



**Geocronologia U-Pb em Rochas Subsaturadas em Sílica – da
Descoberta da Badeleíta ao seu uso Potencial como Geocronômetro no Brasil**
U-Pb Geochronology of Silica Undersaturated Rocks - from the
Discovery of Baddeleyite to its Potential Application as a Geochronometer in Brazil

Mauricio Brito Huttner^{1,2}; Débora Correia Rios²;
Cristina Maria Burgos de Carvalho³ & Maria de Lourdes da Silva Rosa¹

¹ Universidade Federal de Sergipe – UFS. Programa de Pós-Graduação em Geociências e Análise de Bacias, Complexo Laboratorial Multiusuários da UFS. Galpão das Geociências. 49.100-000. São Cristóvão, Sergipe, Brasil

² Universidade Federal da Bahia – UFBA. Instituto de Geociências. Programa de Pós-Graduação em Geologia. Laboratório de Petrologia Aplicada à Pesquisa Mineral.

Rua Barão de Jeremoabo, s/n, Campus Universitário de Ondina. 40.170-290. Salvador – Bahia, Brasil

³ Serviço Geológico do Brasil – CPRM, Av. Ulisses Guimarães, 2868. Sussuarana / CAB. 41.213-000. Salvador - Bahia, Brasil
E-mails: mauhut@gmail.com; dcrios@ufba.br; cristina.burgos@cprm.gov.br; lrosa@ufs.br

Recebido em: 29/03/2019 Aprovado em: 15/05/2019

DOI: http://dx.doi.org/10.11137/2019_3_361_370

Resumo

A geocronologia U-Pb revolucionou a geologia com idades precisas e altamente confiáveis. O método, amplamente difundido, utiliza o zircão como o principal mineral datável por favorecer a substituição do Zr por U, mas impedir a entrada do Pb na sua estrutura, permitindo datar a cristalização de rochas ígneas e metamórficas e obter idade de proveniência de sedimentos. Contudo, o zircão apresenta uma limitação marcante: é raro ou ausente em rochas sub-saturadas em sílica. Em sua ausência outros minerais são utilizados na datação, tais como apatita, monazita e perovskita, mas é a badeleíta o mineral que mais se destaca na datação de rochas sub-saturadas. A badeleíta possui as mesmas vantagens de substituição química do Zr pelo U-Th-Pb do zircão, mas apresenta algumas dificuldades no seu uso: tamanho geralmente diminuto e hábito placóide, que dificulta a sua concentração pelos métodos convencionais. Em 2002 uma metodologia específica para concentrar badeleíta revolucionou o seu uso como geocronômetro, mas eram poucos os laboratórios que dominavam a técnica, denominada “Söderlund”, e em geral restritos à América do Norte, Europa e Austrália. Desde 2017 a Superintendência Regional de Salvador do Serviço Geológico do Brasil concentra badeleíta através de uma adaptação da metodologia utilizando a mesa concentradora do tipo “Wilfley Table”, para a realidade brasileira. Este trabalho apresenta em detalhes a rotina de concentração que, além de badeleíta, consegue concentrar zircão em rochas nas quais o método clássico não se mostrou eficiente.

Palavras-chave: Badeleíta; Método de “Söderlund”; Wilfley Table

Abstract

The U-Pb geochronology advent changes the geology as gave it reliable and precise ages. The methodology wide spread use zircon as main datable mineral. Its features make the data easier to use and is commonly found on high silica igneous and metamorphic rocks and sediment provenience. However, there is a remarkable limitation – it is rare or absent on silica sub saturated rocks. Many minerals have been used when zircon is not found, as monazite and perovskite, but baddeleyite stands out. Baddeleyite has the save features on geochronology as zircon, and is found on silica sub saturated rocks, but is hard to concentrate on classical methods. On 2002 a brand-new methodology, know as “Söderlund” to concentrate baddeleyite was published that boosted its use, but it was constrained mainly on North America, Europe and Australia. Since 2017, Brazilian survey adapted this new methodology to the country reality using a Wilfley Table and became able to separate baddeleyite. This paper presents on details this adapted methodology that is also able to concentrate zircon on samples where the classical methodology was not efficient.

Keywords: Baddeleyite; “Söderlund” methodology; Wilfley Table

1 Introdução

O conhecimento da idade das rochas é essencial no estudo geológico para entender ambientes e evolução de terrenos. Por muitos anos a determinação da idade das rochas ocorreu por datação indireta, como marcadores fósseis. Em 1907, após a primeira medição de razão isotópica de U-Pb (Boltwood, 1907) deu-se início aos estudos que culminariam na determinação da idade absoluta por U-Pb. Esta técnica, que faz uso do princípio da meia vida descoberto por Rutherford & Soddy (1902) em isótopos instáveis, encontra maior precisão quando utiliza o trio de geocronômetros do sistema U-Th-Pb. Este sistema é formado pelos pares ^{235}U - ^{207}Pb , ^{238}U - ^{206}Pb e ^{232}Th - ^{208}Pb , que são medidos e interpretados juntos no diagrama da concórdia (Tera & Wasserburg, 1972 a, b; Wetherill, 1956).

Diversos minerais podem ser utilizados para este tipo de análise como a apatita, titanita, monazita, zirconolita e, em especial a badeleíta e o zircão. Estes últimos, um óxido e um silicato de Zr, apresentam a vantagem de permitir em sua estrutura cristalina a substituição do Zr por U e Th, ao mesmo tempo, sem tolerar a entrada de Pb. Como resultado, todo o Pb medido na análise pode ser tratado como resultado de decaimento após pequenas correções. O zircão (ZrSiO_4) é o principal mineral e o mais utilizado como geocronômetro nesta técnica devido a algumas das suas características como: abundância em rochas saturadas em sílica; morfologia indicativa de proveniência e ambiente; resistência ao intemperismo e metamorfismo; e facilidade de concentração (Corfu *et al.*, 2003). A principal limitação do seu uso ocorre nas rochas subsaturadas em sílica, onde o zircão é um mineral raro ou até ausente. Neste caso, a datação da badeleíta tem se consolidado como uma alternativa promissora.

A utilização da badeleíta em datação U-Pb teve início com Krogh (1973) e Krogh *et al.* (1987). Contudo, até o início deste século, a utilização da badeleíta era restrita. As dificuldades incluíam o seu reconhecimento em lâminas devido ao seu tamanho usualmente diminuto ($<100\mu\text{m}$) e a exigência de grandes quantidades iniciais de amostra (50-100 kg) para sua concentração pelo método clássico devido

à peculiaridade de seu hábito, densidade, e seu formato tabular-alongado. Com os avanços nas técnicas de concentração e de análise, hoje ela é reconhecida como mineral-chave para datação e obtenção da idade de cristalização de rochas ígneas de derivação mantélica, em especial diques e *sills* de gabros e doleritos (Söderlund *et al.*, 2013).

Este artigo apresenta os benefícios e dificuldades de datar badeleíta, além de detalhar a metodologia de concentração adotada pelo Serviço Geológico do Brasil, Superintendência Regional de Salvador, uma adaptação para a realidade brasileira a partir do trabalho clássico de Söderlund & Johansson (2002). Este ajuste da metodologia se mostrou altamente eficiente não apenas para concentrar badeleíta, como também outros minerais datáveis.

2 Badeleíta: um Geocronômetro Promissor

A badeleíta – também conhecida como brazilita, brazilita ou reitingerita – é um óxido de zircônio (ZrO_2) presente em rochas subsaturadas em sílica cujo uso na geocronologia tem crescido mundialmente (Heaman & LeCheminant, 1993; Söderlund *et al.*, 2013). A primeira referência a este mineral remonta a 1892 (Fletcher, 1893) descrevendo um espécime macroscópico proveniente do Sri Lanka apresentado por Mr. Baddeley ao Museu Britânico. A descoberta foi simultânea à descrição do novo mineral “Brazilita” no Complexo Carbonatítico de Jacupiranga, Brasil, por Dr. Hussak (Hussak, 1894). Contudo, devido à ausência de infraestrutura analítica no Brasil, a amostra foi enviada para análise na Suécia em 1890, perdida nos correios, reenviada, e teve também o primeiro resultado perdido nos correios. Por toda esta confusão, mais tarde, ao ser comprovado que badeleíta e brazilita eram o mesmo mineral, o Dr. Hussak decidiu retirar seu pedido de nomenclatura, abdicando da descoberta e do direito a dar o nome ao mineral.

A badeleíta está comumente associada às etapas iniciais de cristalização dos magmas subsaturados em sílica, como rochas máficas-ultramáficas e carbonatitos (Heaman & LeCheminant, 1993). Além de Zr e O geralmente estão presentes no mineral Nb, Hf, Ti, U, Ce e Fe, sendo que alguns autores

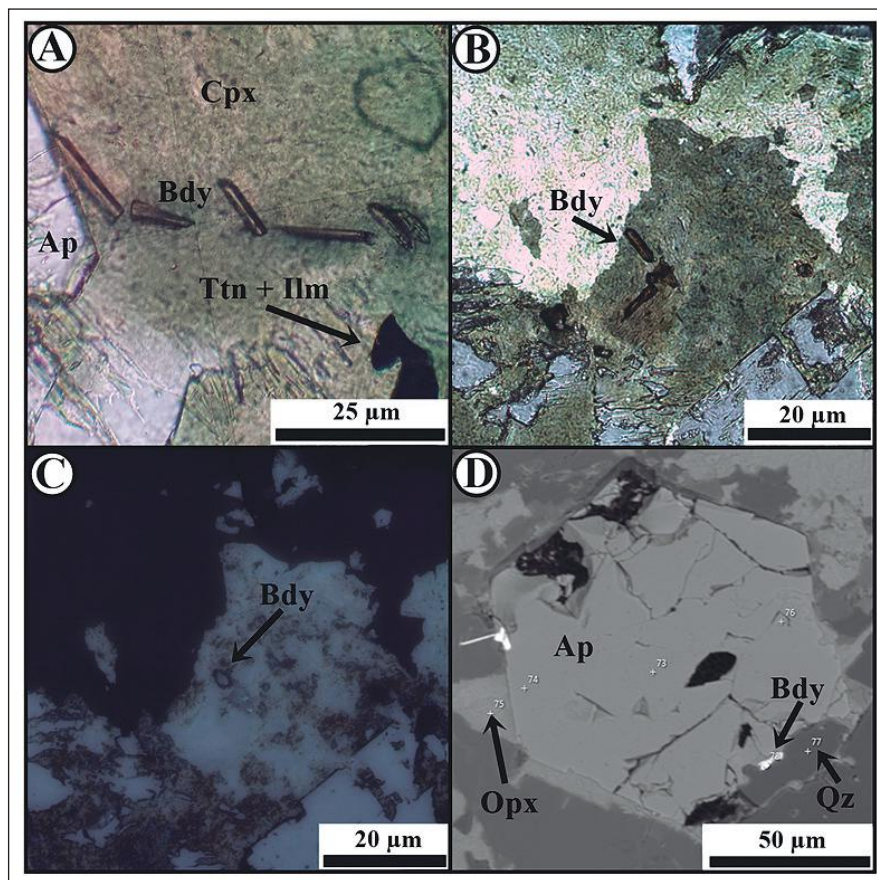
advogam uma possível relação entre as proporções destes elementos no ambiente geológico e o favorecimento da formação da badeleíta (eg. Bellatreccia *et al.*, 1998). Em alguns tipos de rocha a badeleíta chega a possuir concentrações de urânio mais que 10 vezes superiores às do zircão (Heaman e LeCheminant, 1993).

Este mineral apresenta coloração amarronzada-amarelada-acastanhada, cristaliza no sistema monoclinico, possui densidade ligeiramente superior à do zircão ($5,83\text{g/cm}^3$), tem hábito tabular, e pode ocorrer geminada (Figura 1). O mineral está presente em diversos tipos de rochas, incluindo máficas e ultramáficas, carbonatitos, kimberlitos, meteoritos e basaltos lunares (Heaman & LeCheminant, 1993; Bayanova, 2006). É frequente em rochas que possuem augita e plagioclásio, e que tem entre as fases acessórias magnetita, ilmenita, flúor-apatita/fosfatos, flúor-flogopita, titanita, espinélio, óxidos de Fe-Ti, cromita, sílica, K-feldspato, rutilo, zircão, zirconolita, pirocloro, helandita e zirkelita (James & Flohr, 1983; Lindstrom *et al.*, 1987; Heaman &

LeCheminant, 1993; Bellatreccia *et al.*, 1998; Rajesh & Arai, 2006). Altos volumes modais de apatita têm sido utilizados como um bom indicador da presença de badeleíta na rocha. É comum que ocorra nos interstícios e em cavidades miarolíticas, em feldspatos alcalinos e fases hidratadas de Fe-Mg (eg. biotita e anfibólios).

Em lâmina a badeleíta apresenta algumas características distintas. Sob luz plano-paralela, ocorre como um mineral diminuto, por vezes intersticial, alongado e fino. Sua forma remete mais a uma ripa fina de plagioclásio que a uma agulha de rutilo e a sua cor varia do castanho ao amarelo e marrom, usualmente (Figura 1A). É comumente confundida em lâmina com o rutilo – do qual se distingue por ser mais escura e não possuir a distinta cor marrom-avermelhada – e com a titanita – da qual difere por ser mais alongada. Apresenta estrias paralelas ao eixo “C” e degraus perpendiculares a ele. Em luz refletida, geralmente mostra um pico de reflexão pontual no centro do cristal (Figuras 1B e 1C). Em microscopia eletrônica de varredura, usualmente ocorre como uma ripa de cor clara em BSE (Figura 1D).

Figura 1 Imagens de badeleíta no gabro Espanta Gado, A e B. Foto micrografia em luz plana; C. Fotomicrografia em luz refletida, mesmo local da figura 1b; D. imagem em microscopia eletrônica de elétrons retroespalhados. Bdy = badeleíta, Ap = apatita, Qz = quartzo, Opx = ortopiroxênio, Cpx = clinopiroxênio, Ilm = Ilmenita, Ttn = titanita.



A badeleíta é formada em 99% dos casos em cristalização magmática das fases acessórias tardias, e sua idade é indicativa da época de colocação, possuindo menor discordância na razão U-Pb (discordia) que o zircão. A ocorrência deste mineral na rocha requer concentração local de Zr, o que é favorecido pela presença de Ca e ausência de Si (Dawson *et al.*, 2001) e indica que o fundido era sub-saturado em sílica já que à medida que o líquido satura em sílica o ZrO_2 reage com o SiO_2 e forma o zircão. Isto também explica a presença simultânea dos dois minerais em algumas rochas, sendo que, neste caso, o zircão é mais jovem que a badeleíta. Esta substituição explica a frequente borda de zircão na badeleíta, o que pode causar discordância na idade se não for eliminado por abrasão (Bayanova, 2006).

Em rochas onde zircão e badeleíta coexistem, o zircão tende a possuir mais urânio que a badeleíta, e isto faz com que o mineral experimente significan-

te perda de Pb nas bordas (eg. Heaman *et al.*, 1992). Contudo, a badeleíta possui baixas taxas de difusão de U e Pb, mesmo a altas temperaturas (Davidson & Van Breemen, 1988; Heaman & LeCheminant, 1993), sendo extremamente sensível a processos posteriores, e será destruída ou alterada para zircão seja (i) pela elevação das temperaturas em metamorfismo, ainda que de baixo grau ou (ii) por processos de fusão parcial e/ou hidrotermalismo. Nestas situações a badeleíta irá recrystalizar completamente como zircão metamórfico (Figura 2).

Isto fez com que Söderlund *et al.* (2013), ao avaliarem o uso da badeleíta como geocronômetro, afirmassem que o mineral não existe como grãos secundários (metamórficos) ou xenocristais, exceto quando sob condições muito diferentes das ígneas e metamórficas normais. Segundo estes mesmos autores as possíveis exceções seriam litologias ricas em

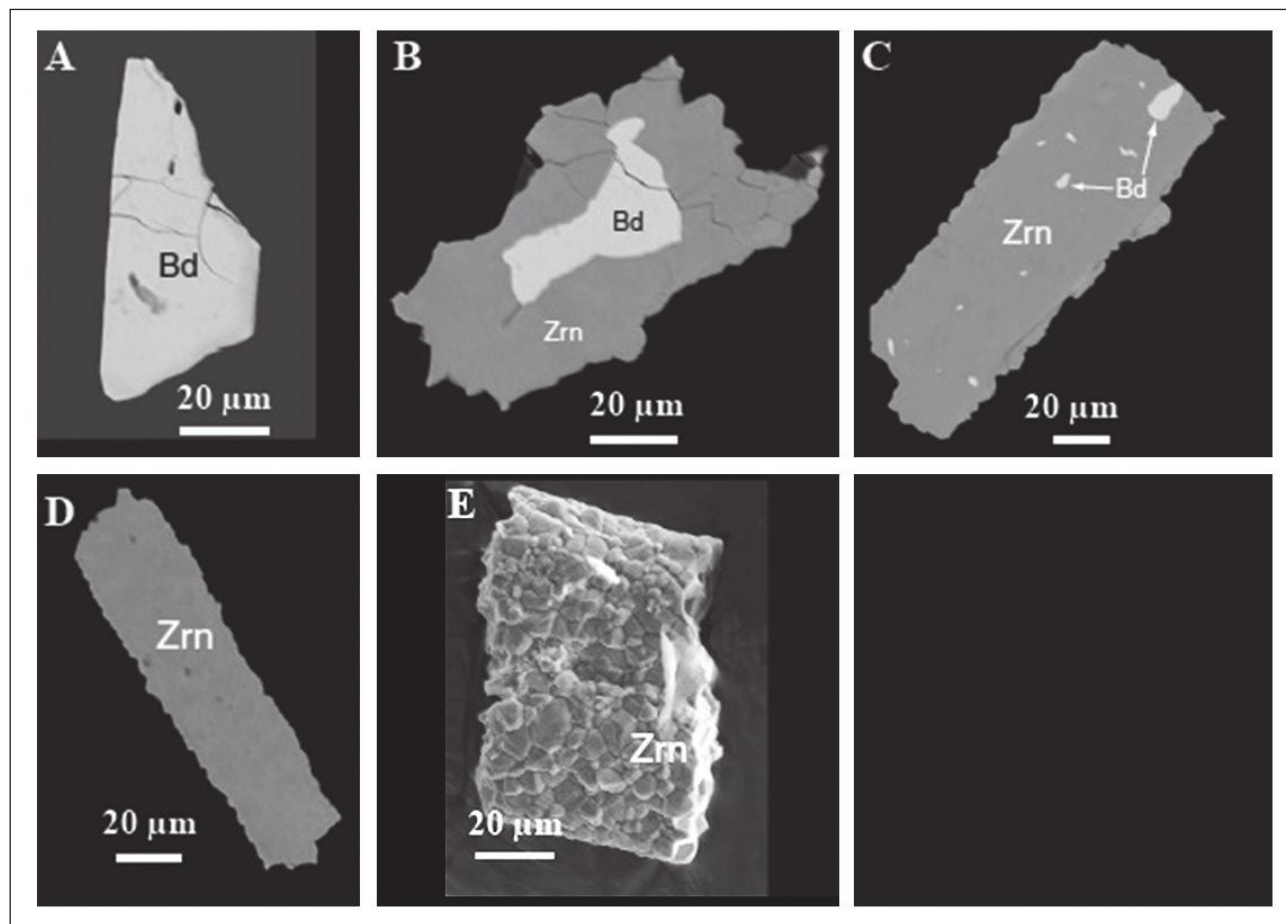


Figura 2 Imagens de elétrons retroespalhados para minerais de zircônio polidos provenientes do dique Lunden, SW Sweden, mostrando vários graus de transformação da badeleíta para zircão policristalino (A-D). (E) Imagem de elétrons secundários de zircão com superfície granular. Barra de escala = 20 µm. Bd = badeleíta, Zrn = zircão (Fonte: Söderlund *et al.*, 2008).

sílica, ocorrências de xenocristais de badeleíta em kimberlitos em rápida ascensão, ou ocorrências de badeleíta em carbonatos em auréolas de metamorfismo de contato. Isto tem uma importante implicação geocronológica: a idade da badeleíta é, a princípio, sempre a idade de cristalização do corpo.

3 O Método “Söderlund”

A badeleíta é hoje considerada mineral-chave para a datação de rochas máficas e ultramáficas pelo método U-Pb, já que sem ela esta idade é muito difícil de obter, imprecisa, ou, até mesmo, inviável (Bayanova 2006). Entretanto, usualmente a badeleíta apresenta tamanhos diminutos – cristais da ordem de 40-70µm são considerados grandes. Isto inviabiliza as metodologias de análises pontuais por LA-ICP-MS e SHRIMP, exceto em macrocristais. O diâmetro dos feixes de LASER (*light amplification by stimulated emission of radiation*) ou íons aplicados nestas metodologias com a tecnologia atual são, normalmente, maiores que os cristais a serem analisados. A dificuldade em gerar concentrados também foi um grande empecilho por muito tempo (Söderlund *et al.*, 2013). Além disto, devido ao seu formato usualmente placóide, as metodologias clássicas de concentração mineral são pouco eficientes para badeleíta.

Mas como concentrar um mineral tão diminuto, pouco conhecido e ainda placóide? O problema de concentrar badeleíta começou a ser resolvido a partir de 2002 com os trabalhos pioneiros de Söderlund & Johansson (2002), os quais, motivados a solucionar este problema propuseram uma metodologia específica para concentração de badeleíta que utiliza uma batedeira de mesa do tipo “*Wilfley Table*”. O desenvolvimento desta técnica especial permite concentrar badeleíta em rochas máficas necessitando para isto de apenas cerca de 1 kg de amostra. A metodologia proposta por estes autores recomenda que, após a britagem, a rocha seja moída em um moinho de discos e os minerais densos sejam concentrados com o uso de batedeira de mesa do tipo *Wilfley Table*.

Desde a sua publicação, esta técnica de concentração impulsionou a geração de dados geocronológicos para este mineral (Figura 3, Söderlund *et*

al., 2013), trazendo avanços importantes na datação de rochas onde o zircão não ocorre, em especial nas máficas. Atualmente esta metodologia de concentração vem sendo adotada por diversos laboratórios pelo mundo, por vezes ajustando-se o “método de Söderlund” a situações específicas locais.

4 O Método de Concentração de Badeleíta na CPRM-Salvador

4.1 A Mesa Concentradora *Wilfley Table*

A mesa concentradora da CPRM Salvador foi adquirida em 2012 e fabricada no Brasil. Foi necessário adaptar o tablado padrão de fibra de vidro para que a distribuição das canaletas permitisse um maior espaçamento para a concentração mineral e o acabamento da porção inferior da mesa se tornasse linear. A instalação do equipamento exigiu a elaboração de um projeto hidráulico com uma bomba “sapo” instalado dentro de um tanque para aumentar a pressão da água e assim permitir a correta limpeza do tablado após o processamento de cada amostra, evitando contaminações. Um sistema de decantação com dois baldes sequenciais e remoção bimestral dos rejeitos – a depender da demanda – visa a redução dos resíduos sólidos que não devem ser lançados diretamente na rede de esgotos, pois podem provocar entupimentos. Não há riscos físicos associados com a operação da mesa, contudo uma grande quantidade de água é necessária no processo de concentração. Por este motivo sugere-se a implantação de um sistema de reaproveitamento de água.

4.2 Adaptações do Método de “Söderlund” na CPRM-Salvador

Visando adaptar o método de concentração de badeleíta proposto por Söderlund & Johansson (2002) à infraestrutura previamente disponível na CPRM Salvador e à realidade brasileira foram feitos ajustes e adaptações. Nesta fase realizamos uma extensa revisão dos trabalhos já publicados sobre a badeleíta, desde a sua descoberta até os mais recentes avanços sobre a sua aplicação na geocronologia. Foram utilizados também os resultados obtidos durante treinamento na metodologia de Söderlund (Söderlund & Johansson, 2002) realizado no *Jack Satterly Geochronological Laboratory* da Universidade de Toronto.

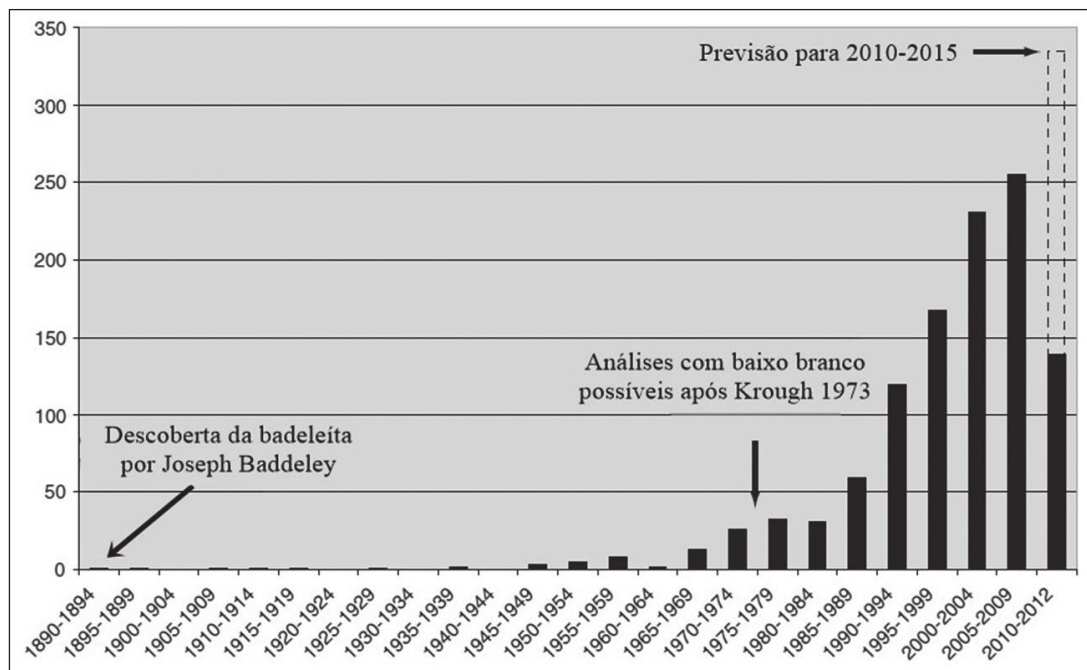


Figura 3 Diagrama proposto por Söderlund *et al.* (2013) para ilustrar o uso crescente da badeleíta na geocronologia U-Pb desde a descoberta do mineral em 1892 até os dias atuais.

Esta foi a base para a implantação da concentração mineral por *Wilfley Table* no Laboratório de Petrografia e Separação Mineral do Serviço Geológico do Brasil (CPRM), Superintendência Regional de Salvador (Bahia). Para os testes e calibração do método foi utilizada uma amostra com abundante presença e já previamente datada por badeleíta no laboratório da Universidade de Toronto, o Gabro Espanta Gado (Huttner, 2017).

Para a concentração de badeleíta foi necessário instalar sobre o tablado, ao longo do comprimento maior da mesa, um sistema de tubos de PVC conectados a uma alimentação de água, e perfurados linearmente em espaçamento equidistante, com cerca de 1,5 cm de afastamento entre si (Figura 4).

O fluxo d'água deve ter a menor vazão necessária e suficiente para que a água jorre por todos os orifícios da tubulação de forma contínua. A mesa é então ajustada em uma frequência de cerca de 150RPMs e 5° de inclinação lateral, em direção ao operador. A inclinação frontal deve ser em torno de 1° de forma a que a amostra deslize pela mesa sem acumular sobre o tablado.

As primeiras adaptações ocorrem já na fase de preparação das amostras. No laboratório da CPRM-Salvador cerca de 500g da amostra é pulverizada

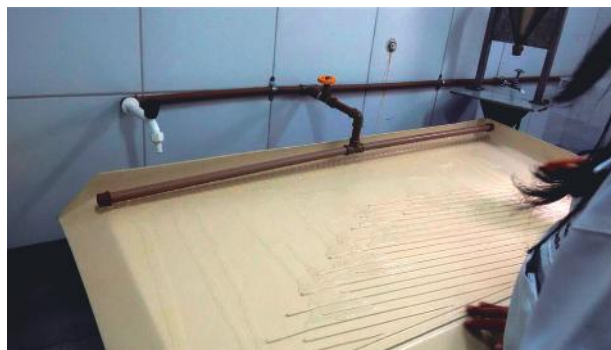


Figura 4 Mesa concentradora do tipo *Wilfley Table*, com adaptações, na CPRM-Salvador.

em um moinho de panelas de carbeto de tungstênio do tipo “*shatter-box*”. Deve-se utilizar o moinho de forma intermitente, a diferentes tempos, para criar um pó de granulometria heterogênea, com cerca de 40-80#, de forma que os grãos sejam perceptíveis ao toque. A amostra pode ser peneirada ou não, desde que só se separe a fração superior a 40# para realimentação do moinho e toda a amostra inicial seja processada. A amostra também não precisa ser peneirada para eliminação da fração mais fina (<80#), pois o processo de deslame ocorre na própria mesa.

Em um recipiente adiciona-se água com uma gota de detergente neutro para quebrar a tensão superficial da água e evitar que a badeleíta flutue e/ou

seja carregada pelo fluxo d'água. Adiciona-se neste recipiente o pó da amostra visando a formação de uma lama espessa, a qual deve ser bem misturada na água buscando-se a homogeneização do material (Figura 5A).

Esta lama é então distribuída na parte superior da mesa, próximo ao final da primeira canaleta, em volume equivalente a 1-2 colheres de sopa (Figura 5B). Deve-se atentar para não colocar grandes quantidades do material ao mesmo tempo sobre a mesa, e também para re-homogeneizá-lo a cada nova alimentação.

A mesa é ligada acionando a energia e inicia assim a concentração (Figura 5C). Após cerca de 3-5 minutos de funcionamento, o material muito fino é eliminado. O tempo de espera pode variar de acordo com a amostra e com a heterogeneidade de granulometrias resultante do processo de pulverização.

O operador deve estar atento para estes ajustes necessários a cada amostra. Aguarda-se até que seja formado sobre o tablado um filete de minerais pesados com cerca de 1-3mm de espessura (Figura 5D). Nesta etapa, os minerais densos são coletados diretamente do fluxo d'água, sem interromper o funcionamento da mesa, utilizando-se para isto micropipetas descartáveis.

O concentrado de pesados é transferido diretamente da pipeta para um *becker* de vidro contendo álcool (Figura 6A), visando evitar a oxidação. Após finalizar a concentração de toda a amostra, deve-se cuidadosamente eliminar o máximo possível do excesso de água do *Becker*, e depois disto transferir o concentrado de pesados (Figura 6B e 6C) para uma placa de petri descartável ou de vidro, adicionando-se a ela álcool isopropílico, estando o concentrado pronto para a observação em lupa binocular com aumento mínimo de 100x.

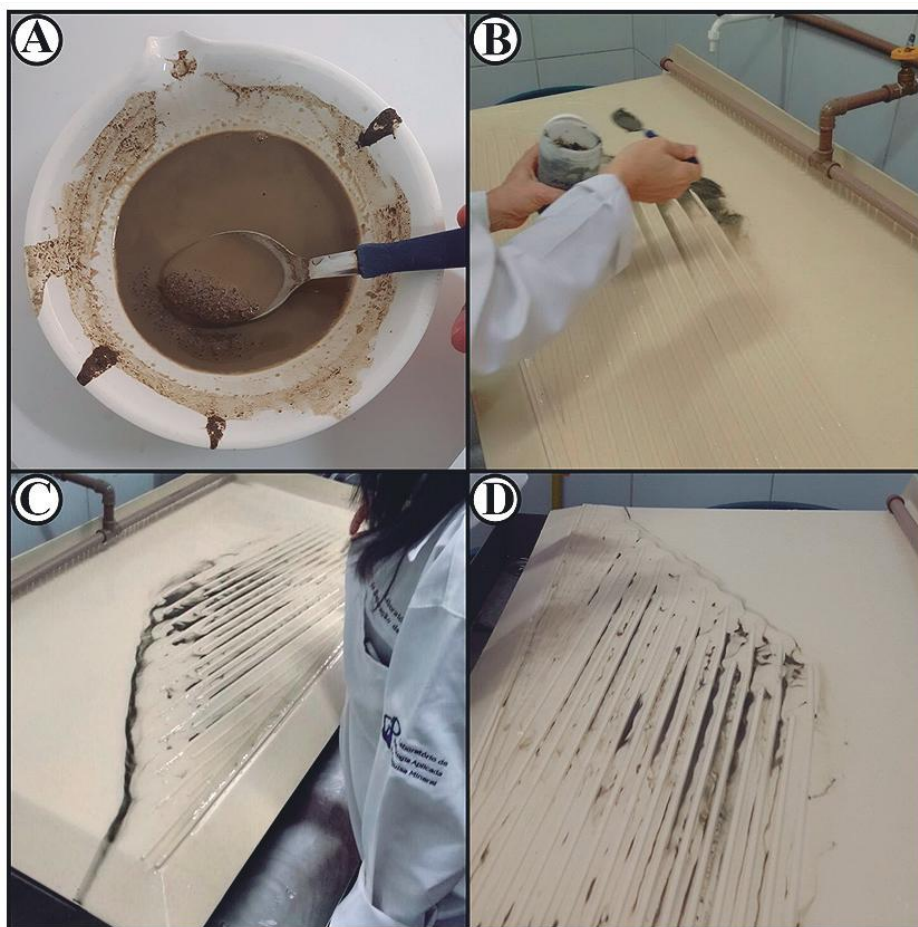


Figura 5 Sequência do processo de concentração de pesados com a técnica baseada em água - na mesa *Wilfley Table* - adaptada da CPRM Salvador. As fotografias apresentam as diferentes etapas da distribuição da amostra na mesa: (A) Lama formada pela adição de água e uma gota de detergente neutro à amostra; (B) Alimentação da mesa concentradora com a amostra; (C) Início da concentração mineral; (D) Filete de minerais pesados prestes à coleta.

Ao examinar o concentrado em lupa binocular deve-se utilizar um imã de mão tipo caneta, envolto em parafilme, para eliminar os minerais magnéticos presentes. A remoção ocorre passando-se a caneta imantada sobre a amostra no álcool e recolhendo-se as fases magnéticas em uma placa de petri. A depender do volume e da composição mineral do concentrado de pesados obtido podem ser ou não aplicadas etapas de concentração clássicas adicionais que podem incluir a separação eletromagnética no *Frantz* e/ou líquidos densos (di-iodo metil). Após a remoção das fases minerais indesejadas, procede-se a catação, com auxílio de uma pinça, dos cristais de badeleíta (Figura 6D) e/ou outros minerais de interesse para datação.

5 Discussões e Considerações Finais

A técnica de concentração de badeleíta está em plena rotina na CPRM-Salvador que atualmente, além de realizar os procedimentos de concentração mineral para outras superintendências da empresa – Belém, Manaus, Belo Horizonte – tem atendido demandas e treinado pesquisadores de outras instituições. Desde 2017 quando se iniciaram as operações em rotina já foram treinados pesquisadores da UERJ, UFMG, UNEB e UFBA, e atendidas demandas destas e de outras universidades e centros de pesquisa.

O índice de sucesso da obtenção de badeleíta em rochas subsaturadas em sílica flutua em torno de

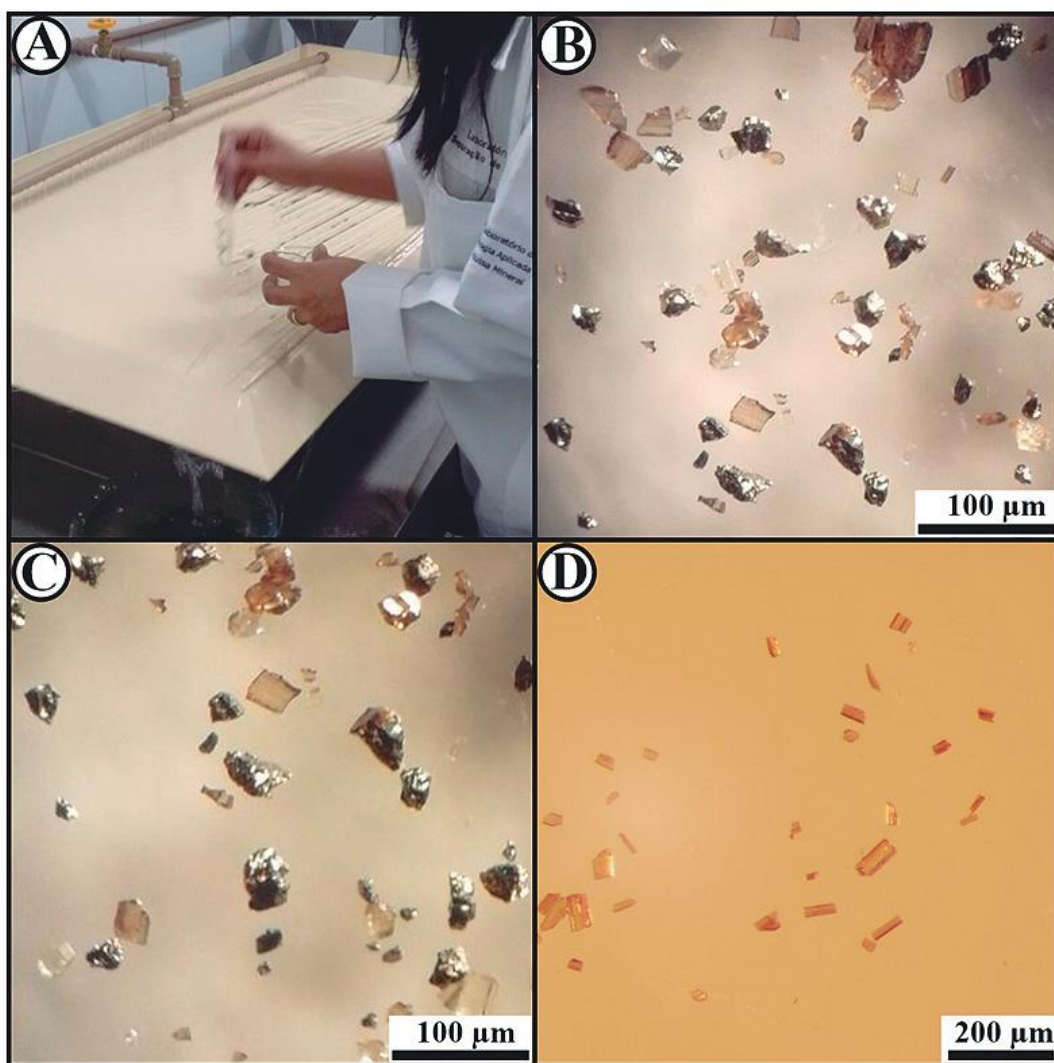


Figura 6 Concentrado de minerais pesados. A. Coleta do concentrado de pesados com a mesa em movimento; B e C. Aspecto do concentrado de pesados após coleta; D. Concentrado de badeleíta após a catação com pinça.

60%. Contudo, um fato extremamente positivo da aplicação desta adaptação da metodologia de “Söderlund” tem sido a possibilidade de recuperar zircão em algumas destas amostras negativas para badeleíta e também em rochas anortosíticas, vulcânicas félsicas e gabros, em situações em que as técnicas convencionais de concentração em uso no Brasil tinham falhado em encontrar fases minerais aplicadas à geocronologia, mesmo processando algumas dezenas de quilos de amostras. A metodologia aqui descrita colabora para alavancar o conhecimento geológico no país, possibilitando aos pesquisadores brasileiros obter concentrados de minerais para fins geocronológicos em unidades litológicas antes não passíveis de aplicação das técnicas U-Pb.

Ainda hoje existem em todo o mundo apenas alguns poucos laboratórios capacitados a proceder esta separação e/ou que possuem rotina analítica para datação de badeleíta. A datação é comumente realizada por ID-TIMS. Apesar de garantir uma maior precisão, esta técnica é mais demorada e dispendiosa que as técnicas pontuais - LA-ICP-MS ou SHRIMP. A limitação do uso das técnicas pontuais ocorre, pois apenas cristais maiores que os usualmente obtidos para badeleíta possuem dimensão compatível com os atuais feixes de *LASER* e íons. Algumas análises já são obtidas, mas enquanto os avanços tecnológicos não superarem esta dificuldade, as amostras continuarão sendo datadas preferencialmente por ID-TIMS.

No Brasil ainda não há laboratórios com rotina ID-TIMS para a datação de badeleíta e as amostras são enviadas principalmente para o Canadá (Universidades de Alberta e Toronto) e Austrália. Nestes países a análise de badeleíta por ID-TIMS já é rotina há alguns anos e o efeito da contaminação do ambiente no laboratório é muito baixa, com brancos inferiores a 1ng, o que permite a datação destas fases diminutas. Devido às dificuldades envolvidas na concentração da badeleíta tem havido crescentes tentativas de desenvolvimento da datação por LA-ICP-MS. No Brasil alguns resultados bem-sucedidos já foram publicados (eg. Figueiredo, 2016; Matheus *et al.*, 2018). É importante notar contudo, que estas datações, apesar de promissoras, ocorreram em rochas com cristais de badeleíta bem maiores que o habitual.

A implementação da metodologia de concentração da badeleíta e a possibilidade de realizar tais concentrados no Brasil garante aos pesquisadores brasileiros a efetiva redução de tempo e custos, e um maior controle na amostragem, já que agora existe a possibilidade de enviar não a rocha mas seus concentrados para os laboratórios onde as análises serão realizadas. Mais que isto, esperamos que a disponibilização de maior quantidade deste mineral no Brasil, a partir desta nova metodologia de concentração, contribua para que pesquisadores da Rede Geochronos Brasileira/CPRM participem destes avanços da datação U-Pb e sejam estimulados a implantar a rotina para datação deste mineral no país.

6 Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001. Os autores agradecem à Universidade de Toronto, Canadá, e ao Serviço Geológico do Brasil - CPRM, SUREG Salvador, pelo apoio logístico durante os trabalhos de preparação de amostras, em especial na pessoa da geóloga Dra. Rita Menezes, do técnico Pedro, e Eng. Bohdan. Aos pesquisadores do Grupo de Petrologia Aplicada à Pesquisa Mineral (GPA-I-G-UFBA) pelo auxílio nas diversas etapas deste trabalho. Ao CNPq pelo financiamento (Projeto Universal 478161/2011-5), bolsas de mestrado (Huttner, M.B.) e produtividade em pesquisa (Rios, D.C., 301798/2012-5, 307554/2015-5). Aos revisores anônimos pelas sugestões que enriqueceram o manuscrito.

7 Referências

- Bayanova T.B. 2006. Baddeleyite: A Promising Geochronometer for Alkaline and Basic Magmatism. *Journal of Petrology*, 14(2): 187-200.
- Bellatreccia, F.; Della Ventura, G.; Williams, T.C. & Parodi, G.C. 1998. Baddeleyite from the Vico Volcanic complex, Latium Italy. *Rendiconti Fische della Accademia Nazionale dei Lincei*, 9:27-33.
- Boltwood, B.B. 1907. On the ultimate disintegration products of the radio-active elements. Part II. The disintegration products of uranium. *American Journal of Science*, 23:77-88.

- Corfu, F.; Hanchar, J.M.; Hoskin, P.W.O. & Kinny, P. 2003. Atlas of Zircon Textures. In: HANCHAR, J.M. & HOSKIN, P.W.O. (Eds.). *Zircon. Reviews in Mineralogy & Geochemistry*, 53:469–500.
- Davidson, A. & Van Breemen, O. 1988. Baddeleyite–zircon relationships in coronitic metagabbro, Grenville Province, Ontario: implications for geochronology. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 100:291–299.
- Dawson, J.B.; Hill, P.G. & Kinny, P.D. 2001. Mineral chemistry of a zircon-bearing, composite, veined and metasomatised upper-mantle peridotite xenolith from kimberlite. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 140:720–733.
- Figueiredo, R.F. 2016. *Contexto Tectônico do Complexo Alcalino Apiaú – Roraima: Aerogeofísica, Petrologia e Geocronologia U-Pb*. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Geociências, Universidade Estadual de Campinas, 106p.
- Fletcher, L. 1893. On baddeleyite (native zirconia), a new mineral from Rakwana, Ceylon *Mineralogical Magazine*, 10:148-160.
- Heaman, L.M. & LeCheminant A.N. 1993. Paragenesis and U-Pb systematics of Baddeleyite (ZrO₂). *Chemical Geology*, 110:95-126.
- Heaman, L.M.; LeCheminant, A.N. & Rainbird, R.H. 1992. Nature and timing of Franklin igneous events, Canada: Implications for a late Proterozoic mantle plume and the break-up of Laurentia. *Earth and Planetary Science Letters*, 109(1–2):117–131.
- Hussak, E. 1894. Ober den Baddeleyit (Syn. Brazilit) von der Eisenmine Josupiranganis, São Paulo. *Tschermaks Mineral. Petrogr. Mitt.*, 14: 395-414.
- Huttner, M.B. 2017. *Geocronologia U-Pb por badeleíta no Gabro Espanta Gado, Nordeste da Bahia, Brasil*. Trabalho Final de Graduação em Geologia, Universidade Federal da Bahia. 111p.
- James, O.B. & Flohr, M. 1983. Subdivision of the Mg-suite rocks into Mg-gabbro-norites and Mg-norites. *Proc. 13th Lunar Sci. Conf., Journal of Geophysics Research*, 88: A603-A614.
- Krogh, T.E. 1973. A low-contamination method for hydrothermal decomposition of zircon and extraction of U and Pb for isotopic age determinations. *Geochimica Cosmochimica Acta*, 37:485-494.
- Krogh, T.E.; Corfu, F.; Davis, D.W.; Dunning, G.R.; Heaman, L.M.; Kamo, S.L.; Machado, N.; Greenough, J.D. & Nakamura, E. 1987. Precise U-Pb isotopic ages of diabase dykes and mafic to ultramafic rocks using trace amounts of baddeleyite and zircon. In: HALLS, H.C. & FAHRIG, W.F. (Eds.). *Mafic Dyke Swarms. Geological Association of Canada, Special Papers*, 34: 147-152.
- Lindstrom, M.M.; Marvin, U.B. & Mittlefehldt, D.W. 1987. Apollo 15 Mg- and Fe-norites: A redefinition of the Mg-suite differentiation trend. In: LUNAR SCIENCE CONFERENCE, 19, *Proceedings*, p.245-254.
- Matheus, G.F.; Tonetto, E.M. & Santos, T.J.S. 2018. Geocronologia U-Pb em badeleíta das rochas alcalinas do sul do Estado de SP. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE GEOLOGIA, 49, *Anais*, Porto Alegre-RS. Sociedade Brasileira de Geologia. CD-rom.
- Rajesh, V.J. & Arai, S. 2006. Baddeleyite–apatite–spinel–phlogopite (BASP) rocks in Achankovil Shear Zone, South India, as a probable cumulate from melts of carbonatite affinity. *Lithos*, 90:1-18.
- Rutherford, E. & Soddy, F. 1902. The radioactivity of thorium compounds II. The cause and nature of radioactivity. *Journal of the Chemical Society of London*, 81: 837-60.
- Söderlund, U.; Hellström, F. & Kamo, S.E. 2008. Geochronology of high-pressure mafic granulite dykes in SW Sweden; tracking the P-T-t path of metamorphism using Hf isotopes in zircon and baddeleyite. *Journal of Metamorphic Geology*, 26: 539–560.
- Söderlund, U.; Ibanez-Mejia, M.; El Bahat, A.; Ernst, R.; Ikenne, M.; Soulaïmani A.; Youbi, N.; Cousens, B.; El Janati, M. & Hafid, A. 2013. Reply to Comment on “U–Pb baddeleyite ages and geochemistry of dolerite dykes in the Bas-Drâa inlier of the Anti-Atlas of Morocco: Newly identified 1380 Ma event in the West African Craton” by André Michard and Dominique Gasquet. *Lithos*, 174: 101–108.
- Söderlund, U. & Johansson, L. 2002. A simple way to extract baddeleyite (ZrO₂). Technical Brief. *Geochemistry Geophysics Geosystems*, 3(2): 1-7.
- Tera, F. & Wasserburg, G.J. 1972a. U–Th–Pb systematics in lunar highland samples from the Luna 20 and Apollo 16 missions. *Earth and Planetary Science Letters*, 17(1): 36–51.
- Tera, F. & Wasserburg, G.J. 1972b. U–Th–Pb systematics in three Apollo 14 basalts and the problem of initial Pb in lunar rocks. *Earth and Planetary Science Letters*, 14(3): 281–304.
- Wetherill, G.W. 1956. Discordant uranium–lead ages. *Transactions of the American Geophysical Union*, 37: 320–326.