (2008) e Lang *et al.* (2008), não foram apresentados dados que resolvessem o problema.

1.1.1. Hipóteses

É indiscutível que a temperatura é crucial no mecanismo de recozimento dos traços de fissão, contudo é defendido por Wendt *et al.* (2002) que os princípios da

¹ Segundo Dodson *et al.* (1973), conceito adotado por vários sistemas radiométricos. Consiste na temperatura mínima para a estabilização da estrutura de um determinado mineral iniciando o armazenar de um isótopo radiogênico ou no caso uma temperatura mínima para que traços decorrentes da fissão não sejam apagados completamente por rearranjo do sistema cristalino.

difusão atômica requerem que ocorra um decréscimo exponencial do coeficiente intrínseco de difusão com o aumento da pressão.

1.1.2. Técnicas de solução

As técnicas que serão usadas para averiguar a estabilidade dos traços de fissão em apatita consistirão de ensaios na Prensa de Bigorna de Diamante (DAC) para testar os efeitos da pressão e ensaios na Prensa de Câmara Toroidal para verificar a ação da pressão aliada à temperatura. São realizadas análises estatísticas usuais do método dos traços de fissão em apatita (TFA) para estudar as amostras. Quando viável são usados métodos qualitativos como Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) e Espectroscopia Raman visando acompanhar os processos.

1.2. OBJETIVOS E METAS

Os objetivos deste trabalho compreendem:

- a) Estudar o efeito da pressão sobre o mecanismo de recozimento dos traços de fissão em apatita.
- b) Estudar os efeitos da pressão aliada à temperatura sobre o mecanismo de recozimento dos traços de fissão em apatita.
- c) Confrontar os resultados obtidos com os apresentados por pesquisas anteriores.
- d) Modelar os efeitos da pressão aliada à temperatura para as condições geológicas à que amostras estudadas pela técnica de termocronologia por traços de fissão em apatita são submetidas na natureza.

Com os produtos desse trabalho esperamos obter dados que demonstrem se há influência significativa da pressão no recozimento dos TFA em condições geologicamente relevantes.

1.3. FLUXOGRAMA PROJETUAL

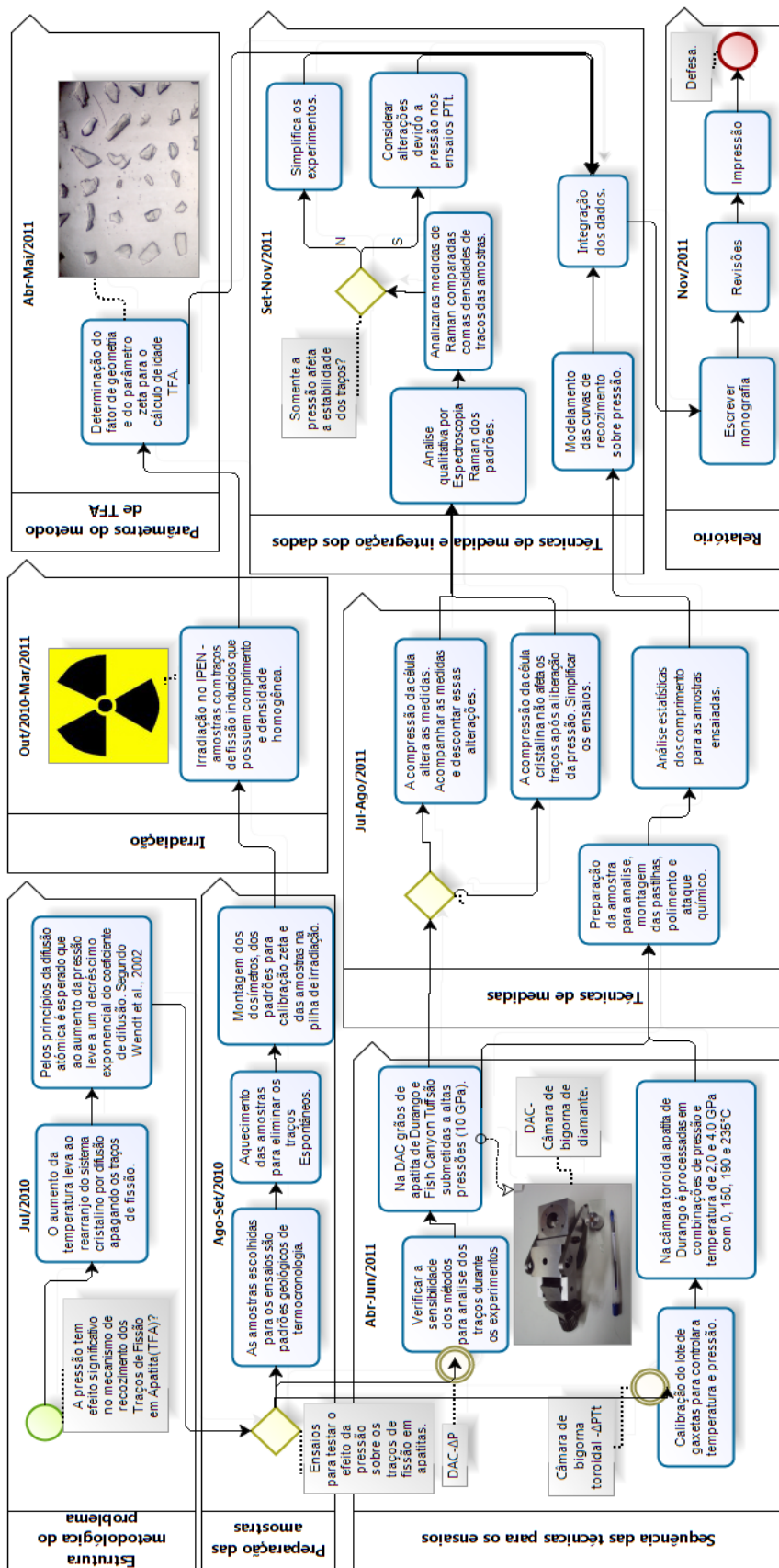


Figura 3 – Fluxograma projetual.

1.4. APLICAÇÃO GEOLÓGICA

Termocronologia pelo método dos traços de fissão tem como principais objetivos contar a história termal de bacias sedimentares, estudar a denudação e o soerguimento, datar rochas vulcânicas e realizar estudos de proveniência, entre outros. Conhecer e quantificar os parâmetros controladores do recozimento dos traços de fissão é de vital importância para definir idades de eventos térmicos, permitir traçar histórias de resfriamento e identificar eventos geológicos diferenciados.

2. REFERENCIAL TEÓRICO

Em meados de 1960 e 1970 foram estudados quantitativamente por Fleisher *et al.* (1965) os complicados efeitos controladores do processo de difusão em minerais e vidros relativos à pressão e estresse. Os resultados apontaram que a temperatura é o fator dominante no mecanismo de recozimento dos traços.

Esse trabalho foi seguido pela descrição de uma pequena dependência da pressão em sistemas de difusão do argônio em flogopita por Gilletti *et al.* (1977 *apud.* Wendt *et al.*, 2002), e posteriormente uma dependência não linear da pressão na difusão do argônio em vidros e fusões riolíticas por Behrends *et al.* (2001 *apud.* Wendt *et al.*, 2002).

Até então não havia dados quantitativos confiáveis da dependência da pressão nos processos de recuperação, controladores de sistemas de datação dependentes do retículo cristalino².

² Como o método potássio/argônio, que depende do confinamento de isótopos filhos gasosos na estrutura mineral, e o método dos traços de fissão, é dependente dos defeitos cristalinos no retículo.

Baseado nessa falta de dados confiáveis foi proposto por Wendt *et al.* (2002) um programa experimental para o estudo quantitativo da sistemática do recozimento dos traços de fissão em minerais. Neste trabalho eles descreveram os resultados obtidos nos minerais comumente usados em termocronologia quanto ao efeito da pressão, temperatura e estresse. Suas principais conclusões foram que o recozimento dos traços de fissão em apatita é extremamente sensível à pressão e ao estresse (figura 4), que os modelos atuais de recozimento usados em problemas geológicos são extremamente limitados e introduzem erros na derivação de idades de fechamento, trajetória de exumação e taxas de erosão e exumação. Visando remediar isso ele propôs um modelo alternativo do recozimento dos traços de fissão em apatita (figura 5).

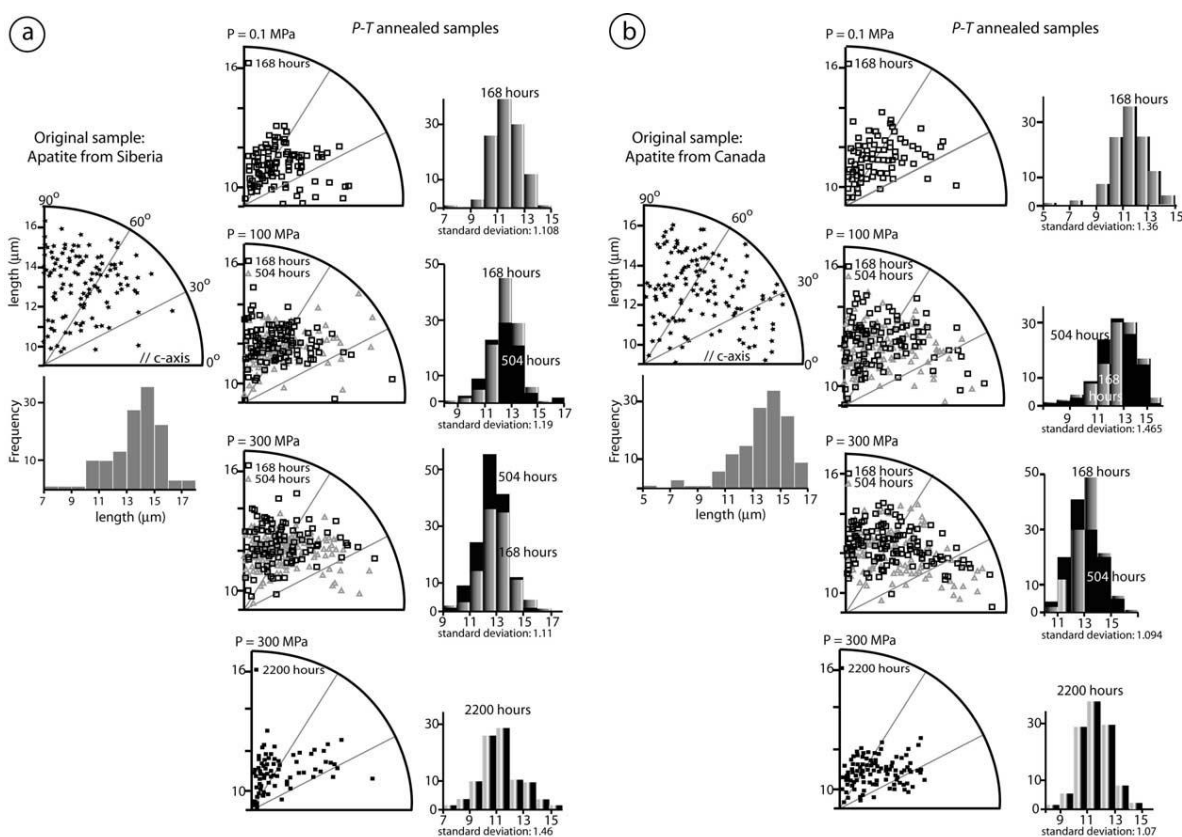


Figura 4 – Gráficos polares e gráficos de frequência da distribuição do comprimento dos TFA, resultados dos processos experimentais de comprimento de traços confinados espontâneos do tipo TinT.

Todas as amostras foram aquecidas a 250°C, sobre varias pressões e tempo de experimentação entre 168 h – 2200 h, orientação //c.

Fonte: Wendt *et al.* 2002.

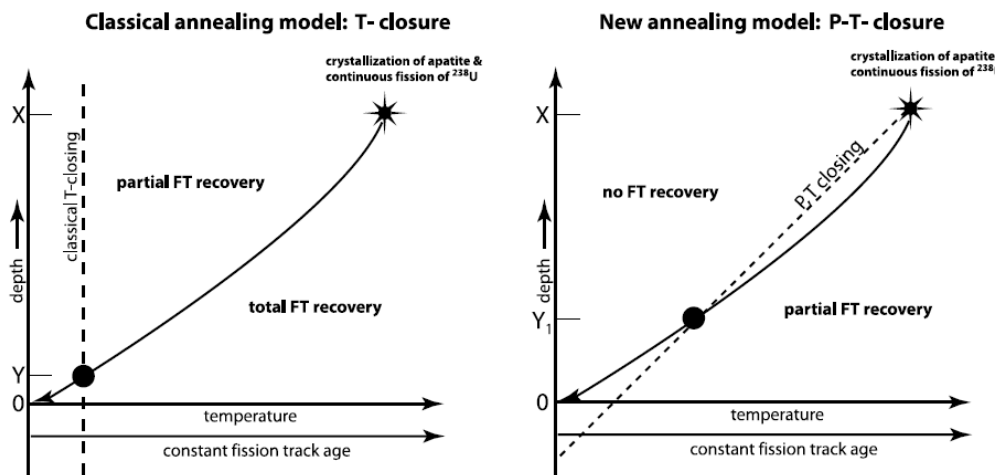


Figura 5 – Comparação qualitativa do modelo clássico de recozimento versus o modelo proposto por Wendt.

Fonte: Wendt *et al.* 2002.

No ano seguinte foi publicada uma réplica por Kohn *et al.* (2003), na qual foi defendido que o efeito da pressão sobre o recozimento dos traços de fissão deve ser mínimo. Os principais argumentos apresentados foram:

a) Evidências de perfurações profundas no escudo Báltico (Gravberg-1 e Kola SG3) que mostraram idades TFA reduzidas a zero devido a temperaturas de 100 – 120°C e pressões de 200 MPa (0,2 GPa) indicariam que a pressão teria uma influência de segunda ordem (figura 6).

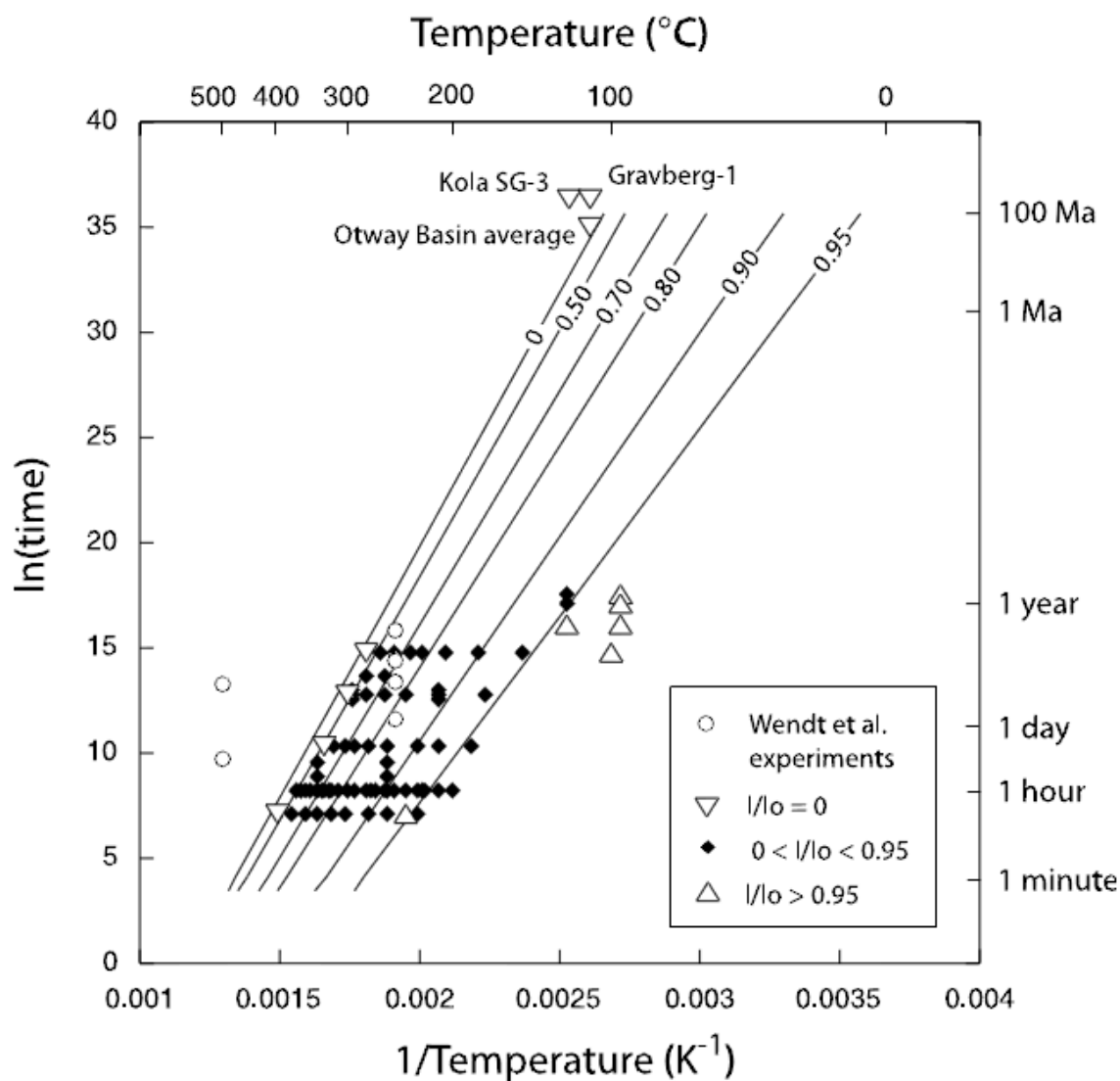


Figura 6 – Comparação dos experimentos de Wendt *et al.* (2002) com os dados obtidos das perfurações profundas conforme o modelo de recozimento descrito por Laslett *et al.* (1987).

Notar que as condições para o completo recozimento predito pela extrapolação do modelo de “Fanning” de Laslett *et al.* (1987) é consistente com as observação das perfurações profundas.

Fonte: Kohn *et al.* 2003.

b) Autores questionaram a escolha do uso de traços de fissão espontâneos por Wendt *et al.* (2002) dado que a cinética de recozimento não é linear para o tamanho dos traços, i.e., para uma exposição térmica durante um determinado intervalo os traços longos apagarão inicialmente a uma taxa maior que traços que já tenham sofrido recozimento parcial (figura 7).

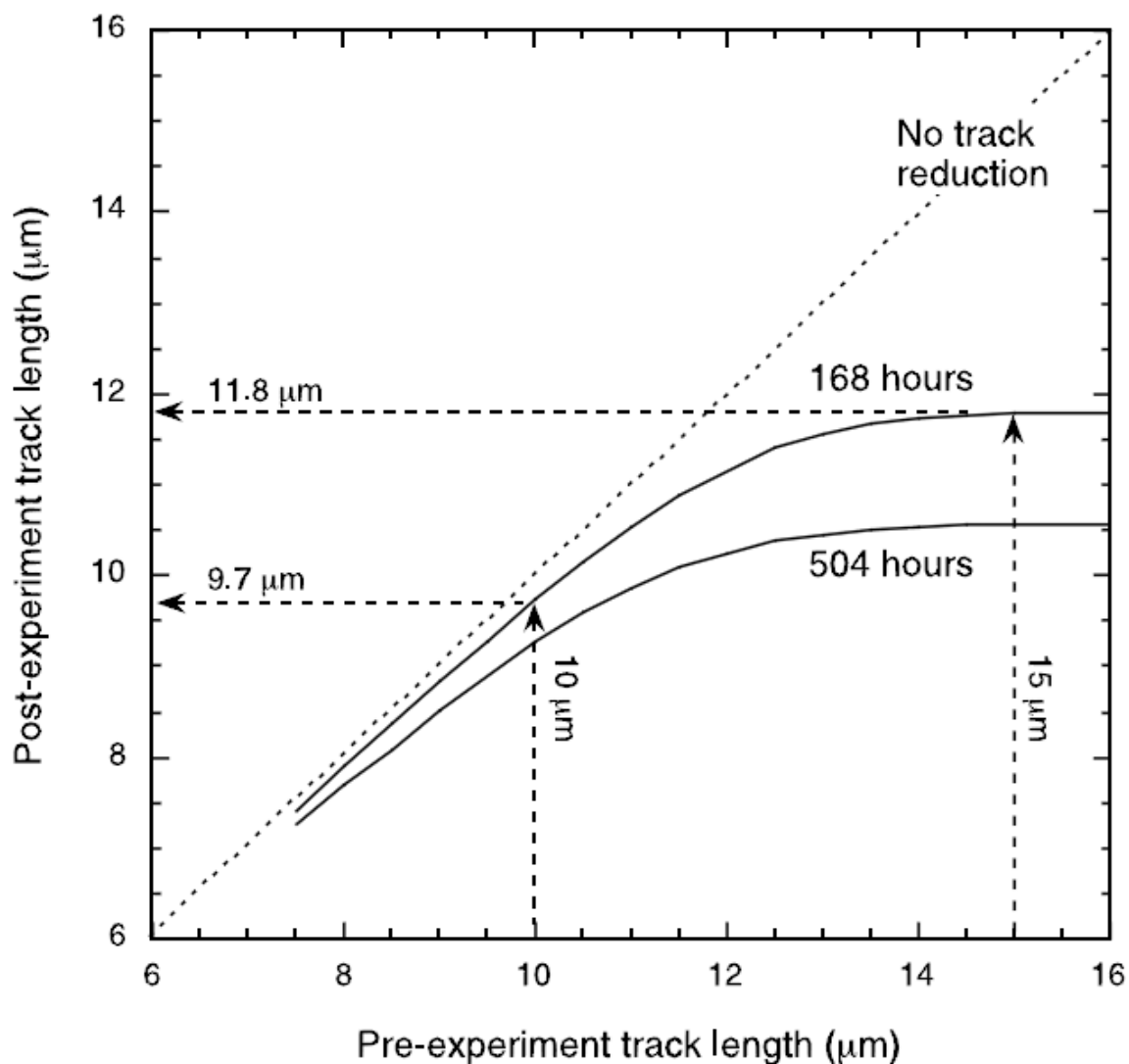


Figura 7 – Gráfico mostra como traços de fissão espontâneos individuais em amostras naturais irão evoluir durante um experimento de recozimento em laboratório.

Temperatura de 250°C sobre diferentes períodos de tempo. Para um tempo de aquecimento equivalente e a mesma temperatura traços espontâneos de comprimentos variados irão sofrer recozimento de maneira não linear.

Fonte: Kohn *et al.* 2003.

c) Problemas com efeitos de anisotropia e cristalografia: é bem definido que traços paralelos ao eixo cristalográfico *c* possuem um recozimento mais rápido³. Contudo, o trabalho de Wendt *et al.* (2002) mostra dados contrários a esse paradigma. Foi sugerido que poderia ter ocorrido problemas na orientação das amostras durante a irradiação com ²⁵²Cf, o que geraria dados contraditórios.

Concluindo foi dito:

Os experimentos de Wendt *et al.* estão repletos de erros e as conclusões deles baseadas nesses experimentos são totalmente inconsistentes com as evidências de perfurações profundas. Além disso, eles não tentaram extrapolar os resultados de seus experimentos para tempos de aquecimento e temperaturas geologicamente relevantes. Isso tem sido um teste fundamental que todos os outros modelos de recozimento predecessores tiveram de passar. O estudo deles claramente falha neste mesmo teste. [...] Na nossa opinião, as implicações dos resultados reportados foram claramente exagerados, e longe de serem intimidantes, tem uma pequena relevância tanto para estudos de recozimento dos TFA anteriores, quanto para extrapolações baseadas neles, ou para a aplicação rotineira nas análises de traços de fissão para elucidar as informações da história termal sobre condições geológicas.
(KOHN *et al.* 2003, p.305)

No mesmo ano, após seis meses, o grupo de pesquisa de Wendt publica a tréplica referida como Vidal *et al.* (2003). Em relação ao comentário de Kohn *et al.* (2003) foi dito que os argumentos deles não tinham bases experimentais que conflitassem com os dados de Wendt *et al.* (2002). As respostas às questões levantadas por Kohn *et al.* (2003) seguem abaixo:

a) Os dados dos poços profundos (Gravberg-1 e Kola SG3) não seriam representativos da pressão litosférica devido a várias zonas cisalhantes e fissuras mineralizadas. No poço de Kola na profundidade das amostragens as pressões efetivas foram estimadas, por Morrow *et al.*(1994), como 40% menores que a esperada para a pressão litosférica. Como consequência os dados desses poços requerem uso cuidadoso para comparação com os dados obtidos por Wendt *et al.* (2002) e não podem ser usados para negar o efeito da pressão, já que as pressões envolvidas seriam menores e não aumentariam a estabilidade dos traços em relação ao gradiente geotérmico. Para poder representar esses dados foi feita uma modelagem semi-quantitativa para demonstrar o efeito da pressão na escala relevante para o tempo geológico.

³ Descrito por Donelick *et al.* (1990, *apud.* KOHN *et al.* 2003); *id.*, (1991, *apud.* KOHN *et al.* 2003) e *id.*, (1999, *apud.* KOHN *et al.* 2003)

A equação após as aproximações deduzidas no artigo (Vidal *et al.* 2003) pode ser apresentada da seguinte forma:

$$\ln\left(1 - \frac{l}{l_0}\right) = 0,209 \cdot \ln(t) + 3,87 - \left\{ \frac{[35090 - 1,2 \cdot (P - 1)]}{(8,3144 \cdot T)} \right\}$$

Equação 1 – Modelo paralelo: modelamento semi-quantitativo para demonstrar o efeito da pressão na escala relevante para o tempo geológico.

Notas:

- l – Comprimento final do traço.
- l₀ – Comprimento inicial do traço.
- t – Tempo (s).
- P – Pressão (bar).
- T – Temperatura (K)

Fonte: Vidal *et al.* 2003.

Com essa equação foi feito o seguinte gráfico (figura 8) onde são relacionados os experimentos de recozimento P-T (Wendt *et al.* 2002) com os dados das perfurações profundas e os experimentos de recozimento reportados por Khon *et al.* (2003)

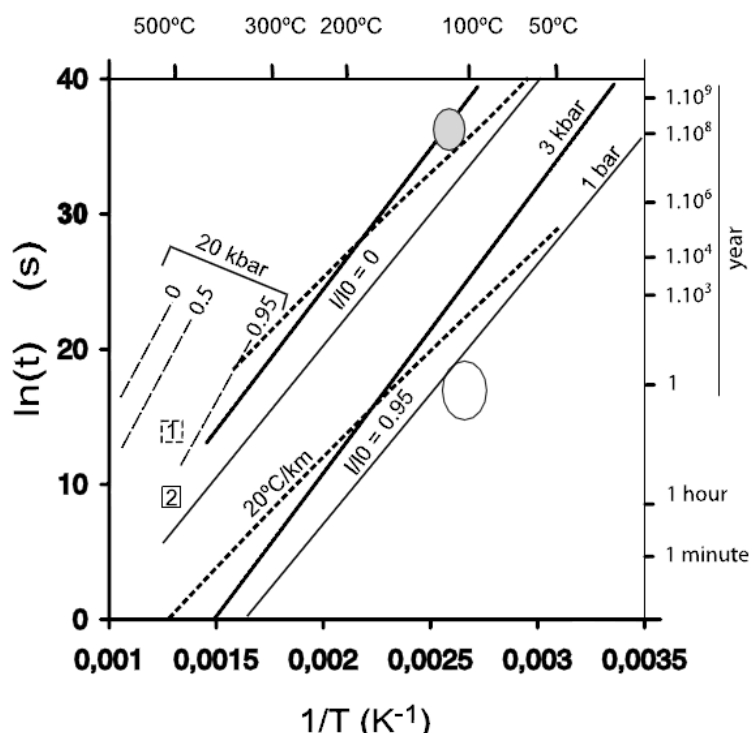


Figura 8 – Gráfico de Arrhenius onde são relacionados os experimentos de recozimento P-T de Wendt *et al.* 2002 com os dados das perfurações profundas e os experimentos de recozimento.

Comprimento inicial dividido pelo comprimento final (l/l_0). As linhas contínuas finas demarcam os experimentos na condição de 1 kbar (0,1 GPa), as linhas contínuas grossas demarcam 3 kbar (0,3GPa) e as pontilhadas finas demarcam 20 kbar (2 GPa). As linhas pontilhadas grossas representam a geoterma de 20°C/km ($P=0,07 \cdot T$). As caixas são os experimentos a 500°C A elipse branca reporta os exemplos reportados por Khon *et al.* (2003) e a elipse cinzas mostram os dados efetivos das perfurações profundas de Gravberg-1 e Kola SG3.

Fonte Vidal *et al.* 2003.

b) Sobre a escolha dos traços espontâneos Vidal *et al.* (2003) afirma “[...] Nosso uso dos traços espontâneos foi baseado no simples fato de que somente traços espontâneos existem na natureza! [...]”. Adiante no artigo é afirmado que os supostos erros fundamentais apontados por Wendt *et al.* (2003) devido a introdução de amostras que contenham diferentes comprimentos de traços de fissão é negligenciável quando comparado a: (1) a magnitude do decréscimo da taxa de recozimento com o acréscimo da pressão, e (2) as incertezas nas temperaturas experimentais.

c) Quanto à anisotropia e cristalinidade é afirmado que os ataques químicos seguiram os padrões em vigor, e que as orientações dos minerais estão corretas. Sobre a contradição entre os experimentos de recozimento P-T versus recozimento T quanto às taxas de recozimento em relação aos eixos cristalinos, disse o seguinte:

[...] Nós não inferimos que as observações de nossas amostras recozidas⁴ a P-T eram comparáveis a observações feitas anteriormente em amostras recozidas a T (recozimento mais lento //c (Donelick *et al.* (1990) id, (1991) e id, (1999)), mas simplesmente que o recozimento era anisotrópico e que esse comportamento de recozimento anisotrópico também é conhecido por experimentos de recozimento devido à temperatura. É difícil de constatar através de nossos experimentos que traços de fissão subparalelos ao eixo “c” apagam a uma taxa menor que outras orientações devido ao número limitado de traços paralelos a “c” e a eficiência anisotrópica na revelação química da apatita.[...] É incerto que o uso do ²⁵²Cf na irradiação das amostras com poucos traços tenha deturpado à distribuição dos comprimentos. [...]
(Vidal *et al.* 2003, P.310)

Na conclusão do artigo Vidal *et al.* (2003) afirmaram:

(1) que não há erros fundamentais no trabalho de Wendt *et al.* (2002); (2) o recozimento dos traços de fissão em apatita é dependente da pressão e do estresse; (3) É possível adaptar um modelo empírico existente para reproduzir os resultados dos experimentos de P-T. (4) A extrapolação dos dados para a escala de tempo geológico não é contraditório com os dados apresentados nas perfurações de Gravberg-1 e Kola. (5) Pressão e estresse não devem ser negligenciados na discussão de evolução T-t quando usado o método dos TFA. [...] Nós concordamos com Khon *et al.* (2003) que nossos estudos ‘*levantam assuntos importantes, que convidam para mais, investigações experimentais cuidadosas [...]*’. [...] O trabalho apresentado por Wendt *et al.* (2002) e aqui não reivindica completude, mas mostra uma possível direção a ser seguida.
(Vidal *et al.* 2003)

Concomitantemente é publicado o artigo de Donelick *et al.* (2003), Neste trabalho é feito uma comparação limitada, pressões de 1 bar a 1 kbar, com os ensaios de Wendt *et al.* (2002). Contudo não foi observado nenhum efeito significativo da

⁴ Optamos traduzir o termo “*annealing*” como “recozimento”, “*Anneal*” como “recozir” e “*annealed*” como recozida.

pressão sobre as condições de tempo e temperatura estudadas (dados reproduzidos no Anexo A). Mais importante, eles não conseguiram reproduzir os dados dos ensaios de 168 horas a 250°C submetidos a pressões entre 1 bar a 1 kbar. Foi concluído que a significativa dependência de pressão observada em Wendt *et al.* (2002) foi devido a incompatibilidade das calibrações entre termopares dos diferentes aparatos usados.

Dois anos depois é publicado o artigo por Cruz *et al.* (2005) que dá continuidade à linha de pesquisa de Wendt *et al.* (2002). Nele foi apresentado um **estudo teórico** onde são **estimadas** as mudanças no poder de frenagem iônica através de uma seção cruzada devido a mudanças induzidas pela pressão sobre a estrutura cristalina de fluorapatita⁵, os dados gerados estão na tabela 1. Segundo os autores: “[...] a estimativa da redução do comprimento registrado nos traços de fissão na nossa apatita “randômica” idealizada sobre pressão foi menos profunda que o esperado. [...]” - Cruz *et al.* (2005).

Tabela 1 – Estimativa teórica da distância total de trajetória para fissão do ²³⁵U em fragmentos de fluorapatitas para pressões consideradas.

Atomic number	Atomic mass	Energy (MeV)	Total path ranges (μm)			
			2 GPa	10 GPa	105 GPa	Free
43	96	93.1	8.1	7.7	5.8	7.9
56	137	61.4	5.5	5.3	4.1	5.4

Fonte: Cruz *et al.* 2005.

Um estudo do comportamento do espectro Raman de uma apatita de Durango irradiadas com íons pesados rápidos (*Swift heavy ion*) com e sem a ação da pressão foi descrito em Liu *et al.* (2008). Nele é apresentado o comportamento dos espectros quanto à fluência da irradiação (figura 9), os dados são resumidos na tabela correspondente ao gráfico (tabela 2). Dos experimentos medidos sob efeito da pressão de até 10,5 GPa foi gerado o gráfico relativo ao comportamento do espectro Raman à compressão da célula cristalina da apatita (figura 10) e a comparação do espectro Raman em apatita (a) não irradiada, (b) irradiada a 10,5 GPa e (c) irradiada à P ambiente (figura 11). As conclusões do trabalho indicaram: (1) que os espectros apresentaram significativas variações nos modos vibracionais a

⁵ Devido à compressão do retículo cristalino a energia cinética disponível pela fissão geradora do traço percorreria uma trajetória menor, logo em **teoria** os comprimentos seriam menores.

partir de fluências $\geq 8 \cdot 10^{12}$ íons/cm² e (2) que as comparações do espectro Raman entre a amostra irradiada a 10,5 GPa e a irradiada à P ambiente mostraram menos modificações nas irradiadas a 10,5 GPa. Isso sugere que a pressão aumenta a estabilidade da estrutura cristalina ao efeito da radiação.

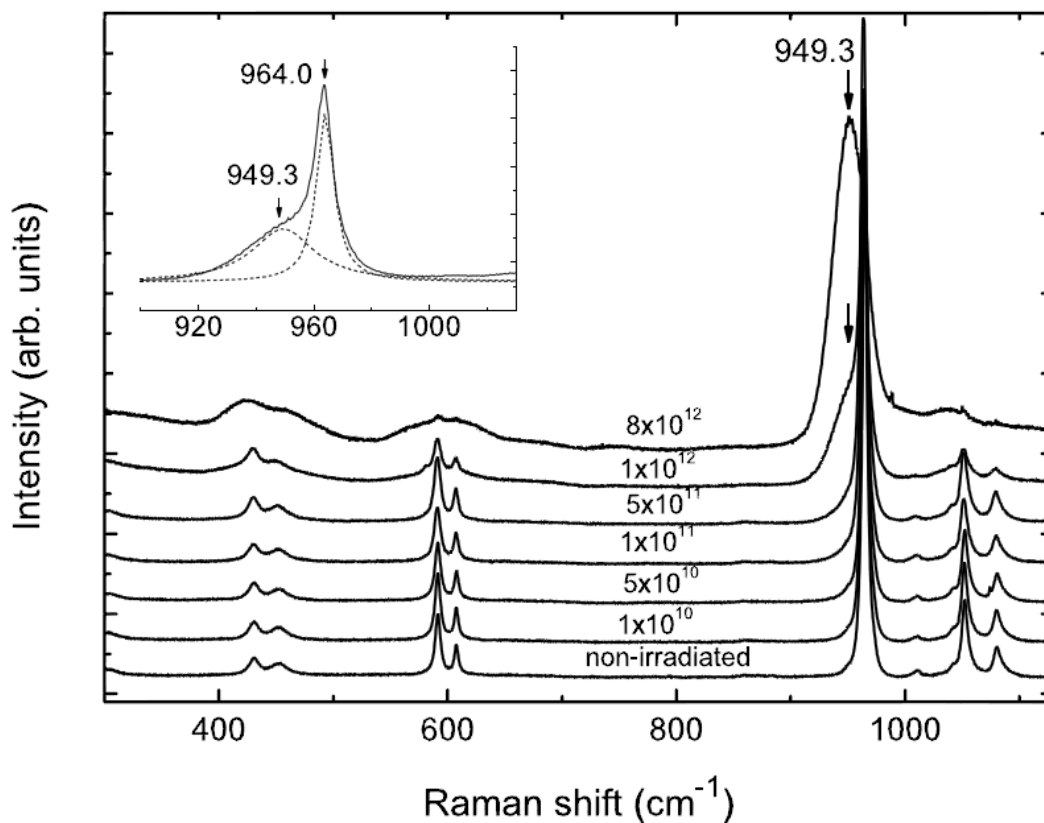


Figura 9 – Comportamento dos espectros Raman quanto à fluência da irradiação.

Fonte: Liu *et al.* 2008.

Tabela 2 – Parâmetros dos modos Raman em apatita para diferentes irradiações.

Ion	Pressure (GPa)	Fluence (ions/cm ²)	$\nu_{2b}(E_{1g})$ (430 cm ⁻¹)			$\nu_{2b}(A_g)$ (453 cm ⁻¹)			$\nu_{4b}(E_{1g}+A_g)$ (591 cm ⁻¹)			$\nu_{4a}(A_g)$ (608 cm ⁻¹)			$\nu_1(A_g)$ (964 cm ⁻¹)			$\nu_{3b}A_g$ (1052 cm ⁻¹)			$\nu_{3a}A_g$ (1081 cm ⁻¹)		
			$\Delta\nu$ cm ⁻¹	I/I_0 %	$\Delta\Gamma$ cm ⁻¹	$\Delta\nu$ cm ⁻¹	I/I_0 %	$\Delta\Gamma$ cm ⁻¹	$\Delta\nu$ cm ⁻¹	I/I_0 %	$\Delta\Gamma$ cm ⁻¹	$\Delta\nu$ cm ⁻¹	I/I_0 %	$\Delta\Gamma$ cm ⁻¹	$\Delta\nu$ cm ⁻¹	I/I_0 %	$\Delta\Gamma$ cm ⁻¹	$\Delta\nu$ cm ⁻¹	I/I_0 %	$\Delta\Gamma$ cm ⁻¹	$\Delta\nu$ cm ⁻¹	I/I_0 %	$\Delta\Gamma$ cm ⁻¹
U	-	0	0	3.1	0	0	2.2	0	0	11.9	0	0	5.6	0	0	100	0	0	14.4	0	0	5.5	0
		1×10^{10}	-0.3	3.2	0.5	-0.2	2.3	-0.9	-0.1	12.7	0.2	-0.1	5.8	0.1	-0.2	100	0.2	-0.2	14.5	0.1	-0.2	5.7	0
		5×10^{10}	-0.1	3.3	0.7	0	2.1	-1.6	-0.1	11.5	0.5	0.1	5.5	0.3	0.1	100	0.1	0.1	13.5	0.2	0.2	5.2	0.2
		1×10^{11}	-0.5	3.3	1.2	-0.5	2.5	0.9	-0.4	11.5	1.2	-0.2	5.7	0.7	-0.8	100	0.7	-0.7	12.9	1.2	-0.6	5.2	0.2
		5×10^{11}	-0.7	4.0	1.5	-0.3	2.6	1.6	-0.4	12.5	1.4	-0.4	5.8	0.7	-0.9	100	1.2	-0.8	12.8	1.6	-1.0	5.3	-0.2
	1×10^{12}	-1.8	8.7	18.1	-2.9	3.8	2.3	-0.7	12.7	6.8	0.3	6.3	2.3	-1.4	100	2.5	-3.6	9.0	6.1	-1.3	5.7	2.5	
Kr	-	0	0	3.1	0	0	2.2	0	0	11.9	0	0	5.6	0	0	100	0	0	14.4	0	0	5.5	0
	10.5	5×10^{11}	-0.4	4.9	2.0	-0.7	2.3	-0.5	-0.5	11.9	1.5	-0.3	4.6	1.1	-1.0	100	1.5	-1.1	11.8	3.4	-1.0	4.2	1.9
	-	5×10^{11}	-0.9	3.2	2.0	-1.4	2.7	3.5	-1.5	13.0	2.5	-1.4	6.0	1.3	-1.3	100	1.5	-0.8	13.7	1.9	-0.8	5.6	3.6

Notas:

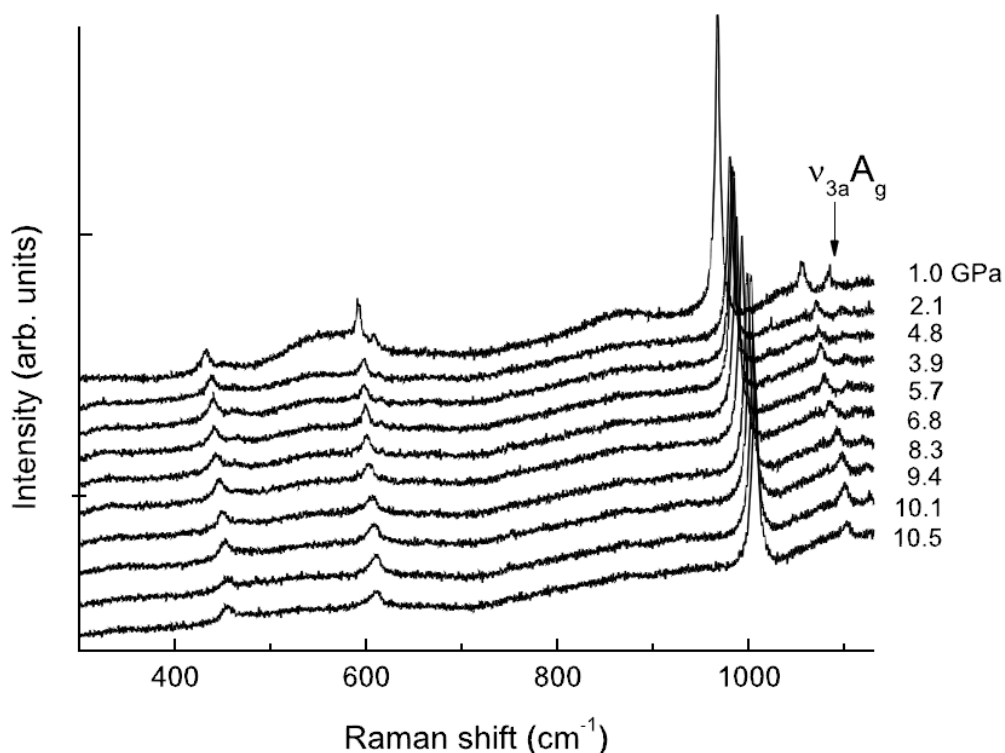
 $\Delta\nu$ – deslocamento da frequência da banda. $\Delta\Gamma$ – variação da largura I/I_0 – denota, excepcionalmente para essa tabela, a razão da intensidade do pico de determinada banda relacionada à banda dominante ν_1 em 964 cm⁻¹.Fonte: Liu *et al.* 2008.

Figura 10 – Comportamento do espectro Raman devido à compressão da célula cristalina da apatita.

Fonte Liu: *et al.* 2008.

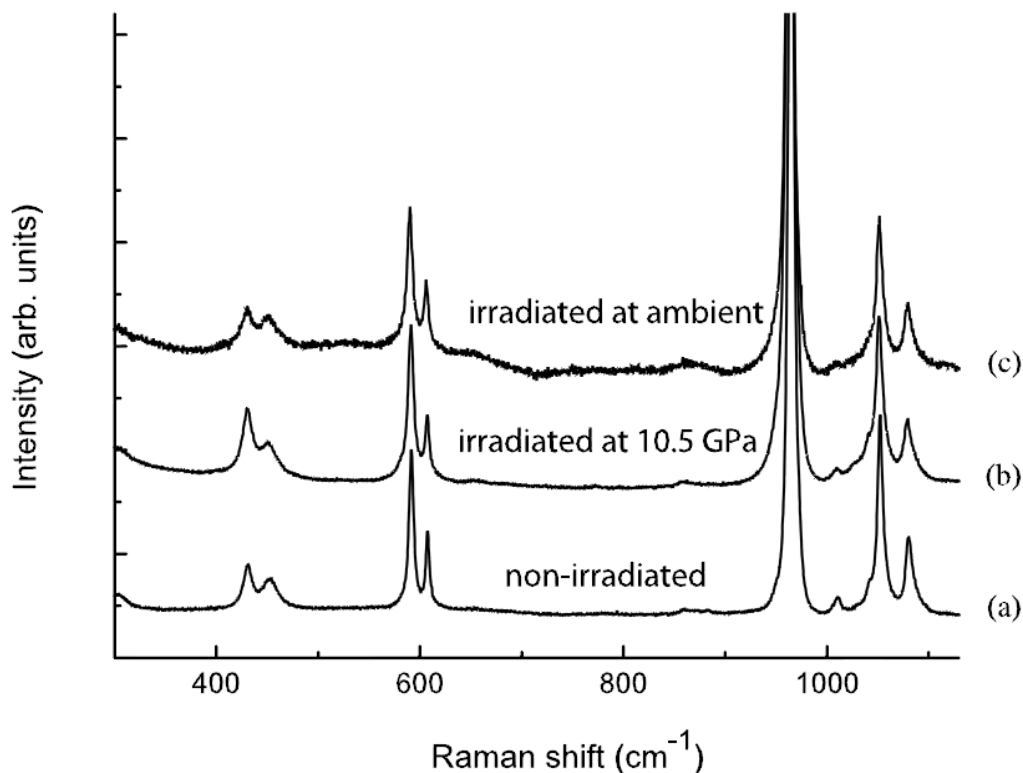


Figura 11 – Espectro Raman em apatita (a) não irradiadas, (b) irradiada a 10,5 GPa e (c) irradiada a P ambiente

Fonte Liu: *et al.* 2008.

Em Lang *et al.* (2008) foram realizados experimentos de irradiação através de íons pesados relativísticos (35 GeV) em **zircões** dentro de uma DAC a 0,75 GPa e 250°C. Seu objetivo foi simular a formação dos traços de fissão em zircão sobre o efeito da pressão. Os dados de comprimento foram obtidos através de medidas na MET⁶ (microscopia eletrônica por transmissão). Foi observado um pequeno aumento de comprimento nos traços latentes produzidos artificialmente a 0,75 GPa e 250°C quando comparado com os traços latentes produzidos artificialmente em condições ambientes. Também foi observada uma bimodalidade na distribuição dos comprimentos dos traços gerados sob pressão.

⁶ Método inviável em apatitas devido à menor temperatura de estabilidade dos traços.

3. TÉCNICAS

As técnicas empregadas para solucionar o problema proposto são apresentadas a seguir.

3.1. PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA OS ENSAIOS

As amostras usadas nos ensaios são padrões geológicos comumente usados para a calibração do método dos traços de fissão em apatita.

As amostras usadas na Prensa de Bigorna de Diamante são grãos de dimensões de $\approx 80 \mu\text{m}$ compatíveis com o tamanho do porta-amostra. Portanto optou-se por fragmentos da apatita de Durango e pela apatita de Fish Canyon Tuff cujas dimensões são propícias, descritas no próximo tópico.

Para os ensaios na Prensa de Câmara Toroidal, as amostras consistem de fragmentos de um macrocristal de apatita Durango com dimensão cilíndrica de 1,5 mm de raio por 2 mm de altura. Optou-se não usar a apatita de Fish Canyon Tuff para os ensaios na Prensa de Câmara Toroidal devido ao tamanho dos grãos que prejudicaria a recuperação dos mesmos.

3.1.1. Relevância e adequação das amostras

Os padrões geológicos são conhecidos quimicamente e tem suas idades definidas por vários métodos geocronológicos como K/Ar, $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ e Rb/Sr. Os dados mais relevantes são descritos na tabela 3.

Tabela 3 – Idades absolutas e proporção dos teores de F e Cl dos padrões geológicos de apatitas usados nos ensaios.

Apatita	Idade ⁷	F _{1-x} Cl _x ⁸
Durango (Cerro del Mercado - México)	31,4 ± 0,5 Ma	0,12
Fish Canyon Tuff (La Garita Caldera - Colorado)	27,9 ± 0,5 Ma	0,24

A apatita Durango é proveniente do corpo de minério de martita de Durango, pertencente ao grupo vulcânico Carpintero, localizado na região de Cerro de Mercado no México. O resfriamento rápido desta amostra é confirmado através da similaridade entre as idades obtidas por outros métodos isotópicos de datação como ⁴⁰Ar/³⁹Ar e Rb/Sr cujo valor situa-se em 31,4 ± 0,5 Ma.

A apatita de Fish Canyon Tuff, possui idade de 27,9 ± 0,5 Ma datados por ⁴⁰Ar/³⁹Ar e K/Ar. Este tufo é pertencente ao campo vulcânico de *San Juan*, cuja erupção foi centrada na caldeira de *La Guarita* no sudoeste do Colorado nos Estados Unidos da América.

3.1.2. Procedimento

As amostras usadas nos ensaios são aquecidas para eliminar os traços espontâneos de sua estrutura. Estes por possuírem comprimentos e densidade variável poderiam levar a resultados dúbios.

O procedimento é iniciado com o aquecimento do forno por 20 minutos até estabilizar sua temperatura em 500°C, a medida é feita com um termômetro próprio para o forno e devido à posição deste as amostras são colocadas no centro do forno visando assegurar que estejam sobre a temperatura adequada. As amostras são embaladas em papel alumínio para maximizar o processo. São deixadas 24 horas no forno a 500°C, o que é o suficiente para que os traços espontâneos sejam apagados como demonstrado na figura 12. O forno é desligado e as amostras são

⁷ Dunkl, L. *et al.* 2002 (Software TrackKey).

⁸ Zattin, C. *et al.* 2007.

deixadas dentro dele por mais 24 horas, visando evitar fraturas ocasionadas pelo choque térmico.

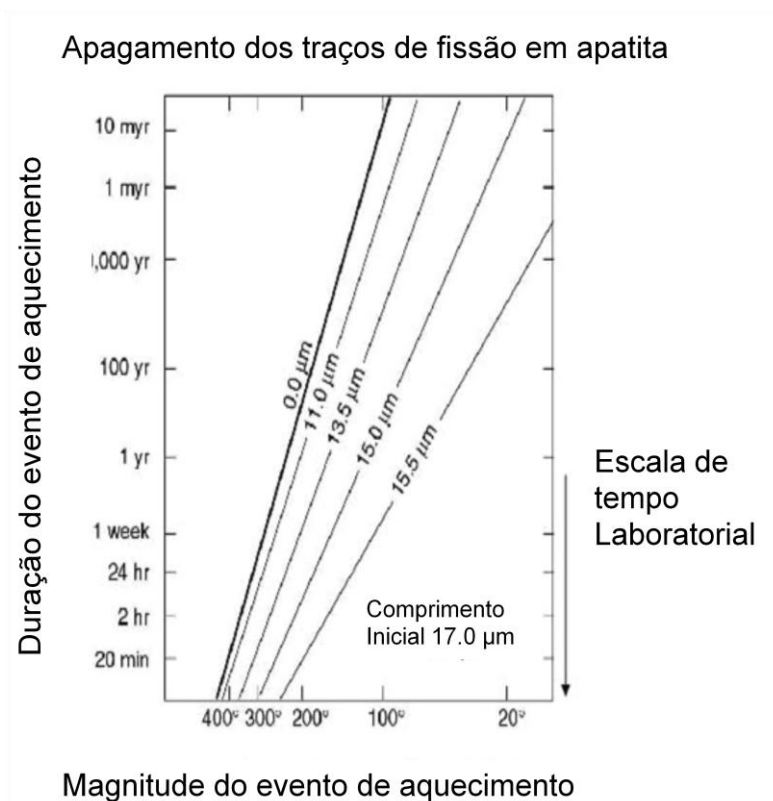


Figura 12 – Taxas de recozimentos versus tempo para traços de fissão em apatita.

Fonte: D'Alessio *et al.* 2003.

3.1.3. Pontos críticos

Cabe notar que algumas das amostras sofreram quebras após o aquecimento no forno, devido à vaporização de bolhas de fluidos dentro da amostra elevando a pressão e ocasionando as fraturas.

Caso o aquecimento não fosse bem controlado poderia haver resquícios de traços espontâneos que iriam perturbar os resultados. Pois é conhecido que traços de fissão que já sofreram eventos de recozimentos apresentam diferentes taxas de regeneração do que traços recém formados.

3.1.4. Equipamento utilizado

Os equipamentos usados na preparação foram a serra de diamante modelo 650 (South Bay Technology inc.) do Centro de Microscopia Eletrônica - UFRGS (figura 13) e o forno mufla Sanchis modelo AL 1050°C, usado para o recozimento total dos traços espontâneos do Laboratório de Geologia Isotópica - UFRGS (figura 14).



Figura 13 - Serra de diamante modelo 650 (South Bay Technology inc.) do Centro de Microscopia Eletrônica – Instituto de Física.

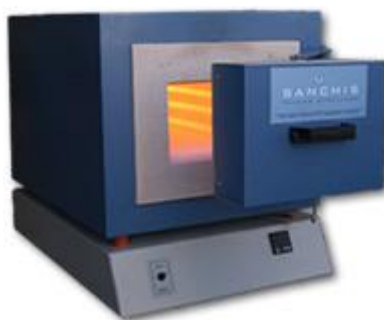


Figura 14 – Forno mufla Sanchis modelo AL - 1050°C do Laboratório de Geologia Isotópica - UFRGS.

Fonte: Imagem cedida pelo fabricante.

3.2. IRRADIAÇÃO

Na datação por traços de fissão é necessário irradiar as amostras em reator nuclear para provocar a fissão do ^{235}U por captura de nêutrons térmicos. A irradiação será realizada para padronizar as amostras usadas nos ensaios. Dado que os traços de fissão induzidos têm o máximo comprimento ($\approx 16 \mu\text{m}$ após o ataque químico), pois não sofreram nenhum evento de recozimento térmico após sua geração. A densidade de traços será igual em todas as amostras de mesma gênese e composição química, sendo essa densidade dependente do tempo de exposição à fluência de irradiação aplicada.

3.2.1. Relevância e adequação da técnica

A utilização dos traços de fissão induzidos leva a várias vantagens perante o uso dos traços de fissão espontâneos para aplicação em ensaios laboratoriais. Uma delas é podermos ter controle sobre a densidade e o comprimento dos traços que estão presentes nas amostras. Assim sendo se depois dos ensaios nas prensas houver variação nesses parâmetros pode-se afirmar que ela foi fruto da ação da pressão ou da pressão aliada à temperatura.

O uso de traços de fissão espontâneos levaria aos problemas apontados por Kohn *et al.* (2003). Sendo que a cinética de recozimento não é linear para o comprimento dos traços, i.e. para uma exposição termal durante um determinado intervalo os traços longos apagarão inicialmente a uma taxa maior que traços que já tenham sofrido recozimento parcial.

3.2.2. Procedimento

Ao longo da pilha de irradiação são montados juntamente com as amostras dosímetros artificiais que têm como função registrar a variação de fluxo de nêutrons recebidos dentro do reator nuclear. Os dosímetros são um vidro padronizado que possuem composições e teores de urânio conhecidos. Neste trabalho optou-se pelo CN5 cujo conteúdo de urânio natural é de 12,17⁹ ppm. Cada dosímetro recebe um detector externo no topo e na base, onde é realizada a contagem de aproximadamente 2.000 traços após a irradiação das amostras evitando-se as bordas do detector. A contagem dos traços induzidos nos dosímetros permite monitorar o fluxo termal ao longo de toda a pilha, se houver variação de fluxo a densidade de traços induzidos será diferente nos detectores acoplados aos dosímetros.

Com o valor de densidade de traços nos detectores acoplados aos dosímetros, são corrigidos os fatores de área de contagem, aumento das objetivas e oculares do microscópio. Podendo ser feitas calibrações e obtenção de idades de amostras desconhecidas em qualquer microscópio com diferentes condições de focos, pois a razão dos traços espontâneos e traços induzidos elimina as diferenças de áreas de contagem adotada, critérios de contagem adotados e aumentos das objetivas e oculares do microscópio. Ao utilizar essas variáveis embutidas na densidade de traços nos detectores acoplados aos dosímetros diminui-se o erro.

Segundo Vignol-Lelarge *et al.* (1993), para se ter uma boa irradiação o reator deve ter uma fluência de nêutrons térmicos da ordem de 10^{14} n/cm² a 10^{16} n/cm²; posição de irradiação com uma taxa de pelo menos 10^{12} n/cm²/s; posições de irradiação bem termalizadas e variações espaciais do fluxo de nêutrons mínimas. Os parâmetros de irradiação que foram usados nesse trabalho foram: fluxo de $2,8 \times 10^{12}$ n/cm² por 18 minutos, resultando em uma fluência de $\approx 3 \times 10^{15}$ n/cm².

No seguinte quadro é mostrada a configuração das amostras na pilha de irradiação:

⁹ Dunkl, L. *et al.* 2002 (Software TrackKey).

Número	Nome	Conteúdo	Finalidade
I	Topo	Kapton (CN5-IT)	Dosimetria
I	IT	CN5	Dosimetria
I	Base	Kapton (CN5-IB)	Dosimetria
1	1	4 Cortes prisma Durango	Ensaio
2	2	4 Cortes prisma Durango	Ensaio
3	3	4 Cortes prisma Durango	Ensaio
4	4	6 Cortes prisma Durango	Ensaio
5	5	12 Cortes prisma Durango	Ensaio
6	6	11 Cortes base Durango	Ensaio
7	7	8 Cortes base Durango	Ensaio
8	8	11 Cortes base Durango	Ensaio
9	9	>30 grãos Durango - DAC	Ensaio
10	10	>30 grãos Durango - DAC	Ensaio
11	11	>30 grãos FCT - DAC	Ensaio
II	Topo	Kapton (CN5-IIT)	Dosimetria
II	IIT	CN5	Dosimetria
II	Base	Kapton (CN5-IIB)	Dosimetria
	DUR1	Pastilha	Calibração zeta
	DUR2	Pastilha	Calibração zeta
	FCT	Pastilha	Calibração zeta
	Cal1	Pastilha	Fator de Geometria
	Cal2	Pastilha	Fator de Geometria

Quadro 15 – Configuração da pilha de Irradiação.

O CN5 é o dosímetro sendo constituído de um vidro padronizado com conteúdo de urânio conhecido já tratado no início desse item. O Kapton é um plástico livre de urânio utilizado como detector externo, sendo descrito no item 3.7.1.

3.2.3. Pontos críticos

O principal problema que pode ocorrer compreende uma irradiação heterogênea, que pode ser corrigida sem maiores complicações com os dosímetros posicionados no topo e base da pilha. Outro a ser considerado é se a irradiação for mal posicionada no reator o que poderia levar a densidades de traços que dificultariam a contagem, por serem valores pequenos ($\leq 10^2$ Tr/cm²) que tornam as contagens longas e dispendiosas ou valores grandes ($\geq 10^7$ Tr/cm²) que impediria a individualização dos traços, conforme descrito por Wagner *et al.* (1992).

3.2.4. Equipamento utilizado

A montagem do dosímetro é feita com o vidro CN5 que é dopado com urânio natural (figura 16) e duas lâminas de Kapton, plástico livre de urânio (figura 17).

A pilha de irradiação (figura 18) é enviada ao reator do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN) onde é posicionada conforme os parâmetros desejados para uma boa irradiação. Depois da irradiação deve ser contratada uma empresa de transporte especializada nesse tipo de material (figura 19).



Figura 16 – CN5 (vidro dopado com urânio natural – 12,17 ppm)



Figura 17 – Kapton, plástico livre de urânio.

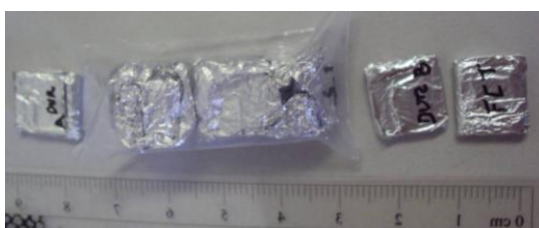


Figura 18 – Amostras montadas na pilha de irradiação respeitando os limites de largura e altura definidos pelo IPEN.



Figura 19 – Contêiner de chumbo no qual é retornada a pilha de irradiação após ser bombardeada no reator e ficar em repouso por 1 mês nas dependências do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN).

3.3. CÂMARA DE BIGORNA DE DIAMANTE

A Câmara de Bigorna de Diamante (Diamond Anvil Cell – DAC) é um tipo de câmara de grande importância em diversos estudos. Ela é constituída de bigornas feitas de diamante e permite atingir pressões acima de 400 GPa (figura 20). A pressão dessa bigorna é gerada pela aplicação de uma pequena força sobre uma área pequena. O diamante é usado devido à sua dureza e sua alta resistência mecânica à compressão. Cabe também salientar que o diamante é transparente a muitas radiações, incluindo radiações eletromagnéticas na faixa do visível e de raios X de alta energia, permitindo o uso de diversas análises *in situ*. Devido às propriedades que permitem alcançar pressões elevadas o tamanho da amostra é bastante restrito, da ordem de $\approx 10^{-12}$ m³.

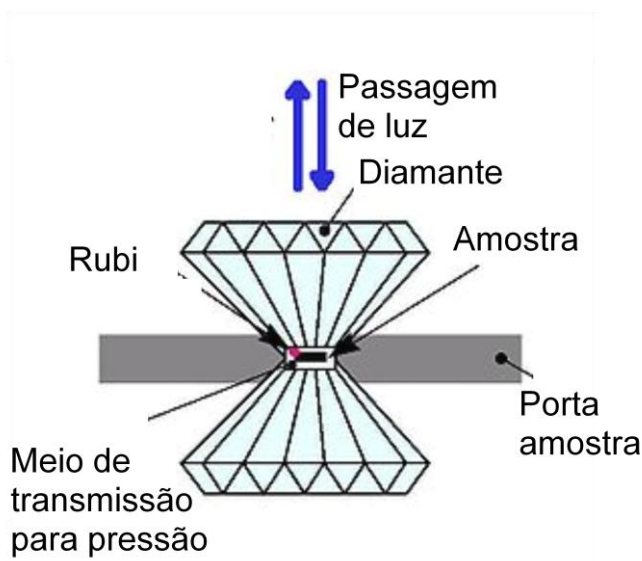


Figura 20 – Esquema sistemático das partes constituintes da Câmara de Bigorna de Diamante.

Fonte: Imagem de domínio público.

3.3.1. Relevância e adequação da técnica

A DAC será usada para atingir pressões sem a ação da temperatura. Caso os ensaios mostrem alguma variação em altas pressões (10 GPa) será feito o acompanhamento dessas mudanças em acréscimos de 1 GPa. Com os dados obtidos por meio desse ensaio saberemos se a pressão, sem considerar a temperatura, tem algum efeito na cinética de recozimento dos traços de fissão em apatita.

3.3.2. Procedimento

Para o ensaio na DAC as amostras, de aproximadamente 80 μm , são montadas em uma célula de bigorna de diamante. As amostras consistem de apatitas de Durango e Fish Canyon Tuff descritos no item 3.1.

Uma mistura de 16:4:1 de metanol, etanol e água serve de meio de transmissão para pressão. O controle da pressão nos ensaios será feitos por meio da medida da fluorescência de cristais de rubi. A possibilidade da passagem de luz pelo diamante permite realizar medidas de Espectroscopia Raman e Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier de Transmissão durante os ensaios.

3.3.3. Pontos críticos

A montagem da amostra no interior da DAC é uma tarefa delicada e requer rapidez para evitar a evaporação da mistura de transmissão da pressão. Outro ponto

crítico é a recuperação dessas amostras após os ensaios para montagem em pastilhas para visualizar em microscopia óptica.

Devido às dificuldades do processo de recuperação das amostras do interior da câmara, sempre há o risco de perder-se a amostra e ter que considerar apenas os dados quantitativos das análises *in situ* se não houver mais material para realizar uma duplicata.

3.3.4. Equipamento utilizado

A célula de bigorna de diamante do tipo Piermarini-Block que é usado nos ensaios pertence ao Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados do Instituto de Física da UFRGS (figura 21).



Figura 21 – Foto da DAC desmontada, o cilindro é a bigorna superior e a chapinha de metal o porta amostra.

3.3.5. Precisão da técnica

As medidas da pressão aplicada têm um erro de $\pm 0,1$ GPa. Sendo obtidas por meio da fluorescência dos cristais de rubi que são colocados junto à amostra durante a montagem.

3.4. ESPECTROSCOPIA RAMAN

A espectroscopia Raman é um método de análise não destrutivo, no qual se incide um feixe de luz monocromática de um laser sobre a amostra. Uma fração pequena dessa luz sofre um espalhamento com mudança na sua frequência (espalhamento inelástico). O conjunto dessas frequências modificadas chama-se espectro Raman. Essa luz espalhada é difratada por uma rede em um espectrômetro e suas componentes são recolhidas em um detector, que converte a intensidade da luz em sinais elétricos, que são transferidos para análise em uma interface de um computador. Em espectrômetros de alta sensibilidade, é possível acoplar um microscópio óptico, com a finalidade de analisar regiões muito pequenas (da ordem de 1 μm) da superfície de um material.

3.4.1. Relevância e adequação da técnica

O método de Espectroscopia Raman permite observar propriedades químicas e estruturais de minerais através dos seus modos vibracionais. Sendo extremamente sensível à simetria e excelente para determinar vibrações moleculares.

Esse método foi aplicado em trabalhos anteriores como em Zattin *et al.* (2007) onde foram realizadas medidas de micro-raman em amostras de apatitas em áreas dos cristais livres de inclusões, com durações de 60 a 180 segundos dependendo da intensidade do sinal. O comprimento de onda de cada banda Raman foi modelado com a função de Voight (Gaussiana – Lorentziana) com o software Labspec, depois da remoção polinomial do ruído de fundo. Dentre as amostras analisadas encontra-se a apatita de Durango e FCT. Neste trabalho foi dado enfoque nas bandas compreendidas nos intervalos de comprimento de onda de: 440 a 452 cm^{-1} e 1032 a 1052 cm^{-1} . Nos resultados foi apontado correlação entre o comprimento médio dos traços e a banda 440 – 452 cm^{-1} , embora não se tenha considerado as variações

composicionais e a variação de densidades dos traços. Também foi apontada correlação entre essa banda e a medida da célula unitária a . Além disso foi mostrada uma forte correlação entre a banda compreendida entre o intervalo de 1032 a 1052 cm^{-1} para com o conteúdo de Cl^{10} da amostra analisada.

No trabalho de Liu *et al.* (2008) foi apontado que mudanças na posição dos picos das bandas de deslocamento Raman, comparação das diferenças de intensidade entre os picos de um mesmo espectro e o alargamento dos picos são parâmetros úteis na análise qualitativa da fluência da irradiação. Foi relatado que o aumento de traços amorfos na rede cristalina tende a levar a diminuição dos valores de deslocamento Raman, variações na intensidade e alargamento dos picos.

Em O'Donnell *et al.* (2008) foi realizada a caracterização por espectroscopia Raman de varias apatitas sintéticas controlando a composição de Cl no sistema. Para tal foram analisadas amostras moídas e foram coletados 5 espectros de 10 segundos de cada amostra. A posição de picos sobrepostos foi obtida com deconvolução Lorentziana no software Microcal Origin 6.0. Os resultados são compatíveis com os de Zattin *et al.* (2007) referente ao teor de Cl, sendo apresentado na tabela 4 os dados relevantes para o presente trabalho.

Tabela 4 – Posição das bandas Raman em cm^{-1} para a série composicional da apatita $\text{CA}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}_{1-x}\text{Cl}_x$.

PO_4^{3-} band	Cl (x)								
	0.0	0.1	0.2	0.4	0.5	0.6	0.8	0.9	1.0
ν_3	1084	1083	1082	1079	1079	1077	1077	1076	1076
ν_3	1063	1061	1060	1059	1057	1057	1056	1056	1055
ν_3	1055	1055	1053	1050	1048	1046	1042	1040	1038
ν_3	1045	1044	1044	1043	1042	1038	1033	1030	1026
ν_3	1037	1035	1035	1031	1029	1026	1023	1020	1020
ν_1	966	966	965	964	963	962	962	961	961
ν_4	617	616	616	616	617	617	618	618	619
ν_4	608	608	608	608	609	609	611	613	613
ν_4	592	592	592	591	591	591	591	591	591
ν_4	N/A	N/A	591	590	590	588	588	587	586
ν_4	582	582	582	580	580	580	579	578	577
ν_2	447	445	446	445	444	443	441	443	444
ν_2	431	432	431	431	430	430	430	429	428

Notas: N/A indica a ausência de pico.

Fonte: O'Donnell *et al.* (2008)

¹⁰ A determinação do conteúdo de Cl deve ser levada em conta nas análises de TFA, pois ela influencia na estabilidade termal dos traços.

3.4.2. Procedimento

As amostras medidas por meio do Espectroscópio Raman não necessitam de nenhum processamento prévio, e foram analisadas cortes orientados da apatita de Durango, de dimensões centimétricas. O tempo de análise foi de 180 segundos, como adotado por Zattin *et al.* (2007).

O tratamento dos espectros gerados pela espectroscopia Raman é feito no software XRDA. Após realizar a subtração do ruído de fundo (*background*) podem ser determinadas as larguras e as posições dos picos por meio de deconvolução Lorentziana. O software OriginPro 8.5 foi usado para gerar gráficos comparativos entre os dados obtidos.

Para acompanhar os ensaios na Prensa de Bigorna de Diamante serão medidas amostras padrões para análises indiretas, constituídas de amostras da apatita de Durango com diferentes condições de densidades de traços de fissão e orientações segundo a face prismática, detalhadas na tabela 16 no tópico 4.4.4. Com posse desses dados poder-se-á determinar o comportamento da posição dos picos de deslocamento Raman, suas larguras e áreas.

Os ensaios consistirão da montagem de grãos de 80 μm das apatitas de Durango e Fish Canyon Tuff na Prensa de Bigorna de Diamante (DAC). Será verificado se amostras desse tamanho de apatitas tem sinal captável no interior da DAC por espectroscopia Raman, com a objetiva de 5x¹¹. O sinal resultante será então comparado com os sinais obtidos para os padrões para análises indiretas.

O controle da pressão é feito por meio de medidas de espectroscopia de fluorescência do rubi colocado junto a cada amostra, captados pelo mesmo sistema que processa os espectros Raman. Este possui um sinal muito forte e facilmente é captado através da bigorna de diamante, o controle da pressão é descrito no tópico 3.3.

¹¹ Devido à configuração espacial do conjunto microscópio e DAC não é possível utilizar objetivas maiores para essas análises.

3.4.4. Equipamento utilizado

A microsonda Raman usada neste trabalho foi construída no Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados do Instituto de Física (figura 22). Ela é baseada em um microscópio OLYMPUS BH-2, com óptica corrigida para o infinito dispõe de objetivas de 5x, 50x e 100x. Como fonte de excitação foi usada a linha 623,8 nm de um laser de He-Ne de 10 mW. O feixe laser é inserido alinhadamente na coluna óptica do microscópio com o uso de espelhos ajustáveis e um separador de feixe holográfico. Isso permite que os espectros de uma pequena região da amostra sejam adquiridos em uma geometria de retro-espalhamento usando a objetiva do microscópio. A luz espalhada pela amostra é coletada pela objetiva e filtrada por filtros tipo *super-noch*, o que permite uma atenuação extremamente forte e seletiva da linha de excitação. A composição espectral dessa luz filtrada é analisada usando um monocromador Jobin-Yvon HR320, que possui acoplado a sua saída um detector tipo CCD de 1.024 canais (EG&G Princeton Applied Research), refrigerado a nitrogênio líquido.



Figura 22 – Microsonda Raman do LAPMA - IF.

3.4.5. Precisão da técnica

Devido ao acúmulo de erros pelos modelamentos por deconvolução Lorentziana dos espectros Raman a resolução do modelo para tentar explicar as taxas de mudanças da densidade e comprimento dos traços de fissão em apatita podem não ter a acuidade necessária para diferenciar pequenas variações. Cabe lembrar que os dados obtidos são qualitativos devido à medição indireta da densidade de traços por meio dos padrões discriminados na tabela 16.

3.5. ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER

O método de Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier de Transmissão (FTIR) tem como base a absorção no infravermelho. O espectro IR é obtido pela detecção de mudanças na intensidade da transmitância da luz em função da frequência. Uma técnica que se tornou muito utilizada para analisar a estrutura e composição de materiais orgânicos, inorgânicos e poliméricos. A técnica consiste em emitir um feixe de raios infravermelhos na superfície de uma amostra. Ao incidir na amostra vários comprimentos de onda do feixe são parcial ou totalmente absorvidos, gerando movimentos vibracionais e rotacionais nos grupos moleculares e ligações químicas das moléculas na região do infravermelho. O resultado dessa variação de absorção na amostra é mostrado em um gráfico de intensidade de transmitância versus comprimento de onda. O gráfico é geralmente analisado comparando os picos da amostra com um banco de dados de minerais.

3.5.1. Relevância e adequação da técnica

A vantagem de trabalhar com a Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier de Transmissão é poder examinar simultaneamente todas as frequências, aumentando a velocidade e sensibilidade do método.

Williams *et al.* (1995) mostrou que a estrutura cristalina das fluorapatitas se mantém estáveis para pressão a 25 GPa e 26,85°C por meio de espectros FTIR e Raman. Embora ela seja instável a altas temperaturas e pressões superiores a 12 GPa.

No trabalho de Siddall *et al.* (1998) foi mostrado que em espectros FTIR as medidas dos comprimentos de ondas dos picos localizados nas bandas de 1060, 1080 e 1100 cm^{-1} (valores médios) podem ser usados para analisar qualitativamente a composição química das amostras de apatitas. Sendo apresentadas as seguintes formulas para determinar qualitativamente os conteúdos de Flúor (F) e Cloro (Cl), essas foram criadas com base nas medidas de varias amostras geológicas de apatitas com composições diferentes e conhecidas.

$$y = 1075,10 + 2,9935 * x$$

Equação 2 – Equação relacionando o vale de comprimento de onda de $\approx 1080 \text{ cm}^{-1}$ com o conteúdo de flúor (F) das amostras analisadas (COD = 0,88).

Notas:

Região da banda de $\approx 1080 \text{ cm}^{-1}$ tem a forma de vale delimitada pelos picos ≈ 1060 e ≈ 1100 .

y – Comprimento de onda do pico da banda 1080 cm^{-1} do espectro FTIR.

x – Porcentagem do elemento F em relação à composição total.

Fonte: Siddall *et al.* (1998)

$$y = 1085,70 - 2,2526 * x'$$

Equação 3 – Equação relacionando o vale de comprimento de onda de $\approx 1080 \text{ cm}^{-1}$ com o conteúdo de cloro (Cl) das amostras analisadas (COD = 0,93).

Notas:

Região da banda de $\approx 1080 \text{ cm}^{-1}$ tem a forma de vale delimitada pelos picos ≈ 1060 e ≈ 1100 .

y' – Comprimento de onda do pico da banda 1080 cm^{-1} do espectro FTIR.

x' – Porcentagem do elemento Cl em relação à composição total.

Fonte: Siddall *et al.* (1998)

3.5.2. Procedimento

O método rotineiro de preparação consiste em fabricar pastilhas que contenham 0,0015 g de amostra com 0,1 g de brometo de potássio. A mistura é pulverizada com gral e pistilo até formar um pó homogêneo. O brometo de potássio é utilizado para dar volume à pastilha e não interfere nos resultados do método. A mistura brometo de potássio/amostra é prensada a 15 kgf por 4 minutos, aumentando para 20 kgf por 3 minutos e 30 kgf nos últimos 3 minutos. A pastilha retirada da prensa é então colocada no espectrofotômetro de infravermelho, no qual é analisada. Entretanto nesse trabalho tentar-se-á medir amostras cristalinas sem processamentos usuais para preservar a estrutura cristalina.

Para estudar o comportamento espectral são medidas amostras da apatita de Durango orientada segundo a face prismática e basal com a presença dos traços de fissão espontâneos, detalhes de densidade e comprimentos dos traços na tabela 16 no tópico 4.4.4.

O tratamento dos espectros gerados é feito no software OriginPro 8.5. Tentou-se aplicar vários métodos para modelar as bandas, mas nenhum se provou eficaz. Portanto optou-se por determinar qualitativamente os valores picos em cada espectro.

3.5.3. Pontos críticos

Amostras são normalmente pulverizadas para gerar espectros de FTIR, para que o tamanho das partículas seja menor que o comprimento de onda da radiação evitando os efeitos de espalhamento. No caso proposto necessita-se das amostras inteiras para ensaio na Prensa de Bigorna de Diamante e posterior análise por microscopia. Como a preparação da amostra não segue o método usual, para

preservar a integridade dos traços de fissão, não há certeza se os dados gerados pela análise serão relevantes.

3.5.4. Equipamento utilizado

O espectrofotômetro de infravermelho - *MB series* da BOMEM (Hartmann & Braun) - utilizado na obtenção dos dados para o projeto pertence LAPMA-IF (figura 23).



Figura 23 – Espectrofotômetro de infravermelho do LAPMA-IF.

3.6. PRENSA DE CÂMARA TOROIDAL

As amostras são processadas em uma prensa hidráulica de 1.000 tonf em uma câmara de perfil toroidal. A câmara toroidal é constituída por dois pistões construídos em metal duro (vídia – composta por carbeto de tungstênio no centro) com um cintamento com anéis concêntricos. Esse cintamento é feito para submeter os pistões a um estado de tensão compressiva alta, para que não atinjam seu limite de ruptura à tração, mesmo sobre as altas pressões de processamento. Os pistões

possuem uma reentrância no centro com forma de calota esférica, circundada por outra reentrância semitoroidal e concêntrica à primeira. Esse perfil permite a distribuição homogênea da pressão dentro da câmara e um maior volume de processamento. Essa configuração permite alcançar pressões de até ≈ 8 GPa (figura 24). Para manter-se dentro do limite de segurança os processamentos não podem ser submetidos a mais do que 60% da capacidade total da prensa i.e. 600 tonf, e as câmaras não podem aquecer a mais de 220°C conforme a amostra é aquecida a temperatura desejada.

Quando os pistões são prensados um contra o outro, devido à força aplicada uma pressão P_2 é gerada sobre o material comprimido na cavidade toroidal externa enquanto a pressão na cavidade central é P_1 ($P_1 > P_2$).

A pressão P_2 na região da cavidade toroidal externa causa tensões normais e tangenciais na bigorna perto do toróide. As tensões tangenciais na região da reentrância toroidal são menores, mas com sinal oposto àquelas que atuam na parte central, que está sujeita à pressão máxima P_1 (figura 24). Em função dessas tensões, a parte central da bigorna é suportada com eficácia e esse suporte aumenta com o aumento da pressão.

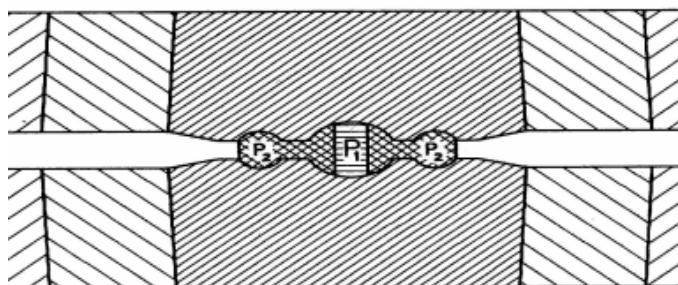


Figura 24 – Distribuição de pressão na gaxeta dentro do sistema da Prensa de Câmara Toroidal.

Fonte: Villanueva *et al.* 2003

A força aplicada pela prensa é proporcional a pressão de óleo do sistema hidráulico, esta pressão do óleo é obtida a partir do sinal de um transdutor tipo LVDT, acoplado ao sistema hidráulico.

O sistema de aquecimento é controlado mediante um transformador tipo Variac, com seu secundário acoplado ao primário de um transformador de potência. A corrente elétrica do secundário do transformador de potência é a corrente que circula em torno do forno de grafite, por meio de uma conexão elétrica feita através dos pistões da prensa. Os valores da voltagem e da corrente registrada no

secundário do transformador de potencia são usados para cálculo da potencia elétrica requerida para o aquecimento.

Esse sistema de aquecimento permite atingir temperaturas de $\approx 2.000^{\circ}\text{C}$. Para minimizar o aquecimento dos pistões da prensa, emprega-se um sistema de refrigeração por meio de água refrigerada e ventiladores.

3.6.1. Relevância e adequação da técnica

A prensa será usada para simular condições limites crosta-manto, sendo situações de pressões elevadas ocorrentes dentro do sistema geodinâmico.

O controle do recozimento é bem conhecido devido aos sistemáticos ensaios de recozimento progressivo dos traços de fissão em apatita de amostras irradiadas exemplificado na figura 25. Se a pressão tem alguma influência significativa no recozimento dos traços, amostras submetidas à pressão deverão apresentar um recozimento diferenciado para uma mesma temperatura quando comparados com os ensaios que consideram somente a temperatura.

Após o devido modelamento poder-se-á simular o que ocorreria com amostras sobre pressões comuns para condições geológicas estudadas pelo método dos traços de fissão em apatita, da ordem de MPa.

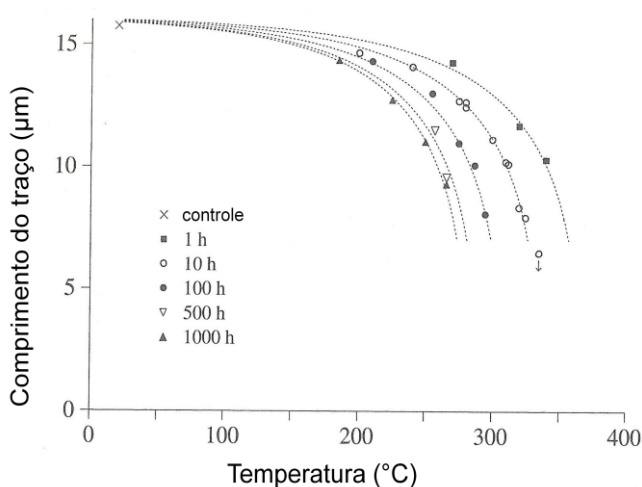


Figura 25 – Gráfico dos resultados de ensaios de recozimento dos traços de fissão em apatita de Durango correlacionando o comprimento dos traços de fissão versus a temperatura.

As curvas pontilhadas representam modelamentos para cada tempo de recozimento. Tabela referente localizada no Anexo B.

Fonte: Galbraith *et al.* 2005.

3.6.2. Procedimento

A amostra é colocada em uma gaxeta de material carbonáceo e será usado leito de sal para distribuir homogeneamente a T e a P. Estes ensaios na Prensa de Câmara Toroidal considerarão além da pressão o efeito da temperatura com seguintes processos: pressões de 2 GPa e 4 GPa com temperatura variando de 150°C a 235°C. As durações dos ensaios compreenderão 10 horas. Esses valores foram escolhidos já que grande parte dos ensaios de recozimento dos traços de fissão em apatita em função da temperatura tem duração de 10 horas permitindo a correlação dos dados.

As gaxetas usadas na Prensa de Câmara Toroidal são fabricadas usando CaCO_3 misturado a 15% de Al_2O_3 . Tomando como referência o peso destes materiais, agrega-se 20% de Álcool Polivinílico (PVA). O PVA é adicionado na forma de solução aquosa com concentração de 10%, ele é um polímero sintético hidrossolúvel com propriedades adesivas. Depois de passar por um processo de secagem numa temperatura de 55°C, até atingir uma umidade de 4% em relação à massa de matéria seca contida na solução, é pesada uma quantidade de material que permita compactar, numa matriz apropriada, uma gaxeta com 12 mm de altura na parte central. A prensa de compactação tem capacidade 0,2 GPa (figura 26).



Figura 26 – Prensas de compactação usadas para fabricação das gaxetas.

Depois desse passo, as gaxetas são aquecidas a 120°C durante uma hora. No interior das gaxetas é montado um conjunto de elementos, que permite o processamento do material escolhido. A configuração dessa célula de processamento permite o isolamento do material do meio externo e a transmissão de pressão para a amostra. Além de fornecer condições para o aquecimento da amostra pela passagem de uma corrente elétrica por meio de um elemento resistivo em carbono.

A configuração é formada por um cilindro oco com suas bases circulares separadas, feita em grafite. Em contato com cada uma das bases de grafite encontram-se discos de pirofilita. No espaço interior, delimitado pelos discos de pirofilita e a parede interna do cilindro de grafite, coloca-se um cilindro oco de nitreto de boro hexagonal (h-BN) e por fim dentro desse coloca-se um cilindro de NaCl, onde é alocada a amostra a ser ensaiada. Essa configuração é referida nesse trabalho como configuração grafite

Devido a sua alta condutividade elétrica e térmica, o grafite participa como elemento aquecedor do material confinado no interior da configuração. O aquecimento é feito eletricamente pela passagem de uma corrente elétrica alternada por meio do cilindro de grafite.

A pirofilita melhora as condições de hidrostática e a eficiência na geração de altas pressões, pois diminui a variação total do volume do conjunto. Sua baixa condutividade térmica facilita o isolamento térmico, melhorando a eficiência e homogeneidade da temperatura sobre o material.

O nitreto de boro hexagonal (h-BN) é usado por ser um sólido macio, garantindo boas condições de hidrostática sobre a amostra, que adicionalmente possui uma alta inércia química e boa condutividade térmica. Assim permite uma distribuição homogênea de temperatura e pressão sobre a mesma até o valor limite de 7 GPa.

A cápsula em que é colocada a amostra é constituída de NaCl, um sólido macio que não reage com os materiais empregados, além de permitir separar a capsula do material processado por dissolução simplificando a recuperação das amostras. O cilindro de NaCl com a amostra no seu interior é feito através de compactação na prensa de compactação de 0,2 GPa. Sabe-se que o NaCl não reage com a apatita, pois foi utilizado em um dos ensaios de Wendt *et al.* (2002). Na

figura 27 mostram-se as partes da configuração dessa célula de reação. Na figura 28 a configuração antes e depois do ensaio.

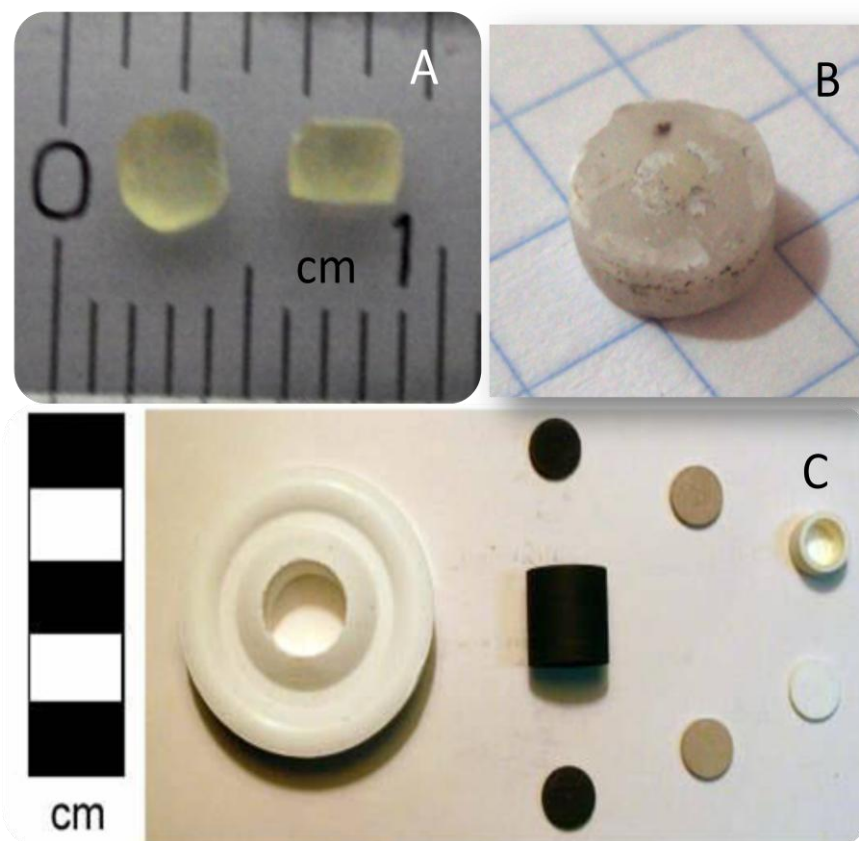


Figura 27 – A: Apatita de Durango; B: Compactação da mesma em NaCl. C: Conjunto de célula de processamento usada na Prensa de Câmara Toroidal (Dir.- Esq.: Gaxeta, cilindro de Grafite, tampas de Pirofilita, cilindro de h-BN).

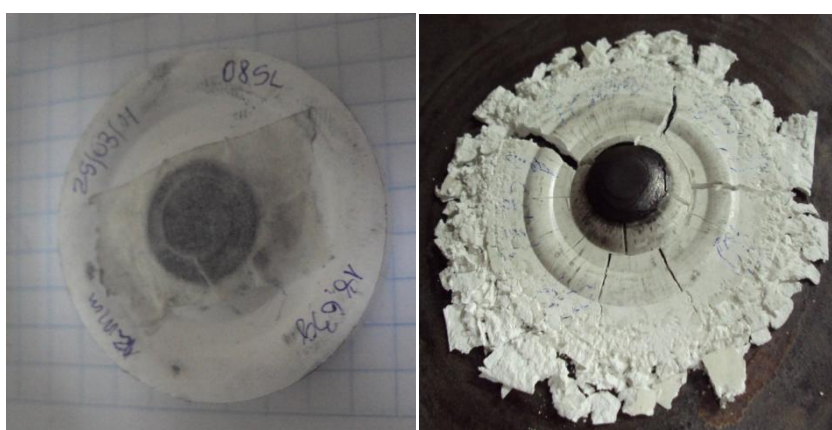


Figura 28 – Gaxeta antes e depois do ensaio.

3.6.3. Pontos críticos

As gaxetas quando manufaturadas incorretamente levam a conjuntos incapazes de suportar a pressão aplicada desestabilizando o sistema e, por conseguinte, invalidam o ensaio. Por isso as gaxetas devem ser preparadas seguindo as diretrizes definidas.

Um problema recorrente nos ensaios é que devido à longa duração dos mesmos, quedas na rede de energia elétrica do campus do vale levam a perda dos ensaios.

3.6.4. Equipamento utilizado

Os experimentos envolvendo estudos de altas pressões e temperaturas são realizados no Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados (LAPMA), do Instituto de Física da UFRGS (figura 29). A Prensa Hidráulica com Câmara Toroidal do LAPMA possui capacidade de até 1.000 tonf com sistema de refrigeração para minimizar o aquecimento dos pistões nos experimentos com aumento de temperatura.



Figura 29 – A Prensa Hidráulica com Câmara Toroidal de 1.000 tonf com sistema de refrigeração, pertencente ao Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados do Instituto de Física.

3.6.5. Precisão da técnica

A medida da pressão é feita através da calibração da força aplicada com o uso de calibrantes como o Bismuto e o Itérbio montados em paralelo, que apresentam transformações de fase em pressões bem definidas, que alteram bruscamente a resistividade elétrica destes metais.

Valores de pressão de transformação polimórfica de elementos utilizados para calibração de alta pressão.

- Bismuto I-II ($2,55 \pm 0,01$ GPa)
- Bismuto V-VII ($7,7 \pm 0,3$ GPa)
- Itérbio ($4,0 \pm 0,2$ GPa)

Para essa calibração, em relação à configuração usual, a principal alteração é o seccionamento do cilindro de grafite em duas metades, que servirão como eletrodos, para a medida elétrica. Sendo o calibrante um condutor, é necessário um sistema de medida isolado eletricamente, deixando dois terminais de cobre livres para o contato com as metades superior e inferior do cilindro de grafite. O esquema é mostrado na figura 30.

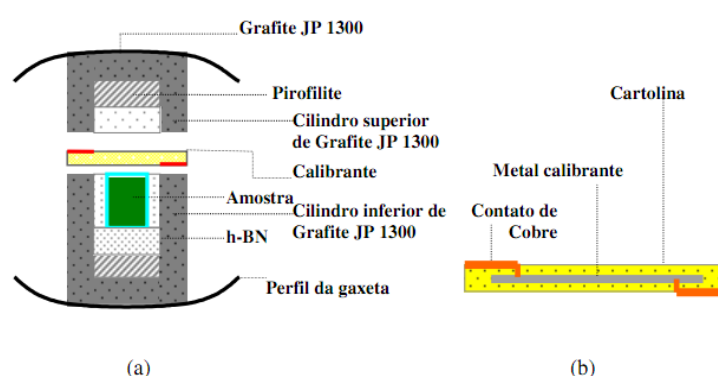


Figura 30 - Esquema mostrando (a) montagem para calibração de pressão e (b) detalhe do isolamento elétrico do calibrante.

Fonte: Villanueva *et al.* 2003

Usando um circuito elétrico é passada uma corrente elétrica constante gerando uma tensão, que vai variar com a mudança da resistência elétrica do calibrante. A mudança na resistência é um indicador formal das transições de fase,

que ocorrerão em pressões características (figura 31). Conforme cada transição ocorre toma-se nota do valor de voltagem do transdutor tipo LVDT, acoplado ao sistema hidráulico e do valor de força em Kg/cm², que é convertido para tonf, do manômetro do óleo do sistema hidráulico. Com posse desses dados gera-se a curva de pressão versus voltagem do transdutor tipo LVDT permitindo definir pressões intermediárias com base nos pontos dos calibrantes (figura 32).

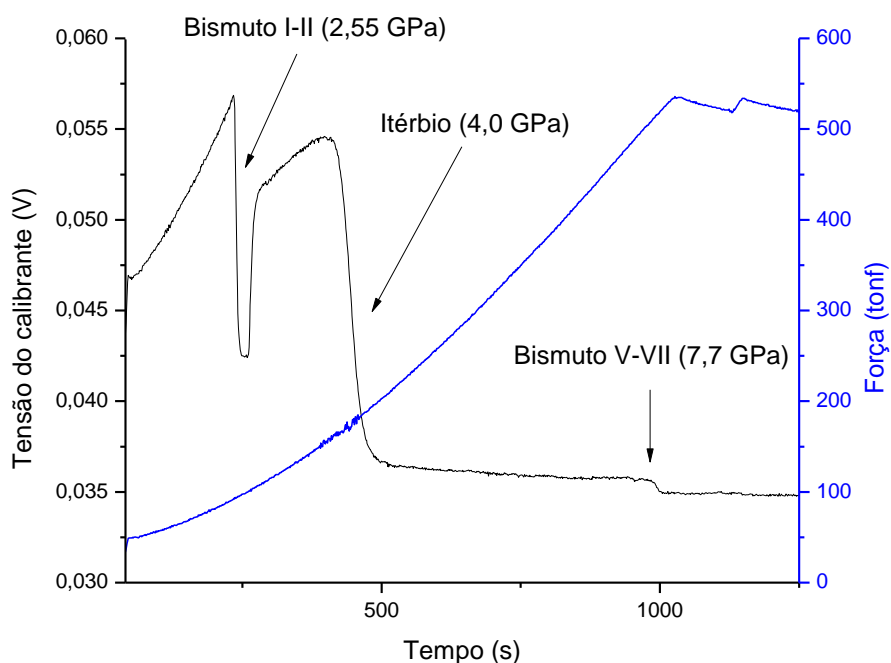


Figura 31 - Gráfico mostrando a mudança de tensão versus a força aplicada durante a calibração de pressão com Bismuto e Itérbio para configuração de chumbo.

Notas:

- Curva preta referente à tensão dos calibrantes.
- Curva azul referente à força aplicada

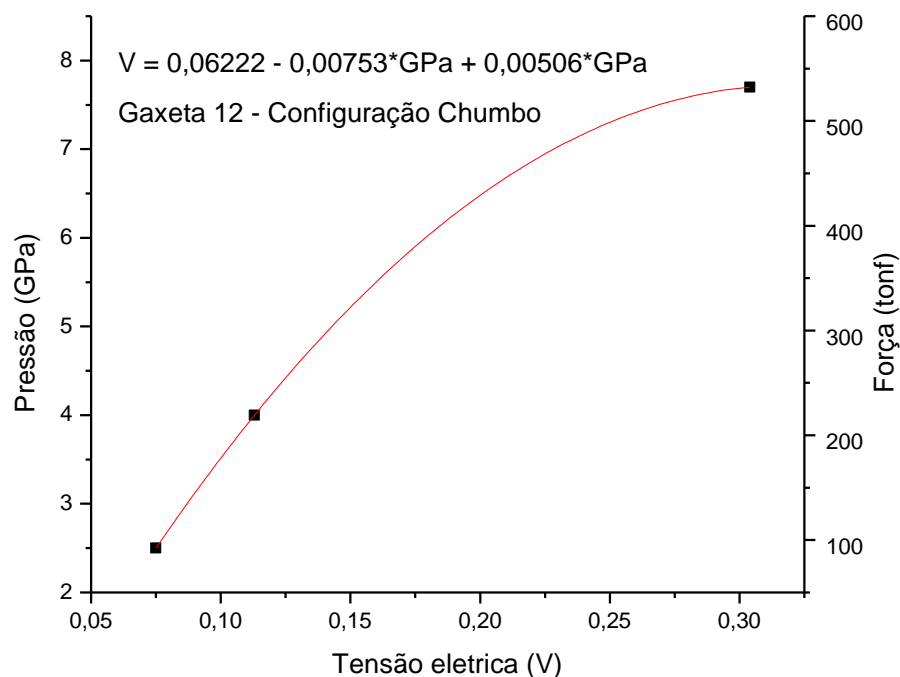


Figura 32 – Curva de pressão versus voltagem do transdutor tipo LVDT para configuração de chumbo.

Para a calibração de temperatura, é usado um termopar tipo Pt-PtRd 13%, que é inserido diametralmente no interior do conjunto gaxeta-célula de reação (figuras 33 e 34). O termopar é confinado em um tubo de alumina, que assegura seu isolamento térmico. Usando um circuito elétrico aplica-se uma potência elétrica sobre a configuração. A leitura da tensão gerada pelo termopar permite que seja estabelecida uma correlação entre a potência fornecida para ao aquecimento e a temperatura na região central da amostra (figura 35), onde fica a junção de medida do termopar.

O tempo típico para atingir a temperatura desejada é de 1 minuto. As medidas realizadas com o termopar de Pt-PtRd 13% apresenta uma precisão de $\pm 2^\circ\text{C}$. O resfriamento das amostras para atingir a temperatura ambiente após o término do ensaio será feita sob pressão.

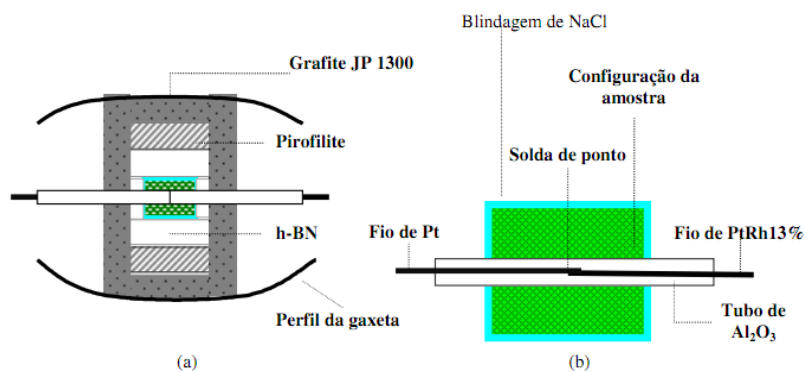


Fig. 3.15 a) Montagem para calibração de temperatura. b) Detalhe do posicionamento do termopar.

Figura 33 - Esquema mostrando (a) montagem para calibração de temperatura e (b) detalhe do posicionamento do termopar.

Fonte: Villanueva *et al.* 2003

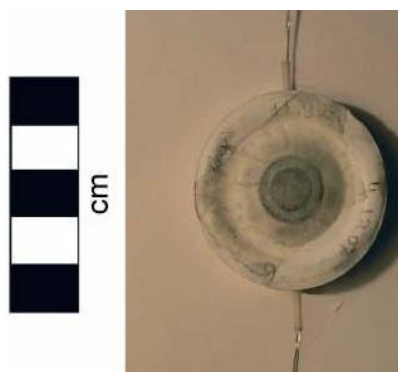


Figura 34 - Gaxeta montada com termopar no seu interior.

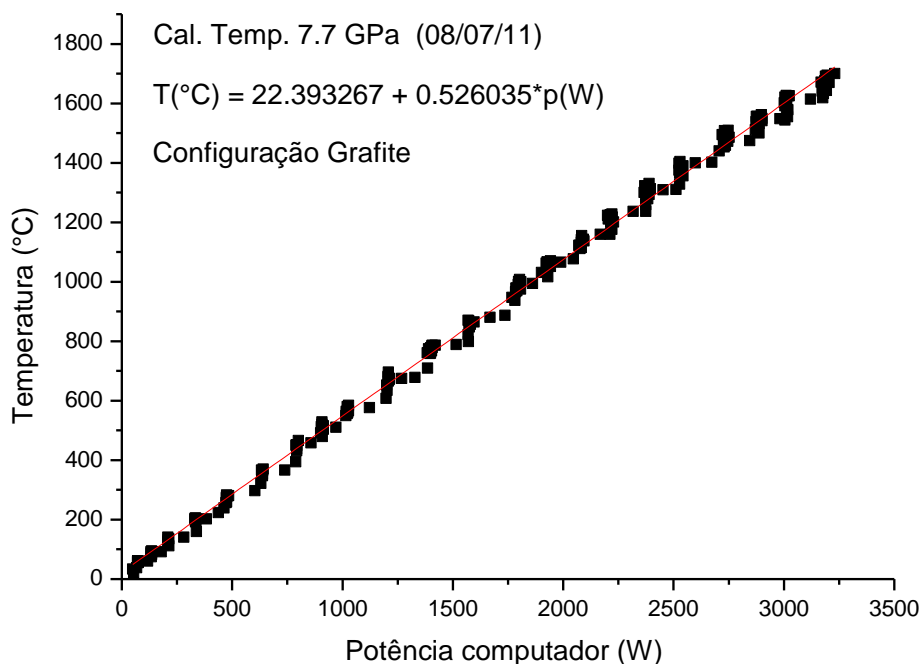


Figura 35 - Gráfico mostrando a calibração de temperatura do termopar correlacionada com a potência fornecida para o aquecimento. Condições de 7,7 GPa configuração grafite.

Após a obtenção de curvas de calibração de pressão e temperatura, as amostras podem ser processadas, mantendo-se o controle somente da voltagem do transdutor tipo LVDT (relativo à força) e da potência elétrica (relativo à temperatura) aplicadas. É ideal realizar calibrações de pressão para cada conjunto de gaxetas fabricado, já a calibração de temperatura é feita anualmente para cada configuração e pressão.

3.7. MÉTODO DOS TRAÇOS DE FISSÃO

Após os ensaios na Prensa de Bigorna de Diamante e na Prensa de Câmara Toroidal as amostras serão montadas em lâminas, polidas e atacadas quimicamente para revelar os traços induzidos. Em seguida por meio de microscopia óptica serão medidos os comprimentos dos traços confinados do tipo: Traço em Traço (TinT). Comparando as medidas de amostras sem processamento com as processadas

poder-se-á estabelecer o comportamento do recozimento dos traços conforme a aplicação da pressão.

Cada traço de fissão é o registro de um evento de decaimento por fissão, que representa um evento de formação de átomos filhos. A quantidade de átomos restantes de ^{238}U pode ser conhecida através da quantidade de ^{235}U que, na natureza, mantém uma relação proporcional com o ^{238}U (tabela 5). Utilizando-se deste princípio, procede-se a irradiação da amostra com um feixe de nêutrons num reator nuclear, o que proporciona a indução da fissão dos átomos de ^{235}U , cuja densidade de traços leva à quantidade deste isótopo, o que é proporcional a quantidade de ^{238}U presente no mineral. Com essa relação obtêm-se a idade da amostra com o uso da equação de idade para traços de fissão (equação 5).

Tabela 5 – Séries radioativas de decaimento do U-Pb, com apresentação da abundância natural, dos radionuclídeos radioativos (Isótopos pais), do tempo de meia vida e da constante de decaimento.

Abundancia Natural (%)	Isótopo Pai	Meia-vida ($t_{1/2}$)	Constante de decaimento
≈ 99,3	^{238}U	≈ 4,468 Ga	$\lambda_{238\text{D}} \approx 1,551 \times 10^{-4} \text{ Ma}^{-1}$
		≈ 8152941 Ga	$\lambda_{238\text{f}} \approx 8 \times 10^{-11} \text{ Ma}^{-1}$
≈ 0,7	^{235}U	≈ 0,7038 Ga	$\lambda_{235\text{D}} \approx 9,849 \times 10^{-4} \text{ Ma}^{-1}$

$$t' = \frac{1}{\lambda_d} \ln(\lambda_D \frac{\rho_s}{\rho_i} \rho_d \zeta g + 1)$$

Equação 4 – Equação da idade para traços de fissão.

Notas:

t' = idade;

ρ_s = densidades de traços fósseis;

ρ_i = densidades de traços induzidos;

λ_D = constante de decaimento α do ^{238}U . ($\lambda_D = \lambda_\alpha + \lambda_f$ dado que $\lambda_\alpha \gg \lambda_f$ logo $\lambda_D \approx \lambda_\alpha$)

λ_α = constante de decaimento do ^{238}U por emissão de partícula alfa.

λ_f = constante de decaimento do ^{238}U por fissão espontânea.

ρ_d = densidade de traços do dosímetro (padrão com teor de U conhecido, utilizado para monitorar o fluxo de nêutrons no reator);

g = fator de geometria;

ζ = fator de calibração zeta.

Fonte: Galbraith *et al.* 1993.

Os minerais normalmente utilizados para análises de traço de fissão são a apatita [$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{F}, \text{Cl}, \text{OH})$], o zircão (ZrSiO_4) e a titanita [$\text{CaTiO}(\text{SiO}_4)$], minerais acessórios que são muito comuns em grande parte de rochas ígneas e metamórficas, e frequentes nas rochas sedimentares clásticas.

Entretanto é na apatita que os traços são gerados em mais baixas temperaturas. Sendo usada na indústria do petróleo, pois as zonas de recozimento

dos traços de fissão em apatita são correlacionáveis com a janela de geração do petróleo.

O método de datação por traços de fissão consiste em contar o número de traços por unidade de área em uma amostra. Em geral quanto mais traços existem mais eventos de fissão ocorreram e mais velha é a amostra.

Existem dois tipos de traços de fissão que devem ser contados para a determinação da idade do último evento térmico, os traços espontâneos¹² contidos no mineral e os traços induzidos¹³ no detector externo.

O comprimento dos traços de fissão na apatita varia entre 2 e 16 μm em média, sendo observáveis através de microscopia óptica após ataque químico. A distribuição dos comprimentos dos traços de fissão permite traçar histórias de resfriamento diversas e identificar eventos geológicos diferenciados.

3.7.1. Procedimento

Para as calibrações do fator de geometria, fator zeta e para as análises em microscopia das amostras ensaiadas nas prensas é necessário fazer a montagem das pastilhas que suportam os grãos. Para tal usa-se a resina castoline (5 gotas de *hardner* para 10 ml de resina) essa resina é ideal, pois é transparente e não forma bolhas após sua cura. Dentro da capela usando uma espátula de quartzo foi feita a mistura, com isso gera-se bolhas de ar que são removidas pelo aquecimento no forno. Quando a cor passar de transparente para amarelo é o momento de colocar no pote da amostra, essa etapa deve ser rápida. Depois se deve limpar o Becker de vidro com um papel para remover o excesso de resina, finalizando com um papel embebido acetona. O resíduo é descartado em um lixo apropriado. A secagem da resina aplicada na amostra é feita em um forno a 50°C por quatro horas.

O próximo passo a ser feito consiste no polimento das pastilhas em lixas de granulométrica cada vez menor. Inicia-se com uma lixa de grossa de numeração 220, seguida por uma fina de 1.200 para a porção inferior da pastilha. A parte

¹² Gerados durante a fissão espontânea do ^{238}U .

¹³ Gerados durante a fissão artificial do ^{235}U .

superior, onde a amostra se encontra, é polida inicialmente com a lixa de 1.200 depois 4.000, alumina a 3 μm , alumina 0,3 μm e por fim o polimento é concluído com uma pasta de diamante de 1/4 μm . O ideal é quando há a exposição de 80% dos grãos da amostra. A revelação química dos traços de fissão da apatita é feito com ácido nítrico a 5M de HNO_3 por 20 segundo a $20\pm 1^\circ\text{C}$, seguido pela neutralização com água deionizada em um becker de vidro. O manuseio da amostra é feito com uma pinça de plástico. A revelação dos traços induzidos registrados no kapton durante a irradiação é realizada com uma solução de hipoclorito de sódio ($\text{NaCl}+\text{NaOHCl}$ de concentração de 12%) em ebulição durante 8 minutos. Em seguida os kaptos são lavados em água deionizada e secos.

Parte-se para a contagem dos traços de fissão nas amostras segundo os seguintes critérios:

Critérios para contagem dos traços de fissão em apatita (figura 36):

- Traços retilíneos e uniformes.
- Geometria cônica, logo suas pontas se cruzam.
- Pleocroísmo acompanha a mudança de foco
- Quando o ataque for muito eficiente tende a gerar feições em forma de adaga. Em casos de ataque químico extremo geram feições cônicas sem as características pontas. Nestes casos geralmente perde-se o pleocroísmo característico com a mudança de foco.
- Comprimento dos traços pode variar até o máximo de 16 μm para traços confinados, quando não há recozimento. Em amostras naturais costumam variar de 15 a 2 μm para traços que interceptam a superfície.



Figura 36 – Imagem de microscopia óptica com aumento de 400 vezes de um grão de apatita de Durango mostrando traços de fissão gerados por irradiação. Os traços confinados da amostra têm $\approx 16 \mu\text{m}$.

O Kapton é um plástico livre de urânio usado como detector externo nas calibrações de zeta, fator de geometria e datações usuais. Ele é acoplado à apatita que é submetida à irradiação registrando os traços que forem gerados na superfície da apatita.

Critérios para contagem dos traços de fissão no Kapton:

- Apresentam traços com uma geometria elipsoidal, dependendo da forma em que o traço intercepta a superfície do Kapton.
- Sua borda deve ser uniforme, sem crenulações.
- Podem ter cores variando de tons escuros até tons claros.
- Sua dimensão varia de acordo com a posição do átomo gerador fissionado na apatita, podendo variar de 8 a 2 μm . Seu comprimento sempre será menor que o valor máximo dos traços na apatita.

Usualmente no método dos traços de fissão em apatita são calibrados dois fatores de correção para o observador, trata-se de fatores de correção dos parâmetros intrínsecos ao método, não relacionado às idades das amostras.

O fator de proporcionalidade zeta é um parâmetro de correção que engloba: diferenças nas observações e revelações dos traços de fissão, incertezas na constante de fissão espontânea e depende do monitor de vidro usado na calibração. O valor do parâmetro zeta para apatita em relação dosímetro CN5 varia de 310 a 390.

O fator de geometria corrige a leitura entre as densidades de traços contadas nas amostras e nos Kaptons. Neste caso são irradiadas amostras que sofreram o recozimento total dos traços espontâneos em conjunto de Kaptons, chamados detectores externos. A divisão das densidades de traços do detector externo (e.d.) pela da superfície externa da apatita contendo traços de fissão gerados pela irradiação teoricamente deve ser 1 (geometria $\rho e.d./\rho 2\pi$). Para contagem considerando a superfície interna do grão de apatita irradiada quando comparada a contagem do detector externo deve ser teoricamente próximos a 0,5 (geometria $\rho e.d./\rho 4\pi$). Caso a medida for realizada na superfície externa da apatita e for comparada a da superfície interna da apatita o valor teórico deve ser próximo a 0,5 (geometria $\rho 2\pi/\rho 4\pi$).

Na figura 37 são evidenciados os procedimentos a serem seguidos para a revelação dos traços de fissão em apatita nos grãos e no detector externo.

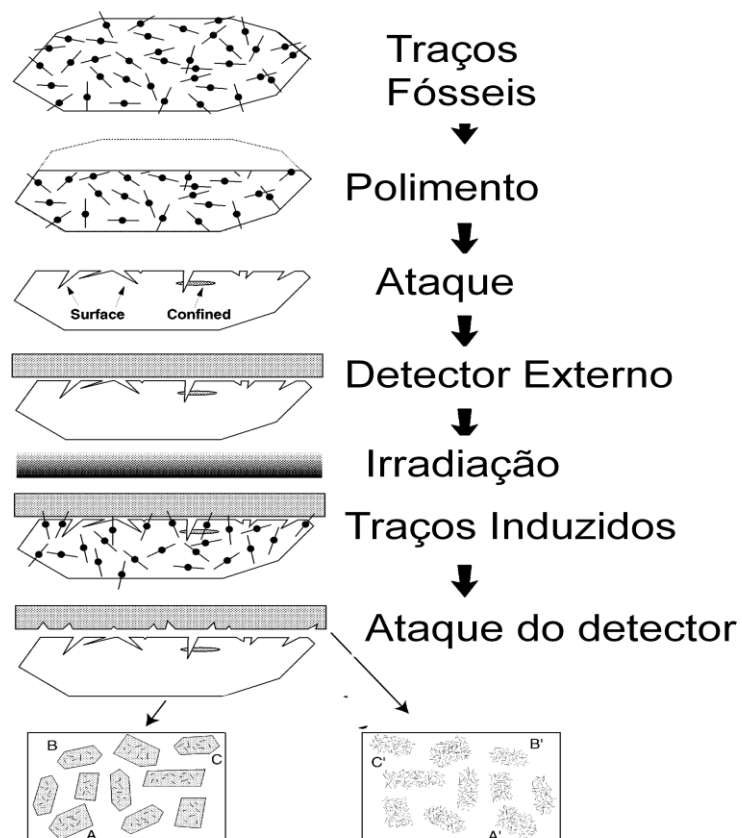


Figura 37 – Esquema mostrando o procedimento usual para revelação dos traços de fissão em apatita para a determinação da idade e histórias térmicas de uma amostra.

Fonte: Gallagher *et al.* 1998.

3.7.2. Pontos críticos

Envolvem erros de contagem, identificação dos traços, erro na correlação entre o grão de apatita e sua imagem no Kapton, esses levam a idades falsas ou valores errôneos nos parâmetros do método.

O ataque químico feito para revelar os traços pode ser diferente para a apatita e o Kapton levando a erros nas medidas. Para evitar esses problemas os ataques são controlados para que fique o tempo ideal.

3.7.3. Equipamento utilizado

Dependências do Laboratório de Geologia Isotópica e de seu anexo para realizar a aplicação da resina (figura 38), o polimento das pastilhas (figura 39), aquecimento em forno e ataque químico das amostras.

Também foi usada a lupa binocular de luz refletida usada nas montagens (figura 40). O microscópio biológico Olympus Bx40 com aumento de 1000x, retículo de contagem 10x10, luz branca transmitida, lente de 100x de imersão em óleo e porta amostra com *chariot* (figura 41). O Autoscan de 3 eixos AS3000B, *software Trakscan*, *hardware* e eletrônicos associados (figura 42). Montado em um microscópio Zeiss de aumento de 1000x com lente de 100x a seco.



Figura 38 – Resina Castolite usada na manufatura das pastilhas para microscopia óptica.



Figura 39 – Lixas usadas no polimento das pastilhas. Na seringa há a pasta de diamante a $\frac{1}{4}$ de μm .



Figura 40 – Lupa do LGI-UFRGS usada na montagem das amostras.



Figura 41 – Microscópio biológico Olympus Bx40 do Laboratório de Geologia Isotópica da UFRGS.



Figura 42 - Autoscan de 3 eixos montado em um microscópio Zeiss, do Laboratório de Geologia Isotópica da UFRGS.

3.7.4. Precisão da técnica

As contagens dos traços de fissão são baseadas em princípios estatísticos, usualmente são contados no mínimo 30 grãos para determinação de idade de amostras. Neste caso deve-se cuidar para que a área contada na apatita seja condizente com a área contada no Kapton.

Para amostras em que se sabe tratar de um mesmo grão com distribuição homogênea de urânio deve-se contar um mínimo de 1.000 traços espontâneos.

Esses procedimentos garantem determinação de valores com erros aceitáveis, perante a aplicação dos cálculos estatísticos usuais para o método. No caso dos números de grãos e a densidade de traços, por motivos diversos, forem valores pequenos se deve utilizar outras equações estatísticas adequadas, descritas por Galbraith *et al.* (2005), que representariam melhor as amostras.

Para as medidas de comprimentos idealmente o mínimo de traços confinados a ser contado é de 100 e deve-se preferir TinTs, segundo os motivos defendidos em Barbarand *et al.* (2003a).

As contagens e medidas dos comprimentos dos traços de fissão em apatita devem ser realizadas em faces prismáticas, pois nela é possível determinar o eixo cristalográfico *c* pelo paralelismo das formas geradas pela interseção dos traços com a superfície do mineral.

4. RESULTADOS

Neste tópico são apresentados os resultados gerados nos ensaios e nas calibrações.

4.1. ESPECTROS RAMAN

Conforme os parâmetros definidos em 3.4.2. Procedimento. Seguem os resultados das análises.

4.1.1. Diferenças entre faces basais e prismáticas.

Gráficos gerados para averiguar qual o comportamento espectral perante a mudança da face cristalográfica observada.

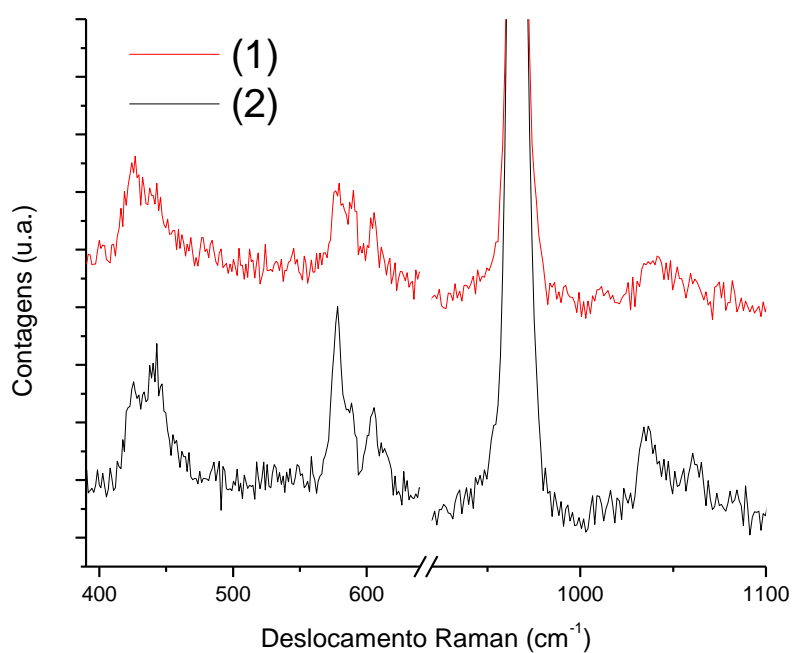


Figura 43 – Comparação entre face basal (2) e face prismática (1) para amostras totalmente recozidas da apatita de Durango i.e. sem traços de fissão. Medidas de 20 segundos.

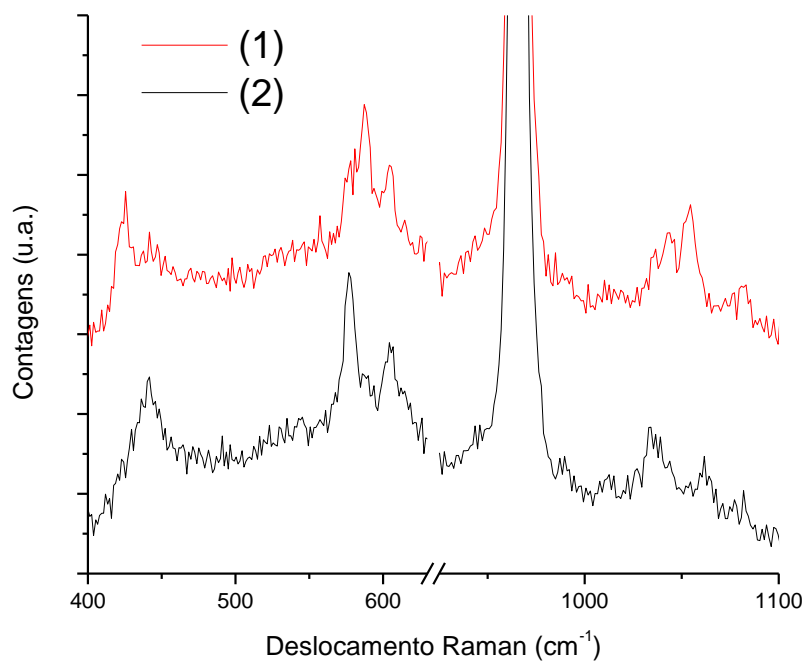


Figura 44 – Comparação entre face basal (2) e face prismática (1) para amostras naturais da apatita de Durango, com traços de fissão espontâneos. Medidas de 20 segundos.

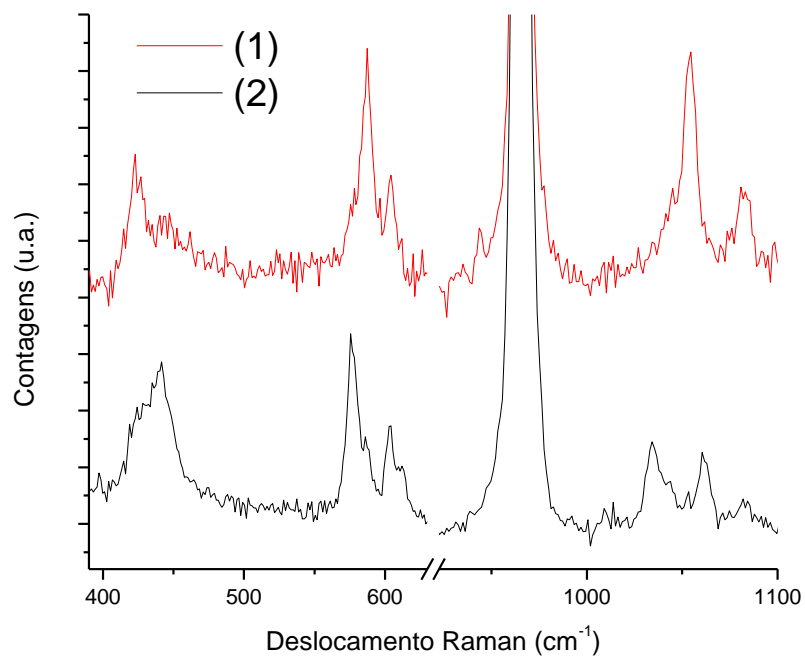


Figura 45 – Comparação entre face basal (2) e face prismática (1) para amostras da apatita de Durango que sofreram recozimento total e posterior irradiação, com a presença de traços induzidos. Medidas de 20 segundos.

4.1.2. Padrões com diferentes densidades de traços.

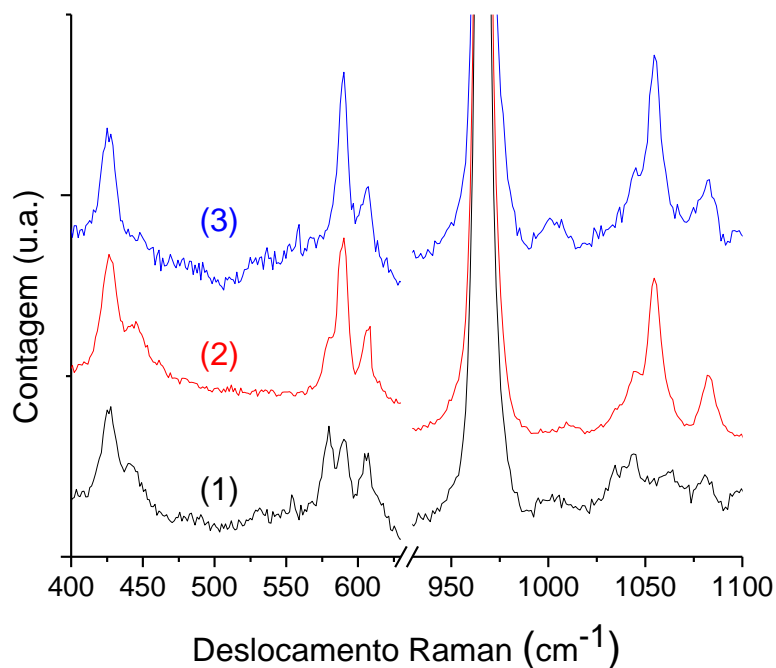


Figura 46 – Espectros Raman da apatita de Durango com diferentes conteúdos de traços de fissão. Medidas de 180 segundos. Detalhes das densidades e comprimentos dos traços são detalhados na tabela 16 do item 4.4.4.

Notas:

- 1 – Face prismática da apatita de Durango que sofreu recozimento total, sem a presença de traços de fissão.
- 2 – Face prismática da apatita de Durango, com a presença de traços de fissão espontâneos.
- 3 – Face prismática da apatita de Durango que sofreu recozimento total e posterior irradiação, com a presença de traços induzidos.

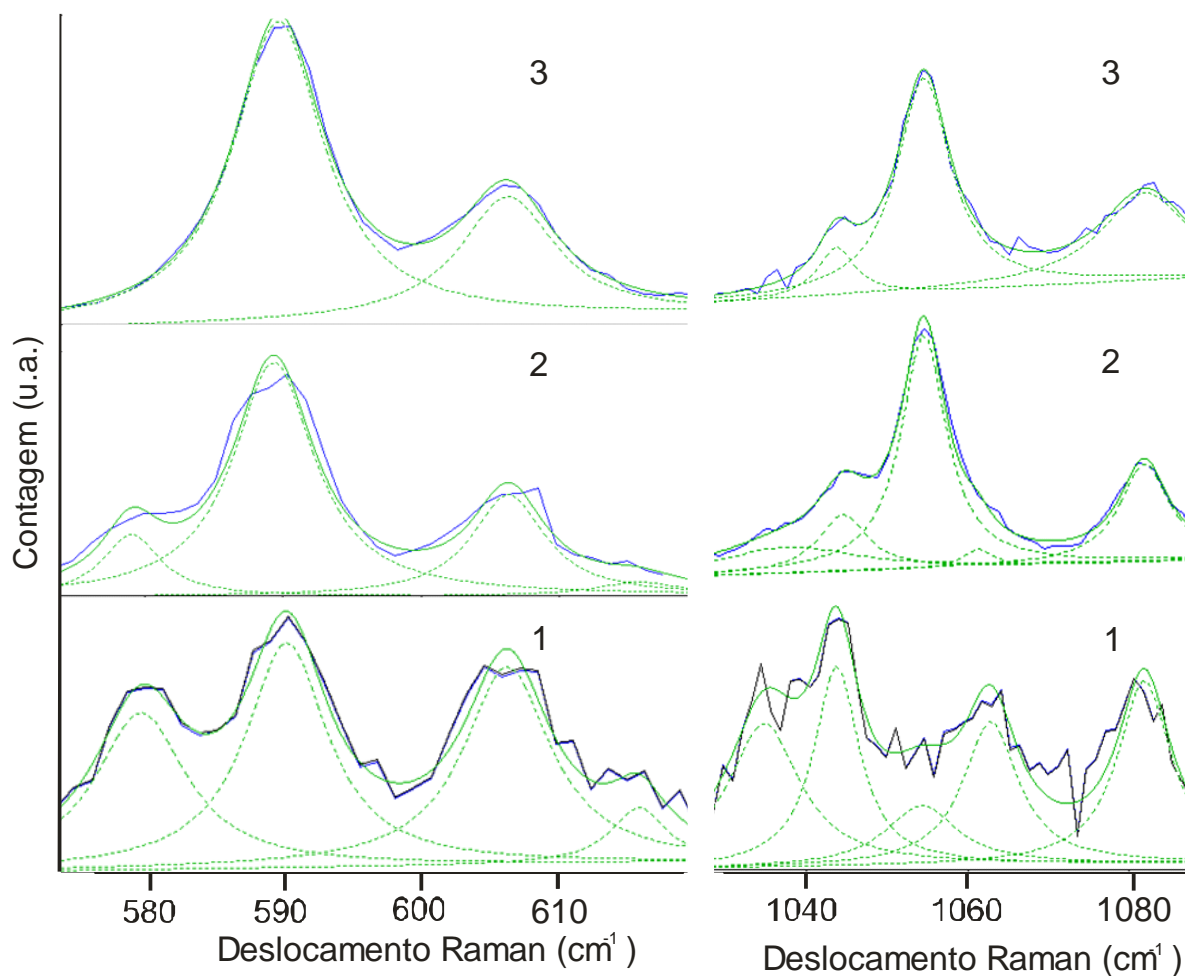


Figura 47 – Gráficos sobrepostos pela deconvolução Lorentziana, após remoção do *background*.

Notas:

- 1 – Face prismática da apatita de Durango que sofreu recozimento total, sem a presença de traços de fissão.
- 2 – Face prismática da apatita de Durango, com a presença de traços de fissão espontâneos.
- 3 – Face prismática da apatita de Durango que sofreu recozimento total e posterior irradiação, com a presença de traços induzidos.

Tabela 6 – Comparação das bandas e seus respectivos picos, em parêntese, dos espectros Raman mostrados na literatura com os gerados pelas deconvoluções nos padrões de comparação em faces prismáticas da apatita de Durango.

Banda do PO_4^{3-}	a	b	1	2	3
v3 (2)	1083	-	1082	1082	1082
v3 (3)	1061	-	1063	1062	-
v3 (1)	1055	1051	1054	1055	1055
v3 (5)	1044	-	1044	1044	1044
v3 (4)	1035	-	1035	1037	-
v1 (1)	966	-	966	966	967
v4 (4)	616	-	616	616	-
v4 (2)	608	-	606	606	606
v4 (1)	592	-	590	589	589
v4 (3)	582	-	579	579	-
v2 (2)	445	451	444	446	-
v2 (1)	432	-	426	427	425

Notas: As medidas das posições das bandas Raman estão em cm^{-1} e o erro associado à medida é inferior a 0,5.

a – Apatita sintética $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}_{1-x}\text{Cl}_x$ onde $x = 0,1$ dados de O'Donnell *et al.* (2008)

b – Apatita de Durango dados de Zattin *et al.* (2007).

1 – Face prismática da apatita de Durango que sofreu recozimento total, sem a presença de traços de fissão.

2 – Face prismática da apatita de Durango, com a presença de traços de fissão espontâneos.

3 – Face prismática da apatita de Durango que sofreu recozimento total e posterior irradiação, com a presença de traços induzidos.

“-“ – Indica ausência do pico.

Tabela 7 – Medida da área dos picos dos espectros Raman, definidos pelas deconvoluções dos espectros dos padrões de comparação em faces prismáticas da apatita de Durango.

Banda do PO_4^{3-}	1	Erro	2	Erro	3	Erro
v3 (2)	6486	284	10747	242	20454	1372
v3 (3)	5265	445	1176	293	-	-
v3 (1)	2918	704	23388	600	30463	550
v3 (5)	6015	430	6015	589	4871	288
v3 (4)	6903	452	8072	648	-	-
v1 (1)	202651	737	186762	515	215721	871
v4 (4)	3663	361	1647	217	-	-
v4 (2)	14338	525	10556	321	13156	401
v4 (1)	12462	447	27096	389	30972	447
v4 (3)	14528	577	5149	250	-	-
v2 (2)	10381	499	10986	575	-	-
v2 (1)	255563	592	26486	463	21344	629

Notas:

1 – Face prismática da apatita de Durango que sofreu recozimento total, sem a presença de traços de fissão.

2 – Face prismática da apatita de Durango, com a presença de traços de fissão espontâneos.

3 – Face prismática da apatita de Durango que sofreu recozimento total e posterior irradiação, com a presença de traços induzidos.

“-“ – Indica ausência do pico.

Tabela 8 – Medida da largura a meia altura dos picos dos espectros Raman, definidos pelas deconvoluções dos espectros dos padrões de comparação em faces prismáticas da apatita de Durango.

Banda do PO_4^{3-}	1	Erro	2	Erro	3	Erro
v3 (2)	8	0,3	8,55	0,8	13,1	0,63
v3 (3)	8,3	0,5	4,48	0,9	-	-
v3 (1)	10,9	2	7	0,1	7,9	0,1
v3 (5)	6,8	0,4	7,5	0,6	5,5	0,3
v3 (4)	10,8	0,5	21,6	1,2	-	-
v1 (1)	6,1	0,03	4,8	0,01	6,17	0,03
v4 (4)	7,4	0,6	7,4	0,9	-	-
v4 (2)	9	0,35	6,5	0,2	8,5	0,3
v4 (1)	7,6	0,3	7,19	0,1	8	0,15
v4 (3)	8,41	0,32	5,1	0,2	-	-
v2 (2)	13,6	0,6	14,86	0,8	-	-
v2 (1)	12,3	0,3	10,8	0,22	9	0,2

Notas:

1 – Face prismática da apatita de Durango que sofreu recozimento total, sem a presença de traços de fissão.

2 – Face prismática da apatita de Durango, com a presença de traços de fissão espontâneos.

3 – Face prismática da apatita de Durango que sofreu recozimento total e posterior irradiação, com a presença de traços induzidos.

“-“ – Indica ausência do pico.

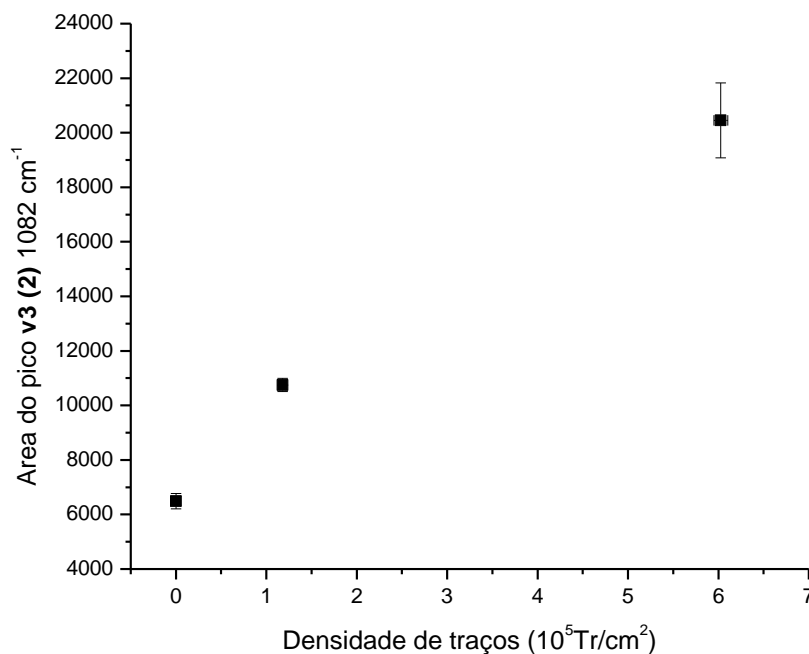


Figura 48 – Gráfico comparativo entre a área do pico 2 da banda do íon fosfato v3 (1082 cm^{-1}) e a densidade de traços em faces prismáticas, baseado na tabela 7 e na tabela 16 do item 4.4.4.

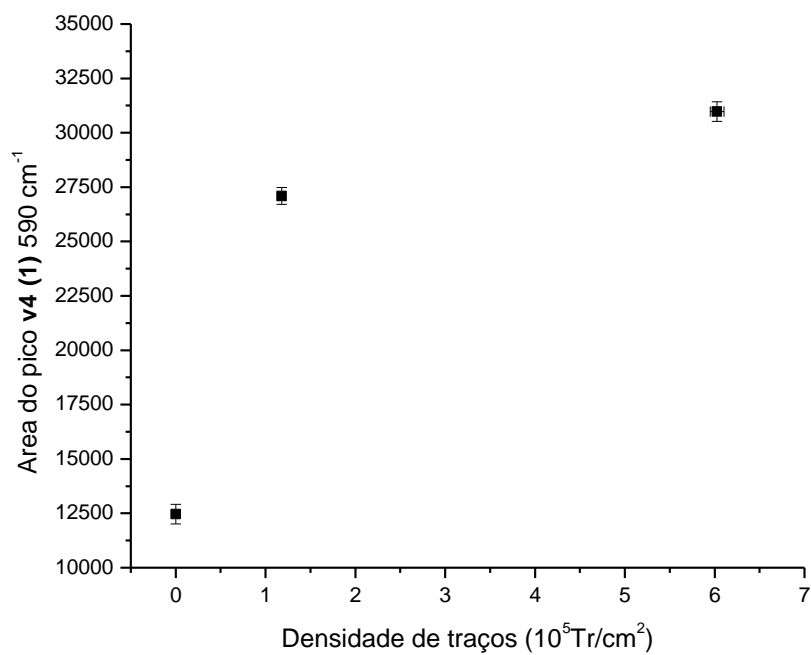


Figura 49 – Gráfico comparativo entre a área do pico 1 da banda do íon fosfato v4 (590 cm⁻¹) e a densidade de traços em faces prismáticas, baseado na tabela 7 e na tabela 16 do item 4.4.4.

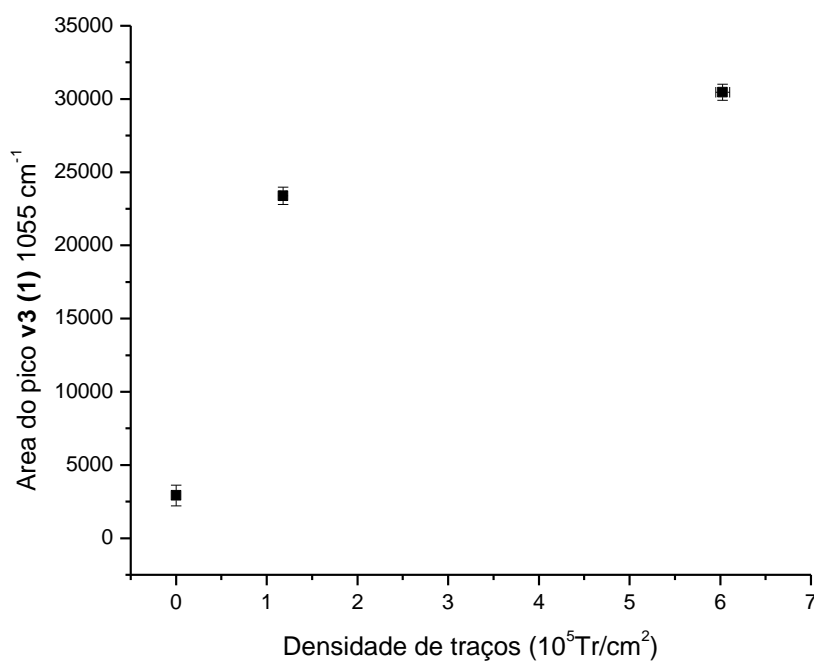


Figura 50 – Gráfico comparativo entre a área do pico 1 da banda do íon fosfato v3 (1055 cm⁻¹) e a densidade de traços em faces prismáticas, baseado na tabela 7 e na tabela 16 do item 4.4.4.

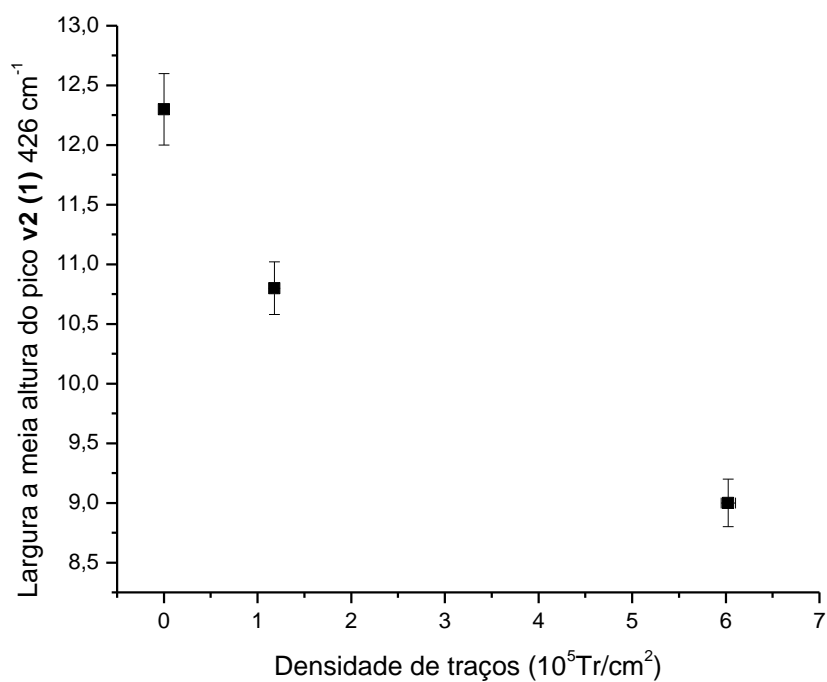


Figura 51 – Gráfico comparativo entre a largura a meia altura do pico 1 da banda do íon fosfato v2 (426 cm⁻¹) e a densidade de traços em faces prismáticas, baseado na tabela 8 e na tabela 16 do item 4.4.4.

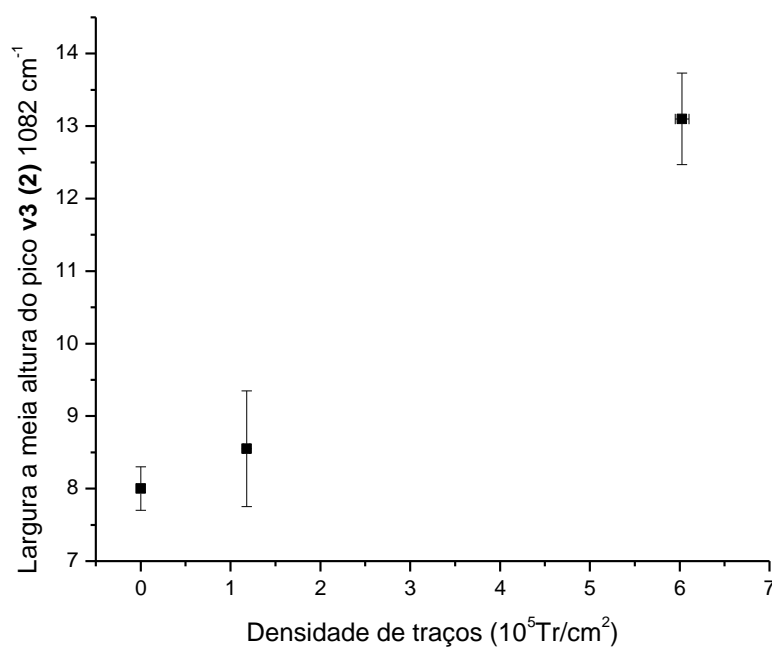


Figura 52 – Gráfico comparativo entre a largura a meia altura do pico 2 da banda do íon fosfato v3 (1082 cm⁻¹) e a densidade de traços em faces prismáticas, baseado na tabela 8 e na tabela 16 do item 4.4.4..

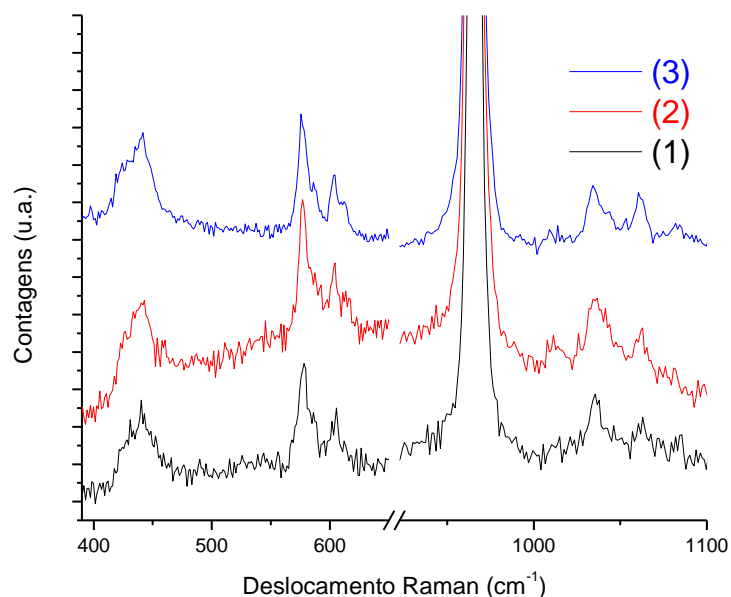


Figura 53 – Espectros Raman da apatita de Durango em faces basais com diferentes conteúdos de traços de fissão. Medidas de 20 segundos. Detalhes das densidades e comprimentos dos traços são discriminados na tabela 16 do item 4.4.4.

Notas:

- 1 – Face prismática da apatita de Durango que sofreu recozimento total, sem a presença de traços de fissão.
- 2 – Face prismática da apatita de Durango, com a presença de traços de fissão espontâneos.
- 3 – Face prismática da apatita de Durango que sofreu recozimento total e posterior irradiação, com a presença de traços induzidos.

4.1.3. Espectros gerados durante o ensaio na DAC

Devido à impossibilidade de mensurar o sinal das apatitas no interior da prensa de bigorna de diamante, optou-se por não continuar as medições de calibração de espectroscopia Raman. Isso se deve ao baixo sinal das apatitas que é obliterado pela fluorescência do rubi e está possivelmente ligada a configuração da Microsonda Raman usada, pois o acoplamento da DAC ao sistema obriga o uso da objetiva de menor aumento (5x).

4.2. ESPECTROS NO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER.

Gráficos gerados para amostras não moídas e sem preparação sendo constituídas de fatias macroscópicas orientadas da apatita de Durango. Os picos de interesse para as medidas de FTIR são os picos invertidos, que marcam uma redução no valor de transmitância.

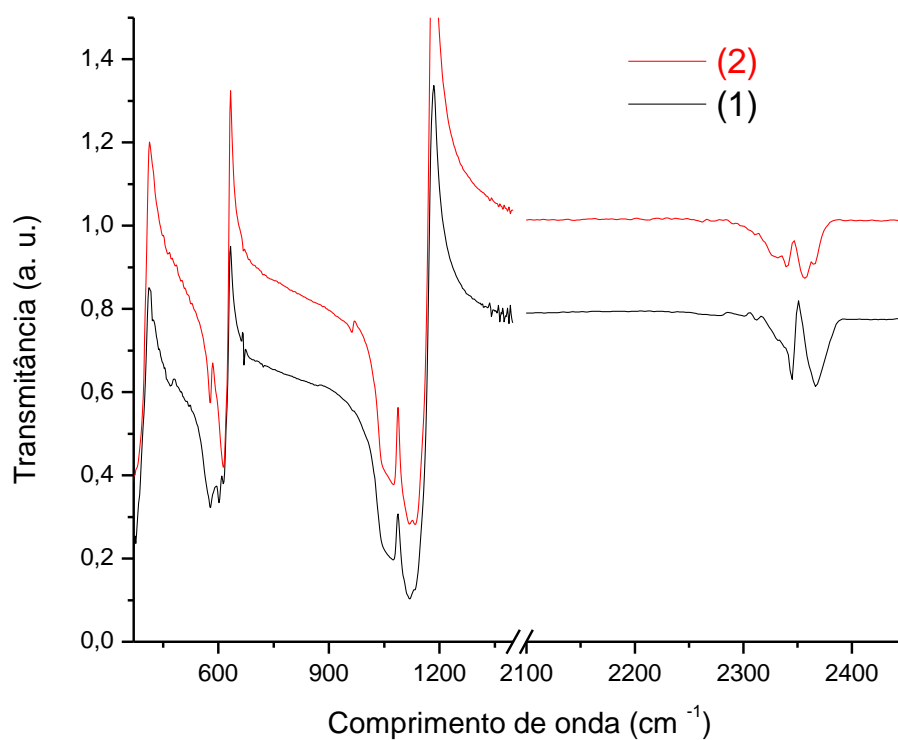


Figura 54 – Espectro FTIR da apatita de Durango

Notas: Detalhes das densidades e comprimentos dos traços são discriminados na tabela 16 do item 4.4.4.

- 1 – Face prismática da apatita de Durango, com a presença de traços de fissão espontâneos.
- 2 – Face basal da apatita de Durango, com a presença de traços de fissão espontâneos.

Tabela 9 – Bandas de absorção no IR (cm^{-1}).

Banda do PO_4^{3-}	1	2
v2 (1)	470	-
v4 (1)	577	577
v4 (2)	601	-
v4 (3)	613	613
v4 (4)	661	-
v4 (5)	669	667
v1 (1)	966	962
v3 (3)	1043	1043
v3 (2)	1077	1077
v3 (1)	1118	1118
v5 (1)	1134	1134
v5 (2)	2345	2339
v5 (3)	-	2356
v5 (1)	2366	2366

Notas: Detalhes das densidades e comprimentos dos traços são descritos na tabela 16 do item 4.4.4.

- 1 – Face prismática da apatita de Durango, com a presença de traços de fissão espontâneos.
- 2 – Face basal da apatita de Durango, com a presença de traços de fissão espontâneos.

Estimativa do conteúdo de cloro e flúor da apatita usando espectros de FTIR:

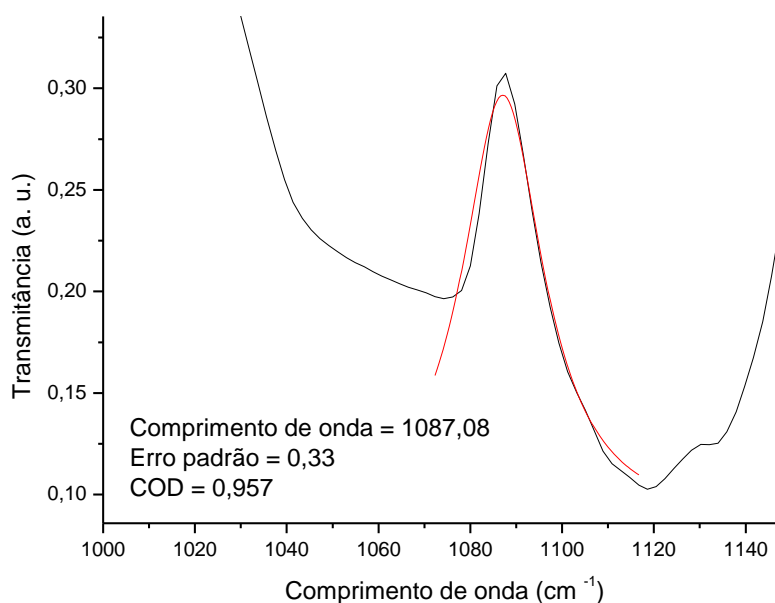


Figura 55 – Deconvolução Lorentziana do gráfico FTIR utilizado para definir o comprimento de onda do vale da banda de $\approx 1080 \text{ cm}^{-1}$.

Notas: Essa banda é descrita por Siddall *et al.* (1998) como o vale formado pelos picos das bandas de ≈ 1060 e $\approx 1100 \text{ cm}^{-1}$. Medida da face prismática da apatita de Durango com traços espontâneos. Detalhes das densidades e comprimentos dos traços são descritos na tabela 16 do item 4.4.4.

Tabela 10 – Aplicação da equação 2 e 3 de Siddall *et al.* (1998) para os gráficos de FTIR obtidos, referentes ao vale localizado na banda ≈ 1080 .

Conteúdo de F	
Comprimento de onda do pico FTIR (cm^{-1})	X = 1087
F (%)	Y = 3,975
$apfu^{14}$	0,873

Conteúdo de Cl	
Comprimento de onda do pico FTIR (cm^{-1})	X = 1087
Cl (%)	Y = 0,577
$apfu$	0,127

Nota: Por meio das equações 2 e 3 de Siddall *et al.* (1998) e do comprimento de onda do vale 1080 cm^{-2} estima-se o valor de $apfu$ do cloro como 0,127. O valor de $a.p.f.u.$ para a apatita de Durango é de 0,12, definido por microsonda eletrônica de varredura na tabela 3.

4.3. CALIBRAÇÃO PRENSA TOROIDAL

Seguem as calibrações de pressão realizadas para os conjuntos de gaxetas utilizados nos ensaios.

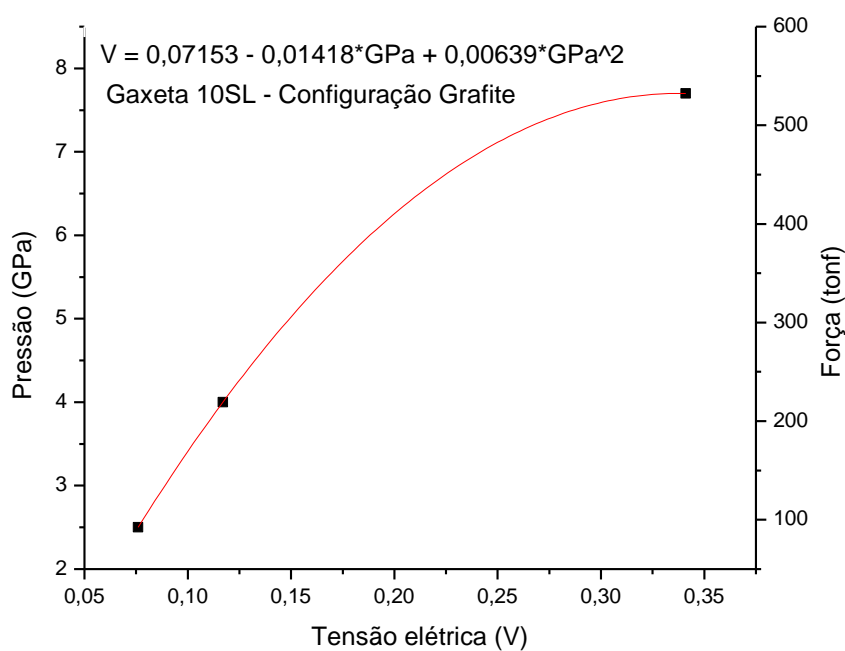


Figura 56 – Curva de pressão versus voltagem do transdutor tipo LVDT para configuração de grafite para o conjunto de gaxetas SL.

¹⁴ *anion per formula unit* (anion por unidade de formula)

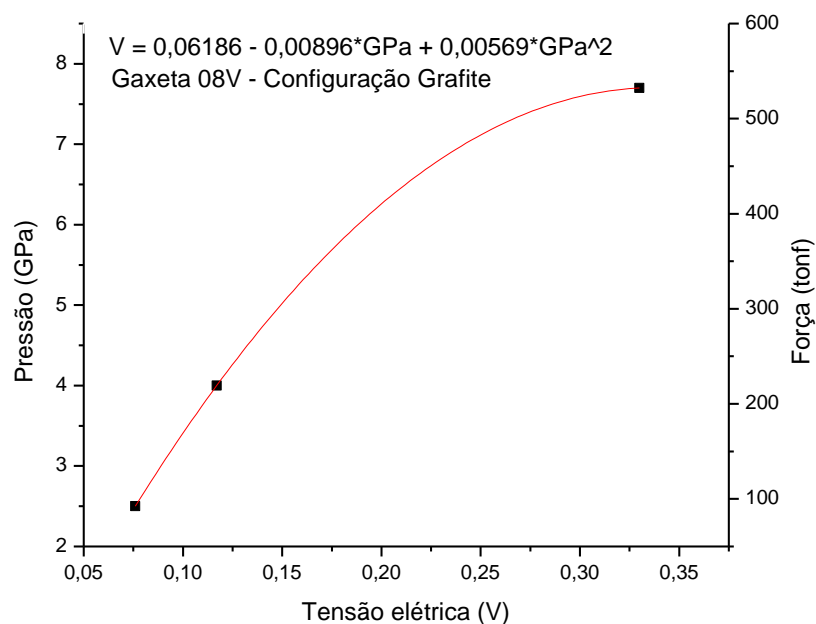


Figura 57 – Curva de pressão versus voltagem do transdutor tipo LVDT para configuração de grafite para o conjunto de gaxetas V.

Com a equação da curva de calibração de pressão pode-se determinar com uma precisão de $\approx 0,3$ GPa a pressão que se deseja empregar no ensaio.

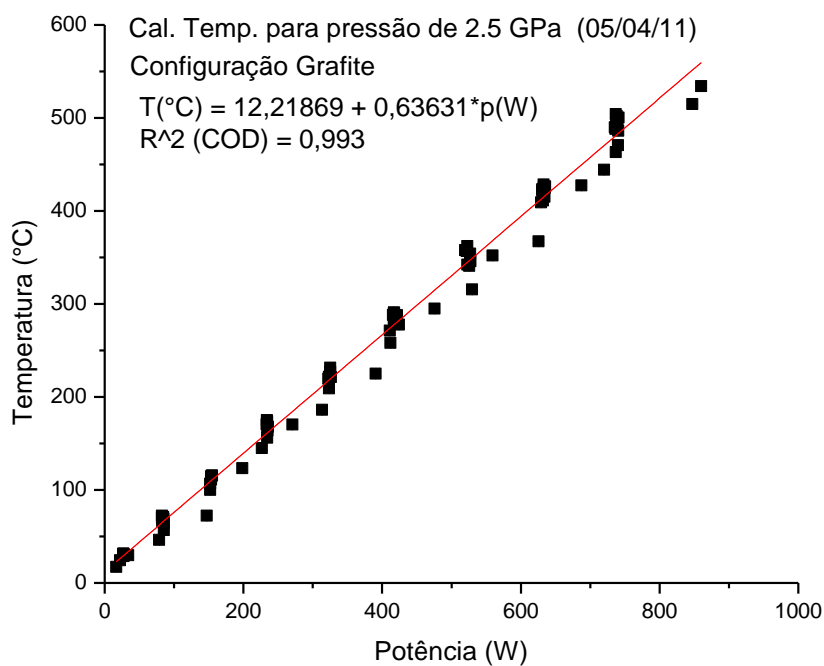


Figura 58 – Gráfico mostrando a calibração de temperatura do termopar correlacionada com a potência fornecida para o aquecimento. Condições de 2,5 GPa configuração grafite.

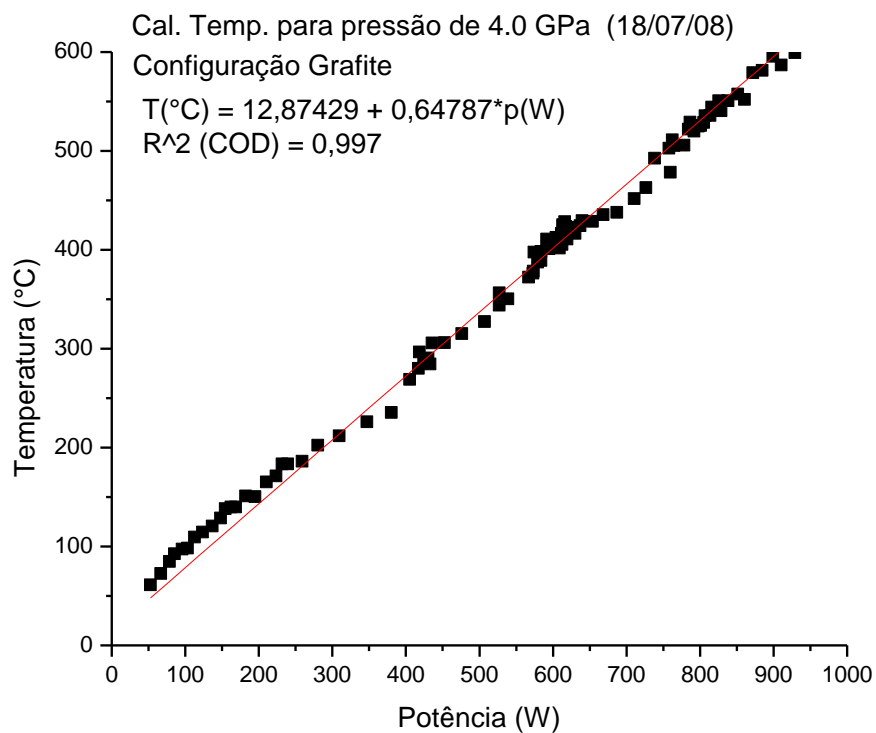


Figura 59 – Gráfico mostrando a calibração de temperatura do termopar correlacionada com a potência fornecida para o aquecimento. Condições de 4,0 GPa configuração grafite.

Com a equação da reta de calibração de temperatura pode-se determinar com uma precisão de $\pm 2^{\circ}\text{C}$ a temperatura que se deseja empregar no ensaio.

4.4. CONTAGENS POR MEIO DE MICROSCOPIA ÓPTICA.

A seguir são detalhadas as contagens de densidades e medidas de comprimentos das amostras bem como o cálculo dos fatores de calibração usados na termocronologia por traços de fissão em apatita.

4.4.1. Dosimetria Neutrônica

Dados das dosimetrias neutrônicas para controle da irradiação das amostras.

Tabela 11 – Dados da dosimetria neutrônica referentes à irradiação de 2010.

Irradiação Nov-2010; Área de contagem 10X10; Usuário JSS;				
Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 10x; A=10000 μm^2				
Critérios de contagem: Tocou na borda contar, a cada 5 campos pular 5.				
Amostra	n	ΣNd	ρd (Tr/cm ²)	se
CN5-IT	50	2350	4,70E+05	8,16E+03
CN5-IB	50	2307	4,61E+05	7,10E+03
CN5-IIT	50	2365	4,70E+05	9,10E+03
CN5-IIB	50	2384	4,68E+05	8,17E+03
Soma dos dosímetros	200	9406	4,73E+05	4,72E+03

Notas: Ataques químicos dos kapton realizado com uma solução de hipoclorito de sódio (NaCl+NaOHCl concentração de 12%) em ebulição durante 8 minutos. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9 . Dados brutos no apêndice A.

n – Número de campos contados

ρd – Densidade de traços de fissão induzidos no dosímetro.

ΣNd – Somatório do número de traços induzidos contados no dosímetro.

se – Erro padrão (*Standard error*)

Tabela 12 – Dados da dosimetria neutrônica referentes à irradiação de 2008.

Irradiação 2008; Área de contagem 10X10; Usuário JSS;				
Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 10x; A=10000 μm^2				
Critérios de contagem: Tocou na borda contar, a cada 5 campos pular 5.				
Amostra	n	ΣNd	ρd (Tr/cm ²)	
CN5-IT	50	1760	3,52E+05	6,09E+03
CN5-IB	50	1777	3,55E+05	5,82E+03
Soma dos dosímetros	100	3537	3,54E+05	4,19E+03

Notas: Ataques químicos dos kapton realizado com uma solução de hipoclorito de sódio (NaCl+NaOHCl concentração de 12%) em ebulição durante 8 minutos. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9 . Dados brutos no apêndice B.

n – Número de campos contados

ρd – Densidade de traços de fissão induzidos no dosímetro.

ΣNd – Somatório do número de traços induzidos contados no dosímetro.

se – Erro padrão (Standard error)

4.4.2. Fator de Geometria

São descritos a seguir os dados das calibrações do fator de geometria.

Tabela 13 – Dados de três medidas do fator de geometria.

Irradiação Nov-2010; Área de contagem 10X10; Usuário JSS;						
Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 12,5x; A=10000 μm^2						
Critérios de contagem: Tocou na borda contar a cada 5 campos pular 5.						
Amostra	n	$\rho e.d.$ (Tr/cm ²)	ΣNd	$\rho 2\pi$ (Tr/cm ²)	$\Sigma\text{Nd}'$	g'
CAL-1 ($\rho e.d./\rho 2\pi$)	31	4,3E+05	1333	4,3E+05	1336	0,997
CAL-2 ($\rho e.d./\rho 2\pi$)	30	4,5E+05	2271	4,5E+05	6072	0,995
Amostra	n	$\rho 2\pi$ (Tr/cm ²)	ΣNd	$\rho 4\pi$ (Tr/cm ²)	$\Sigma\text{Nd}'$	G
CAL-2* ($\rho 2\pi./\rho 4\pi$)	37	8,6E+04	318	2,2E+05	814	0,391

Notas: Ataque químico das apatita realizado com 5 M HNO₃ a $20 \pm 1^\circ\text{C}$ por 20 s. Ataque químico do kapton realizado com uma solução de hipoclorito de sódio (NaCl+NaOHCl concentração de 12%) em ebulição durante 8 minutos. * Valores estimados com base em uma amostra de calibração como superfície externa e outro grão da mesma apatita de Durango polido expondo a superfície interna. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9 . Dados brutos no apêndice C.

Valores teóricos

$$g' = (\rho e.d. / \rho 2\pi) = 1$$

$$G = (\rho 2\pi / \rho 4\pi) = 0,5$$

$\rho e.d.$ – Densidade de traços de fissão no detector externo acoplado à amostra.

$\rho 2\pi$ – Densidade de traços de fissão na superfície externa do mineral.

$\rho 4\pi$ – Densidade de traços de fissão na superfície interna do mineral.

4.4.3. Fator de proporcionalidade zeta.

O fator de proporcionalidade zeta obtido pelo o usuário Jaques Soares Schmidt (JSS) é de 366 com desvio padrão de ± 12 e erro padrão de ± 9 , com base em 5 medições do padrão de calibração, discriminadas abaixo.

Tabela 14 – Dados das contagens realizadas para calibração do fator de proporcionalidade zeta.

Área de contagem 10X10; Usuário JSS;									
Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 10x; A=10000 μm^2									
Critério de contagem: Tocou na borda do retículo não contar.									
Amostra	n	$\rho\delta$ (Tr/cm ²)	ΣNd	ΣNs	ΣNi	$\Sigma Ns/\Sigma Ni$	G	zeta	1sd
DUR-2-2010	87	4,703E+05	9406	2271	6072	0,3740	0,5	357,91	11,12
DUR-1-2010	14	4,703E+05	9406	402	1113	0,3611	0,5	370,69	22,69
DUR-2008	30	3,54E+05	3537	844	1759	0,4798	0,5	370,64	17,74
PND-CAL2-2010	74	4,703E+05	9406	1181	3339	0,3536	0,5	382	14,85
PND-PID-2010	74	4,703E+05	9406	1181	6085	0,1940	1	352	13

Notas: Ataque químico da apatita realizado com 5 M HNO₃ a 20 \pm 1 °C por 20 s. Ataque químico do kapton realizado com uma solução de hipoclorito de sódio (NaCl+NaOHCl concentração de 12%) em ebulição durante 8 minutos. Dados brutos no apêndice D.

n – Número de grãos contados

$\rho\delta$ – Densidade de traços de fissão induzidos no dosímetro.

ΣNd – Somatório do número de traços induzidos contados no dosímetro.

ΣNs – Somatório do número de traços espontâneos contados na população de grãos.

ΣNi – Somatório do número de traços induzidos contados no Kapton.

G – Fator de geometria.

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

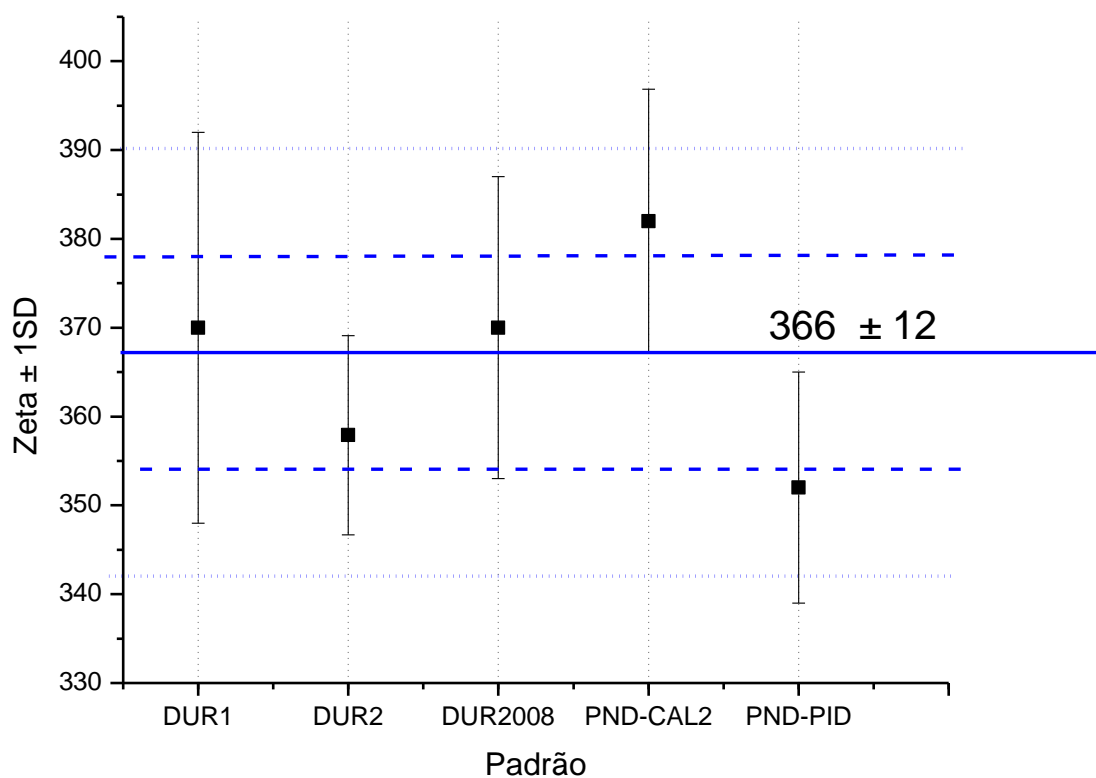


Figura 60 – Fatores de calibração de proporcionalidade zeta para 5 padrões estudados.

Notas: As barras de erro representam 1 desvio padrão. A linha azul representa o zeta médio e a linha tracejada representa 1 desvio padrão e a pontilhada representa 2 desvios padrão.

Tabela 15 – Somatório dos fatores zeta para definição do zeta médio do observador.

Amostra	zeta	1sd
DUR-1-2010	370	22
DUR-2-2010	357,9	11,2
DUR-2008	370	17
PND-CAL2-2010	382	14,85
PND-PID-2010	352	13
SOMA	1831,9	
Média	sd	se
366,4	11,7	8,5

Notas:

se – Erro padrão (*Standard error*)

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

4.4.4. Contagens para análises indiretas

Dados das contagens das amostras usadas para definir o comportamento dos espectros de Espectroscopia Raman e Espectroscopia no Infravermelho com transformada de Fourier.

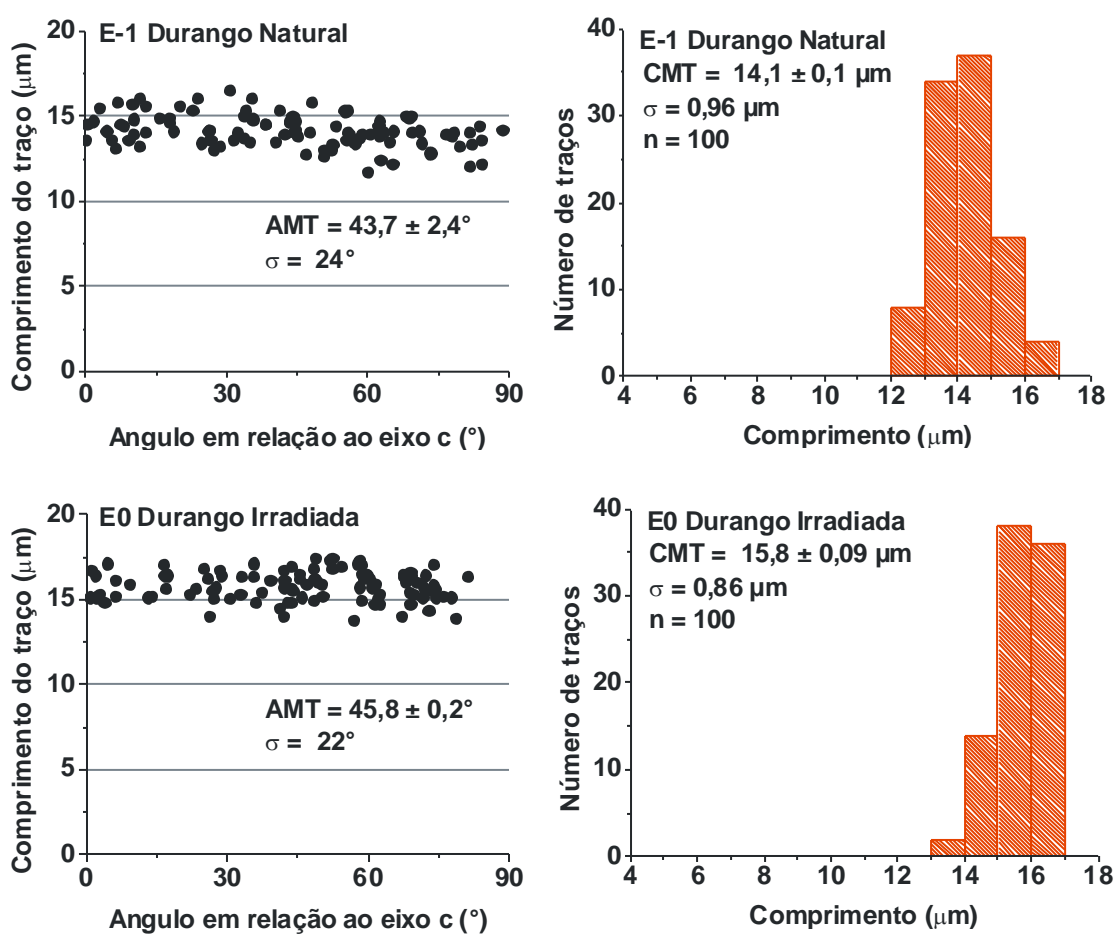


Figura 61 – Gráficos relacionando o comprimento do traço com o ângulo dele para o eixo *c* e a frequência dos comprimentos das alíquotas de controle para análises indiretas.

Notas: Ataque químico com 5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9. Contagens na face prismática de TinTs. Dados brutos no apêndice E.

P – Pressão.

T – Temperatura.

t – Duração do ensaio.

CMT ± se – Comprimento médio dos traços ± Erro padrão (*Standard error*).

n – Número de traços contados.

AMT – Ângulo médio do traço em relação ao eixo *c* da apatita.

σ – Desvio padrão (*Standard deviation*).

Tabela 16 – Amostras padrões para a espectroscopia Raman que serão usados para comparar com os dados obtidos nos ensaios.

Área de contagem 10X10; Usuário Jaques;			
Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 10x; A=10000 μm^2			
Critério de contagem: Tocou na borda do retículo não contar.			
Padrões	Presença de traços	$\rho \pm 1se$ (10^5 Tr/cm^2)	$l \pm 1sd$ (μm)
E-2	Sem traços	0	0
E-1	Traços espontâneos	1,181 \pm 0,022 (1181)	14,1 \pm 1 (100)
E0	Traços induzidos	6,026 \pm 0,055 (6026)	15,8 \pm 0,9 (100)

Notas: Considerando contagens na face prismática da apatita de Durango. As medidas sempre são realizadas em superfícies internas dos cristais. Ataque químico com 5 M HNO_3 a $20 \pm 1^\circ\text{C}$ por 20 s. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9 . Dados brutos no apêndice E.

ρ – Densidade de traços de fissão.

(1181) – Número de traços contados.

se – Erro padrão (*Standard error*)

l – Comprimento de traços de fissão.

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

4.4.5. Contagens dos ensaios submetidos a condições Pt.

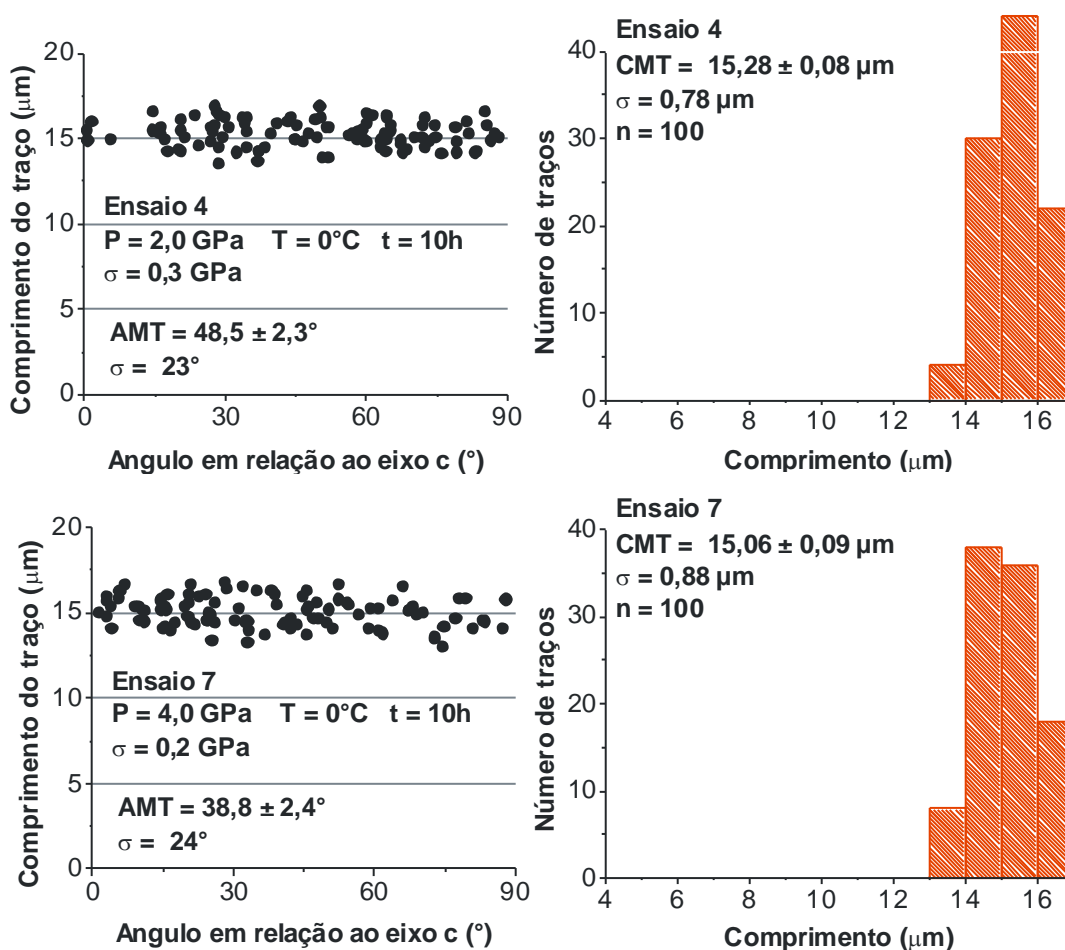


Figura 62 - Gráficos relacionando o comprimento do traço com o ângulo dele para o eixo *c* e a frequência dos comprimentos das alíquotas submetidas a condições de pressão de 2,0 e 4,0 GPa, sem aplicação de temperatura por 10 horas.

Notas: Ataque químico com 5 M HNO_3 a $20 \pm 1^\circ\text{C}$ por 20 s. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9 . Contagens na face prismática de TinTs. Dados brutos no apêndice F.

P – Pressão.

T – Temperatura.

t – Duração do ensaio.

$CMT \pm se$ – Comprimento médio dos traços \pm Erro padrão (*Standard error*).

n – Número de traços contados.

AMT – Ângulo médio do traço em relação ao eixo *c* da apatita.

σ – Desvio padrão (*Standard deviation*).

4.4.6. Contagens dos ensaios submetidos a condições PTt.

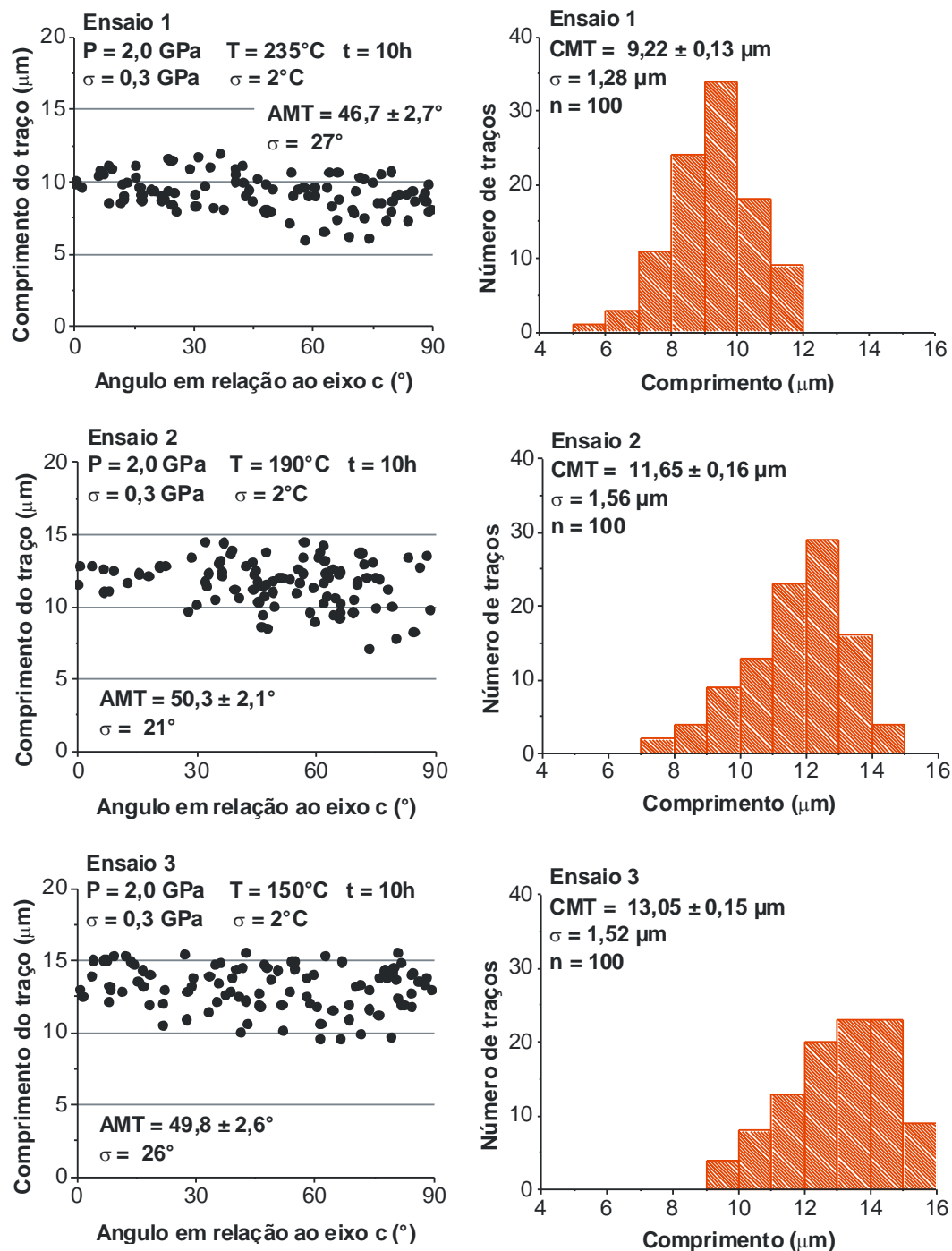


Figura 63 - Gráficos relacionando o comprimento do traço com o ângulo dele para o eixo c e a frequência dos comprimentos das alíquotas submetidas a condições de pressão de 2,0 GPa, com temperaturas de 150, 190 e 235°C por 10 horas.

Notas: Ataque químico com 5 M HNO_3 a $20 \pm 1^\circ\text{C}$ por 20 s. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9 . Contagens na face prismática de TinTs. Dados brutos no apêndice G.

P – Pressão.

T – Temperatura.

t – Duração do ensaio.

CMT \pm se – Comprimento médio dos traços \pm Erro padrão (Standard error).

n – Número de traços contados.

AMT – Ângulo médio do traço em relação ao eixo c da apatita.

σ – Desvio padrão (Standard deviation).

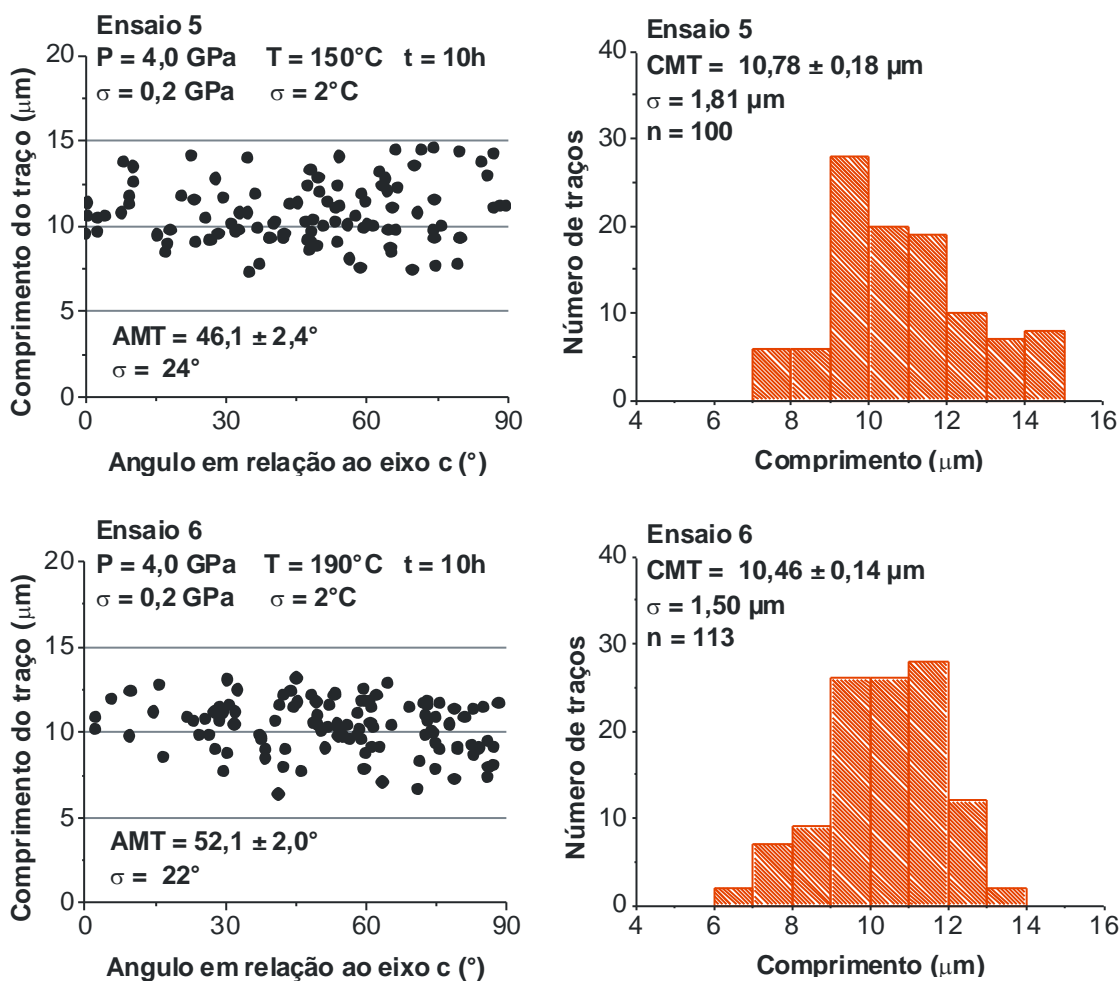


Figura 64 - Gráficos relacionando o comprimento do traço com o ângulo dele para o eixo c e a frequência dos comprimentos das alíquotas submetidas a condições de pressão de 4,0 GPa, com temperaturas de 150 e 190°C por 10 horas.

Notas: Ataque químico com 5 M HNO_3 a $20 \pm 1^\circ\text{C}$ por 20 s. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9 . Contagens na face prismática de TinTs. Dados brutos no apêndice G.

P – Pressão.

T – Temperatura.

t – Duração do ensaio.

CMT \pm se – Comprimento médio dos traços \pm Erro padrão (Standard error).

n – Número de traços contados.

AMT – Ângulo médio do traço em relação ao eixo c da apatita.

σ – Desvio padrão (Standard deviation).

Tabela 17 – Compilação dos dados dos ensaios submetidos a condições de 2,0 e 4,0 GPa e temperaturas variando de 0 a 235°C por 10 horas.

Amostra	P	± 1sd	T	± 1sd	t	l	± 1sd	n	l/l°	AMT	± 1sd
	(Gpa)		(°C)		(h)	(µm)				(°)	
E1	2,0	0,3	235	2	10	9,22	1,28	100	0,584	47	27
E2	2,0	0,3	190	2	10	11,64	1,57	100	0,737	50	21
E3	2,0	0,3	150	2	10	13,05	1,52	100	0,826	50	26
E4	2,0	0,3	0	2	10	15,28	0,77	100	0,967	48	23
E5	4,0	0,2	150	2	10	10,78	1,81	100	0,682	46	24
E6	4,0	0,2	190	2	10	10,34	1,5	113	0,654	53	22
E7	4,0	0,2	0	2	10	15,06	0,88	100	0,953	39	24

Notas: Ataque químico com 5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9. Contagens na face prismática de TinTs. Dados brutos nos apêndices F e G.

P – Pressão.

T – Temperatura.

t – Duração do ensaio.

l – Comprimento médio dos traços (CMT).

n – Número de traços contados.

l/l° – Razão comprimento final menos comprimento inicial (valor adotado para l° = 15,8 µm da amostra E0 - apatita de Durango irradiada condições 0°C e 1 atm).

AMT – Ângulo médio do traço em relação ao eixo c da apatita.

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*).

4.4.7. Modelos das curvas de recozimento

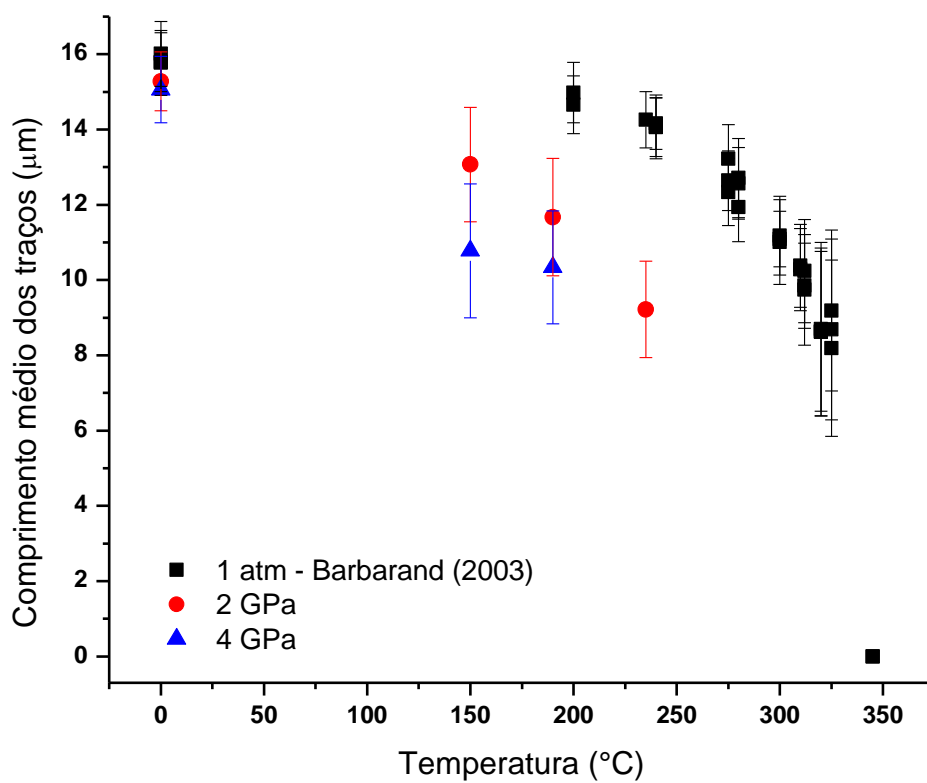


Figura 65 – Comparação dos ensaios de recozimento de Barbarand *et al.* 2003 (Anexo C) com os dados obtidos nos ensaios (tabela 17).

Notas: Ambos com ataques químicos idênticos (5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s). Barra de erro representa 1 desvio padrão.

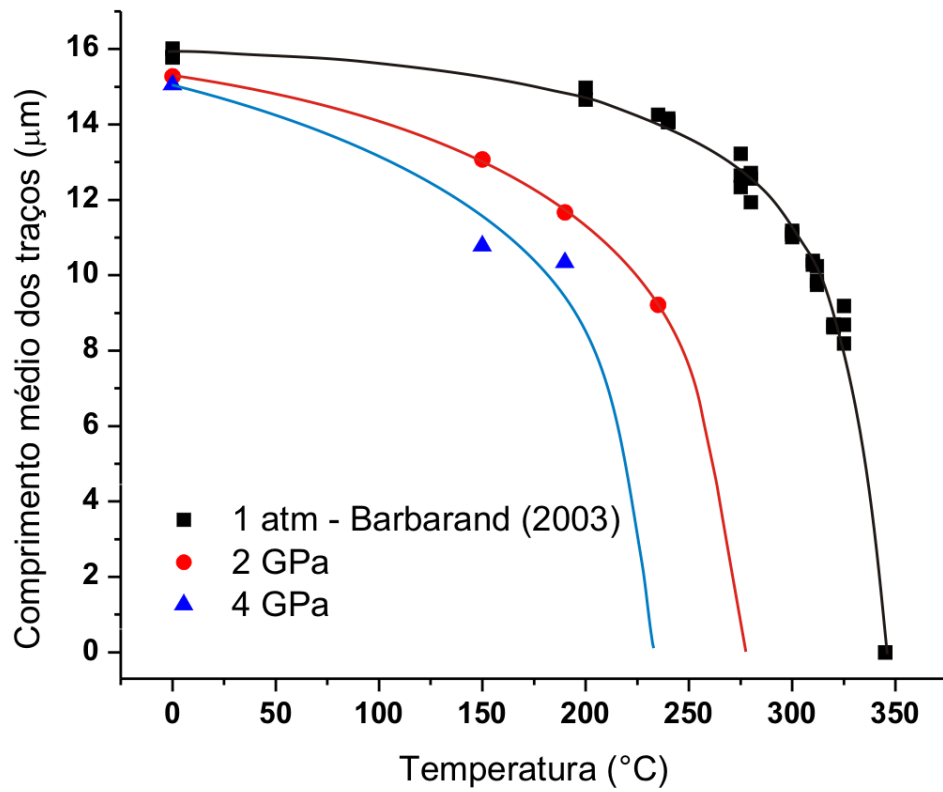


Figura 66 – Modelo semi-quantitativo das curvas de recozimento parcial dos traços de fissão perante a ação de temperatura e pressão, baseadas nos dados de Barbarand *et al.* 2003 e ensaios realizados.

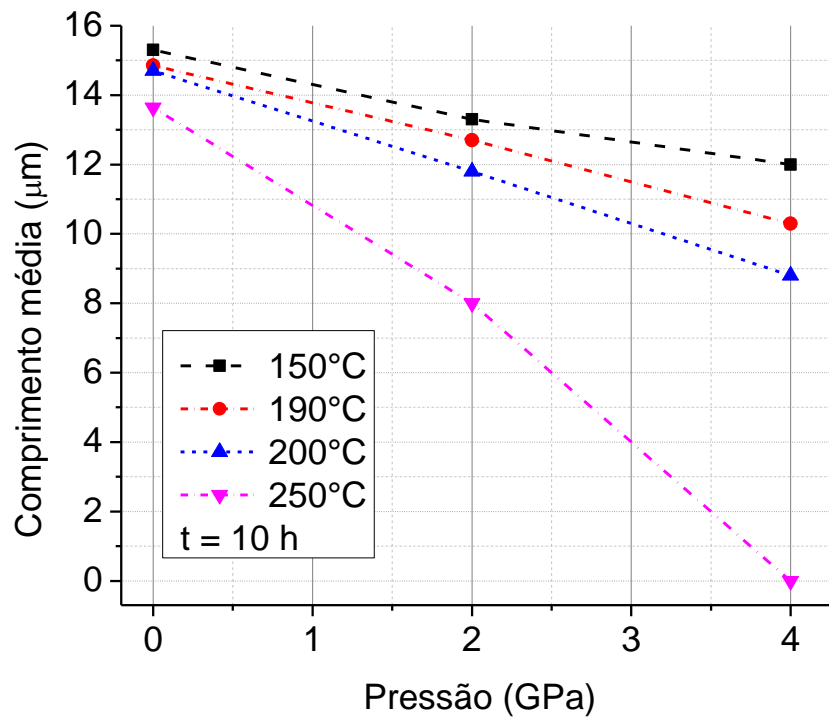


Figura 67 – Extrapolação do efeito da pressão associada à temperatura para os ensaios de 10 horas. Baseada no modelo semi-quantitativo, figura 66. Dados brutos no apêndice H.

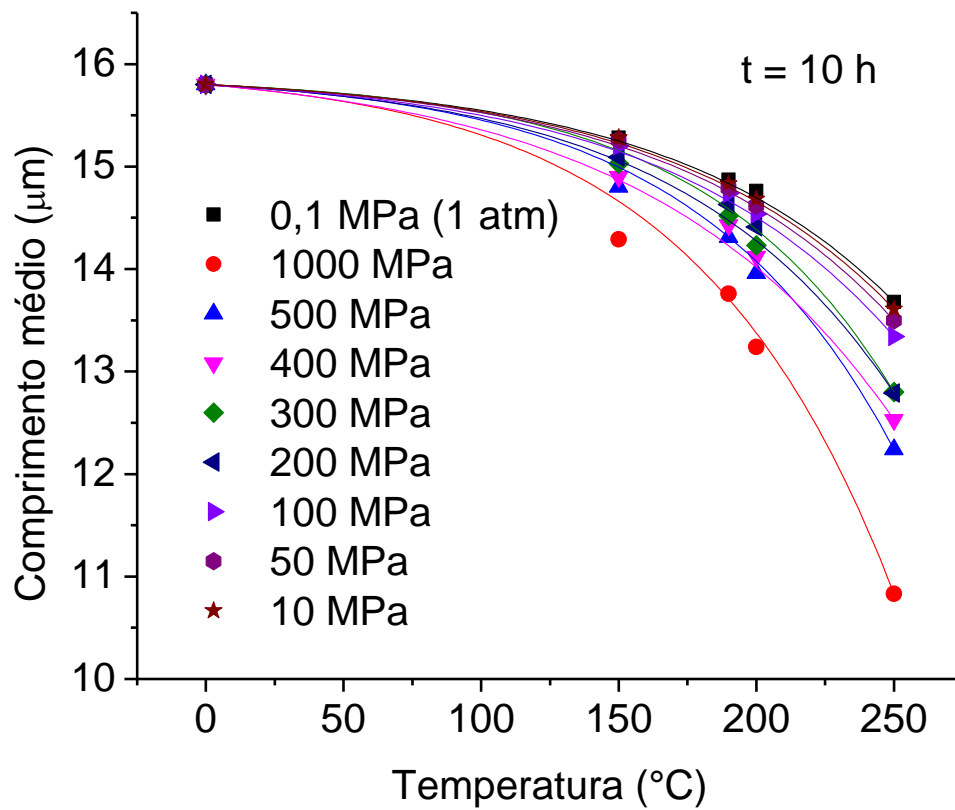


Figura 68 – Curvas extrapoladas para diversas pressões de interesse geológico. Baseadas na figura 67, extrapolação feita com ensaios de 10 horas considerando temperatura e pressão. Dados brutos no apêndice I.

5. DISCUSSÃO

Os resultados da dosimetria neutrônica apontaram uma irradiação excelente, com pequena variação espacial. Os kaptons acoplados aos vidros CN5, localizados no topo e na base da pilha, mostraram uma variação inferior a um erro padrão (tabela 11-12). Isso mostra que a irradiação foi homogênea para toda a pilha de irradiação.

A calibração do fator de geometria do usuário JSS (tabela 13) para a amostra **CAL-1** ($\rho e.d./\rho 2\pi$) e **CAL-2** ($\rho e.d./\rho 2\pi$) ficaram próximas ao valor teórico. O fator de calibração da amostra **CAL-2*** ($\rho 2\pi./\rho 4\pi$) não ficou tão próxima ao valor ideal devido ao ataque químico que provavelmente teve uma eficácia diferente entre as amostras usadas neste caso.

O fator de proporcionalidade zeta obtido para o usuário JSS é de 366 com desvio padrão de ± 12 e erro padrão de ± 9 , com base em 5 padrões de calibração (tabela 14-15 e figura 60). Este valor está dentro do intervalo aceitável para o fator zeta, que para apatita em relação dosímetro CN5 varia de 310 a 390.

Os dados gerados pelas medidas dos picos dos espectros Raman, por meio de deconvolução lorentziana (figura 47), mostram que estes podem ser usados para determinar qual face cristalográfica está sendo observada e mostram relação com a quantidade de traços de fissão latentes, pelo menos para amostras centimétricas estudadas.

A orientação cristalográfica pode ser diferenciada visualmente por meio das posições, áreas e larguras dos picos (figuras 43-45). Cabe lembrar que não se deve ignorar o conteúdo de traços de fissão na amostra, pois esses poderiam deslocar os picos. Para realizar essas caracterizações recomenda-se aquecer a amostra para eliminar traços latentes, ou considerar os efeitos de sua presença na interpretação dos resultados.

Os ensaios iniciais mostraram que conforme há o aumento do conteúdo de traços de fissão latentes ocorre o desaparecimento gradual dos picos **v3 (3)** 1063

cm^{-1} , **v3 (4)** 1035 cm^{-1} , **v4 (4)** 616 cm^{-1} , **v4 (3)** 579 cm^{-1} e **v2 (2)** 444 cm^{-1} (tabela 6). Certos picos apresentaram propriedades correlacionáveis com o aumento de densidade de traços nas amostras, com tendências fortemente lineares. Isso é verificado nos gráfico da área do pico **v3 (2)** 1082 cm^{-1} , da largura a meia altura do pico **v3 (2)** 1082 cm^{-1} e da largura a meia altura do pico **v2 (1)** 426 cm^{-1} quando relacionados com a densidade de traços (figuras 48, 52 e 51 respectivamente). Já outros picos apresentaram tendências sigmoidais como mostrado nos gráficos da área do pico **v4 (1)** 590 cm^{-1} e da área do pico **v3 (1)** 1055 cm^{-1} quando relacionados com a densidade de traços (figuras 49 e 50 respectivamente). Esses comportamentos só foram observados em faces prismáticas, as faces basais não demonstraram uma resposta tão clara (figura 53). Esses resultados apontam a possibilidade de mensurar qualitativamente o conteúdo de traços de fissão latentes em uma amostra de maneira expedita, sendo viável desde que se conheça o comportamento dos espectros para determinada amostra. Devido à impossibilidade de mensurar o sinal das apatitas no interior da prensa de bigorna de diamante, optou-se por não continuar as medições de calibração de espectroscopia Raman. Essas medidas seriam usadas para averiguar os efeitos do ataque químico, o polimento e o tamanho dos grãos necessários para se obter espectros relevantes.

Conforme os resultados apresentado nos gráficos de espectroscopia Raman o tempo de amostragem adotado de 180 s provou-se suficiente para gerar espectros bem definidos, conforme adotado por Zattin *et al.* (2007). A posição dos picos do espectro Raman para as amostras sem traços de fissão ficaram muito próximas aos dados descritos por O'Donnell *et al.* (2008), comparação na tabela 6, mostrando que os resultados das análises realizadas nas apatitas sintéticas está muito próxima ao valores de amostras naturais sem traços de fissão. Quanto comparados com os dados da apatita de Durango que Zattin *et al.* (2007) analisou há uma diferença nos valores de deslocamento Raman (vide tabela 6), isso deve-se ao conteúdo de traços de fissão, defeitos cristalinos, inclusões, técnica de deconvolução, configurações da microsonda Raman entre outros fatores que afetam o sinal.

Os resultados dos ensaios de Zattin *et al.* (2007) para testar a sensibilidade da espectroscopia Raman visando medir qualitativamente os comprimentos dos traços de fissão foi baseado em dois ensaios de recozimento para varias apatitas de diferentes composições descritas por Barbarand *et al.* (2003). Os resultados descritos por ele podem estar perturbados pelos fatores composicionais de cada

amostra, que foram medidos por O'Donnell *et al.* (2008) em padrões sintéticos. Em comparação o método que adotamos permite analisar o comportamento espectral de uma apatita por deconvolução Lorentziana para determinar as posições, áreas e larguras a meia altura dos picos. Com esse procedimento pode-se verificar vários parâmetros úteis para um controle mais preciso e confiável do grau de recozimento dos traços.

Como os ensaios na DAC não podem ser acompanhados pelos métodos de espectroscopia Raman, eles foram abortados. Cabe lembrar que a limitação do tamanho da amostra não permite uma análise estatística robusta, apenas apontariam a presença ou ausência de traços de fissão nas amostras submetidas a pressões elevadas (≈ 10 Gpa). Para substituir essas análises adicionou-se dois ensaios na prensa hidráulica com câmara de perfil toroidal avaliando o efeito da pressão sem o aquecimento da amostra para condições de 2 e 4 GPa. Esses ensaios permitem o uso de amostras maiores, por conseguinte terão uma estatística mais robusta.

Considerando os espectros no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) a posição dos picos pode ser usada para diferenciar a face cristalina da amostra como demonstrado na figura 54 e na tabela 9. As análises foram realizadas em amostras centimétricas da apatita de Durango. A determinação do valor dos picos foi feita qualitativamente dado que nenhuma das técnicas aplicadas foi capaz de modelá-los.

Os espectros FTIR também permitem, após a devida determinação da posição do vale de comprimento de onda $\approx 1080 \text{ cm}^{-1}$ (figura 55), analisar a composição química através das equações 2 e 3 descritas em Siddall *et al.* (1998). Os resultados descritos na tabela 10 mostram que o valor estimado de *a.p.f.u.* para a apatita de Durango é de 0,127 e o valor definido por microsonda eletrônica de varredura é de 0,12 (descrito na tabela 3). Essa estimativa é aceitável e permite uma rápida análise de vários grãos de forma não destrutiva, com o uso de micro-FTIR.

Nos ensaios realizados na prensa hidráulica com câmara de perfil toroidal, após as devidas calibrações dos conjuntos de configuração das gaxetas, pode-se trabalhar com erros de $\pm 2^\circ\text{C}$ e $\pm 0,3$ GPa. As retas de temperatura usadas nessas calibrações apresentaram elevado coeficiente de determinação (COD ≈ 1). As curvas de calibrações de pressão sempre foram usadas aliadas a medidas do

manômetro da bomba hidráulica que alimenta o sistema, permitindo verificar a pressão aplicada.

Os ensaios sobre pressão sem acréscimo de temperatura mostraram que os traços não sofrem recozimento significativo. As condições dos ensaios de 2,0 e 4,0 GPa compreende-se dentro de 1 desvio padrão quando comparadas a amostra de controle E0 - Durango irradiada, apresentadas respectivamente na figura 62 e 61.

Os ensaios considerando pressão aliada à temperatura (figuras 63 - 64 e tabela 17) mostram que há um aumento no grau de recozimento quando comparados com ensaios de Barbarand *et al.* 2003 (Anexo C) que consideram apenas a temperatura. Com esses dados foi realizado o modelo semi-qualitativo apresentado nas figuras 65-66. Partindo dele se extrapolou os efeitos de pressões menores, vide figuras 67-68. Com esse modelo se pode afirmar que para baixas pressões (≤ 400 MPa) o efeito da pressão é negligenciável face a temperatura, porque os dados dos ensaios estão compreendidos em 1 desvio padrão em relação aos ensaios que consideram somente a temperatura. Cabe ressaltar que a apatita é estável perante altas temperaturas e pressões inferiores a 12 GPa como descrito por Williams *et al.* (1995) no tópico 3.5.1, logo esses recozimento não pode ser atribuído a mudanças de fase na estrutura cristalina do mineral.

Assumindo as condições médias dos gradientes geotérmicos como $30^{\circ}\text{C}/\text{km}$ e 30 MPa/km, definidas por Gutenberg *et al.* (1959), por exemplo amostras soterradas a 6 km perante a ação somente temperatura teria seus traços apagados no decorrer de algumas dezenas de Ma. Enquanto que nas mesmas condições se considerar somente a pressão a mudança seria insignificante. Considerando a ação da pressão aliada a temperatura para as amostras de traços de fissão dentro da janela de recozimento parcial no tempo geológico (PAZ $60\text{-}120^{\circ}\text{C}$) as pressões esperadas atuantes são inferiores a 150 MPa. Nessas condições de baixa pressão os efeitos esperados também são insignificantes perante a magnitude do efeito da temperatura em situações naturais.

Os resultados dos ensaios mostraram-se incompatíveis com os resultados defendidos por Wendt *et al.* (2002) e Vidal *et al.* (2003). Não sendo possível reproduzir os resultados obtidos por Wendt *et al.* (2002) para condições semelhantes ao ensaio de 2,0 GPa. Contrariando as conclusões dele o recozimento dos traços pela temperatura é mais eficiente quando aliado a alta pressão para traços de fissão induzidos. Essa diferença deve estar ligada com o uso de traços de fissão

espontâneos adotada por ele já que esses são mais resistentes ao recozimento, pois já teriam sofrido um recozimento inicial, como apontado por Kohn *et al.* (2003).

Os dados gerados por Donelick *et al.* (2003) são coerentes com os ensaios obtidos neste trabalho pois corrobora que a partir de baixas pressões o efeito do aumento de eficiência de recozimento causado pela pressão deve ser insignificante perante o efeito da temperatura, como pode ser visto na extrapolação do gráfico na figura 68.

6. CONCLUSÃO

Neste trabalho, nós demonstramos que o recozimento dos traços de fissão em apatita apresenta uma dependência da pressão para casos submetidos a condições de altas pressões (2,0 e 4,0 GPa). Quando extrapolado para baixas pressões (≤ 400 MPa) condizentes com o contexto geotérmico a que as amostras do método TFA são submetidas na natureza essa dependência torna-se negligenciável perante a magnitude do efeito da temperatura. Por consequência não há necessidade de se preocupar com possíveis erros causados pelos modelos vigentes de recozimento, idades de fechamento, trajetos de exumação e taxas de erosão dos TFA que levam em conta apenas a ação da temperatura.

REFERÊNCIAS

BARBARAND, J.; CARTER, A.; WOOD, I.; HURFORD, T.. Compositional and structural control of fission-track annealing in apatite. **Chemical Geology**, v.198, p.107-137, 2003.

BARBARAND, J.; HURFORD, T.; CARTER, A.. Variation in apatite fission-track length measurement: implications for thermal history modelling. **Chemical Geology**, v.198, p. 77– 106, 2003.

BEHREND, H.; ZHANG, Y.. Ar diffusion in hydrous silicic melts: implications for volatile diffusion mechanisms and fractionation. **Earth Planetary Science Letters**, v. 192 p. 363-376, 2001.

CARLSON, W. D.. Mechanisms and kinetics of apatite fission-track annealing. **American Mineralogist**, v. 75, n.1120, p. 39, 1990.

CROWLEY, K.D.; CAMERON, M.; SCHAEFER, R.L.. Experimental studies of annealing of etched tracks in fluorapatite. **Geochimica et Cosmochimica Acta**, v. 55, n.1449, p.65, 1991.

CRUZ, S.A.; CHADDERTON, L. T. Theoretical study of pressure effects on fission fragment track registration lengths in apatite. **Radiation Measurements**, v. 40, p. 765 -769, 2005.

D'ALESSIO, M.A., BLYTHE, A.E., AND BÜRGMANN R.. No frictional heat along the San Gabriel fault, California: Evidence from fission-track thermochronology. **Geology**, v. 31, n. 6, p. 541-544, 2003.

DODSON, M.H.. Closure temperature in cooling geochronological and petrological systems. **Contribution to Mineralogy Petrology**, v. 40, p. 259-274, 1973.

DONELICK, R.A.; RODEN, M.K.; MOOERS, J.D.; CARPENTER, B.S.; MILLER, D.S.. Etchable length reduction of induced fission tracks in apatite at room temperature ($\approx 23^{\circ}\text{C}$): crystallographic orientation effects and 'initial' mean lengths. **Nuclear Tracks Radiation Measurements**, v. 17, p. 261-265, 1990.

DONELICK, R.A.. Crystallographic orientation dependence of mean etchable fission track length in apatite: An empirical model and experimental observations. **American Mineralogist**, v. 76, p 83-91, 1991.

DONELICK, R.A.; KETCHAM, R.A.; CARLSON W.D.. Variability of apatite fission-track annealing kinetics: II. Crystallographic orientation effects. **American Mineralogist**, v. 84, p. 1224-1234, 1999.

DONELICK, R.; FARLEY, K.; O'SULLIVAN, P.; ASIMOW, P. Experimental evidence concerning the pressure dependence of He diffusion and fission-track annealing kinetics in apatite. **On Track: The Newsletter of the International Fission-Track Community**, v. 13(2, Issue 26) p.19-21, 2003.

DUNKL, L.. Trackkey: a Windows program for calculation and graphical presentation of fission track data. **Computers & Geosciences - Pergamon**. v. 28, p.3–12, 2002.

FLEISCHER, R.L; PRICE, P.B.; WALKER, R.M.. Effects of temperature, pressure and ionization on the formation and stability of fission tracks in minerals and glasses. **Journal of Geophysical Research**, v. 70, p. 1497-1502, 1965.

FLEISCHER, R.L.; WOODS JR., R.T.; HART, H.R.; PRICE, P.B.. Effect of Shock on Fission Track Dating of Apatite and Sphene Crystals From the Hardhat and Sedan Underground Nuclear Explosions. **Journal of Geophysical Research**, v. 79 n. 2, p. 339-342, 1974.

FLEISCHER, R.L.; PRICE, P.B.; WALKER, R.M.. Nuclear Tracks in Solids. **Berkeley: University of California Press**, v. 605, 1975.

GALBRAITH, R.F.; LASLETT, G.M.. Statistical models for mixed fission track ages. **Nuclear Tracks and Radiation Measurements**, v.21, p.459-470, 1993.

GALBRAITH, R. F.; Statistics for Fission Track Analysis. **Chapman & Hall/CRC Interdisciplinary Statistics**. Hardcover, p. 240, 2005.

GALLAGHER, K.; BROWN, R.; JOHNSON, C.. Fission track analysis and its applications to geological problems. **Annual Review of Earth Planetary Science**, v. 26, n.519, p.72, 1998.

GILLETTI, B.J.; TULLIS, J.. Studies in diffusion, IV. Pressure dependence of Ar diffusion in phlogopite mica. **Earth Planetary Science Letters**, v. 35, p. 180-183, 1977.

GLEADOW, A.J.W.; DUDDY I.R.. A natural long term annealing experiment for apatite. **Nuclear Tracks**, v. 5:16, p.74, 1981.

GREEN, P.F.. The relationship between track shortening and fission track age reduction in apatite; combined influences of inherent instability, annealing anisotropy, length bias and system calibration. **Earth Planetary Science Letters**, v. 89:335, p.52, 1988.

GUEDES, S.; JONCKHEERE, R.; MOREIRA, P.A.F.P.; HIELSCHER, R.. On the calibration of fission-track annealing models. **Chemical Geology**, v. 248, p. 1–13, 2008.

GUTENBERG, B.. Physics of the earth's interior. **Academic Press**. New York, p.240, 1959.

KOHN, B. P.; BELTON, D. X.; BROWN, R. W.; GLEADOW, A. J. W.; GREEN, P. F.; LOVERING, J. F.. Comment on: "Experimental evidence for the pressure dependence of fission track annealing in apatite" by A.S. Wendt *et al.* [Earth Planet. Sci. Lett. (2002) 201 593-607]. **Earth and Planetary Science Letters**, v. 215, p. 299-306, 2003.

LANG, M.; LIAN, J.; ZHANG, F.; HENDRIKS, B. W. H.; TRAUTMANN, C.; NEUMANN, R.; EWING, R. C.. Fission tracks simulated by swift heavy ions at crustal pressures and temperatures. **Earth and Planetary Science Letters**, v. 274, p. 355–358, 2008.

LASLETT, G.M.; GREEN, P.F.; DUDDY, I.R.; GLEADOW, A.J.W.. Thermal annealing of fission tracks in apatite, 2. A quantitative analysis. **Chemical Geology**, v. 65:1, p. 13, 1987.

LASLETT, G.M.; GALBRAITH, R.. Statistical modelling of thermal annealing of fission tracks in apatite. **Geochimica et Cosmochimica Acta**, v. 60, n.5117, p.31, 1996.

LISKER, F.; VENTURA, B.; GLASMACHER, U.A.. Apatite thermochronology in modern geology. **Geological Society, London, Special Publications**. v. 324, p. 1-23, 2009.

LIU, J.; GLASMACHER, U.A.; LANG, M.; TRAUTMANN, VOSS, K.O.; NEUMANN, R.; WAGNER, G.A., MILETICH, R.. Raman spectroscopy of apatite irradiated with swift heavy ions with and without simultaneous exertion of high pressure. **Applied physics A**, v. 91, p. 17-22, 2008.

MARQUETTO, L.. Caracterização de depósitos de tefra associados a geleiras da ilha deception, antártica. **Dissertação (Graduação) - Instituto de Geociências, Programa de Graduação em Geologia. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre**, 2010.

MORROW, C.; LOCKNER, D.; HICKMAN, S.. Effects of lithology and depth on the permeability of core samples from the Kola KTB drill holes. **J. Journal Geophysical Research**, v. 99, p. 7263-7274, 1994.

MONTE TRAX. Project for Apple – Mac OS, fission track statistical analyses Software. 1995, GALLAGHER, K.

O'DONNELL, M.D.; HILL, R.G.; LAW, R.V.; FONG, S.. Raman spectroscopy, ^{19}F and ^{31}P MAS-NMR of a series of fluorochloroapatites. **Journal of the European Ceramic Society** v.29, p. 377–384, 2009.

SHERMAN HSU, C.P.. Chapter 15 - Infrared Spectroscopy. **Sciences Research and Product Development Mallinckrodt, Inc.Mallinckrodt Baker Division**. p.247-283, 1997.

VIDAL, O; WENDT, A. S.; CHADDERTON, L. T.. Further discussion on the pressure dependence of fission track annealing in apatite: reply to the critical comment of Kohn *et al.*. **Earth and Planetary Science Letters**, v. 215, p. 307-316, 2003.

LELARGE, M.L.M.V.; GOULART, R. V.. Calibração das posições de irradiação do reator IPEN-CNEN. **Anais do Congresso Brasileiro de Geoquímica**, 2005.

VIGNOL-LELARGE, M.L.M.. Thermochronologie par la méthode des traces de fission d'une marge passive (Dôme de Ponta Grossa, SE Brésil) et au sein d'une chaîne de collision (Zone externe de l'Arc Alpin-France). **Tese (Doutorado em Geociências) - Université Joseph Fourier, Grenoble - França**, p. 251, 1993.

VILLANUEVA, A. L. E.. Produção de novos materiais carbonáceos por altas pressões. **Dissertação (Mestrado) - Instituto de Física, Programa de Pós Graduação em Ciências dos Materiais. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre**, p. 78, 2004.

ZATTIN, M.; BERSANI, D; CARTER, A. Raman microspectroscopy: A non-destructive tool for routine calibration of apatite crystallographic structure for fission-track analyses. **Chemical Geology**, v. 240, p. 197–204, 2007

YU, H.; ZHANG, H.; WANG, X.; GU, Z.; LI, X.; DENG, F.. Local structure of hydroxy-peroxy apatite: A combined XRD, FT-IR, Raman, SEM, and solid-state NMR study. **Journal of Physics and Chemistry of Solids**. V.68, p.1863–1871, 2007.

WAGNER, W.;VAN DEN HAUTE, P.. Fission-Track Dating. **Solid Earth Science Library – Kluwer Academic Publishers**. Hardcover, p.285, 1992.

WENDT, A. S.; VIDAL, O; CHADDERTON, L. T.. Experimental evidence for the pressure dependence of fission track annealing in apatite. **Earth and Planetary Science Letters**, v. 201, p. 593-607, 2002.

WILLIAMS, Q.; KNITTLE, E.. Infrared and raman spectra of $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}_2$ -fluorapatite at high pressures: compression-induced changes in Phosphate site and davydov splittings. **Journal of Physics and Chemistry of Solids**. v.57(4), pp.417-422, 1995.

ZIEGLER, J.F.; BIRSACK, J.P.; LITTMARK, U..The stopping and range of ions in solids. **Pergamon Press**, New York, v. 1, 1985.

APÊNDICE A – DOSIMETRIA NEUTRÔNICA REFERENTES À IRRADIAÇÃO DE 2010.

Amostra CN5-IT								
Dosimetria Neutrônica								
Irradiação Nov-2010; Área de contagem 10X10; Usuário JSS;								
Critérios de contagem: Tocou na borda contar, a cada 5 campos pular 5.								
Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 10x								
n	TOPO	$\Sigma(N)$	BASE	$\Sigma(N)$	A=	10000	μm^2	
						ρd	se	unit
1	53	2350	46	2307				
2	48	N/n	52	N/n	ρdt	4,70E+05	8,16E+03	Tr/cm ²
3	45	47	43	46,14	ρdb	4,61E+05	7,10E+03	Tr/cm ²
4	39	ρdt	48	ρdb				
5	41	4,70E+05	50	4,61E+05				
6	53	se	49	se				
7	42	8,16E+03	46	7,10E+03				
8	46		39					
9	47		35					
10	44		43					
11	54		47					
12	48		37					
13	43		48					
14	44		48					
15	44		52					
16	50		42					
17	57		49					
18	53		38					
19	55		55					
20	56		45					
21	46		44					
22	42		52					
23	49		53					
24	50		42					
25	42		39					
26	49		46					
27	58		55					
28	50		45					
29	42		47					
30	52		42					
31	43		54					
32	49		49					
33	41		44					
34	45		48					
35	45		43					

36	50	46
37	41	43
38	44	55
39	53	49
40	35	43
41	44	54
42	51	39
43	60	43
44	33	51
45	46	48
46	41	49
47	41	46
48	47	39
49	53	41
50	46	46

Notas: Ataque químico dos kaptons realizado com uma solução de hipoclorito de sódio (NaCl+NaOHCl concentração de 12%) em ebulição durante 8 minutos. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9 .

n – Número de campos contados

ρd – Densidade de traços de fissão induzidos no dosímetro.

ΣNd – Somatório do número de traços induzidos contados no dosímetro.

se – Erro padrão (*Standard error*)

Amostra CN5-IIT

Dosimetria Neutrônica

Irradiação Nov-2010; Área de contagem 10X10; Usuário JSS;

Crítérios de contagem: Tocou na borda contar, a cada 5 campos pular 5.

Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 10x

n	TOPO	$\Sigma(N)$	BASE	$\Sigma(N)$	A=	10000	μm^2	
1	46	2365	50	2384		ρd	se	unit
2	56	N/n	45	N/n	ρdt	4,73E+05	9,10E+03	Tr/cm ²
3	55	47,3	46	47,68	ρdb	4,77E+05	8,17E+03	Tr/cm ²
4	36	ρdt	39	ρdb				
5	39	4,73E+05	48	4,77E+05				
6	47	se	45	se		Soma CN5 2010		
7	47	9,10E+03	46	8,12E+03		Nd	ρd	unit
8	55		41			9406	4,703	Tr/cm ²
9	49		55					
10	54		49					
11	62		43					
12	33		48					
13	47		48					
14	50		37					
15	47		38					
16	49		54					
17	52		49					
18	53		58					

19	40	45
20	39	48
21	44	59
22	47	45
23	44	42
24	45	41
25	49	49
26	44	51
27	52	44
28	52	50
29	38	49
30	41	45
31	55	55
32	43	57
33	37	47
34	45	38
35	47	42
36	46	59
37	47	53
38	55	42
39	54	42
40	41	50
41	39	55
42	48	39
43	59	51
44	47	52
45	43	43
46	53	47
47	44	48
48	59	55
49	49	56
50	42	46

Notas: Ataque químico dos kaptons realizado com uma solução de hipoclorito de sódio (NaCl+NaOHCl concentração de 12%) em ebulição durante 8 minutos. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9 .

n – Número de campos contados

ρd – Densidade de traços de fissão induzidos no dosímetro.

ΣNd – Somatório do número de traços induzidos contados no dosímetro.

se – Erro padrão (*Standard error*)

APÊNDICE B – DOSIMETRIA NEUTRÔNICA REFERENTES À IRRADIAÇÃO DE 2008.

Amostra CN5-IT								
Dosimetria Neutrônica								
Irradiação 2008; Área de contagem 10X10; Usuário JSS;								
Critérios de contagem: Tocou na borda contar, a cada 5 campos pular 5.								
Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 10x								
n	TOPO	$\Sigma(N)$	BASE	$\Sigma(N)$	A=	10000	μm^2	
1	42	1760	42	1777		pd	se	unit
2	38	N/n	35	N/n	pdt	3,52E+05	6,09E+03	Tr/cm ²
3	33	35,2	32	35,54	pdb	3,55E+05	5,82E+03	Tr/cm ²
4	39	pdt	41	pdb				
5	35	3,52E+05	42	3,55E+05			Soma CN5	
6	31	se	41	se		Nd	pd	unit
7	31	6,09E+03	43	5,82E+03		3537	3,54E+05	Tr/cm ²
8	30		39					
9	39		31					
10	40		36					
11	39		36					
12	34		40					
13	40		33					
14	44		39					
15	36		41					
16	34		32					
17	29		31					
18	40		40					
19	37		35					
20	40		28					
21	34		32					
22	34		45					
23	33		33					
24	31		35					
25	43		31					
26	32		33					
27	27		34					
28	34		31					
29	27		36					
30	38		36					
31	33		38					
32	34		40					
33	40		32					
34	38		31					
35	37		37					
36	37		34					
37	32		33					

38	34	29
39	35	37
40	32	39
41	36	34
42	25	37
43	42	32
44	34	41
45	36	36
46	34	34
47	41	28
48	31	36
49	34	32
50	31	34

Notas: Ataque químico dos kaptons realizado com uma solução de hipoclorito de sódio (NaCl+NaOHCl concentração de 12%) em ebulição durante 8 minutos. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9 .

n – Número de campos contados

ρd – Densidade de traços de fissão induzidos no dosímetro.

ΣNd – Somatório do número de traços induzidos contados no dosímetro.

se – Erro padrão (*Standard error*)

APÊNDICE C – DADOS DAS CONTAGENS DO FATOR DE GEOMETRIA.

Amostra CAL-1							
Fator de Geometria ($\rho e.d./\rho 2\pi$)							
Irradiação Nov-2010; Área de contagem 10X10; Usuário JSS;							
Critérios de contagem: Tocou na borda contar, a cada 5 campos pular 5.							
Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 10x							
n	Grão (d)	$\Sigma(N)$	Kapton (d')	$\Sigma(N)$	A=	10000	μm^2
1	49	1333	39	1336		Fator $g' =$	0,9977
2	43	N/n	40	N/n			
3	41	43	39	43,096			
4	54	ρd	48	$\rho d'$			
5	34	4,3000E+05	44	4,3097E+05			
6	38		46				
7	37		38				
8	35		45				
9	47		46				
10	43		45				
11	34		49				
12	43		53				
13	48		49				
14	36		43				
15	51		44				
16	38		57				
17	47		48				
18	36		43				
19	43		42				
20	42		28				

21	52	41
22	58	36
23	48	35
24	40	42
25	34	49
26	45	30
27	46	42
28	49	43
29	45	44
30	37	36
31	40	52

Notas: Ataque químico da apatita realizado com 5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s. Ataque químico do kapton realizado com uma solução de hipoclorito de sódio (NaCl+NaOHCl concentração de 12%) em ebulição durante 8 minutos. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9. Contagens na face prismática da apatita.

Valores teóricos $g' = (\rho e.d. / \rho 2\pi) = 1$

$G = (\rho 2\pi / \rho 4\pi) = 0,5$

$\rho e.d.$ – Densidade de traços de fissão no detector externo acoplado à amostra.

$\rho 2\pi$ – Densidade de traços de fissão na superfície externa do mineral.

$\rho 4\pi$ – Densidade de traços de fissão na superfície interna do mineral.

Amostra CAL-2

Fator de Geometria ($\rho e.d. / \rho 2\pi$)

Irradiação Nov-2010; Área de contagem 10X10; Usuário JSS;

Critérios de contagem: Tocou na borda contar, a cada 5 campos pular 5.

Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 12,5x

n	Grão (d)	$\Sigma(N)$	Kapton (d')	$\Sigma(N)$	A=	10000	μm^2
1	56	1340	49	1347		Fator $g' =$	0,9948
2	65	N/n	44	N/n			
3	46	44,6666667	37	44,9			
4	39	ρd	47	$\rho d'$			
5	43	4,4667E+05	43	4,4900E+05			
6	42		31				
7	32		46				
8	44		37				
9	42		46				
10	41		46				
11	30		40				
12	43		47				
13	50		40				
14	65		39				
15	52		59				
16	44		43				
17	52		47				
18	50		59				
19	46		46				
20	33		46				
21	56		42				

22	40	47
23	33	52
24	39	43
25	30	52
26	44	38
27	42	46
28	48	44
29	47	39
30	46	52

Notas: Ataque químico da apatita realizado com 5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s. Ataque químico do kapton realizado com uma solução de hipoclorito de sódio (NaCl+NaOHCl concentração de 12%) em ebulição durante 8 minutos. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9. Contagens na face prismática da apatita.

Valores teóricos

$$g' = (\rho e.d. / \rho 2\pi) = 1$$

$$G = (\rho 2\pi / \rho 4\pi) = 0,5$$

$\rho e.d.$ – Densidade de traços de fissão no detector externo acoplado à amostra.

$\rho 2\pi$ – Densidade de traços de fissão na superfície externa do mineral.

$\rho 4\pi$ – Densidade de traços de fissão na superfície interna do mineral.

Amostra CAL-2*

Fator de Geometria ($\rho 2\pi / \rho 4\pi$)

Irradiação Nov-2010; Área de contagem 10X10; Usuário JSS;

Crítérios de contagem: Tocou na borda contar, a cada 5 campos pular 5.

Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 10x

n	Grão (d)	$\Sigma(N)$	Kapton (d')	$\Sigma(N)$	A=	10000	μm^2
1	9,8	318	21	814		Fator G =	0,391
2	9,3	N/n	26	N/n			
3	8,0	8,6	24	22			
4	8,6	ρd	25	$\rho d'$			
5	10,0	8,60E+04	28	2,20E+05			
6	7,0		23				
7	11,0		28				
8	10,0		22				
9	6,4		22				
10	9,0		24				
11	7,0		23				
12	10,0		20				
13	6,7		22				
14	8,4		23				
15	7,3		25				
16	9,0		21				
17	9,8		17				
18	7,5		25				
19	13,0		25				
20	8,3		23				
21	9,0		19				
22	9,7		22				
23	9,3		24				

24	8,8	20
25	9,0	25
26	7,5	22
27	9,8	24
28	8,5	18
29	8,5	16
30	8,3	22
31	7,5	25
32	8,5	23
33	7,7	23
34	6,0	15
35	11,0	17
36	6,0	20
37	7,3	20

Notas: Ataque químico da apatita realizado com 5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s. Ataque químico do kapton realizado com uma solução de hipoclorito de sódio (NaClO+NaOHClI concentração de 12%) em ebulição durante 8 minutos. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9. Contagens na face prismática da apatita. * Valores estimados com base em uma amostra de calibração como superfície externa e outro grão da mesma apatita de Durango polido expondo a superfície interna.

Valores teóricos $g' = (pe.d. / \rho 2\pi) = 1$
 $G = (\rho 2\pi / \rho 4\pi) = 0,5$

pe.d. – Densidade de traços de fissão no detector externo acoplado à amostra.

$\rho 2\pi$ – Densidade de traços de fissão na superfície externa do mineral.

$\rho 4\pi$ – Densidade de traços de fissão na superfície interna do mineral.

APÊNDICE D – CONTAGENS DO FATOR DE PROPORCIONALIDADE ZETA.

Amostra DUR-2

Fator de proporcionalidade zeta.

Irradiação nov-2010; Área de contagem 10X10; Usuário JSS;

Critério de contagem: Tocou na borda do reticulo não contar.

Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 10x

n	Grão (d)	$\Sigma(Ns)$	Kapton (d')	$\Sigma(Ni)$	A=	10000	μm^2
1	39	2271	82	6072		Ns/Ni	0,374
2	28		77				
3	16		47				
4	43		126			Soma CN5 2010	
5	30		84		$\Sigma(Nd)$	ρd	unit
6	28		91		9406	4,703	Tr/cm ²
7	55		141				
8	30		65				
9	32		108		ZETA	sd	
10	27		71		357,91	11,12	
11	14		45				
12	20		40				
13	20		65				
14	42		113				
15	29		98				
16	36		82				
17	39		68				
18	15		49				
19	13		25				
20	25		69				
21	18		37				
22	29		65				
23	28		73				
24	35		81				
25	36		100				
26	30		86				
27	39		94				
28	17		35				
29	51		96				
30	25		66				
31	15		49				
32	17		46				
33	23		68				
34	12		30				
35	11		17				
36	6		20				
37	22		60				

38	33	83
39	44	106
40	17	68
41	24	81
42	29	89
43	40	106
44	45	118
45	15	57
46	37	119
47	14	64
48	10	29
49	16	47
50	10	21
51	17	53
52	39	110
53	23	65
54	20	63
55	30	87
56	25	77
57	25	73
58	62	145
59	23	46
60	18	44
61	13	31
62	26	51
63	15	34
64	29	92
65	28	78
66	12	31
67	30	87
68	17	61
69	42	74
70	29	65
71	93	257
72	8	29
73	15	54
74	19	63
75	10	25
76	21	62
77	49	117
78	15	37
79	10	28
80	16	39
81	25	63
82	18	56
83	31	87

84	12	32
85	20	53
86	37	97
87	20	49

Notas: Ataque químico da apatita realizado com 5 M HNO₃ a 20 ± 1 °C por 20 s. Ataque químico do kapton realizado com uma solução de hipoclorito de sódio (NaCl+NaOHCl concentração de 12%) em ebulição durante 8 minutos. Contagens na face prismática da apatita. Fator de geometria 0,5.

n – Número de grãos contados

$\rho\delta$ – Densidade de traços de fissão induzidos no dosímetro.

ΣNd – Somatório do número de traços induzidos contados no dosímetro.

ΣNs – Somatório do número de traços espontâneos contados na população de grãos.

ΣNi – Somatório do número de traços induzidos contados no Kapton.

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

Amostra DUR-1

Fator de proporcionalidade zeta.

Irradiação nov-2010; Área de contagem 10X10; Usuário JSS;

Critério de contagem: Tocou na borda do reticulo não contar.

Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 10x

n	Grão (d)	$\Sigma(Ns)$	Kapton (d')	$\Sigma(Ni)$	A=	10000	μm^2
1	30	402	80	1113		Ns/Ni	0,361
2	33		113				
3	36		111			Soma CN5	
4	36		118		Nd	ρd	unit
5	20		53		9406	4,703	Tr/cm ²
6	51		135				
7	23		57				
8	18		49		ZETA	sd	
9	24		55		370,69	22,69	
10	13		30				
11	16		50				
12	33		93				
13	40		91				
14	29		78				

Notas: Ataque químico da apatita realizado com 5 M HNO₃ a 20 ± 1 °C por 20 s. Ataque químico do kapton realizado com uma solução de hipoclorito de sódio (NaCl+NaOHCl concentração de 12%) em ebulição durante 8 minutos. Contagens na face prismática da apatita. Fator de geometria 0,5.

n – Número de grãos contados

$\rho\delta$ – Densidade de traços de fissão induzidos no dosímetro.

ΣNd – Somatório do número de traços induzidos contados no dosímetro.

ΣNs – Somatório do número de traços espontâneos contados na população de grãos.

ΣNi – Somatório do número de traços induzidos contados no Kapton.

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

Amostra DUR-1 2008

Fator de proporcionalidade zeta.

Irradiação 2008; Área de contagem 10X10; Usuário JSS;

Critério de contagem: Tocou na borda do reticulo não contar.

Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 10x

n	Grão (d)	$\Sigma(Ns)$	Kapton (d')	$\Sigma(Ni)$	A=	10000	μm^2
1	8	844	26	1759		Ns/Ni	0,479
2	10		28				
3	6		23			Soma CN5	
4	50		77		Nd	ρd	unit
5	23		46		3537	3,54E+05	Tr/cm ²
6	55		135				
7	26		49		ZETA	sd	
8	21		43		370,6	17,74	
9	12		24				
10	25		43				
11	29		59				
12	35		76				
13	31		79				
14	42		95				
15	9		22				
16	31		80				
17	24		48				
18	39		69				
19	36		79				
20	61		103				
21	10		18				
22	59		108				
23	19		44				
24	12		21				
25	22		52				
26	29		75				
27	53		107				
28	28		57				
29	16		34				
30	23		39				

Notas: Ataque químico da apatita realizado com 5 M HNO₃ a 20 ± 1 °C por 20 s. Ataque químico do kapton realizado com uma solução de hipoclorito de sódio (NaCl+NaOHCl concentração de 12%) em ebulição durante 8 minutos. Contagens na face prismática da apatita. Fator de geometria 0,5.

n – Número de grãos contados

ρd – Densidade de traços de fissão induzidos no dosímetro.

ΣNd – Somatório do número de traços induzidos contados no dosímetro.

ΣNs – Somatório do número de traços espontâneos contados na população de grãos.

ΣNi – Somatório do número de traços induzidos contados no Kapton.

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

Amostra PND-CAL2 - 2010							
Fator de proporcionalidade zeta.							
Irradiação nov-2010; Área de contagem 10X10; Usuário JSS;							
Critério de contagem: Tocou na borda do reticulo não contar.							
Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 10x							
n	PND (d) = Grão	$\Sigma(Ns)$	Cal-2(d') =kapton	$\Sigma(Ni)$	A=	10000	μm^2
1	10	1181	37	3339		Ns/Ni	0,3536
2	12		38				
3	12		39				
4	13		33			Soma CN5 2010	
5	9		38		$\Sigma(Nd)$	pd	unit
6	14		26		9406	4,703	Tr/cm ²
7	15		34				
8	7		40				
9	8		31		ZETA	sd	
10	9		35		382	14,85	
11	12		24				
12	11		31				
13	11		32				
14	13		27				
15	17		35				
16	12		37				
17	13		30				
18	10		33				
19	12		35				
20	11		41				
21	13		29				
22	12		39				
23	11		33				
24	15		34				
25	9		33				
26	15		33				
27	14		28				
28	13		34				
29	11		40				
30	17		35				
31	12		36				
32	9		32				
33	9		40				
34	10		38				
35	13		36				
36	9		34				

37	10	36
38	11	28
39	7	34
40	10	33
41	12	36
42	9	33
43	9	29
44	14	38
45	11	38
46	12	29
47	10	36
48	17	35
49	10	34
50	12	38
51	11	36
52	13	28
53	12	26
54	17	29
55	10	39
56	11	30
57	17	31
58	15	33
59	11	28
60	9	29
61	12	28
62	13	37
63	10	31
64	11	30
65	13	36
66	13	28
67	14	34
68	12	35
69	10	33
70	15	32
71	13	30
72	11	32
73	16	37
74	11	29

Notas: Ataque químico da apatita realizado com 5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s. Ataque químico do kapton realizado com uma solução de hipoclorito de sódio (NaCl+NaOHCl concentração de 12%) em ebulição durante 8 minutos. Contagens na face prismática da apatita. Fator de geometria 0,5.

n – Número de grãos contados

$\rho\delta$ – Densidade de traços de fissão induzidos no dosímetro.

ΣNd – Somatório do número de traços induzidos contados no dosímetro.

ΣNs – Somatório do número de traços espontâneos contados na população de grãos.

ΣNi – Somatório do número de traços induzidos contados no Kapton.

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

Amostra PND-PID-2010							
Fator de proporcionalidade zeta.							
Irradiação nov-2010; Área de contagem 10X10; Usuário JSS;							
Critério de contagem: Tocou na borda do reticulo não contar.							
Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 10x							
n	PND (d) superfície externa	$\Sigma(Ns)$	PID (d') superfície interna	$\Sigma(Ni)$	A=	10000	μm^2
1	10	1181	62	6085		Ns/Ni	0,1940
2	12		56				
3	12		49				
4	13		60			Soma CN5 2010	
5	9		63		$\Sigma(Nd)$	pd	unit
6	14		54		9406	4,703	Tr/cm ²
7	15		64				
8	7		60				
9	8		58		ZETA	sd	
10	9		67		352	13	
11	12		55				
12	11		59				
13	11		53				
14	13		60				
15	17		54				
16	12		68				
17	13		59				
18	10		64				
19	12		63				
20	11		61				
21	13		60				
22	12		60				
23	11		61				
24	15		65				
25	9		66				
26	15		59				
27	14		60				
28	13		58				
29	11		52				
30	17		55				
31	12		58				
32	9		60				
33	9		65				
34	10		64				
35	13		60				

36	9	72
37	10	63
38	11	57
39	7	56
40	10	64
41	12	67
42	9	61
43	9	60
44	14	64
45	11	67
46	12	65
47	10	71
48	17	51
49	10	61
50	12	57
51	11	59
52	13	63
53	12	55
54	17	52
55	10	61
56	11	67
57	17	62
58	15	64
59	11	66
60	9	62
61	12	53
62	13	60
63	10	67
64	11	65
65	13	59
66	13	50
67	14	63
68	12	60
69	10	50
70	15	54
71	13	69
72	11	63
73	16	60
74	11	50

Notas: Ataque químico da apatita realizado com 5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s. Contagens na face prismática da apatita. Fator de geometria 1.

n – Número de grãos contados

$\rho\delta$ – Densidade de traços de fissão induzidos no dosímetro.

ΣNd – Somatório do número de traços induzidos contados no dosímetro.

ΣN_s – Somatório do número de traços espontâneos contados na população de grãos.

ΣNi – Somatório do número de traços induzidos contados no Kapton.

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

APÊNDICE E – CONTAGENS PARA ANÁLISES INDIRETAS.

Amostra	E-1	Durango natural			
Determinação de densidade.					
Critério de contagem: Tocou na borda do reticulo não contar.					
Irradiação Nov-2010; Área de contagem 10X10; Usuário Jaques;					
Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 10x					
n	N	$\Sigma(N)$	A=	10000	μm^2
1	10	1181			
2	12	N/n			
3	12	11,81			
4	13	pdt			
5	9	1,18E+05			
6	14	se			
7	15	2,22E+03			
8	7	sd			
9	8	2,22E+04			
10	9				
11	12				
12	11				
13	11				
14	13				
15	17				
16	12				
17	13				
18	10				
19	12				
20	11				
21	13				
22	12				
23	11				
24	15				
25	9				
26	15				
27	14				
28	13				
29	11				
30	17				
31	12				
32	9				
33	9				
34	10				
35	13				
36	9				
37	10				

38	11
39	7
40	10
41	12
42	9
43	9
44	14
45	11
46	12
47	10
48	17
49	10
50	12
51	11
52	13
53	12
54	17
55	10
56	11
57	17
58	15
59	11
60	9
61	12
62	13
63	10
64	11
65	13
66	13
67	14
68	12
69	10
70	15
71	13
72	11
73	16
74	11
75	10
76	11
77	13
78	10
79	10
80	12
81	12
82	14
83	13

84	13
85	10
86	15
87	10
88	10
89	10
90	12
91	13
92	14
93	15
94	10
95	9
96	11
97	11
98	14
99	10
100	12

Notas: Considerando contagens na face prismática da apatita de Durango. As medidas sempre são realizadas em superfícies internas dos cristais (geometria 4π). Ataque químico com 5 M HNO_3 a $20 \pm 1^\circ\text{C}$ por 20 s. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9 .

ρ – Densidade de traços de fissão.

se – Erro padrão (Standard error)

sd – Desvio padrão (Standard deviation)

E-1 Durango natural							
Grão	Comprimento	Ângulo	Traço	Tipo		Comprimento	Ângulo
1	13,60	55,6	1	TinT	Média	14,137	43,722
1	14,1	4,5	2	TinT	sd	0,956	24,433
1	13	50,8	3	TinT	se	0,096	2,44
1	14,5	7,5	4	TinT	n	100	100
1	13,7	33,7	5	TinT			
1	13,8	62,5	6	TinT			
1	14	78,4	7	TinT			
1	14,5	0,3	8	TinT			
1	13,4	57,5	9	TinT			
1	13,6	5,6	10	TinT			
1	13,6	0,2	11	TinT			
1	14,2	88,8	12	TinT			
1	13,6	31,4	13	TinT			
1	14	32,3	14	TinT			
1	14,6	17,8	15	TinT			
1	14,2	44,7	16	TinT			
1	11,7	60,1	17	TinT			
1	16	23,8	18	TinT			
1	13,5	40,4	19	TinT			
1	14,7	1,7	20	TinT			
1	13,2	79,5	21	TinT			

1	14	69,6	22	TinT
1	14,7	43,4	23	TinT
1	14	81,6	24	TinT
1	13,3	52,6	25	TinT
1	13,9	10,2	26	TinT
1	15	33,8	27	TinT
1	14,1	65,6	28	TinT
1	14,9	68,8	29	TinT
1	16	11,7	30	TinT
1	13,9	76,7	31	TinT
1	12,6	50,8	32	TinT
1	13,1	6,4	33	TinT
1	14	44,5	34	TinT
1	14,9	17,9	35	TinT
1	15,3	55,2	36	TinT
1	13,2	11,4	37	TinT
1	15,7	10	38	TinT
1	15,8	48,3	39	TinT
1	15,3	22,8	40	TinT
1	16,5	30,7	41	TinT
1	14,5	38,2	42	TinT
1	13,9	56,2	43	TinT
1	14,6	43,4	44	TinT
1	13,4	71,7	45	TinT
1	13,9	42,4	46	TinT
1	15,2	55,3	47	TinT
1	15,3	41,2	48	TinT
1	14,8	35,6	49	TinT
1	15,6	20,1	50	TinT
1	12	81,8	51	TinT
1	14,2	26,3	52	TinT
1	14,1	18,7	53	TinT
1	15,3	34,2	54	TinT
1	15	69,3	56	TinT
1	14,9	15,6	57	TinT
1	14,5	38,3	58	TinT
1	14,1	71,1	59	TinT
1	14,7	44,8	60	TinT
1	13,2	28,6	61	TinT
1	15,5	2,9	62	TinT
1	13,3	82,3	63	TinT
1	12,2	84,4	64	TinT
1	14,4	62,4	65	TinT
1	16	35,4	66	TinT
1	13,5	35	67	TinT
1	14,7	62,6	68	TinT

1	14	55,9	69	TinT
1	14,4	8,3	70	TinT
1	15,6	12,7	71	TinT
1	15,8	6,7	72	TinT
1	13,6	9,2	73	TinT
1	12,8	73,7	74	TinT
1	12,2	65,4	75	TinT
1	14,1	62,2	76	TinT
1	13,5	57,1	77	TinT
1	13	27,4	78	TinT
1	13,6	26,6	79	TinT
1	13,8	78	80	TinT
1	13,9	58,9	81	TinT
1	12,8	73,1	82	TinT
1	14	47,9	83	TinT
1	12,7	47	84	TinT
1	14	12,8	85	TinT
1	15	68,3	86	TinT
1	13,8	45,3	87	TinT
1	15	44,1	88	TinT
1	13,5	64,7	89	TinT
1	14	63,6	90	TinT
1	14,1	26,2	91	TinT
1	12,4	62,8	92	TinT
1	13,9	60,6	93	TinT
1	14,4	53,4	94	TinT
1	13,7	58,3	95	TinT
1	13,4	24,6	96	TinT
1	13,6	84,2	97	TinT
1	13	52,3	98	TinT
1	14,4	83,8	99	TinT
1	15,3	55,9	100	TinT
1	14,8	10,4	101	TinT

Notas: Considerando contagens na face prismática da apatita de Durango. As medidas sempre são realizadas em superfícies internas dos cristais. Ataque químico com 5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9.

Ângulo – Ângulo do traço em relação ao eixo c da apatita.

se – Erro padrão (*Standard error*)

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

n – número de traços

Amostra	E0	Durango irradiada			
Determinação de densidade. ρ					
Critério de contagem: Tocou na borda do reticulo não contar.					
Irradiação Nov-2010; Área de contagem 10X10; Usuário Jaques;					
Microscópio Olympus Bx40; Objetiva 100x; Ocular 10x					
n	N	$\Sigma(N)$	A=	10000	μm^2
1	62	6085			
2	69	N/n			
3	49	60,85			
4	60	ρ			
5	63	6,08E+05			
6	54	se			
7	64	5,53E+03			
8	60	sd			
9	58	5,53E+04			
10	67				
11	55				
12	59				
13	53				
14	60				
15	54				
16	68				
17	59				
18	64				
19	63				
20	61				
21	60				
22	60				
23	61				
24	65				
25	66				
26	59				
27	60				
28	58				
29	52				
30	55				
31	58				
32	60				
33	65				
34	64				
35	60				
36	72				
37	63				
38	57				
39	56				
40	64				

41	67
42	61
43	60
44	64
45	67
46	65
47	71
48	61
49	61
50	57
51	59
52	63
53	55
54	62
55	61
56	67
57	62
58	64
59	66
60	62
61	53
62	60
63	67
64	65
65	59
66	50
67	63
68	60
69	50
70	54
71	69
72	63
73	60
74	50
75	67
76	71
77	61
78	62
79	57
80	52
81	73
82	57
83	70
84	61
85	65
86	71

87	63
88	49
89	62
90	54
91	53
92	59
93	52
94	64
95	64
96	53
97	60
98	73
99	59
100	58

Notas: Considerando contagens na face prismática da apatita de Durango. As medidas sempre são realizadas em superfícies internas dos cristais. Ataque químico com 5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9.

ρ – Densidade de traços de fissão.

se – Erro padrão (*Standard error*)

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

E0 Durango irradiada							
Grão	Comprimento	Ângulo	Traço	Tipo		Comprimento	Ângulo
1	16,8	48,4	1	TinT	Média	15,786	45,867
1	16,9	43,7	2	TinT	sd	0,862	22,047
1	15,6	43,7	3	TinT	se	0,086	2,20
1	15,5	27	4	TinT	n	100	100
1	15,7	60,9	5	TinT			
1	14,9	48,6	6	TinT			
1	14	67,4	7	TinT			
1	16	70,4	8	TinT			
1	15,6	23,4	9	TinT			
1	17,4	48,8	10	TinT			
1	15,5	44	11	TinT			
1	17	73,9	12	TinT			
1	14	42	13	TinT			
1	13,9	78,7	14	TinT			
1	16,8	52,5	15	TinT			
1	14,5	41,4	16	TinT			
1	16,2	60,4	17	TinT			
1	15,7	27,7	18	TinT			
1	16,2	45,4	19	TinT			
1	15	62,1	20	TinT			
1	15,5	73,2	21	TinT			
1	15,1	13,3	22	TinT			
1	16,9	54,3	23	TinT			
1	14	26,3	24	TinT			

1	15,9	47	25	TinT
1	16,4	59,9	26	TinT
1	16,1	42,3	27	TinT
1	14,8	42,8	28	TinT
1	14,7	61,5	29	TinT
1	16,1	39,3	30	TinT
1	16	49,4	31	TinT
1	16,3	35,6	32	TinT
1	17,4	52,5	33	TinT
1	16,5	67,5	34	TinT
1	15,2	76,1	35	TinT
1	16,5	45,4	36	TinT
1	14,7	62,7	37	TinT
1	16,7	28,6	38	TinT
1	17,1	35,8	39	TinT
1	14,7	69,1	40	TinT
1	15,7	58,2	41	TinT
1	15,1	77,7	42	TinT
1	15,2	50,4	43	TinT
1	15,1	74,5	44	TinT
1	17,3	58,4	45	TinT
1	15,1	71,7	46	TinT
1	16,3	67,7	47	TinT
1	16,4	17,4	48	TinT
1	15,3	69,6	49	TinT
1	13,8	57,1	50	TinT
1	14,3	73	51	TinT
1	15,1	0,8	52	TinT
1	16,3	33	53	TinT
1	17,3	52	54	TinT
1	17	16,7	56	TinT
1	16,4	69,5	57	TinT
1	15	30,7	58	TinT
1	16,7	1,2	59	TinT
1	16,4	2	60	TinT
1	16,5	59,6	61	TinT
1	16,4	72,2	62	TinT
1	17	58,6	63	TinT
1	16,2	48,7	64	TinT
1	14,8	36,2	65	TinT
1	15,9	9,5	66	TinT
1	16,8	25,1	67	TinT
1	15,6	74,2	68	TinT
1	14,9	58,6	69	TinT
1	16,3	81,3	70	TinT
1	16,4	28,8	71	TinT

1	15,3	32,9	72	TinT
1	16,5	58,8	73	TinT
1	15,3	3,1	74	TinT
1	16,2	59,3	75	TinT
1	15,8	73,9	76	TinT
1	15,7	42,1	77	TinT
1	15,4	68,9	78	TinT
1	15,7	71,9	79	TinT
1	15,4	37,5	80	TinT
1	16,6	69,1	81	TinT
1	16,2	26	82	TinT
1	15,9	50,3	83	TinT
1	14,8	43,8	84	TinT
1	15,3	62,7	85	TinT
1	15,9	61,8	86	TinT
1	16,7	42,1	87	TinT
1	17,1	57,7	88	TinT
1	14,8	4	89	TinT
1	15,3	22,2	90	TinT
1	16,1	6,3	91	TinT
1	15,1	2,2	92	TinT
1	15,2	14,1	93	TinT
1	16,4	16,8	94	TinT
1	15,2	6,2	95	TinT
1	15,6	17	96	TinT
1	17,1	4,5	97	TinT
1	16	68,2	98	TinT
1	16	60,8	99	TinT
1	15	27,2	100	TinT
1	15,1	46,1	101	TinT

Notas: Considerando contagens na face prismática da apatita de Durango. As medidas sempre são realizadas em superfícies internas dos cristais. Ataque químico com 5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9.

Ângulo – Ângulo do traço em relação ao eixo *c* da apatita.

se – Erro padrão (*Standard error*)

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

n – número de traços

APÊNDICE F – CONTAGENS DOS ENSAIOS SUBMETIDOS A CONDIÇÕES Pt.

E4 2,0 GPa 0°C							
Grão	Comprimento	Ângulo	Traço	Tipo		Comprimento	Ângulo
1	15,4	58,2	2	TinT	Média	15,288	48,462
1	15,3	81,9	3	TinT	sd	0,776	22,913
1	14,2	67,8	4	TinT	se	0,077	2,291
1	14,3	37	5	TinT	n	100	100
1	13,7	36,9	6	TinT			
1	14,7	67,2	7	TinT			
1	15,9	41	8	TinT			
1	13,9	50,6	10	TinT			
1	14,2	83,1	12	TinT			
1	13,9	51,9	13	TinT			
1	14,3	17,7	14	TinT			
1	14,9	86,5	16	TinT			
1	15,3	57	18	TinT			
1	16,6	28,1	19	TinT			
1	15,9	34	20	TinT			
1	14,8	46,5	21	TinT			
1	15,4	27,4	22	TinT			
1	16,9	27,9	24	TinT			
1	16,2	50,3	25	TinT			
1	16,2	34,6	26	TinT			
1	15,7	16,3	27	TinT			
1	14,5	28,4	28	TinT			
1	15	17	29	TinT			
1	15,2	56,3	30	TinT			
1	15	44,9	31	TinT			
1	15,8	27,6	32	TinT			
1	16,4	61,2	33	TinT			
1	15,3	63,8	34	TinT			
1	15,3	47,7	35	TinT			
1	14,5	72,5	36	TinT			
1	15,1	88,3	38	TinT			
1	14,3	37,1	39	TinT			
1	13,5	28,5	40	TinT			
1	14,1	76	41	TinT			
1	15,1	74,8	43	TinT			
1	15,8	65,3	44	TinT			
1	15,7	79	45	TinT			
1	14,4	19,9	46	TinT			
1	16,1	20,6	47	TinT			
1	15,7	52	48	TinT			
1	14,3	83,6	49	TinT			
1	15,1	49,5	51	TinT			

1	15,5	14,4	52	TinT
1	15,1	70,3	53	TinT
1	15,3	87,2	54	TinT
1	16,2	72,6	55	TinT
1	14,5	34,4	56	TinT
1	14,9	59,5	57	TinT
1	15	64,3	58	TinT
1	15,7	30,8	59	TinT
1	14,5	63	60	TinT
1	14,5	38,5	61	TinT
1	14,2	79,2	62	TinT
1	14,9	63	63	TinT
1	15,5	65,2	64	TinT
1	16,4	64,2	65	TinT
1	15,8	85,7	66	TinT
1	14,9	67,4	67	TinT
1	16,3	29,9	68	TinT
1	15,8	45,1	69	TinT
1	14,8	73,2	70	TinT
1	15,3	39,7	71	TinT
1	16,9	50,1	72	TinT
1	14,8	79,1	73	TinT
1	16	81,2	74	TinT
1	14,4	68,7	75	TinT
1	15,8	74,7	76	TinT
1	15,8	72,1	77	TinT
1	15	5,5	78	TinT
1	15,9	60,1	79	TinT
1	16,6	85,3	80	TinT
1	15	58	81	TinT
1	15	44,8	82	TinT
1	16	43,3	83	TinT
1	16,2	33,6	84	TinT
1	16,6	14,7	85	TinT
1	16,5	60	86	TinT
1	14,8	59,9	87	TinT
1	15,3	16	89	TinT
1	16,3	44	90	TinT
1	14,8	26,7	91	TinT
1	14,3	64,1	92	TinT
1	16,4	23,6	93	TinT
1	16,4	28,8	94	TinT
1	15,5	0,6	95	TinT
1	15,5	20,5	96	TinT
1	15,5	59	97	TinT
1	16,1	49,2	98	TinT

1	16	1,5	99	TinT
1	14,3	20,6	100	TinT
1	14,2	32,4	101	TinT
1	14,6	24,3	102	TinT
1	16,3	64,3	103	TinT
1	15,7	51,5	104	TinT
1	15,1	21,2	105	TinT
1	15,4	34,5	106	TinT
1	14,9	0,7	107	TinT
1	15,1	29,4	108	TinT
1	15,1	71,8	109	TinT
1	15,7	26,9	110	TinT

Notas: Considerando contagens na face prismática da apatita de Durango. As medidas sempre são realizadas em superfícies internas dos cristais. Ataque químico com 5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9.

Ângulo – Ângulo do traço em relação ao eixo c da apatita.

se – Erro padrão (*Standard error*)

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

n – número de traços

E7 4,0 GPa 0°C							
Grão	Comprimento	Ângulo	Traço	Tipo		Comprimento	Ângulo
1	15,4	46	1	TinT	Média	15,062	38,82
1	13,7	45,5	2	TinT	sd	0,879	23,812
1	14,4	26	3	TinT	se	0,087	2,38
1	14,6	24,4	4	TinT	n	100	100
1	13,7	36,7	5	TinT			
1	14,1	42,1	6	TinT			
1	14	16,5	7	TinT			
1	14	33,2	8	TinT			
1	14,5	33	9	TinT			
1	14,5	11	10	TinT			
1	14,8	3	11	TinT			
1	15,4	3,8	12	TinT			
1	15,5	54,5	13	TinT			
1	15,2	15,6	14	TinT			
1	14,1	81,1	15	TinT			
1	14,1	51	16	TinT			
1	13,8	61,8	17	TinT			
1	15,8	88	18	TinT			
1	15,8	52,3	20	TinT			
1	15,3	60,9	21	TinT			
1	14,6	83	22	TinT			
2	15	1,4	1	TinT			
2	14,5	83,5	2	TinT			
3	13,5	72,7	1	TinT			
3	13	74,5	2	TinT			

3	14,7	42,2	3	TinT
3	15,7	3	4	TinT
3	16,7	21	5	TinT
3	16,1	38,9	6	TinT
3	14,1	15	7	TinT
3	14,5	20,8	8	TinT
3	14,9	56,6	9	TinT
3	16,7	7	10	TinT
3	15,4	9,8	11	TinT
3	13,4	25,4	12	TinT
3	15,6	26	13	TinT
3	15,1	67,2	14	TinT
3	15,1	10,9	15	TinT
3	15	24,6	16	TinT
3	15,1	67,3	17	TinT
3	14,6	24,4	18	TinT
3	16,1	24,1	19	TinT
3	16	3	20	TinT
3	14,1	87,3	21	TinT
3	16,7	52,4	22	TinT
3	15,8	14,7	23	TinT
4	14,6	10	1	TinT
4	13,6	72,7	2	TinT
4	14,4	17,6	3	TinT
4	14,3	43,6	4	TinT
4	14,4	41	5	TinT
4	14,1	4,1	6	TinT
4	13,3	33	7	TinT
4	15,3	68	8	TinT
4	14,6	30,4	9	TinT
4	16	44,6	10	TinT
4	16,8	28,2	11	TinT
5	14,3	40,7	1	TinT
5	16,6	32,1	2	TinT
5	15,2	45,7	3	TinT
5	15,6	54,2	4	TinT
5	14,5	32,5	5	TinT
5	14,1	58,7	6	TinT
5	14,4	49,7	7	TinT
5	14	60,9	8	TinT
5	16,6	66,1	9	TinT
5	15,4	9	11	TinT
5	15,2	50,3	12	TinT
5	15	70,4	13	TinT
5	16,3	34,9	14	TinT
6	15,5	39,1	1	TinT

6	16,1	20,6	2	TinT
6	16,3	5,8	3	TinT
6	14,9	25,2	4	TinT
6	14,2	15,5	5	TinT
6	16,4	28,5	6	TinT
6	14,3	21,9	7	TinT
6	15,9	5,4	8	TinT
6	14,7	48	9	TinT
6	16,3	45,5	10	TinT
6	15,9	79,4	11	TinT
6	16,3	38,1	12	TinT
6	16	22,7	13	TinT
6	15,9	78	14	TinT
6	14,9	68,9	15	TinT
6	14,7	47,1	16	TinT
6	15,2	14,5	17	TinT
7	14,7	77,3	1	TinT
7	15,6	20,5	2	TinT
7	16,1	16	3	TinT
8	15,3	31,1	1	TinT
8	15,7	14,4	2	TinT
8	15,4	68,3	4	TinT
8	15,4	19,5	5	TinT
9	15,4	15,2	1	TinT
9	15,7	63,8	2	TinT
9	15,6	47,7	3	TinT
9	14,2	74,8	4	TinT
9	15,3	59,1	5	TinT
9	14,8	20,3	6	TinT
9	15,3	47,7	6	TinT

Notas: Considerando contagens na face prismática da apatita de Durango. As medidas sempre são realizadas em superfícies internas dos cristais. Ataque químico com 5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9.

Ângulo – Ângulo do traço em relação ao eixo *c* da apatita.

se – Erro padrão (*Standard error*)

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

n – número de traços

APÊNDICE G – CONTAGENS DOS ENSAIOS SUBMETIDOS A CONDIÇÕES PTt

E1 2,0 GPa 235°C							
Grão	Comprimento	Ângulo	Traço	Tipo		Comprimento	Ângulo
1	9,1	81,7	1	TinT	Média	9,219	46,73
1	10	0,3	2	TinT	sd	1,276	26,567
1	7,9	89,1	3	TinT	se	0,127	2,66
1	8,3	30,6	4	TinT	n	100	100
1	8,3	64,6	5	TinT			
1	9,3	23,5	6	TinT			
1	10,5	77	8	TinT			
1	9,8	12	9	TinT			
1	10,9	9,3	11	TinT			
1	8,1	37,5	12	TinT			
1	8,1	89,7	13	TinT			
1	7,1	54,1	14	TinT			
1	6,1	74	15	TinT			
1	9,4	43,8	16	TinT			
1	9,4	19,2	17	TinT			
1	7,5	73	18	TinT			
1	8,7	16,9	19	TinT			
1	8,9	87,6	20	TinT			
1	10,5	40,3	21	TinT			
1	9,6	63,6	22	TinT			
1	8,6	85,6	23	TinT			
1	10,4	5,9	24	TinT			
1	8,5	77,2	25	TinT			
1	9,7	32,7	26	TinT			
1	9,9	13,1	27	TinT			
1	9,6	60,3	28	TinT			
1	10,6	54,5	29	TinT			
1	7,8	70,3	30	TinT			
1	8,6	79,9	31	TinT			
1	11,7	31,1	32	TinT			
1	10,6	64,1	33	TinT			
1	10,9	28,9	34	TinT			
1	9,1	16,9	35	TinT			
1	9,1	83,5	36	TinT			
1	9	58,8	37	TinT			
1	9,9	75	38	TinT			
1	8,2	34,8	39	TinT			
1	8,6	88,4	40	TinT			
1	9,9	42,4	41	TinT			
1	9,8	0,3	42	TinT			
1	9	60,6	43	TinT			
1	9,3	20,2	44	TinT			

1	9,3	85	45	TinT
1	8,5	76,1	46	TinT
1	10,2	72,8	47	TinT
2	8,6	44,8	1	TinT
2	9	42,9	2	TinT
2	9	80,9	3	TinT
2	11,9	36,6	4	TinT
3	9	12,4	1	TinT
3	6,5	62,8	2	TinT
3	8,4	24,5	3	TinT
3	7,9	25,6	4	TinT
3	10,5	7,3	5	TinT
3	10,8	6,3	6	TinT
3	6,2	69,1	7	TinT
3	7,9	49,4	8	TinT
3	10,2	45,9	9	TinT
3	8,8	12,5	10	TinT
3	9,1	30,4	11	TinT
3	11,6	23,6	12	TinT
3	8,7	21,8	13	TinT
3	11,1	8,4	14	TinT
3	11,5	24	15	TinT
3	9,8	89,2	16	TinT
3	10	40,3	17	TinT
3	11,1	42,2	18	TinT
3	8,5	8,7	19	TinT
3	8	48,4	20	TinT
4	9,3	70,7	1	TinT
4	5,9	58	2	TinT
4	10,3	71,8	3	TinT
4	9,5	56,4	4	TinT
4	11,5	24,5	5	TinT
4	9,2	88,3	6	TinT
4	8,1	69,9	7	TinT
4	9,6	57,7	8	TinT
4	9,6	16,4	9	TinT
1	10,3	15,5	1	TinT
1	9,8	48	2	TinT
1	9,2	25,1	3	TinT
1	8,8	22,5	4	TinT
1	8,5	11,6	5	TinT
1	10,6	66,2	6	TinT
1	11	34	7	TinT
1	9,5	49,7	8	TinT
1	10,9	40,5	9	TinT
2	8,3	30,2	1	TinT

3	7,8	48,3	1	TinT
4	8,8	66,6	1	TinT
4	9	21,9	2	TinT
5	11,1	15,2	1	TinT
5	8	47,8	2	TinT
7	9,6	1,9	1	TinT
7	10,7	79,8	2	TinT
7	7,4	66	3	TinT
7	7,3	78,5	4	TinT
7	7,3	83,9	5	TinT
7	7,9	79,8	6	TinT
7	9	54,9	7	TinT

Notas: Considerando contagens na face prismática da apatita de Durango. As medidas sempre são realizadas em superfícies internas dos cristais. Ataque químico com 5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9.

Ângulo – Ângulo do traço em relação ao eixo c da apatita.

se – Erro padrão (*Standard error*)

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

n – número de traços

E2 2,0 GPa 190°C							
Grão	Comprimento	Ângulo	Traço	Tipo		Comprimento	Ângulo
1	11,7	31,9	1	TinT	Média	11,646	50,244
1	8,2	84,6	2	TinT	sd	1,569	21,445
1	11,2	44,2	3	TinT	se	0,156	2,154
1	11,6	12,5	4	TinT	n	100	100
1	13,2	36	5	TinT			
1	8,9	59,6	6	TinT			
1	12,8	22,1	7	TinT			
1	12,6	64,2	8	TinT			
1	10,7	62,8	9	TinT			
1	9,9	75,1	10	TinT			
1	10,2	61,8	11	TinT			
1	13,9	38,8	12	TinT			
1	12,9	72	13	TinT			
1	11	49,2	14	TinT			
1	13,1	44	15	TinT			
1	13,4	83,2	17	TinT			
1	8,6	46,3	18	TinT			
1	12,3	56,6	19	TinT			
1	13,4	60,5	20	TinT			
1	11,6	55,9	21	TinT			
1	12,3	62,3	22	TinT			
1	14,4	36,9	23	TinT			
1	10	79,1	24	TinT			
1	11,9	76	25	TinT			
1	12,4	66,2	26	TinT			

1	13,5	88	27	TinT
1	12,1	36,4	28	TinT
1	9,4	64,3	29	TinT
1	13,4	28,6	30	TinT
1	10,7	46,8	31	TinT
1	12,4	36,3	32	TinT
1	10,6	64,8	33	TinT
1	10,2	66,1	34	TinT
1	12,7	20,6	35	TinT
1	11,5	0	36	TinT
1	9,6	69,3	37	TinT
2	11,5	47,5	1	TinT
2	12,2	15,6	2	TinT
2	11,2	78,1	3	TinT
2	11,2	39,5	4	TinT
2	12,8	3,6	5	TinT
2	9,2	65,9	6	TinT
2	11,8	49,2	7	TinT
2	7,1	73,4	8	TinT
2	12,3	15,3	9	TinT
2	10,5	34,6	10	TinT
2	9,7	27,8	11	TinT
2	12,7	86,1	12	TinT
2	12,5	44,9	13	TinT
2	13,8	47,5	14	TinT
2	12,1	17,8	15	TinT
2	13,2	62,1	16	TinT
2	12,6	6,5	17	TinT
2	9,4	46,7	18	TinT
2	12	75	19	TinT
2	10,3	45,5	20	TinT
2	12,8	42,4	21	TinT
2	12,8	0,4	22	TinT
2	11,9	53,5	23	TinT
2	12	72,7	24	TinT
2	9,6	66	25	TinT
2	12,8	20,7	26	TinT
2	13,4	56,6	27	TinT
2	11,3	59,3	28	TinT
2	13,8	60,9	29	TinT
2	11	6,6	30	TinT
2	12,3	33,1	31	TinT
2	11,7	70,5	32	TinT
2	13,1	74,2	33	TinT
2	13,7	71,6	34	TinT
3	14,2	61,8	1	TinT

3	12	51,4	2	TinT
3	12,5	8,9	3	TinT
3	13,7	70,9	4	TinT
3	11,6	61,9	5	TinT
4	10,5	69,5	1	TinT
4	10,9	54,9	2	TinT
4	11,1	7,8	3	TinT
4	10,1	29,9	4	TinT
4	12,2	65,7	5	TinT
4	11,5	70,2	6	TinT
4	14,5	57	7	TinT
4	12	63	8	TinT
4	9,6	58,4	9	TinT
4	10	49,4	10	TinT
4	14,5	32,2	11	TinT
4	11,6	70,3	12	TinT
4	12,6	55,4	13	TinT
4	11,6	56	14	TinT
4	12	50,8	15	TinT
4	13	35,5	16	TinT
4	10,6	40,6	17	TinT
4	11,4	46,7	18	TinT
4	11,4	32,6	19	TinT
4	8,5	47,8	20	TinT
4	13,6	38,5	21	TinT
4	11,7	45,4	22	TinT
4	7,8	80,1	23	TinT
4	9,8	88,8	24	TinT
4	12,2	44,3	25	TinT
7	9	54,9	7	TinT

Notas: Considerando contagens na face prismática da apatita de Durango. As medidas sempre são realizadas em superfícies internas dos cristais. Ataque químico com 5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9.

Ângulo – Ângulo do traço em relação ao eixo *c* da apatita.

se – Erro padrão (*Standard error*)

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

n – número de traços

E3		2,0 GPa 150°C					
Grão	Comprimento	Ângulo	Traço	Tipo		Comprimento	Ângulo
2	11,9	45,8	1	TinT	Média	13,055	49,85
2	12,6	37,6	2	TinT	sd	1,52	26,249
2	11,8	84,4	3	TinT	se	0,152	2,62
2	14	18,5	4	TinT	n	100	100
2	13,7	48,9	5	TinT			
2	9,6	66,5	6	TinT			
2	10,1	52	7	TinT			
2	10,9	27,8	8	TinT			
2	12,5	40,8	9	TinT			
2	13,3	87,6	10	TinT			
2	15,4	27,2	11	TinT			
2	14,2	79,5	12	TinT			
2	12,5	57,9	13	TinT			
2	13,8	39,3	14	TinT			
2	14,7	34,8	15	TinT			
2	14,5	41,7	16	TinT			
2	15,5	80,8	17	TinT			
2	13,8	57,9	18	TinT			
2	15,3	12,3	19	TinT			
2	14,9	13,7	20	TinT			
2	14,3	16,6	21	TinT			
3	14,9	54,9	1	TinT			
3	14,7	47,1	2	TinT			
3	11,9	81,7	3	TinT			
3	15,5	42,6	4	TinT			
3	11,9	18,3	5	TinT			
3	12,1	35,2	6	TinT			
3	14,5	47,9	7	TinT			
3	12	58,9	8	TinT			
3	11,9	51,7	9	TinT			
3	15	6,9	10	TinT			
3	12,7	84,2	11	TinT			
3	13,9	3,7	12	TinT			
3	14,4	54,8	13	TinT			
3	12,9	89,3	14	TinT			
3	12,4	80,7	15	TinT			
3	10,5	21,8	16	TinT			
3	14,8	36,3	17	TinT			
3	12,1	8,1	18	TinT			
3	14,9	66,8	19	TinT			
3	13,2	29	20	TinT			
3	14,2	77,5	21	TinT			
3	14,9	54,2	22	TinT			
3	13,8	29,3	23	TinT			

4	12,2	42,7	1	TinT
4	13	0,9	2	TinT
4	15	7,5	3	TinT
4	9,7	79,3	4	TinT
4	11,4	33,2	5	TinT
4	14,3	50,5	6	TinT
4	15	4,2	7	TinT
4	14,4	40,2	8	TinT
4	12,8	11,4	9	TinT
4	15,3	9,4	10	TinT
4	13,7	80,3	11	TinT
5	12,8	38,9	1	TinT
5	12,9	22,3	2	TinT
5	13,8	78,1	3	TinT
5	13,8	76,3	4	TinT
5	13,9	79,7	5	TinT
5	13,8	88	6	TinT
6	14,3	77,5	1	TinT
6	9,9	71,6	2	TinT
7	11,8	60,5	1	TinT
7	13,4	35,6	2	TinT
7	15,3	62,7	3	TinT
7	12	21,8	4	TinT
7	13,5	15,5	5	TinT
7	9,6	61,3	6	TinT
7	11,5	64,5	7	TinT
7	12,8	53,7	9	TinT
7	11,8	46,2	10	TinT
7	13	8,5	11	TinT
7	13,5	85,9	12	TinT
7	13,2	70,2	13	TinT
7	13,3	71,4	14	TinT
7	14	84,2	15	TinT
7	12	81,6	16	TinT
7	10,6	43,1	17	TinT
7	14	59,7	19	TinT
7	12,7	45,8	20	TinT
7	13,2	8,3	21	TinT
7	12,8	27,9	22	TinT
8	14,1	84,6	1	TinT
8	14,8	81,6	2	TinT
8	14,5	79,8	3	TinT
8	11,6	73,8	4	TinT
8	11,9	68,7	5	TinT
8	12,9	73,8	6	TinT
8	13,5	86,4	7	TinT

8	14,7	14,5	8	TinT
8	12,5	1,5	9	TinT
8	11,9	82,5	10	TinT
8	13,2	16,8	11	TinT
8	10	41,4	12	TinT
8	13,9	33,4	13	TinT
8	11,2	76	14	TinT
8	10,6	61,2	15	TinT
8	10,9	68,6	16	TinT
8	10,6	61,5	17	TinT
8	11,4	76	14	TinT

Notas: Considerando contagens na face prismática da apatita de Durango. As medidas sempre são realizadas em superfícies internas dos cristais. Ataque químico com 5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9.

Ângulo – Ângulo do traço em relação ao eixo c da apatita.

se – Erro padrão (*Standard error*)

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

n – número de traços

E5 4,0 GPa 150°C							
Grão	Comprimento	Ângulo	Traço	Tipo		Comprimento	Ângulo
1	14,1	54	1	TinT	Média	10,78	46,132
1	11,1	65,3	3	TinT	sd	1,819	23,70
1	14,4	79,5	4	TinT	se	0,181	2,370
1	10,1	55,8	5	TinT	n	100	100
1	8,8	64,9	6	TinT			
1	11,4	0,5	7	TinT			
1	10,6	0,4	8	TinT			
1	10,8	7,6	9	TinT			
2	13,5	10	1	TinT			
2	10,2	40	2	TinT			
2	9,4	42,2	3	TinT			
2	7,7	74,6	4	TinT			
2	12,8	27,6	5	TinT			
2	9,2	26,2	6	TinT			
2	13,2	62,7	7	TinT			
2	9,6	42,3	8	TinT			
2	9,6	0	9	TinT			
2	9,1	23,5	10	TinT			
2	12,1	64,2	11	TinT			
2	11,3	43,4	12	TinT			
2	9,7	31,9	13	TinT			
2	9,7	48	14	TinT			
3	9,8	18	1	TinT			
3	11,2	54,2	2	TinT			
3	11,2	89,5	3	TinT			
3	10,3	53,1	4	TinT			

3	10,8	70,8	5	TinT
3	11,9	58,7	6	TinT
3	8,5	65,1	7	TinT
3	11,3	9,1	8	TinT
3	12	49,8	10	TinT
3	12,3	66,4	11	TinT
3	14,6	74,2	12	TinT
3	10,8	32,8	13	TinT
3	9,7	2,6	14	TinT
3	10,6	57,5	15	TinT
3	7,8	79,3	16	TinT
3	9,1	53,5	17	TinT
3	9,8	64,5	18	TinT
3	13,6	70	19	TinT
3	12,8	64	20	TinT
3	11,5	59,5	21	TinT
3	14,5	71,4	22	TinT
3	10	75,7	23	TinT
3	9,3	74,3	24	TinT
3	14,2	22,4	25	TinT
3	7,5	69,6	26	TinT
3	10	50,5	27	TinT
4	12,4	63,2	1	TinT
4	11,8	20,4	2	TinT
4	12,4	53,6	3	TinT
4	10,4	48,4	4	TinT
4	11,6	74,3	5	TinT
4	8,1	56,2	6	TinT
4	9,9	36,7	7	TinT
4	9,5	15,1	8	TinT
5	7,8	37	1	TinT
5	9,8	66,1	2	TinT
5	14,3	87	3	TinT
5	9,3	39,3	4	TinT
5	11,7	29,2	5	TinT
6	10,6	4	1	TinT
6	9,3	39,1	2	TinT
6	12,9	49,5	3	TinT
6	9,3	79,7	4	TinT
6	9,2	26,6	5	TinT
7	11,5	51,5	1	TinT
7	11,8	9,4	2	TinT
7	8,6	47,6	3	TinT
7	10,5	25,6	4	TinT
7	10,1	59,9	5	TinT
7	9,6	28,2	6	TinT

7	9,3	79,8	7	TinT
8	11,2	88,2	1	TinT
8	10,3	46,8	2	TinT
8	10,5	2,5	3	TinT
8	7,3	34,8	4	TinT
8	11,6	23,1	5	TinT
8	14,5	66	6	TinT
8	13	85,5	7	TinT
9	11,4	45,1	1	TinT
9	8,5	17	2	TinT
9	9,3	42	3	TinT
9	13,3	47,9	4	TinT
9	11,9	36,1	5	TinT
10	9,1	48	1	TinT
10	9	17,4	2	TinT
10	11,1	53,2	3	TinT
10	11,1	86,9	4	TinT
10	9,2	47,2	5	TinT
10	12,6	10,2	6	TinT
10	7,6	58,5	7	TinT
10	13,8	8	8	TinT
10	12,4	47,3	9	TinT
10	9,9	59,2	10	TinT
10	10	61,2	11	TinT
11	9,8	32,5	1	TinT
11	10,8	34,5	2	TinT
11	14	34,6	3	TinT
11	10,2	31	4	TinT

Notas: Considerando contagens na face prismática da apatita de Durango. As medidas sempre são realizadas em superfícies internas dos cristais. Ataque químico com 5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9.

Ângulo – Ângulo do traço em relação ao eixo c da apatita.

se – Erro padrão (*Standard error*)

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

n – número de traços

E6		4,0 GPa 190°C					
Grão	Comprimento	Ângulo	Traço	Tipo		Comprimento	Ângulo
1	12,4	9,7	1	TinT	Média	10,46	52,12
1	11,5	61	2	TinT	sd	1,506	21,55
2	9,9	24,3	1	TinT	se	0,141	2,02
2	11,8	60,6	2	TinT	n	113	113
2	11	49,4	3	TinT			
2	10,4	55,9	4	TinT			
2	11,6	72,8	5	TinT			
3	10,1	73,9	1	TinT			
3	13,2	45	2	TinT			
3	12,2	62,1	3	TinT			
3	12,3	53,2	4	TinT			
3	10	74,1	5	TinT			
3	9,1	51,1	6	TinT			
3	9,9	72,5	7	TinT			
3	11,2	27,6	8	TinT			
3	12,2	42,2	9	TinT			
3	12,5	32,5	10	TinT			
3	10,4	65,4	11	TinT			
4	10,3	53,8	1	TinT			
4	9,8	9,6	2	TinT			
4	11,2	14,6	3	TinT			
4	8,3	71,3	4	TinT			
4	10,9	74,7	5	TinT			
4	10,7	40,4	7	TinT			
4	12,2	53,1	8	TinT			
5	10,9	21,8	2	TinT			
5	11,5	69,1	3	TinT			
6	9,9	58,1	2	TinT			
6	7,9	59,5	3	TinT			
6	9,8	54,9	4	TinT			
6	9,6	37,5	5	TinT			
6	10,5	31,8	6	TinT			
6	10,6	48,6	7	TinT			
6	9,4	74,6	8	TinT			
7	11	72,5	1	TinT			
7	11,6	30,7	2	TinT			
7	11,9	58,9	3	TinT			
7	10,9	2,3	4	TinT			
7	10,6	60,8	5	TinT			
7	11,2	29,5	6	TinT			
7	8	42,2	7	TinT			
8	7,7	29,6	1	TinT			
9	9	42,6	1	TinT			
9	9	79,5	2	TinT			

9	12	5,7	3	TinT
9	10,2	58,4	4	TinT
9	10,7	28,8	5	TinT
9	13,1	30,3	6	TinT
9	8,7	82,9	7	TinT
9	8,8	30,3	8	TinT
10	10,7	23,1	1	TinT
10	9	38,5	2	TinT
10	10,3	61,3	3	TinT
10	10,2	2,1	4	TinT
10	10,5	77,8	5	TinT
10	9,6	58,8	6	TinT
10	9	75,6	7	TinT
10	9,3	82,4	8	TinT
10	9,1	83,9	9	TinT
11	11,6	52	2	TinT
11	9,2	79,4	3	TinT
11	9,5	85,8	4	TinT
11	10,2	50,4	5	TinT
11	11,9	59,7	6	TinT
11	9	27,7	7	TinT
11	6,4	41,2	8	TinT
11	10,5	53,7	9	TinT
11	8,8	59,9	10	TinT
11	7,3	78,7	11	TinT
11	8,1	87	12	TinT
11	11,2	31,9	13	TinT
11	11,9	60,7	14	TinT
11	9,9	37,3	15	TinT
11	8	86	16	TinT
11	11,5	84,9	17	TinT
11	10,9	80,9	19	TinT
11	11,6	41,6	20	TinT
11	11,4	78,7	21	TinT
11	11,8	45,3	22	TinT
11	10,8	25,6	23	TinT
11	9,7	37,6	24	TinT
11	12,9	64,6	26	TinT
11	11,7	88,1	27	TinT
11	11,7	75,7	28	TinT
11	10,5	49,5	29	TinT
11	7,4	85,6	30	TinT
11	8,6	16,5	31	TinT
11	9,2	62,9	32	TinT
11	11,7	72,2	33	TinT
11	11,8	49,3	34	TinT

11	12,6	59,4	35	TinT
11	10,3	51,8	36	TinT
11	9,8	54	37	TinT
11	12,4	43,8	38	TinT
11	12,8	15,8	39	TinT
11	11,5	44,5	40	TinT
11	11,4	82,7	41	TinT
11	11,9	72,9	42	TinT
11	9,9	26,5	43	TinT
11	8,5	38,4	44	TinT
11	11,5	28,8	45	TinT
11	9,6	56,5	46	TinT
11	11,1	58,2	47	TinT
11	7,9	74,6	48	TinT
11	10,1	50,2	49	TinT
11	6,7	70,9	50	TinT
11	9,2	61,1	51	TinT
11	10,7	73	52	TinT
11	12,2	48,3	53	TinT
11	7,1	63,4	54	TinT
11	7,7	46	55	TinT
11	9,2	87,1	56	TinT

Notas: Considerando contagens na face prismática da apatita de Durango. As medidas sempre são realizadas em superfícies internas dos cristais. Ataque químico com 5 M HNO₃ a 20 ± 1°C por 20 s. Fator de proporcionalidade zeta JSS: 366 ± 9.

Ângulo – Ângulo do traço em relação ao eixo *c* da apatita.

se – Erro padrão (*Standard error*)

sd – Desvio padrão (*Standard deviation*)

n – número de traços

APÊNDICE H – DADOS DA EXTRAPOLAÇÃO DA PRESSÃO ASSOCIADA À TEMPERATURA.

<i>T</i> (°C)	150°C	190°C	200°C	250°C
<i>P</i> (Gpa)	Comprimento médio (µm)			
1,01E-04	15,3	14,85	14,7	13,64
2	13,3	12,7	11,8	8
4	12	10,3	8,8	0

Notas: Extrapolações baseadas nos ensaios de 10 horas.

T – temperatura.

P – pressão

APÊNDICE I – DADOS DAS EXTRAPOLAÇÕES PARA PRESSÕES DE INTERESSE GEOLÓGICO.

<i>P</i> (MPa)	0,1	1000	500	400	300	200	100	50	10
<i>T</i> (°C)	Comprimento médio (µm)								
0	15,8	15,8	15,8	15,8	15,8	15,8	15,8	15,8	15,8
150	15,28	14,29	14,8	14,9	15,03	15,09	15,2	15,26	15,28
190	14,87	13,76	14,31	14,43	14,52	14,63	14,74	14,79	14,83
200	14,76	13,24	13,96	14,12	14,23	14,41	14,54	14,62	14,68
250	13,68	10,83	12,24	12,53	12,8	12,79	13,34	13,5	13,61

Notas: Extrapolações baseadas nos ensaios de 10 horas

T – temperatura.

P – pressão

ANEXO A - DONELICK *ET AL.* (2003)

Sample Name	Time (h)	Temp. (°C)	Pressure (bar)	He Diffusion $\ln(D/a^2)$	Track Type	Track Lengths (tracks)	Mean \pm Standard Error (μm)	Standard Deviation (μm)
RAD Measurements								
DR1A slab (A2Z control aliquot)	>10 years	room	1		unannealed induced	153	16.46 \pm 0.07	0.86
DR-D (A2Z control aliquot)	natural	natural	natural		unannealed natural	100	14.56 \pm 0.09	0.92
DURP1E (Caltech control aliquot)	natural	natural	natural		unannealed natural	129	14.41 \pm 0.09	1.02
P powder split 1 (Caltech control aliquot)	natural	natural	natural		unannealed natural	147	14.49 \pm 0.09	1.04
P powder split 2 (Caltech control aliquot)	natural	natural	natural		unannealed natural	142	14.38 \pm 0.08	0.99
DURP1B	24	250 \pm 3	1	18.8 \pm 0.7 18.9 \pm 0.7	natural	144	12.98 \pm 0.09	1.06
DURP1C	24	250 \pm 3	500	19.3 \pm 0.7 18.9 \pm 0.7	natural	140	13.26 \pm 0.09	1.08
DURP1D	24	250 \pm 3	500	18.5 \pm 0.7 18.2 \pm 0.7	natural	143	13.38 \pm 0.08	0.98
DURP1A	24	250 \pm 3	985	18.8 \pm 0.7 18.4 \pm 0.7	natural	141	13.06 \pm 0.09	1.03
DURP1G	24	302 \pm 3	20	16.3 \pm 0.7	natural	140	9.79 \pm 0.12	1.41
DURP1F	24	302 \pm 3	500	16.0 \pm 0.7	natural	141	10.20 \pm 0.10	1.21
DURP1H	24	302 \pm 3	1000	16.2 \pm 0.7	natural	140	9.94 \pm 0.12	1.42
Q slab (20 second etch)	168	250 \pm 3	1	19.3 \pm 0.7	induced	157	12.94 \pm 0.07	0.81
Q slab (40 second etch)	168	250 \pm 3	1	19.3 \pm 0.7	induced	156	13.17 \pm 0.09	1.16
R slab (20 second etch)	168	250 \pm 3	1000	18.8 \pm 0.7	induced	153	12.73 \pm 0.07	0.81
R slab (60 second etch)	168	250 \pm 3	1000	18.8 \pm 0.7	induced	159	13.05 \pm 0.08	1.06
Q powder (prismatic sections)	168	250 \pm 3	1	19.3 \pm 0.7	natural	142	12.32 \pm 0.09	1.04
Q powder (random orientations)	168	250 \pm 3	1	19.3 \pm 0.7	natural	144	12.11 \pm 0.08	1.01
R powder (prismatic sections)	168	250 \pm 3	1000	18.8 \pm 0.7	natural	143	12.26 \pm 0.08	1.00
R powder (random orientations)	168	250 \pm 3	1000	18.8 \pm 0.7	natural	143	12.13 \pm 0.08	0.93
POS Measurements								
DR1A slab (A2Z control aliquot)	>10 years	room	1		unannealed induced	170	16.14 \pm 0.06	0.78
DR-D (A2Z control aliquot)	natural	natural	natural		unannealed natural	138	14.59 \pm 0.08	0.98
DURP1E (Caltech control aliquot)	natural	natural	natural		unannealed natural	128	14.46 \pm 0.08	0.96
P powder split 1 (Caltech control aliquot)	natural	natural	natural		unannealed natural	150	14.37 \pm 0.09	1.11
P powder split 2 (Caltech control aliquot)	natural	natural	natural		unannealed natural	126	14.13 \pm 0.09	0.98
DURP1B	24	250 \pm 3	1	18.8 \pm 0.7 18.9 \pm 0.7	natural	104	13.33 \pm 0.10	0.97
DURP1C	24	250 \pm 3	500	19.3 \pm 0.7 18.9 \pm 0.7	natural	71	13.97 \pm 0.12	0.98
DURP1D	24	250 \pm 3	500	18.5 \pm 0.7 18.2 \pm 0.7	natural	126	13.92 \pm 0.09	0.96
DURP1A	24	250 \pm 3	985	18.8 \pm 0.7 18.4 \pm 0.7	natural	101	13.74 \pm 0.09	0.92
DURP1G	24	302 \pm 3	20	16.3 \pm 0.7	natural	115	10.13 \pm 0.12	1.30
DURP1F	24	302 \pm 3	500	16.0 \pm 0.7	natural	125	10.40 \pm 0.11	1.22
DURP1H	24	302 \pm 3	1000	16.2 \pm 0.7	natural	110	10.03 \pm 0.13	1.34
Q slab (20 second etch)	168	250 \pm 3	1	19.3 \pm 0.7	induced	214	12.64 \pm 0.06	0.91
Q slab (40 second etch)	168	250 \pm 3	1	19.3 \pm 0.7	induced	200	12.83 \pm 0.06	0.87
R slab (20 second etch)	168	250 \pm 3	1000	18.8 \pm 0.7	induced	150	12.60 \pm 0.07	0.89
R slab (60 second etch)	168	250 \pm 3	1000	18.8 \pm 0.7	induced	200	12.81 \pm 0.07	0.95
Q powder (prismatic sections)	168	250 \pm 3	1	19.3 \pm 0.7	natural	125	12.26 \pm 0.09	1.01
Q powder (random orientations)	168	250 \pm 3	1	19.3 \pm 0.7	natural	130	12.31 \pm 0.09	1.05
R powder (prismatic sections)	168	250 \pm 3	1000	18.8 \pm 0.7	natural	125	12.24 \pm 0.09	1.05
R powder (random orientations)	168	250 \pm 3	1000	18.8 \pm 0.7	natural	135	12.12 \pm 0.08	0.89

ANEXO B - GALBRAITH *ET AL.* 2005.Table 9.1 Annealing summary data for apatites from Durango, Mexico, and Deep River Valley, Canada (from Barbarand *et al.*, 2003b).

time	temp (°C)	Durango					Deep River Valley		
		n_i	y_i (μm)	s_i (μm)	y_{ai} (μm)	s_{ai} (μm)	n_i	y_i (μm)	s_i (μm)
control	20	100	15.77	0.86	15.75	0.89	100	16.05	0.80
1 hour	270	100	14.33	0.91	14.27	0.88	100	13.99	0.80
	320	100	11.74	0.97	11.71	0.89	100	10.63	1.07
	340	100	10.56	1.09	10.30	0.82	85	8.59	2.38
10 hours	200	100	14.66	0.77	14.66	0.76	100	14.50	0.80
	240	100	14.07	0.85	14.10	0.81	101	13.72	0.71
	275	100	12.64	0.79	12.71	0.77	100	12.45	1.11
	280	100	12.71	1.05	12.67	0.92	100	11.43	1.11
	280	100	12.43	0.84	12.46	0.74			
	300	100	11.18	1.05	11.14	0.81	100	9.91	1.37
	310	100	10.28	1.09	10.21	0.89			
	312	102	10.24	1.37	10.13	1.11	100	6.50	2.79
	320	100	8.70	2.30	8.35	1.90	<i>111</i>	<i>7.06</i>	<i>2.33</i>
	325	100	8.69	2.40	7.94	1.94	<i>100</i>	<i>6.39</i>	<i>2.23</i>
	335	0	0	0	0	0	0	0	0
	100 hours	210	100	14.41	0.83	14.32	0.75	100	14.09
255		100	13.13	0.80	13.02	0.78	100	11.81	0.99
275		100	11.02	1.25	10.98	1.04	100	9.51	1.44
287		102	10.34	1.12	10.08	0.98	55	7.59	2.73
295		100	8.85	1.93	8.08	1.83	0	0	0
500 hours	257	100	11.49	0.96	11.53	0.78	100	8.70	2.55
	266	100	9.83	1.40	9.58	1.20	100	7.06	2.90
1000 hours	185	100	14.36	0.75	14.37	0.68	100	14.29	0.83
	225	100	12.93	0.95	12.77	0.77	100	12.32	0.90
	250	100	11.02	1.07	11.04	0.86	100	10.08	1.24
	266	100	9.71	1.55	9.31	1.33	100	7.39	2.56

Notation: n_i is the number of confined tracks measured in experiment i ; y_i and s_i are the mean and standard deviation of track lengths; while y_{ai} and s_{ai} are the mean and standard deviation of lengths adjusted to a common orientation distribution. Measurements in italics used Cf irradiation.

ANEXO C - BARBARAND ET AL. 2003.

J. Barbarand et al. / Chemical Geology 198 (2003) 107–137

Table 4
Fission-track annealing data measured for apatite DUR

t (h)	T (°C)	Analyst #1						Analyst #2						Analyst #3								
		L (μm)	\pm S.E.	\pm S.D.	N	L/L_0	A (°)	\pm S.D.	L (μm)	\pm S.E.	\pm S.D.	N	L/L_0	A (°)	\pm S.D.	L (μm)	\pm S.E.	\pm S.D.	N	L/L_0	A (°)	\pm S.D.
0		15.77	0.09	0.86	100	1	54	17	16.01	(8)	0.85	106	1	57	17	15.79	(8)	0.78	101	1	56	16
10	200	14.66	0.08	0.77	100	0.930	57	23							14.98	0.08	0.80	101	0.949	56	15	
10	235														14.26	0.08	0.75	101	0.903			
10	240	14.07	0.09	0.85	100	0.892	61	17	14.06	0.07	0.78	113	0.878	58	17	14.16	0.07	0.69	101	0.897	57	16
10	275	12.64	0.08	0.79	100	0.802	63	19	13.22	0.09	0.91	105	0.826	54	20	12.34	0.09	0.89	100	0.782	58	18
10	280	12.71	0.11	1.05	100	0.806	57	18	11.94	0.09	0.92	103	0.746	57	14	12.57	0.09	0.95	103	0.796	59	16
10	300	11.18	0.11	1.05	100	0.709	56	23	11.01	0.11	1.13	101	0.688	58	20	11.09	0.07	0.74	102	0.702	60	17
10	310	10.28	0.11	1.09	100	0.652	56	21							10.38	0.11	1.10	100	0.657	52	17	
10	312	10.24	0.14	1.37	102	0.649	56	18	9.85	0.11	1.13	99	0.615	57	16	9.74	0.15	1.47	103	0.617	52	18
10	320	8.70	0.23	2.30	100	0.552	53	20	8.64	0.21	2.12	101	0.540	53	19	8.62	0.22	2.23	101	0.546	51	21
10	325	8.69	0.24	2.40	100	0.551	46	24	8.19	0.23	2.34	103	0.512	45	18	9.19	0.15	2.14	200	0.582	41	18
10	335	track density near zero							track density near zero						track density near zero							
10	345	0							0						0							
100	210	14.41	0.08	0.83	100	0.914	53	20							14.48	0.08	0.81	102	0.917	57	18	
100	255	13.13	0.08	0.80	100	0.833	51	22							13.24	0.08	0.79	101	0.839	52	21	
100	275	11.02	0.13	1.25	100	0.699	57	21							10.81	0.10	1.02	101	0.685	56	19	
100	287	10.34	0.11	1.12	102	0.656	50	21							10.38	0.13	1.32	102	0.657	50	18	
100	295	8.85	0.19	1.93	100	0.561	46	19							8.45	0.25	2.52	102	0.535	48	19	
1000	185	14.36	0.08	0.75	100	0.911	59	15							14.51	0.06	0.65	102	0.919	56	15	
1000	225	12.93	0.10	0.95	100	0.820	52	22							12.99	0.08	0.82	102	0.823	55	17	
1000	250	11.02	0.11	1.07	100	0.699	58	22							10.84	0.11	1.11	102	0.687	53	21	
1000	258														10.74	0.10	1.02	101	0.680	54	17	
1000	266	9.71	0.16	1.55	100	0.616	49	21							9.71	0.14	1.39	96	0.615	48	19	

t is the annealing time in hours and T (°C) is the annealing temperature. L is the arithmetic MTL, S.E. is the standard error of the mean, S.D. is the standard deviation of the sample. N is the number of tracks measured and A (°) is the arithmetic mean angle of tracks to the c -axis.
All samples etched in 5 M HNO₃ for 20 s at 20 ± 1 °C. Only TINTs measured. Data in italics have been acquired by using ²⁵²Cf fission fragment irradiation (see Barbarand et al., 2003). $L=0$ means no tracks can be seen in the sample; "track density too low" indicates that tracks can be seen but no MTL could be measured.