



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM GEOLOGIA E GEOQUÍMICA**

TESE DE DOUTORADO Nº 131

**U-Pb e Lu-Hf EM ZIRCÃO POR LA-MC-ICP-MS:
METODOLOGIA E APLICAÇÃO NO ESTUDO DA
EVOLUÇÃO CRUSTAL DA PORÇÃO SUDESTE DO ESCUDO
DAS GUIANAS**

Tese apresentada por:

JOÃO MARINHO MILHOMEM NETO

Orientador: Prof. Dr. Jean Michel Lafon (UFPA)

**BELÉM
2018**

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)
Biblioteca do Instituto de Geociências/SIBI/UFPA

Milhomem Neto, João Marinho, 1984-

U-Pb e Lu-Hf em zircão por LA-MC-ICP-MS: metodologia e aplicação no estudo da evolução crustal da porção sudeste do Escudo das Guianas / João Marinho Milhomem Neto. - 2018

xix, 204 f. ; 30 cm

Inclui bibliografias

Orientador: Jean Michel Lafon

Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Pará, Instituto de Geociências, Programa de Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica, Belém, 2018.

1. Zircão – Planalto das Guianas. 2. Datação radioativa – Planalto das Guianas. 3. Método urânio-chumbo. 4. Geocronologia. 5. Crátoms - Amazônia. I. Título.

CDD 22. Ed.:549.620988

Elaborado por
Hélio Braga Martins
CRB-2/698



Universidade Federal do Pará

Instituto de Geociências

Programa de Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica



**U-Pb e Lu-Hf EM ZIRCÃO POR LA-MC-ICP-MS:
METODOLOGIA E APLICAÇÃO NO ESTUDO DA
EVOLUÇÃO CRUSTAL DA PORÇÃO SUDESTE DO ESCUDO
DAS GUIANAS**

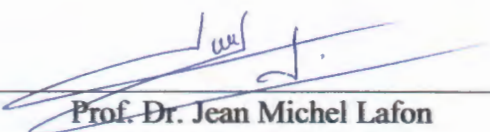
TESE APRESENTADA POR:

JOÃO MARINHO MILHOMEM NETO

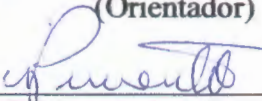
**Como requisito parcial à obtenção do Grau de Doutor em Ciências na Área de
GEOQUÍMICA E PETROLOGIA**

Data de Aprovação: 06 / 04 / 2018

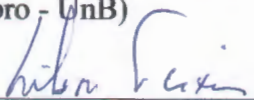
Banca Examinadora:



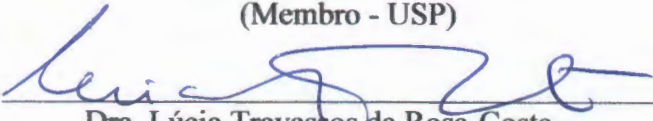
Prof. Dr. Jean Michel Lafon
(Orientador)



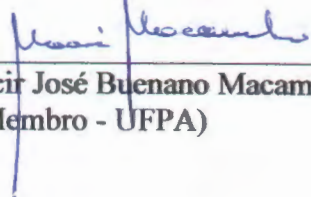
Prof. Dr. Márcio Martins Pimentel
(Membro - UnB)



Prof. Dr. Wilson Teixeira
(Membro - USP)



Dra. Lúcia Travassos da Rosa-Costa
(Membro - CPRM)



Prof. Dr. Moacir José Buenano Macambira
(Membro - UFPA)

*À minha família:
João e Sandra, meus pais
Luciana e Susana, minhas irmãs
Camila, Alessandro e Heitor, meus sobrinhos.*

AGRADECIMENTOS

Registro meus sinceros agradecimentos às pessoas e instituições que colaboraram de alguma maneira para a realização deste trabalho, em especial:

- À Universidade Federal do Pará (UFPA), Instituto de Geociências (IG) e ao Programa de Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica (PPGG) pela infraestrutura disponibilizada para realização desta pesquisa;

- À CAPES e ao CNPq (141778/2016-4) pela concessão de bolsa de estudo;

- Ao Projeto Universal CNPq (485539/2012-8), coordenado por Jean Michel Lafon, e ao Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia de Geociências da Amazônia (GEOCIAM), coordenado por Roberto Dall’Agnol, pelo financiamento dos trabalhos de campo;

- Ao Laboratório de Laminação da Faculdade de Geologia (FAGEO) do IG/UFPA, coordenado pela técnica Joelma Lobo, pela confecção das seções delgadas e, principalmente, das seções polidas com zircões (*mounts*), essenciais para o desenvolvimento deste trabalho;

- Ao Laboratório de Microanálises do IG/UFPA, coordenado pelo Prof. Dr. Cláudio Nery Lamarão e Geóloga Msc. Gisele Tavares Marques, pela obtenção das preciosas imagens de catodoluminescência e elétrons retro espalhados por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), de fundamental importância para a realização deste trabalho. Extendendo esses agradecimentos ao Geólogo Msc. Luciano Castro da Silva da CPRM/Belém também pela aquisição de imagens por MEV de algumas amostras;

- Ao Laboratório de Geologia Isotópica da UFPA (Pará-Iso), por toda a infraestrutura e suporte instrumental disponibilizado para realização das análises isotópicas, em especial aos professores, técnicos e bolsistas por toda atenção e grande ajuda;

- Ao meu orientador Prof. Dr. Jean Michel Lafon (UFPA) por sua confiança, paciência e amizade demonstrados ao longo do desenvolvimento deste trabalho. Também pelo convite para ministrar em parceria o curso especial “Geocronologia U-Pb e Lu-Hf em zircão por LA-ICP-MS: fundamentos teóricos, procedimentos experimentais e processamento de dados” no PPGG/UFPA, estimulando minha formação docente e profissional;

- Ao Prof. Dr. Marco Antonio Galarza (UFPA) pelo suporte técnico durante a implantação e desenvolvimento da metodologia U-Pb-Lu-Hf em zircão por LA-ICP-MS no Pará-Iso, pelos ensinamentos e discussões sobre o tratamento de dados brutos nos macros do *Excel* e pela amizade construída nos últimos dez anos;

- Ao Prof. Dr. Candido Moura (UFPA) pelo convite, ainda no início de 2014, para retornar ao Pará-Iso e ao PPGG como doutorando. Também agradeço pela parceria em outros

trabalhos desenvolvidos na Faixa Araguaia e pela orientação durante o estágio docente na disciplina “Mapeamento Geológico II” da FAGEO no ano de 2016, permitindo minha reaproximação com o ambiente da graduação e com a geologia da Província Borborema;

- Ao Prof. Dr. Moacir Macambira (UFPA) por ter disponibilizado um cristal centimétrico do zircão *Monastery* que foi utilizado como um material internacional de referência de Hf;

- Ao Prof. Dr. Mauro Geraldês (UERJ) por ter fornecido alguns fragmentos do zircão *Mud Tank*, um material internacional de referência U-Pb-Hf também utilizado, e ao Prof. Dr. Elton Dantas (UnB) por ter participado como membro examinador do exame de qualificação, trazendo novas ideias e sugestões para o desenvolvimento desta Tese;

- À Dra. Lúcia Travassos da Rosa-Costa (CPRM/Belém) por ter cedido os zircões remanescentes de sua Tese e permitido a consulta e descrição de lâminas delgadas das amostras do Domínio Carecuru e do sudoeste do Bloco Amapá;

- À minha querida Eunice, por todo amor, carinho e compreensão dispensados, principalmente no período de fechamento da Tese. Agradecimento esse extensivo a toda família Oliveira que me acolheu e tem me incentivado e apoiado nessa caminhada;

- Aos meus pais, João e Sandra, por todos os ensinamentos de vida e por entenderem a importância desta jornada em busca da realização profissional, e as minhas irmãs, Luciana e Susana, por serem sempre presentes na minha vida e por todo apoio e incentivo;

- Aos amigos da turma de 2005 da graduação em Geologia da FAGEO/UFPA pela amizade sempre constante, em especial aos camaradas de todas as horas: Diogo Santos, Jeremias Feitosa, Eduardo Souza, Patrick dos Santos e Fabrício da Silva;

- Aos nobres colegas mestrandos e doutorandos do PPGG/UFPA, em especial ao agora Dr. Marcos José Ramalho Teódulo (“Alemão da Paraíba”), ao doutorando Geólogo Msc. Felipe Grandjean da Costa (CPRM/Fortaleza) e a também quase Dra. Mayara Fraeda Barbosa Teixeira pelas intermináveis conversas geológicas, dúvidas, auxílios e trocas de experiências, que contribuíram para o meu aprendizado e crescimento;

- Aos colegas professores da FAGEO, Drs. Arnaldo Queiroz, Carlos Marcello Fernandes, Fábio Domingues e Paulo Gorayeb, pela amizade, incentivo e momentos de descontração.

Finalmente, agradeço a todos que participaram direta ou indiretamente para realização deste trabalho e já adianto minhas desculpas pelos que aqui não foram citados por mero esquecimento, mas que com certeza foram importantes para a finalização desta Tese.

RESUMO

Análises combinadas U-Pb e Lu-Hf *in situ* em uma mesma população de zircão de rochas magmáticas por LA-MC-ICP-MS permitem determinar a idade e assinatura isotópica dessas rochas, fornecendo valiosas informações para estudos de evolução crustal. A aplicação dessa sistemática, devido a sua relativa simplicidade, sensibilidade e rapidez das análises representa atualmente uma das ferramentas mais eficazes e amplamente utilizadas para estudos isotópicos e geocronológicos. O sudeste do Escudo das Guianas (EG) está em grande parte inserido na Província geotectônica/geocronológica Maroni-Itacaiúnas (PMI) do Cráton Amazônico (CA). A PMI representa uma expressiva faixa orogênica consolidada no Paleoproterozoico, durante o ciclo orogênico Transamazônico (2,26 - 1,95 Ga), que consiste em grandes extensões de crosta juvenil riaciana e alguns remanescentes arqueanos retrabalhados. É formada principalmente por complexos granulíticos-migmatíticos-gnáissicos, rochas metavulcânicas e metassedimentares deformadas e metamorfozadas na fácies xisto-verde a anfíbolito (*greenstone belts* paleoproterozoicos) e granitoides riacianos (magmatismo TTG e granítico). Três domínios tectônicos são individualizados na PMI/EG em território brasileiro: o Bloco Amapá (BA), na região centro-sul do Amapá e noroeste do Pará, o Domínio Lourenço (DL), no centro-norte do Amapá, e o Domínio Carecuru (DC), no noroeste do Pará. O BA é um bloco continental neo-mesoarqueano intensamente retrabalhado no Paleoproterozoico durante o Ciclo Transamazônico, enquanto o DL e o DC representam terrenos predominantemente riacianos, com evolução envolvendo estágios de subducção de litosfera oceânica em ambientes de arcos de ilha e/ou arcos magmáticos continentais, e com relíquias retrabalhadas de crosta continental arqueana, seguida por acreção tectônica desses arcos magmáticos. O objetivo desta Tese foi implantar o protocolo experimental da metodologia combinada U-Pb e Lu-Hf em zircão por LA-MC-ICP-MS no laboratório Pará-Iso/UFPA e investigar, a luz dos novos dados U-Pb e Lu-Hf, os processos de acreção e retrabalhamento crustal durante o Arqueano e Paleoproterozoico no extremo sudeste do EG. Além do BA, alguns remanescentes esporádicos e zircões arqueanos herdados têm sido encontrados em granitoides paleoproterozoicos e levantam questionamentos quanto ao envolvimento e extensão da crosta continental arqueana nos domínios DL e DC. Dados Sm-Nd em rocha total têm confirmado o caráter juvenil de grande parte da PMI. Entretanto, para o DL e DC, recorrentes idades-modelo Nd- T_{DM} arqueanas têm sido identificadas e também apontam participação e/ou mistura de material crustal neo-mesoarqueano na formação das rochas destes domínios. Embora inúmeros estudos isotópicos e geocronológicos já tenham

sido realizados na região sudeste do EG, a aplicação de análises combinadas U-Pb e Lu-Hf em zircão ainda é inédita. A implantação das metodologias Lu-Hf e U-Pb *in situ* em zircão, foi realizada utilizando-se um MC-ICP-MS de alta resolução da marca *Thermo Finnigan* modelo *Neptune*, equipado com uma microsonda a laser Nd:YAG 213 nm modelo *LSX-213 G2* da marca *CETAC*. Os parâmetros de instrumentação e operação do ICP-MS e do laser foram estabelecidos após várias seções analíticas de modo a se alcançar uma configuração de rotina satisfatória. Os resultados obtidos para os materiais internacionais de referência reproduziram os valores da literatura com a precisão, acurácia e reprodutibilidade necessárias ao estabelecimento em rotina da metodologia combinada U-Pb e Lu-Hf no Pará-Iso/UFPA para análises *in situ* de zircões por LA-MC-ICP-MS. A descrição do protocolo experimental e instrumentação utilizada para cada método, bem como os resultados das primeiras aplicações desenvolvidas em zircões de granitoides/metagranitoides distribuídos nos três domínios tectônicos supracitados foram publicados na forma de capítulos de livro. Na sequência, foram realizadas análises isotópicas em zircões de dezoito amostras de unidades do BA e do DL/DC. Os novos dados U-Pb consolidaram a identificação dos principais episódios magmáticos do extremo sudeste do EG. Destacam-se os eventos arqueanos identificados no BA, dois no Mesoarqueano (~3,2 e 2,85 Ga) e um no Neoarqueano (2,65-2,69 Ga), bem como aqueles riacianos no DL (~2,18, 2,14, e 2,12-2,09 Ga) e DC (2,15-2,14 Ga). Os dados Lu-Hf apontaram para o predomínio de processos de retrabalhamento crustal ($\epsilon_{\text{Hf}(t)} < 0$) durante a formação do BA e do DL/DC. As idades-modelo Hf- T_{DM}^{C} variaram de 2,99 até 3,97 Ga para o BA e subsidiaram a identificação de dois períodos de formação de crosta continental, um no Eoarqueano (~4.0 Ga) e outro no Mesoarqueano (3,0-3,1 Ga). Este último reconhecido em escala global como um importante período de acreção crustal. O episódio Eoarqueano é inédito para o sudeste do EG e indica que o crescimento crustal no CA se iniciou pelo menos 500 Ma antes do que previamente sugerido (3,51 Ga, Nd- T_{DM} em rocha total). Nos domínios riacianos (DL/DC), as idades-modelo Hf- T_{DM}^{C} revelaram-se arqueanas (98,4%) e, junto com as assinaturas isotópicas Nd-Hf, apontaram a participação de material crustal do BA por incorporação de sedimentos em ambiente de arco de ilha (noroeste do DL), como igualmente registrado no noroeste do Suriname e nos terrenos Birimianos em Gana (Craton Oeste Africano), assim como por assimilação de crosta arqueana de diferentes idades e proporções em ambiente de arco magmático continental no sul/sudeste do DL e no DC.

Palavras-chave: U-Pb e Lu-Hf em zircão. LA-MC-ICP-MS. Província Maroni-Itacaiúnas. Escudo das Guianas. Cráton Amazônico.

ABSTRACT

Combined U-Pb and Lu-Hf in situ analyzes on zircon of magmatic rocks by LA-MC-ICP-MS allow to determine the age and isotopic signature of these rocks, providing valuable information for crustal evolution studies. The application of this systematic, due to its relative simplicity, sensitivity and speed of analysis, is currently one of the most efficient and widely used tools for isotopic and geochronological studies. The southeastern Guiana Shield (GS) is part of the Maroni-Itacaiúnas geotectonic/geochronological Province (MIP) of the Amazonian Craton (AC). The MIP represents an expressive orogenic belt consolidated in the Paleoproterozoic during the Transamazonian orogenic cycle (2.26-1.95 Ga), that includes large segments of Rhyacian juvenile crust and some reworked Archean remnants. It consists mainly of Paleoproterozoic granulitic-migmatitic-gneissic complexes, deformed and metamorphosed metavolcanic and metasedimentary rocks and granitoids (granitic and TTG magmatism). Three tectonic domains are individualized in Brazilian territory of the MIP/GS, called Amapá Block (AB), south-central Amapá and northwest of Pará region, Lourenço Domain (LD), north-central Amapá, and Carecuru Domain (CD), northwest of Pará. The AB is a Neo-Mesoarchean continental block intensely reworked during the Transamazonian Cycle, while the other two domains represent dominantly Rhyacian landmass, with evolution involving stages of subduction of oceanic lithosphere in island and/or continental magmatic arc environments, with relics of reworked Archean continental crust, followed by a collisional stage of tectonic accretion of the magmatic arcs. The objective of this thesis was to implement the experimental procedures of the combined U-Pb and Lu-Hf methodology in zircon by LA-MC-ICP-MS at the Pará-Iso/UFPA laboratory and to investigate, in the light of the new U-Pb and Lu-Hf data, the crustal reworking and accretion processes during the Archean and Paleoproterozoic at the southeastern GS. In addition to the AB, some sporadic remnants and inherited Archean zircons have been found in Paleoproterozoic granitoids and raise questions about the involvement and extension of the Archean continental crust in the LD and CD. Whole-rock Sm-Nd data have confirmed the juvenile character of much of MIP. However, for the LD and CD, recurrent Archean Nd- T_{DM} model ages have been identified and also indicate a participation and/or mixing of Neo-Mesoarchean crustal material in the formation of the rocks of these domains. Although several isotopic and geochronological studies have already been carried out in the southeastern GS, the application of combined U-Pb and Lu-Hf analyzes in zircon is still unprecedented. The implantation of Lu-Hf and U-Pb in situ methods in zircon was carried out using a high-resolution Neptune Thermo Finnigan MC-ICP-MS,

equipped with a CETAC Nd: YAG 213 nm laser microprobe model LSX-213 G2. ICP-MS and laser instrumentation and operation parameters were established after several analytical sections in order to achieve a satisfactory routine configuration. The results obtained for international reference materials reproduced the literature values with the precision, accuracy and reproducibility necessary for the routine establishment of both U-Pb and Lu-Hf procedures for in situ analyzes of zircons by LA-MC-ICP-MS at the Pará-Iso/UFPA. The description of the experimental protocol and instrumentation for each method, as well as the first results performed on zircon from granitoids/metagranitoids distributed in the three tectonic domains mentioned above were published as two book chapters. Next, isotopic analyzes were performed on zircon of eighteen samples of the AB and LD/CD units. The new U-Pb data consolidated the identification of the main magmatic episodes in the southeasternmost part of the GS. In the AB, two Mesoarchean (~ 3.2 and 2.85 Ga) and one Neoproterozoic (2.65-2.69 Ga) magmatic events were identified, as well as those in the LD (~ 2.18, 2.14, and 2.12-2.09 Ga) and CD (2.15-2.14 Ga). The Lu-Hf data pointed to the predominance of crustal reworking processes ($\epsilon_{\text{Hf}(t)} < 0$) during the AB and LD/CD formation. The Hf- T_{DM}^{C} model ages ranged from 2.99 to 3.97 Ga for AB and subsidized the identification of two periods of continental crust formation, one in the Eoarchean (~ 4.0 Ga) and the other in the Mesoarchean (3.0- 3.1 Ga). The latter is recognized at a global scale as an important period of crustal accretion. The Eoarchean episode is unprecedented for the southeast of GS and indicates that the crustal growth in the AC started at least 500 Ma earlier than previously suggested (3.51 Ga, whole-rock Nd- T_{DM}). In the Rhyacian domains (LD/CD), the Hf- T_{DM}^{C} model ages were found to be mostly Archean (98.4%). Together with the Nd-Hf isotopic signatures, they indicated the participation of AB crustal material by sediments incorporation in island arc environment in the northwest of the LD, as it has also been recorded in the northwest of Suriname and in the Birimian terrains in Ghana (West African Craton). In the south/southeast of the LD and in the CD assimilation of Archean crust of different ages and proportions in a continental magmatic arc environment may account for the Hf-Nd isotopic signatures and Hf- T_{DM}^{C} model ages of Rhyacian magmatism.

Keywords: U-Pb and Lu-Hf on zircon. LA-MC-ICP-MS. Maroni-Itacaiúnas Province. Guiana Shield. Amazonian Craton.