



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

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO Nº 600

**DESENVOLVIMENTO DE UMA METODOLOGIA PARA
ANÁLISE QUÍMICA DE INCLUSÕES SILICÁTICAS EM
CRISTAIS DE QUARTZO: ESTUDO DE CASO EM
GRANITOS ESTANÍFEROS DA MINA PITINGA (AM)**

Dissertação apresentada por:

GABRIELLE CRISTINE SILVA DOS SANTOS

Orientador: Prof. Dr. Régis Munhoz Krás Borges (UFPA)

**BELÉM - PARÁ
2021**

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) de acordo com ISBD
Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal do Pará
Gerada automaticamente pelo módulo Ficat, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)**

- S237d Santos, Gabrielle Cristine Silva dos.
Desenvolvimento de uma metodologia para análise química de inclusões silicáticas em cristais de quartzo: estudo de caso em granitos estaníferos da mina pitinga (am). / Gabrielle Cristine Silva dos Santos. — 2021.
xv,55 f. : il. color.
- Orientador(a): Prof. Dr. Régis Munhoz Krás Borges
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Pará,
Instituto de Geociências, Programa de Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica, Belém, 2021.
1. Mineralogia: pesquisa. 2. Metodologia. 3. Inclusões silicáticas. 4. Inclusões silicáticas. 5. Microsonda eletrônica. I. Título.

CDD 549.072



Universidade Federal do Pará
Instituto de Geociências
Programa de Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica

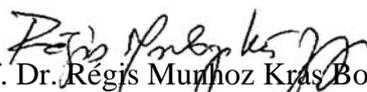
**DESENVOLVIMENTO DE UMA METODOLOGIA PARA
ANÁLISE QUÍMICA DE INCLUSÕES SILICÁTICAS EM
CRISTAIS DE QUARTZO: ESTUDO DE CASO EM
GRANITOS ESTANÍFEROS DA MINA PITINGA (AM)**

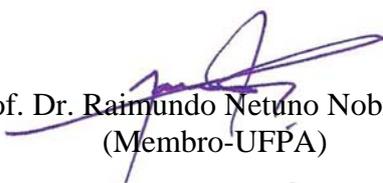
Dissertação apresentada por:

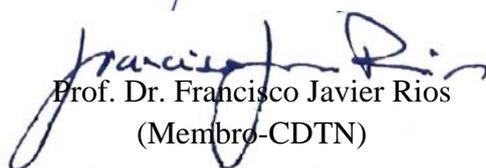
GABRIELLE CRISTINE SILVA DOS SANTOS

Como requisito parcial à obtenção do Grau de Mestre em Ciências na Área de GEOLOGIA , linha de pesquisa EVOLUÇÃO CRUSTAL E METALOGÊNESE.

Data de Aprovação: 02 / 05 / 2021


Prof. Dr. Régis Munhoz Kras Borges
(Orientador-UFPA)


Prof. Dr. Raimundo Netuno Nobre Villas
(Membro-UFPA)


Prof. Dr. Francisco Javier Rios
(Membro-CDTN)

AGRADECIMENTOS

- Registro os meus sinceros agradecimentos a todos que contribuíram direta e indiretamente para o desenvolvimento e conclusão deste trabalho.
- Agradeço à Universidade Federal do Pará (UFPA), ao Instituto de Geociências (IG) e ao Programa de Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica (PPGG) pelo fornecimento de infraestrutura necessária para a realização deste trabalho.
- Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico pela concessão de bolsa de estudo.
- Ao meu orientador Prof. Dr. Régis Munhoz Krás Borges, pela paciente orientação.
- Ao Prof. Dr. Claudio Nery Lamarão, à geóloga Gisele Marques e às técnicas Ana Paula pelo apoio com a Microsonda eletrônica e MEV e as sugestões e discussões acerca do trabalho desenvolvido.
- Ao Prof. Dr. José Augusto Martins Corrêa agradeço pela utilização do Laboratório de Análises Químicas, e ao Técnico Natalino Valente Moreira de Siqueira pela orientação e acompanhamento durante os ensaios de aquecimento.
- Aos amigos Joelma e Bruno do laboratório de laminação da UFPA que me deram todo o suporte na montagem das amostras utilizadas nesse trabalho.
- Ao Dr. Hilton Costi pela concessão das amostras utilizadas nesse trabalho e todas as sugestões e críticas ao longo do desenvolvimento dessa dissertação.
- A minha família e amigos por todo o apoio ao longo dessa jornada.

RESUMO

Inclusões silicáticas (*melt inclusions*) são pequenas gotas de fusões silicáticas aprisionadas em diferentes minerais magmáticos durante seu crescimento, e podem ser encontradas tanto em rochas vulcânicas quanto plutônicas. Facilmente identificadas em rochas vulcânicas, uma das maiores dificuldades no estudo dessas inclusões em rochas plutônicas é a sua identificação, pois, após o seu aprisionamento, sua evolução resulta em cristalização total ou parcial. Com base na literatura internacional, elas fornecem importantes informações sobre a origem, natureza dos magmas e sua evolução petrológica. Além disso, a detecção de metais nas inclusões é uma evidência geológica direta da associação genética desses elementos com os líquidos magmáticos (fonte) e de importância vital no estudo de depósitos ortomagmáticos ou hidrotermais. As técnicas de estudo de inclusões silicáticas para fins petrológicos e metalogenéticos têm evoluído muito rapidamente nas últimas quatro décadas, mas é uma metodologia que ainda não foi implantada no Brasil, tanto pela ausência de laboratórios com equipamentos adequados, quanto pela inexistência de grupos de pesquisa engajados nessa linha de pesquisa. Recentemente, foram desenvolvidos estudos pioneiros no CDTN (Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear), em Belo Horizonte (MG), com amostras de granitos estaníferos da mina Pitinga (AM), por meio de ensaios microtermométricos de alta temperatura e análises químicas de elementos-traço por LA-ICP-MS, em inclusões silicáticas hospedadas em cristais de quartzo desses granitos. No entanto, os ensaios foram realizados em lâminas bipolidas das rochas, o que inviabilizou a análise química de elementos maiores por microsonda eletrônica, uma vez que as inclusões se encontravam muito profundas nos cristais de quartzo, e qualquer tentativa de polimento para expor as inclusões inutilizaria as amostras. Com base nessa experiência preliminar, e tendo como objetivo central, este trabalho desenvolveu uma técnica de preparação de concentrados de cristais de quartzo contendo inclusões silicáticas, utilizando as mesmas amostras de granitos estaníferos da mina Pitinga (AM), representantes das fácies mais tardias do plúton Madeira, denominadas feldspato alcalino-granito *hipersolvus* porfirítico e albita-granito de núcleo. Assim, os trabalhos desenvolvidos no Laboratório de Inclusões Fluidas, com o apoio imprescindível da Oficina de Laminação, do Laboratório de Análises Químicas e do Laboratório de Microanálises do Instituto de Geociências da UFPA, permitiram que a pesquisa estabelecesse uma rotina envolvendo as seguintes etapas: estudos petrográficos de detalhe; britagem e moagem de amostras; separação granulométrica; preparação de concentrados de cristais de quartzo;

experimentos de aquecimento e resfriamento em forno mufla; seleção de cristais com inclusões adequadas; montagem dos cristais em moldes com resina epóxi e posterior polimento; monitoramento e imageamento das inclusões através de MEV; análises químicas por EDS e, finalmente, análises químicas de elementos maiores (WDS) por microsonda eletrônica. Os dados microanalíticos (elementos maiores) obtidos especialmente naquelas inclusões silicáticas contendo duas ou mais fases sólidas (vidro, glóbulos esféricos), demonstraram que a técnica de preparação proporcionou uma boa exposição das inclusões. Dessa forma, a metodologia desenvolvida neste trabalho é relevante para o estudo de inclusões silicáticas e pode ser aplicada para a preparação de concentrados de qualquer mineral magmático transparente (quartzo, olivina, piroxênio, plagioclásio, etc.), hospedeiro de inclusões silicáticas, e que podem ser analisadas por quaisquer das técnicas microanalíticas tradicionais (microsonda eletrônica, LA-ICP-MS, espectroscopia Raman, MEV, etc.).

Palavras-chave: Minerais- pesquisa. Metodologia. Minerais magmáticos. Inclusões silicáticas. Quartzo. Mev. Microsonda eletrônica.

ABSTRACT

Silicate inclusions (melt inclusions) are small globules of silicate melt, containing some combinations of crystals, glass and vapor, entrapped in different minerals during their growth, and can be found in volcanic and plutonic rocks. They are easily identified in volcanic rocks. On the other hand, one of the major difficulties in the study of melt inclusions in plutonic rocks is their identification, because, after being trapped, their evolution results in total or partial crystallization. Based on international literature, they provide important information about the origin, nature of magmas and their petrological evolution. In addition, the detection of metals in melt inclusions is a unequivocal geological evidence of the genetic association of these elements with magmatic liquids (source) and is crucial in the study of orthomagmatic or hydrothermal deposits. The techniques for studying silicate inclusions for petrological and metallogenic purposes have evolved very rapidly in the last four decades, but it is a methodology that has not yet been implemented in Brazil, both due to the absence of laboratories with adequate equipment and the inexistence of research groups engaged in this field. Recently, pioneering studies were developed at the CDTN (Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear), in Belo Horizonte (MG), with the tin granites of the Pitinga mine (AM), through high temperature microthermometric experiments and analysis of trace elements by LA-ICP-MS, in silicate inclusions hosted in quartz crystals of these granites. However, the tests were carried out on doubly-polished sections, which made it difficult to perform chemical analyzes of major elements by electron microprobe, since the inclusions were very deep in the quartz crystals, and any attempt at polishing to expose the inclusions would damage the samples. Based on this preliminary experience, this specific work is a technique for preparing quartz crystal concentrates containing silicate inclusions, using as such tin granites from the Pitinga mine (AM), representatives of the later facies of the Madeira pluton, porphyritic hypersolvus alkali feldspar granite and albite-rich granite. Thus, the developed work at the Laboratório de Inclusões Fluidas, with the crucial support of the Oficina de Laminação, the Laboratório de Análises Químicas and the Laboratório de Microanálises of the Instituto de Geociências of the Universidade Federal do Pará (UFPA), allowed the research to establish a routine involving the following steps: detailed petrography; crushing and grinding of the samples; granulometric separation; preparation of quartz crystal concentrates; muffle furnace heating and cooling experiments; selection of crystals with appropriate inclusions; assembly of the crystals in mounts with epoxy

resin and subsequent polishing; monitoring and imaging of inclusions through the SEM; particle analyzes by EDS and, finally, analysis of major element (WDS) by electron microprobe. The microanalytical data (major elements) chosen especially in those silicate inclusions containing two or more solid phases (glass, spherical globules), demonstrated that the preparation technique provided a good exposure of the inclusions. In this way, the methodology developed in this work is relevant to the study of silicate inclusions and can be applied for the preparation of concentrates of any transparent magmatic mineral (quartz, olivine, pyroxene, plagioclase, etc.), host of silicate inclusions, and that can be analyzed by any of the traditional microanalytical techniques (electron microprobe, LA-ICP-MS, Raman spectroscopy, SEM, etc.).

Key-words Minerals- research. Methodology. Magmatic minerals. Silicatic inclusions. Quartz. SEM. Electron microprobe.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 1- Mapa de localização da Província Pitinga.....3
- Figura 2- Modelo de configuração geológica e tectônica do Cráton Amazônico.....6
- Figura 3 - Mapa geológico regional da Província Estanífera de Piting.....7
- Figura 4 Mapa geológico (A) dos graníticos estaníferos da mina Pitinga e (B) do albita-granito Madeira e suas subfácies.....9
- Figura 5- Em (4a) representação das inclusões silicáticas em rochas plutônicas desenhadas por Sorby (1958). Em (4b) exemplos de inclusões silicáticas em fenocristais de quartzo do granodiorito do depósito de cobre-pórfiro Tyrone, Novo México.....11
- Figura 6- Diagrama esquemático de quatro inclusões silicáticas que passaram por diferentes taxas de resfriamento. Em (A) durante o resfriamento rápido, nem cristais nem uma bolha de vapor são nucleados.....12
- Figura 7- Desenho esquemático representando a imiscibilidade magmática registrada por inclusões silicáticas. Em (a) Dimensões de bolhas diferentes de acordo com o tempo entre a formação da inclusão e os processos de imiscibilidade. i e ii Magmas saturados: aprisionamento homogêneo vs. heterogêneo. Em (b) o gráfico do volume de vidro (V)/volume da bolha de vapor (v) em diferentes inclusões. Pontos brancos e pretos correspondem a proporções volumétricas de vapor / vidro em inclusões únicas, que aprisionam um magma homogêneo. Quadrados cinza indicam relações volumétricas de vapor / vidro em inclusões únicas que aprisionam fases imiscíveis. O aprisionamento homogêneo é sempre caracterizado por constantes volumes.....13
- Figura 8- Amostra de mão do feldspato alcalino-granito *hipersolvus* porfirítico (Amt-179).....15

- Figura 9- Malha de sondagem de detalhe do albita-granito e seu entorno, com destaque para a localização das amostras graníticas utilizadas neste trabalho: furo 300S/900W (albita-granito de núcleo) e PHR-179 (feldspato alcalino-granito *hipersolvus* porfirítico). ABGB: albita granito de borda; ABGN: albita granito de núcleo; FAGHP: feldspato alcalino granito *hipersolvus* porfirítico; RPK: granito rapakivi e BTG: biotita granito.....16
- Figura 10- Log de sondagem do furo 300S/900W; Amostra-2, fragmentos do furo de sondagem 300S/900W, na profundidade 48,92-49,63 m, referente à fácies albita-granito de núcleo. Amostra-11 na profundidade 126,60-129,06m.....17
- Figura 11- Equipamentos utilizados na etapa de moagem e britagem das amostras. Em (a) e (b) britadores de mandíbulas; em (c) o moinho de disco.....18
- Figura 12- Peneiras utilizadas na classificação dos cristais nas frações 1mm, 0,71mm, 0,5mm e 0,25mm.....19
- Figura 13- (a) forno mufla QUIMIS; (b) cadinho de porcelana utilizado para os ensaios de aquecimento; (c) o processo de resfriamento rápido; (d) dessecador para o processo de resfriamento natural.....20
- Figura 14- Em (a) imagem dos concentrados de quartzo selecionados para os ensaios de aquecimento no intervalo de 0,71mm-0,5mm; Em (b) cristais de quartzo após o ensaio de aquecimento de 6 horas a 800 °C.....21
- Figura 15- Em (a) os moldes utilizados para as seções com cristais de quartzo; Em (b) fita dupla face e lâmina de vidro utilizado para fixar o cristal; Em (c) molde com o cristal preenchido pelo epóxi e o endurecedor; Em (d) os molde já estão finalizados para a etapa de polimento.....22
- Figura 16- Em (a) amostra com cristais de quartzo encaixado em moldes de epóxi; Em (b) os moldes de epóxi encaixados no porta amostra da microssonda eletrônica.....26

Figura 17- Fotomicrografias com luz transmitida (A, C, G, I, L, N, P e R) e imagens de elétrons retroespalhados (B, D, F, H, J, K, M, O, Q e S) de inclusões silicáticas em cristais de quartzo da fácies albita-granito de núcleo, após aquecidas sob pressão atmosférica, a 800°C por 7 horas e *quenching*. (A-B; I-K) inclusões silicáticas compostas por uma fase glóbulo, uma pequena área caracterizando a fase vidro e uma grande bolha de contração (v: vapor). Nota: em (K) apenas a bolha de contração (v) e a fase vidro estão expostas. (C-D) Inclusões consistindo em pequena área da fase vidro e um glóbulo esférico. (E-F) Inclusões com uma grande área da fase vidro, glóbulo esférico, uma pequena bolha de contração e fase opaca. (G-H, P-Q, R-S) Inclusões que consistem na fase vidro e glóbulo esférico. Nota: em H e S os glóbulos esféricos estão parcialmente expostos. (L-M) Inclusões compostas por uma fase vidro e uma bolha de contração (v).
.....30

Figura 18- Fotomicrografias com luz transmitida (A, C, E e G) e imagens de elétrons retroespalhados (B, D, F e H) de inclusões silicáticas aprisionadas em cristais de quartzo da fácies feldspato alcalino-granito *hipersolvus* porfirítico, depois de reaquecidas sob pressão ambiente, a 800°C e 7 ou 8 horas e *quenching*. (A-B, E-F e G-H) inclusões silicáticas apresentando uma fase vidro e glóbulos esféricos. Nota: na imagem de elétrons retroespalhados (F) a fase glóbulo não está exposta. (C-D) inclusões consistindo de um glóbulo esférico, vidro silicático e uma pequena bolha de contração (v: vapor).....33

Figura 19- Dados geoquímicos de fases solida das inclusões silicáticas em cristais de quartzo das fácies Albita-granito de núcleo (ABGN) e Feldspato- Alcalino granito hipersolvus porfirítico (FAGHP): Em (A) diagrama F versus SiO₂ da fácies ABGN comparado com rocha total. Em (B) diagrama F versus SiO₂ da fácies.....42

Figura 20- Dados geoquímicos de fases solida das inclusões silicáticas em cristais de quartzo das fácies Albita-granito de núcleo (ABGN) e Feldspato-Alcalino granito hipersolvus porfirítico (FAGHP): Em (A) diagrama Na₂O versus F da fácies ABGN comparado com rocha total. Em (B) diagrama Na₂O versus F da fácies FAGHP.....42

- Figura 21- Dados geoquímicos de fases solidas das inclusões silicáticas em cristais de quartzo das fácies Albita-granito de núcleo (ABGN) e Feldspato-Alcalino granito hipersolvus porfirítico (FAGHP): Em (A) diagrama K_2O versus F da fácies ABGN comparado com rocha total. Em (B) diagrama K_2O versus F da fácies FAGHP.....43
- Figura 22 - Dados geoquímicos de fases solidas das inclusões silicáticas em cristais de quartzo das fácies Albita-granito de núcleo (ABGN) e Feldspato-Alcalinogranito hipersolvus porfirítico (FAGHP): Em (A) diagrama Al_2O_3 versus F da fácies ABGN comparado com rocha total. Em (B) diagrama Al_2O_3 versus F da fácies FAGHP.....43
- Figura 23- Dados geoquímicos de fases solidas das inclusões silicáticas em cristais de quartzo da fácies Albita-granito de núcleo (ABGN) Feldspato-Alcalino granito hipersolvus porfirítico (FAGHP). Em (A) diagrama Na_2O versus Al_2O_3 da fácies ABGN comparado com rocha total. Em (B) diagrama Na_2O versus Al_2O_3 da fácies FAGHP comparado com rocha total.....44
- Figura 24- Dados geoquímicos de fases solidas das inclusões silicáticas em cristais de quartzo da fácies Albita-granito de núcleo (ABGN) Feldspato-Alcalino granito hipersolvus porfirítico (FAGHP). Em (A) diagrama A/CNK (MOL) versus F da fácies ABGN comparado com rocha total. Em (B) diagrama A/CNK (MOL) versus F da fácies FAGHP.....44
- Figura 25- Dados geoquímicos de fases solidas das inclusões silicáticas em cristais de quartzo da fácies Albita-granito de núcleo (ABGN) Feldspato-Alcalino granito hipersolvus porfirítico (FAGHP). Em (A) diagrama Sn (ppm) versus F da fácies ABGN comparado com rocha total. Em (B) diagrama Sn (ppm) versus F da fácies FAGHP.....45
- Figura 26- Dados geoquímicos de fases solidas das inclusões silicáticas em cristais de quartzo da fácies Albita-granito de núcleo (ABGN) Feldspato-Alcalino granito hipersolvus porfirítico (FAGHP). Em (A) diagrama A/NK (MOL) versus A/CNK (MOL) da fácies ABGN comparado com rocha total. Em (B) diagrama A/NK (MOL) versus A/CNK (MOL) da fácies.....4

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Modelos de lixas utilizadas no desbaste do cristal hospedeiro até a exposição.....	24
Tabela 2- Os elementos analisados com os seus respectivos cristais analisadores e padrões utilizados.....	27
Tabela 3- Análises químicas por microsonda eletrônica em inclusões silicáticas presentes em cristais de quartzo da fácies albita-granito de núcleo (ABGN) e feldspato-alcálico granito <i>hipersolvus</i> porfirítico (FAGHP). Em algumas inclusões, foram realizadas análises em vários pontos. ⁺ Análises realizadas na fase vidro. [*] Análises realizadas na fase glóbulo esférico. Total corrigido para F e Cl.....	35
Tabela 4- Composições químicas médias das inclusões silicáticas analisadas em cristais de quartzo das fácies ABGN e FAGHP e respectivos valores em rocha total. Os valores de Sn e S estão em partes por milhão (ppm).....	39

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS	iv
RESUMO	v
ABSTRACT	vii
LISTA DE ILUSTRAÇÕES	ix
LISTA DE TABELAS	xiii
CAPÍTULO 1	1
1 INTRODUÇÃO	1
1.1 APRESENTAÇÃO	1
1.2 APRESENTAÇÃO DO PROBLEMA E JUSTIFICATIVA DA PESQUISA	2
1.3 LOCALIZAÇÃO E ACESSO À MINA PITINGA	3
1.4 OBJETIVOS	4
1.5 CONTEXTO GEOLÓGICO REGIONAL DA MINA PITINGA	5
1.5.1 Geologia dos Plútons Madeira e Água Boa	7
1.6 REFERENCIAL TEÓRICO SOBRE OS ESTUDOS DE INCLUSÕES SILICÁTICAS	9
1.6.1 Características gerais das inclusões silicáticas	9
1.6.2 Evolução das inclusões silicáticas após o aprisionamento	11
CAPÍTULO 2 METODOLOGIA	14
2.1 INTRODUÇÃO	14
2.3 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA A SELEÇÃO DOS CRISTAIS DE QUARTZO	17
2.3.1 Procedimento de britagem e moagem	17
2.3.2 Separação granulométrica e classificação	18
2.4 ENSAIOS DE AQUECIMENTO E REHOMOGENEIZAÇÃO DAS INCLUSÕES SILICÁTICAS	19
2.5 ANÁLISE DE CRISTAIS PÓS-AQUECIMENTO E SELEÇÃO DE CRISTAIS COM INCLUSÕES SILICÁTICAS REAQUECIDAS	21
2.6 MONTAGEM E POLIMENTO DE CRISTAIS COM INCLUSÕES SILICÁTICAS	22
2.7 TÉCNICAS ANALÍTICAS	24
2.7.1 Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)	25
2.7.2 Microsonda eletrônica	25
CAPÍTULO 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES	28

3.1 INTRODUÇÃO.....	28
3.2 PETROGRAFIA E ANÁLISES DAS INCLUSÕES SILICÁTICAS POR MICROSSONDA ELETRÔNICA.....	28
3.2.1 Descrição petrográfica das inclusões silicáticas após o aquecimento e quenching	28
3.2.2 Análises químicas por microsonda eletrônica	34
<i>3.2.2.1 Análise de fases sólidas nas inclusões silicáticas</i>	<i>39</i>
3.3 CONCLUSÕES.....	46
3.3.1 Evidências de imiscibilidade em inclusões silicáticas	47
4 CONCLUSÕES.....	49
REFERÊNCIAS.....	50

CAPÍTULO 1

1 INTRODUÇÃO

1.1 APRESENTAÇÃO

A presente dissertação trata do estudo de inclusões silicáticas (*Melt inclusions*-MI) aprisionadas em cristais de quartzo dos granitos hospedeiros do depósito de estanho Madeira da mina Pitinga (AM). A ênfase do trabalho está no desenvolvimento de uma metodologia básica para o estudo de inclusões silicáticas hospedadas em cristais de quartzo de rochas magmáticas, e sua implantação no Laboratório de Inclusões Fluidas do IG/UFPA.

O estudo de inclusões silicáticas, dentre outros aspectos, fornece subsídios para uma melhor compreensão tanto dos processos magmáticos quanto do seu papel na formação de depósitos minerais associados (Bodnar & Student 2006). Além disso, essas inclusões fornecem uma possibilidade singular na reconstrução da composição química de um magma em um estágio específico de sua evolução (Frezzotti 2001). Apesar do incremento dos estudos de inclusões silicáticas nas últimas três décadas, ainda existe uma escassez de estudos dessas inclusões em rochas plutônicas, devido a dificuldades como: tamanho muito reduzido das inclusões, quando comparadas àquelas hospedadas em minerais de rochas vulcânicas, e longo tempo de resfriamento das rochas plutônicas, o que pode gerar, eventualmente, cristalização ou modificações consideráveis em sua composição química após o seu aprisionamento.

A aplicação das inclusões silicáticas em estudos petrogenéticos e metalogenéticos é pouco difundida no Brasil, ou por ausência de laboratórios com equipamentos adequados para esse tipo de estudo, ou até pela inexistência de grupos de pesquisa interessados nessa abordagem. Atualmente, o único laboratório brasileiro com capacidade para realizar esse tipo de análise, mesmo que de forma parcial, é o Laboratório de Inclusões Fluidas e Metalogênese (LIFM) do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN), divisão de pesquisa da Comissão Nacional de Energia Nuclear (CNEN), situado em Belo Horizonte (MG).

Dessa forma, a presente dissertação contribui com o desenvolvimento de algumas técnicas de preparação de cristais de quartzo de rochas graníticas para estudos de inclusões silicáticas, e sua implantação no Laboratório de Inclusões Fluidas do IG/UFPA

1.2 APRESENTAÇÃO DO PROBLEMA E JUSTIFICATIVA DA PESQUISA

O depósito Madeira está hospedado em um albita-granito pertencente ao plúton Madeira, na mina Pitinga (AM), e é composto por corpos de minério magmático contendo uma associação de Sn, Nb, Ta, F, U, Zr e Th (Costi *et al.* 2009, Bastos Neto *et al.* 2009). O albita-granito de Pitinga é considerado um raro exemplo mundial de um depósito estanífero econômico, formado a partir de um magma granítico evoluído peralcalino, como já postulado por Pollard (1995).

O albita-granito é composto de uma fácies de núcleo, peralcalina, rica em criolita (Na_3AlF_6), e uma fácies de borda, peraluminosa a metaluminosa, oxidada, contendo fluorita, gerada por autometassomatismo da fácies de núcleo. Além disso, o albita-granito é considerado comagmático com um feldspato alcalino-granito *hipersolvus* porfirítico, de características metaluminosa a peralcalina (Costi 2000, Costi *et al.* 2009), sendo essas duas fácies os eventos intrusivos mais tardios do plúton Madeira.

Recentemente (Borges *et al.* 2016, Borges *et al.* submetido), foram desenvolvidos estudos pioneiros no CDTN em Belo Horizonte (MG), com amostras de granitos estaníferos da mina Pitinga (AM), através de ensaios microtermométricos de alta temperatura e análises químicas de elementos-traço por LA-ICP-MS, em inclusões silicáticas hospedadas em fenocristais de quartzo desses granitos. No entanto, os ensaios foram realizados em fragmentos de lâminas bipolidas das rochas, o que inviabilizou a análise química de elementos maiores por microsonda eletrônica, uma vez que as inclusões encontravam-se muito profundas nos cristais de quartzo, e qualquer tentativa de polimento para expor as inclusões inutilizaria as amostras.

Com base nesse cenário, a presente dissertação teve como objetivo desenvolver uma metodologia para a preparação de separados de cristais de quartzo para análises químicas de inclusões silicáticas, por microsonda eletrônica, e obtenção das concentrações de elementos maiores e menores, em amostras dos granitos do plúton Madeira, complementando, assim, os dados obtidos anteriormente nos laboratórios do CDTN.

1.3 LOCALIZAÇÃO E ACESSO À MINA PITINGA

A Província Estanífera de Pitinga está localizada na porção norte do Estado do Amazonas, perto da fronteira com o Estado de Roraima. Está situada no município de Presidente Figueiredo, distando 325 km de Manaus. O acesso à região é feito a partir de Manaus, pela rodovia BR-174 (Manaus – Boa Vista), até o Km 259, a partir do qual se segue para leste 42 km até o início da área de domínio da Mineração Taboca S.A.

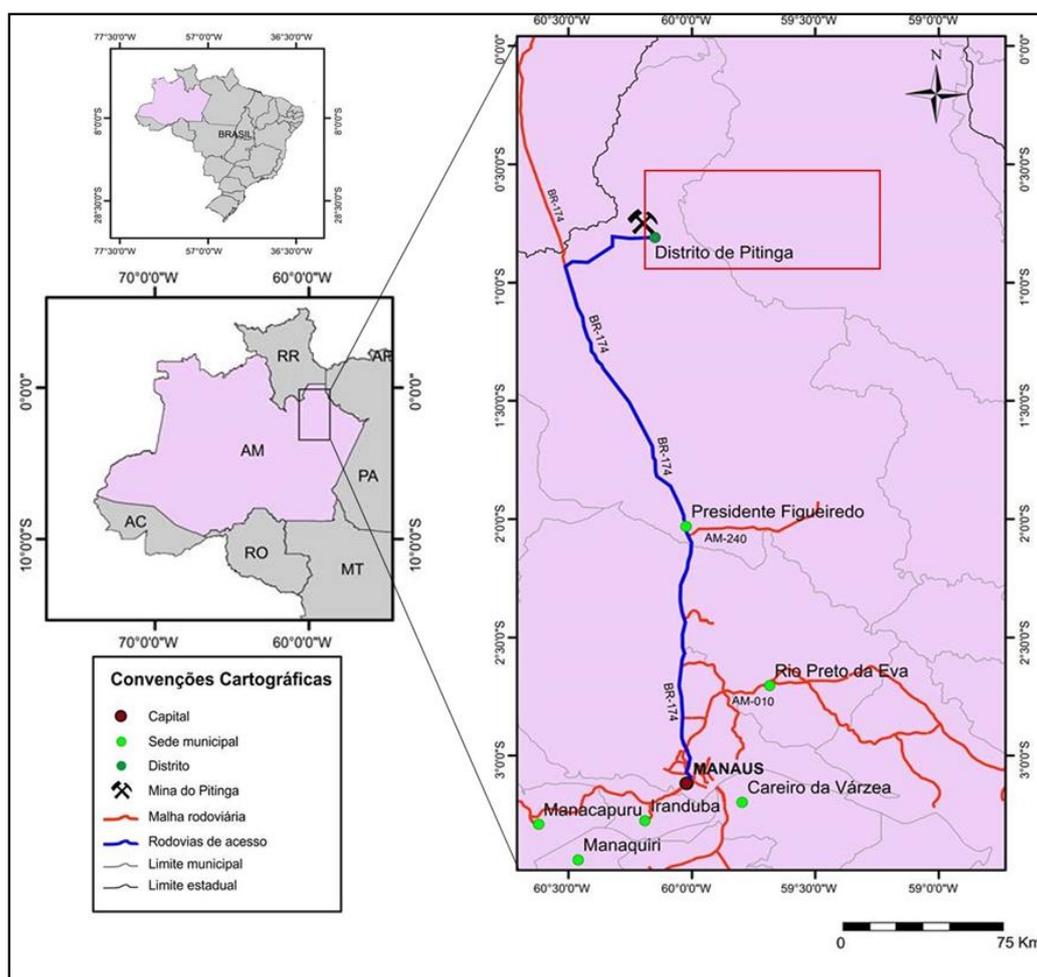


Figura 1- Mapa de localização da Província Pitinga. Fonte: Silva (2016).

1.4 OBJETIVOS

O objetivo geral do trabalho foi desenvolver uma metodologia de rotina para o estudo de inclusões silicáticas em cristais de quartzo de rochas magmáticas e sua implantação no Laboratório de Inclusões Fluidas do IG/UFPA.

Para o pleno desenvolvimento da pesquisa, foram definidos os seguintes objetivos específicos:

1. Realizar os procedimentos básicos iniciais de britagem e moagem de amostras dos granitos, e separação de diferentes frações granulométricas;
2. Definir, para os experimentos de aquecimento e homogeneização das inclusões silicáticas, a melhor configuração de fração granulométrica, temperatura e tempo de duração do experimento;
3. Caracterizar e selecionar as inclusões silicáticas mais apropriadas em cristais de quartzo das fácies granito *hipersolvus* e albita-granito;
4. Desenvolver uma técnica de montagem e polimento dos cristais individuais de quartzo nos *mounts* apropriados para análise química em microsonda eletrônica;
5. Obter a composição química (elementos maiores e menores) das inclusões silicáticas por meio de análises por microsonda eletrônica.

1.5 CONTEXTO GEOLÓGICO REGIONAL DA MINA PITINGA

A Província Pitinga está situada na parte sul dos Escudo das Guianas (Gibbs & Barron 1983, Almeida *et al.* 2000), e insere-se na Província Tapajós-Parima (2,03-1,88 Ga) (Fig. 2), conforme Santos *et al.* (2000).

O conhecimento geológico regional de Pitinga foi gerado a partir das décadas de 1970 e 1980. Durante o programa de mapeamento básico efetuado pela CPRM em 1974 foram descobertas as primeiras mineralizações de estanho perto do rio Pitinga (Veiga Jr. *et al.* 1979). Posteriormente à descoberta, trabalhos foram desenvolvidos nessa área, e em 1982 eram reconhecidas reservas aluvionares, formadas ao longo das drenagens existentes no entorno dos plútons graníticos Madeira e Água Boa, de onde o minério de estanho era explotado. Desde 1985, a Mineração Taboca S.A. concentra suas operações de lavra no albíta-granito do plúton Madeira, cuja cobertura saprolítica mineralizada já foi toda extraída, e atualmente opera na rocha não intemperizada.

A unidade estratigráfica mais antiga dessa região corresponde às rochas da Suíte Intrusiva Água Branca (Fig. 3) formada por uma série de granitoides cálcico-alcálicos, metaluminosos a peraluminosos (Ferron *et al.* 2006), com idades entre 1,89-1,90 Ga (Almeida 2006, Valério 2006). Em contato com esta suíte, têm-se as rochas vulcânicas do Grupo Iricoumé com idade de 1,88 Ga (Costi *et al.* 2000, Ferron 2006). As rochas dessa associação vulcânica são intrudidas por diversos corpos graníticos relacionados (granitos Simão, Rastro, Bom Futuro, Alto Pitinga e Pedreira), que forneceram idades Pb-Pb em zircão similares às das rochas do Grupo Iricoumé, sendo assim interpretadas como equivalentes plutônicos dessas rochas e agrupados sob a denominação de Suíte Mapuera, pertencentes ao Supergrupo Uatumã (Ferron 2006, Ferron *et al.* 2006). Dados geocronológicos obtidos nos granitos Madeira, Água Boa e Europa, que compõem a Suíte Madeira mostraram que elas são significativamente mais jovens do que as rochas vulcânicas circundantes, com idades em torno de 1,83-1,82 Ga (Costi *et al.* 2000, Bastos Neto *et al.* 2014). Este grupo de rochas é sobreposto, na sucessão estratigráfica, pela Formação Urupi, composta por rochas sedimentares clásticas intercaladas com rochas piroclásticas, pela Formação Quarenta Ilhas, constituída por intrusões basálticas toleíticas e pela Formação Seringa, composta por intrusões e derrames básicos alcalinos (Ferron *et al.* 2006). A sucessão litológica é completada por coberturas bauxítico-lateríticas terciárias e depósitos aluvionares quaternários (Ferron *et al.* 2006).

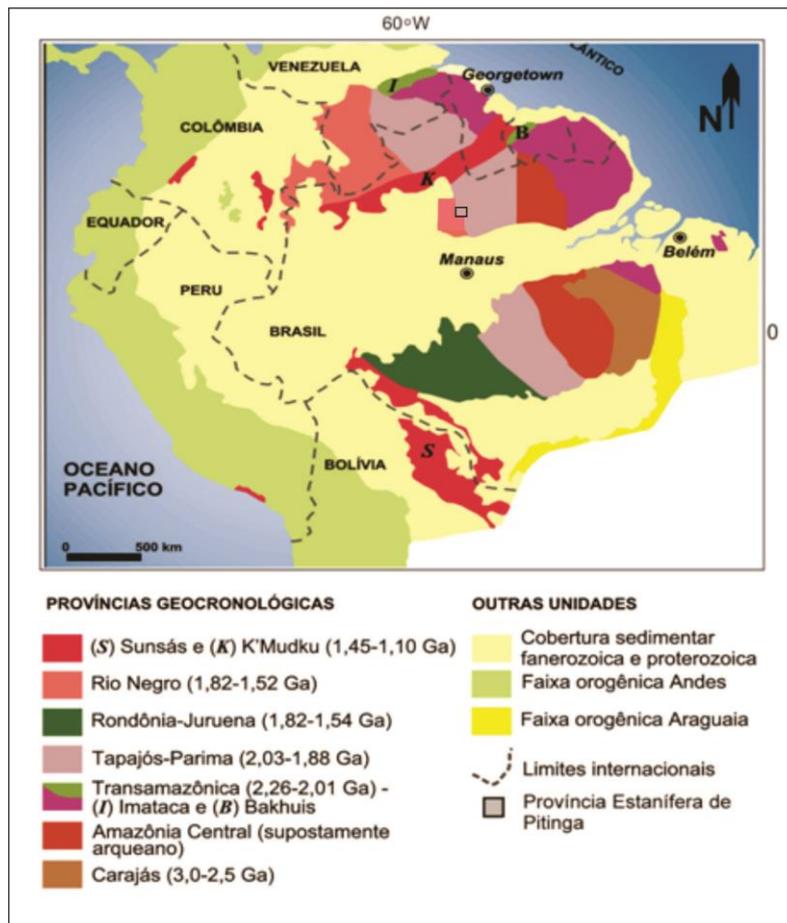


Figura 2- Modelo de configuração geológica e tectônica do Cráton Amazônico. Fonte: Santos *et al.* (2000). Modificado de Ferron (2006).

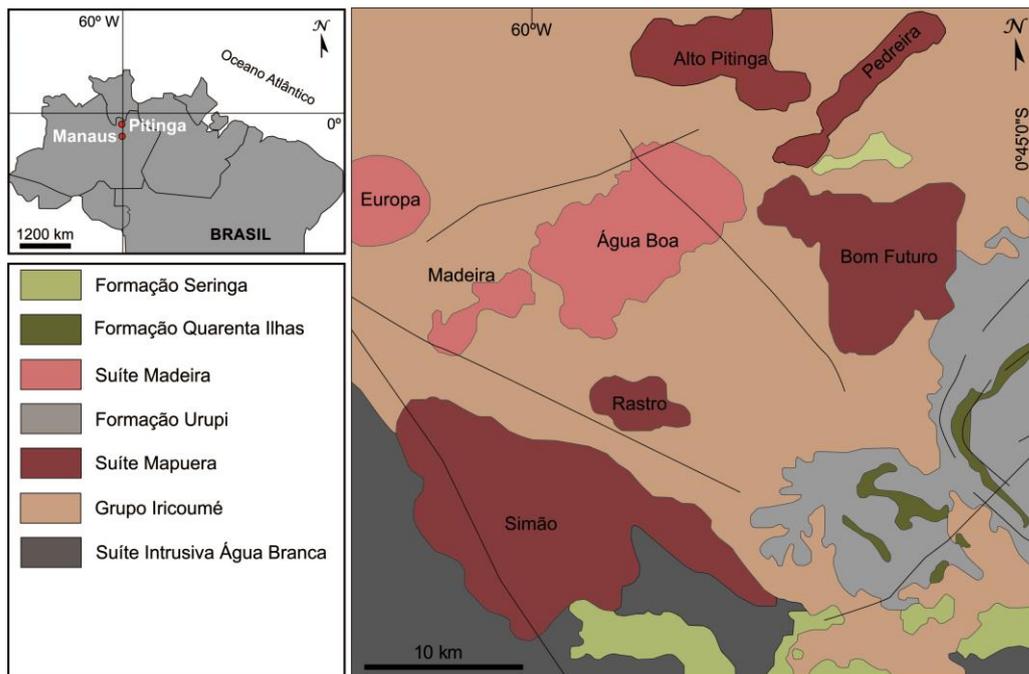


Figura 3- Mapa geológico regional da Província Estanífera de Pitinga. Fonte: Modificado de Ferron *et al.* (2006).

1.5.1 Geologia dos plútons Madeira e Água Boa

Os depósitos minerais polimetálicos da mina Pitinga estão hospedados em dois plútons graníticos altamente fracionados, tipo-A, denominados Madeira (Costi 2000, Minuzzi 2005) e Água Boa (Lenharo 1998) (Fig. 4). Os corpos mineralizados a cassiterita magmática, criolita, pirocloro, columbita e zircão estão associados à fácies albíta-granito do plúton Madeira (Costi *et al.* 2005, Costi *et al.* 2009, Bastos Neto *et al.* 2005, 2009) enquanto que os depósitos estaníferos hidrotermais estão hospedados em greisens (Borges 2002, Borges *et al.* 2003, Borges *et al.* 2009, 2014, Feio *et al.* 2007) e epissienitos sódicos (Costi *et al.* 2002) associados ao plúton Água Boa, além de epissienitos potássicos hospedados no albíta-granito do plúton Madeira (Souza 2012).

Os estudos de inclusões silicáticas se concentraram nos granitos estaníferos do plúton Madeira que compreende uma área irregular de 60 km², possui forma elíptica e foi dividido por Costi (2000) em quatro fácies: 1) a fácies anfibólio-biotita-sienogranito, a mais precoce, é metaluminosa, equigranular a porfirítica, constituída por feldspato alcalino pertítico, quartzo, plagioclásio, biotita e hornblenda, e os acessórios zircão, fluorita e opacos; 2) a fácies biotita-feldspato alcalino-granito é metaluminosa a peraluminosa, equigranular, localmente porfirítica, composta por feldspato alcalino

perítico e quartzo, com plagioclásio em proporções reduzidas a nulas, a única fase varietal é a biotita e os minerais acessórios são fluorita, zircão, opacos e topázio; 3) a fácies feldspato alcalino-granito *hipersolvus* porfirítico é composta por feldspato potássico perítico e quartzo sendo a biotita o mineral varietal e os acessórios fluorita, zircão e opacos; 4) a fácies mais tardia, o albita-granito, subdividida por Horbe *et al.* (1985) e Teixeira *et al.* (1992) nas subfácies albita-granito de núcleo (ABGN) e albita-granito de borda (ABGB).

O plúton Água Boa apresenta forma aproximadamente elíptica, alongada segundo a direção NE-SW e é intrusivo em rochas vulcânicas e piroclásticas do Grupo Iricoumé. As suas rochas variam de metaluminosas a peraluminosas (Horbe *et al.* 1991, Lenharo 1998), plotando no campo dos granitos tipo-A (Whalen *et al.* 1987) e no de granitos intraplaca (Costi *et al.* 2005).

É composto por quatro fácies petrográficas (Daoud 1988, Lenharo 1998). A mais precoce é um hornblenda-biotita-granito, denominado genericamente de granito rapakivi. Esta fácies é seguida sucessivamente por um biotita-granito porfirítico fino, um biotita-granito de granulação média a grossa, e finalmente por um topázio-granito porfirítico.

As mineralizações estaníferas hidrotermais no plúton Água Boa estão associadas com greisens (Daoud 1988, Borges 1997) e epissienitos sódicos (Costi *et al.* 2002) nos seguintes estilos: (1) veios de quartzo-greisens com cassiterita, alojados ao longo de fraturas que cortam o biotita-feldspato alcalino-granito (Daoud & Antonieto Jr. 1985); (2) siderofilita-topázio-greisens, fluorita-fengita-greisens e clorita-fengita-greisens, encaixados na fácies anfibólio-biotita-granito (Borges 2002); (3) em corpos lenticulares de epissienitos sódicos ricos em Sn, formados pela alteração metassomática da fácies biotita-granito (Costi *et al.* 2002); (4) em topázio-siderofilita-greisens e leucogranito pegmatítico, associados ao topázio-granito (Feio 2007, Feio *et al.* 2007).

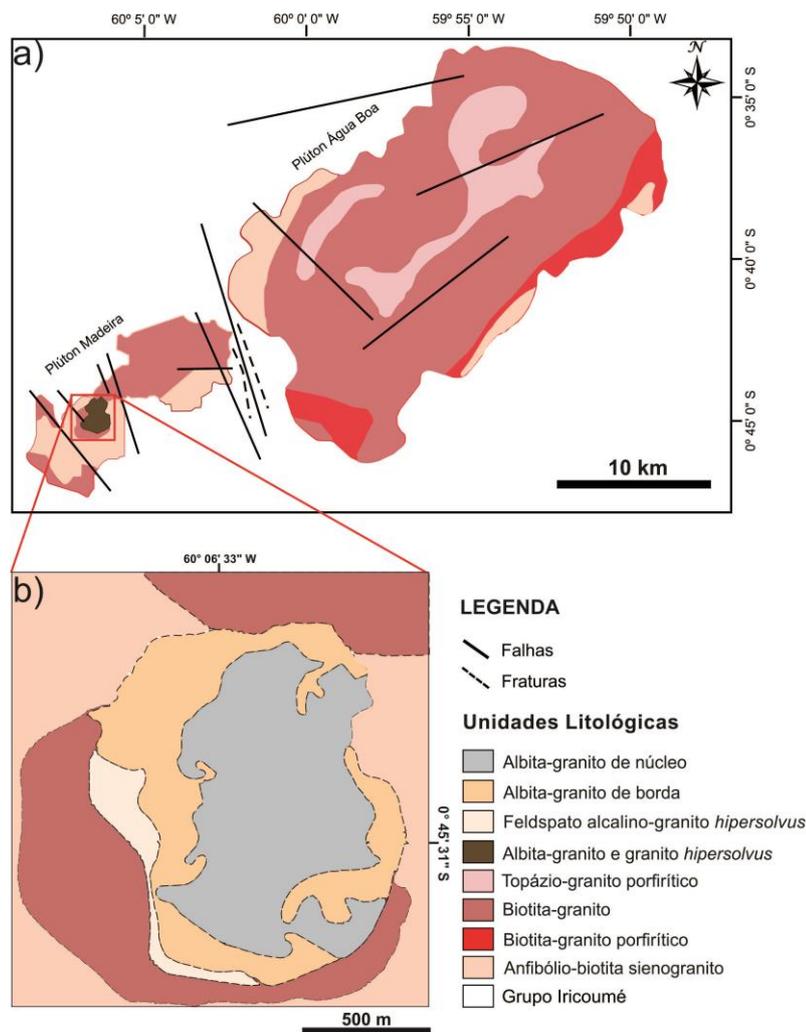


Figura 4- (a) Mapa geológico dos graníticos estaníferos da mina Pitinga e (b) Detalhe do albita-granito Madeira e suas subfácies. Modificado de Costi (2000).

1.6 REFERENCIAL TEÓRICO SOBRE OS ESTUDOS DE INCLUSÕES SILICÁTICAS

1.6.1 Características gerais das inclusões silicáticas

Sorby (1858) foi o primeiro a detalhar as inclusões silicáticas (*Melt inclusions-MI*) em seu artigo clássico sobre inclusões silicáticas e fluidas (Fig. 5a). Sorby referiu-se às MI contendo vidro (\pm uma bolha de vapor) como cavidades em vidro. Aquelas em que as MI estão cristalizadas ele referiu-se como “*stone cavities*”. Essas inclusões são pequenas gotas de líquido silicático aprisionadas em diferentes minerais magmáticos durante seu crescimento (Sorby 1858, Roedder 1979, 1984, Lowenstern 1995, Frezzotti 2001). Durante o seu estudo, assume-se que essas inclusões se comportam como sistemas fechados após a sua formação; isto é, após o aprisionamento do líquido

silicático na microcavidade, esses microssistemas fecharam e evoluíram independentemente do mineral hospedeiro e do magma circundante.

Uma das maiores dificuldades no estudo de *melt inclusions* em rochas plutônicas é a sua identificação. Segundo Frezzotti (2001), a identificação de inclusões silicáticas em rochas plutônicas requer investigações específicas, uma vez que sua evolução após o aprisionamento resulta em cristalização total ou parcial. Consequentemente, essas inclusões apresentam-se escuras ou opacas e com um típico aspecto granular (Fig. 5b).

Em sua maioria, as inclusões silicáticas são primárias, uma vez que são aprisionadas durante o crescimento dos cristais hospedeiros, sendo classificadas como cogenéticas. Essas inclusões são formadas sob uma série de condições relacionadas com irregularidades no crescimento dos cristais devido a processos como estagnação, *undercooling*, *kinking*, e também por imiscibilidade da fase fluida (Roedder 1984, Frezzotti 2001). E as inclusões secundárias estão localizadas em fraturas cortando todas as zonas de crescimento e outros limites, como os planos de clivagem do cristal. Uma característica das inclusões secundárias é a ausência de relação direta entre a inclusão silicática e o processo de crescimento do cristal hospedeiro (Schiano 2003).

Sobolev & Kostyuk (1975) também definiram e classificaram as MI como zonais e azonais: (1) inclusões silicáticas zonais definem uma zona de crescimento no cristal hospedeiro. Essas MI são comuns em alguns minerais, como nefelina, plagioclásio (Halter *et al.* 2004b) e piroxênio (Yang & Scott 2002, Rapien *et al.* 2003), mas são menos comuns em outros minerais como olivina (Anderson 1974) e zircão (Thomas *et al.* 2002); (2) Inclusões azonais são isoladas ou aleatoriamente distribuídas e não podem ser associadas a uma característica específica de crescimento. Tais inclusões isoladas são geralmente consideradas como primárias se nenhuma evidência de fratura ou dissolução mineral for observada. Alguns minerais, como o quartzo (Anderson *et al.* 2000, Halter *et al.* 2004a), comumente contêm MIs tanto zonais quanto azonais (Anderson *et al.* 2000, Halter *et al.* 2004a). Student & Bodnar (2004) notaram que as inclusões zonais tendem a ser menores que as azonais nos cristais.

Independente do ambiente ígneo que representam, inclusões silicáticas são propensas a problemas que podem modificar sua composição química e torná-las não representativas da composição da rocha total; portanto, se faz necessário avaliar a qualidade dos conjuntos de dados antes de serem usados para interpretar processos

magmáticos. Segundo Webster & Thomas (2006), as inclusões são cristalizadas e/ou vítreas. Outras importantes variáveis no estudo de inclusões silicáticas são: (1) crepitação da inclusão e (2) perda ou ganho de H₂O e outros constituintes por difusão através do fenocristal hospedeiro após aprisionamento. Os tratamentos recomendados para estas questões foram abordados por De Vivo & Frezzotti (1994), Lowenstern (1995, 2003), Lu *et al.* (1992), Nielsen *et al.* (1998), Frezzotti (2001), Danyushevsky *et al.* (2002), Anderson (2003).

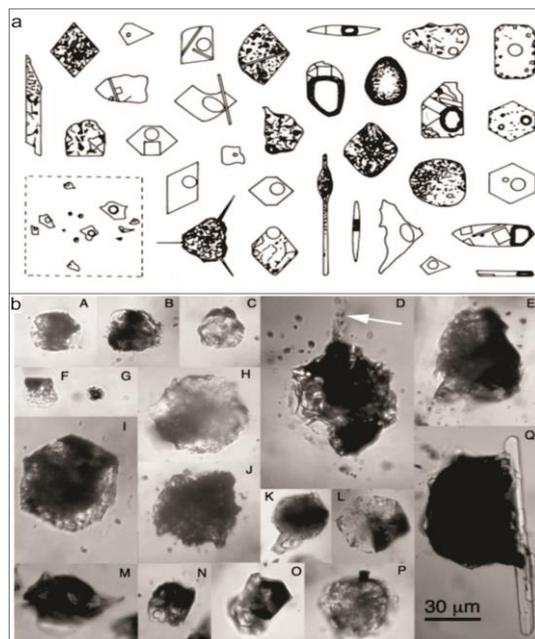


Figura 5- Em (a) representação das inclusões silicáticas em rochas plutônicas, desenhadas por Sorby (1858). Em (b) exemplos de inclusões silicáticas em fenocristais de quartzo do granodiorito do depósito de cobre-pórfiro Tyrone, Novo México. Fonte: (Student & Bodnar 2004).

1.6.2 Evolução das inclusões silicáticas após o aprisionamento

Depois de um pequeno volume de “magma” ter ficado aprisionado no cristal hospedeiro, ele se torna isolado do magma circundante e de outras fases presentes com as quais estava em equilíbrio antes do aprisionamento. No processo de resfriamento a partir de temperaturas magmáticas, diversas alterações podem ocorrer na inclusão, incluindo a cristalização de novos minerais, a desvitrificação e a separação de fases fluidas imiscíveis, o que induz várias mudanças que podem alterar a composição da fusão aprisionada (Schiano 2003).

O processo de cristalização ocorre quando novos minerais são formados a partir do líquido magmático aprisionado na inclusão silicática. Comumente, a cristalização de uma inclusão começa com a precipitação do mineral hospedeiro na parede de inclusão. Essa precipitação heterogênea não deve exceder o valor de 15% antes que o material fundido aprisionado fique saturado em relação à fase hospedeira e a cristalização pare. Se outras fases cristalinas começarem a se formar, a cristalização de toda a inclusão pode ocorrer (Lowenstern 1995), o que, geralmente, ocorre com as inclusões em rochas plutônicas. Já a desvitrificação resulta do rearranjo parcial do vidro para formar micrólitos. O grau de evolução das inclusões silicáticas depende do tamanho da inclusão e do tempo de resfriamento (Fig. 6). Nas lavas com resfriamento rápido, as inclusões não se desvitrificam ou tornam-se finamente cristalinas (Frezzotti 2001).

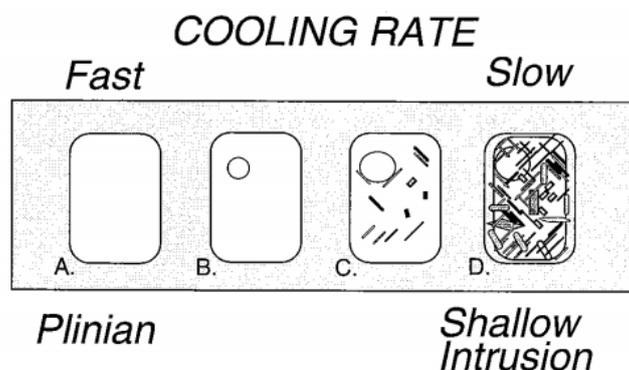


Figura 6- Diagrama esquemático de quatro inclusões silicáticas que passaram por diferentes taxas de resfriamento. Em (A) durante o resfriamento rápido, nem cristais nem uma bolha de vapor são nucleados; Em (B) a bolha de vapor pode nuclear durante o resfriamento relativamente menos rápido; Em (C) Difusão durante o resfriamento lento permite a nucleação da bolha e a cristalização parcial da inclusão; e em (D) o resfriamento muito lento permite a cristalização total da inclusão. Fonte: Lowenstern (1995).

As inclusões silicáticas também apresentam uma notável variedade de fenômenos de imiscibilidade (Roedder 1992): silicato-silicato, silicato-sulfeto (ou outras fases), silicato-carbonato e silicato-fluidos carbonáticos. Esse processo de imiscibilidade é conduzido pela diferença nos coeficientes de expansão térmica entre a fase hospedeira e a inclusão silicática, o que leva à separação de fases fluidas imiscíveis (Schiano 2003). A evidência morfológica da imiscibilidade é um glóbulo de uma fase dentro de outro glóbulo de composição contrastante (Frezzotti 2001).

Segundo Frezzotti (2001), o processo de imiscibilidade pode ocorrer de duas maneiras: (1) de forma heterogênea; (2) de forma homogênea. No primeiro caso, duas ou mais fases coexistem em torno de cristais em processo de formação, ou seja, duas ou

mais fases coexistiram antes da formação da inclusão silicática (imiscibilidade magmática). As inclusões têm proporções extremamente variáveis entre a fase 1 e a fase 2 (Fig. 7), e a presença de inclusões contendo apenas uma das duas fases deve ser esperada. Se a inclusão foi aprisionada quando os processos de imiscibilidade estavam em um estágio inicial, uma única inclusão pode conter várias (até dez) gotas de uma fase dentro da outra. No segundo caso, o processo de desmistura nas inclusões ocorre após a formação das mesmas. A inclusão silicática foi aprisionada como uma única fase homogênea e o processo de imiscibilidade ocorreu dentro da própria inclusão silicática. A imiscibilidade após o aprisionamento sempre resultará em proporções constantes das várias fases presentes nas inclusões. Uma vez que esses processos dependem apenas da evolução pós-aprisionamento das inclusões em um sistema fechado, eles podem estar totalmente desvinculados da evolução do magma que os envolve.

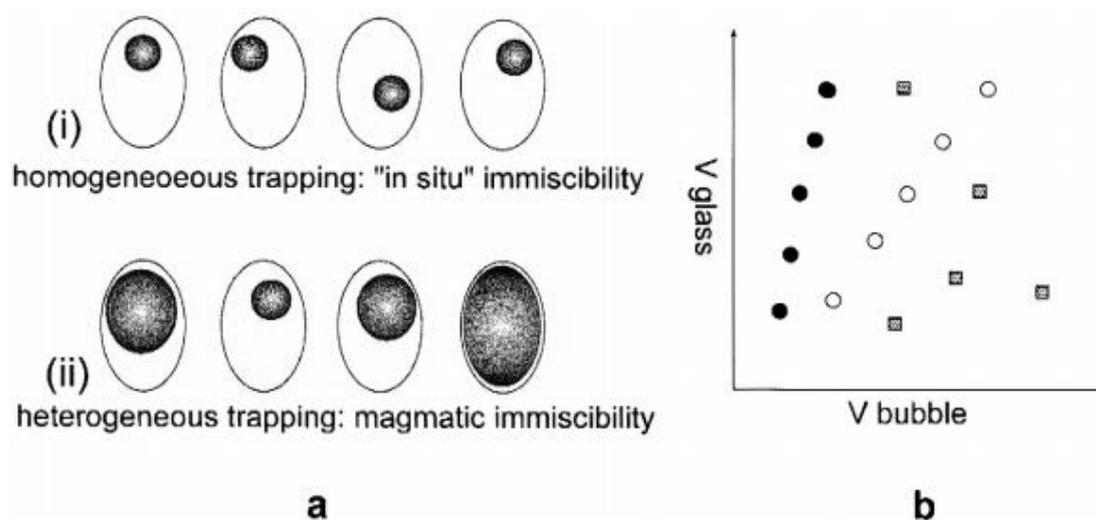


Figura 7- Desenho esquemático representando a imiscibilidade magmática registrada por inclusões silicáticas. Em (a) Dimensões diferentes de bolhas, de acordo com o tempo entre a formação da inclusão e os processos de imiscibilidade. i e ii Magmas saturados: aprisionamento homogêneo vs. heterogêneo. Em (b) o gráfico do volume de vidro (V)/volume da bolha de vapor (v) em diferentes inclusões. Pontos brancos e pretos correspondem a proporções volumétricas de vapor/vidro em inclusões únicas, que aprisionam um magma homogêneo. Quadrados cinza indicam relações volumétricas de vapor/vidro em inclusões únicas que aprisionam fases imiscíveis. O aprisionamento homogêneo é sempre caracterizado por volumes constantes. Fonte: Frezzotti (2001).

CAPÍTULO 2 METODOLOGIA

2.1 INTRODUÇÃO

Para a obtenção de cristais de quartzo individualizados, visando o estudo das inclusões silicáticas, foram necessárias várias etapas, desde a britagem e moagem das amostras de granitos, passando pela etapa da montagem de cristais individuais em resina epóxi, até a realização das análises químicas das inclusões silicáticas por microsonda eletrônica.

2.2 DESCRIÇÃO MACROSCÓPICA DAS AMOSTRAS E SUA LOCALIZAÇÃO

As amostras selecionadas correspondem ao albita-granito e ao feldspato alcalino-granito *hipersolvus* porfirítico (Borges *et al.* 2016, Borges *et al.* submetido). A localização geográfica das amostras representando as duas fácies graníticas esta apresentada na Fig. 8.

A amostra PHR-179, representativa da fácies feldspato alcalino-granito *hipersolvus* porfirítico, foi coletada em um afloramento de corte de estrada, de coordenadas 217S/1240 W (0°45'26"S/60°06'44"W) (Fig. 8). O feldspato alcalino granito *hipersolvus* porfirítico (FAGHP) é uma rocha de cor cinza a cinza rosado, aspecto maciço e textura porfirítica. Os fenocristais são compostos de quartzo e feldspato potássico, imersos em uma matriz de granulação fina a média, constituída por feldspato potássico e quartzo (Fig. 9).

Da fácies albita-granito, foram utilizadas as amostras AMT-2 (48,92-49,63 metros) e AMT-11 (126,60-129,06 metros) selecionadas no furo de sondagem 300S/900 W (Fig. 10). O albita-granito é uma rocha inequigranular com granulação fina a média, coloração cinza e pontuações pretas de minerais máficos (Fig. 10).

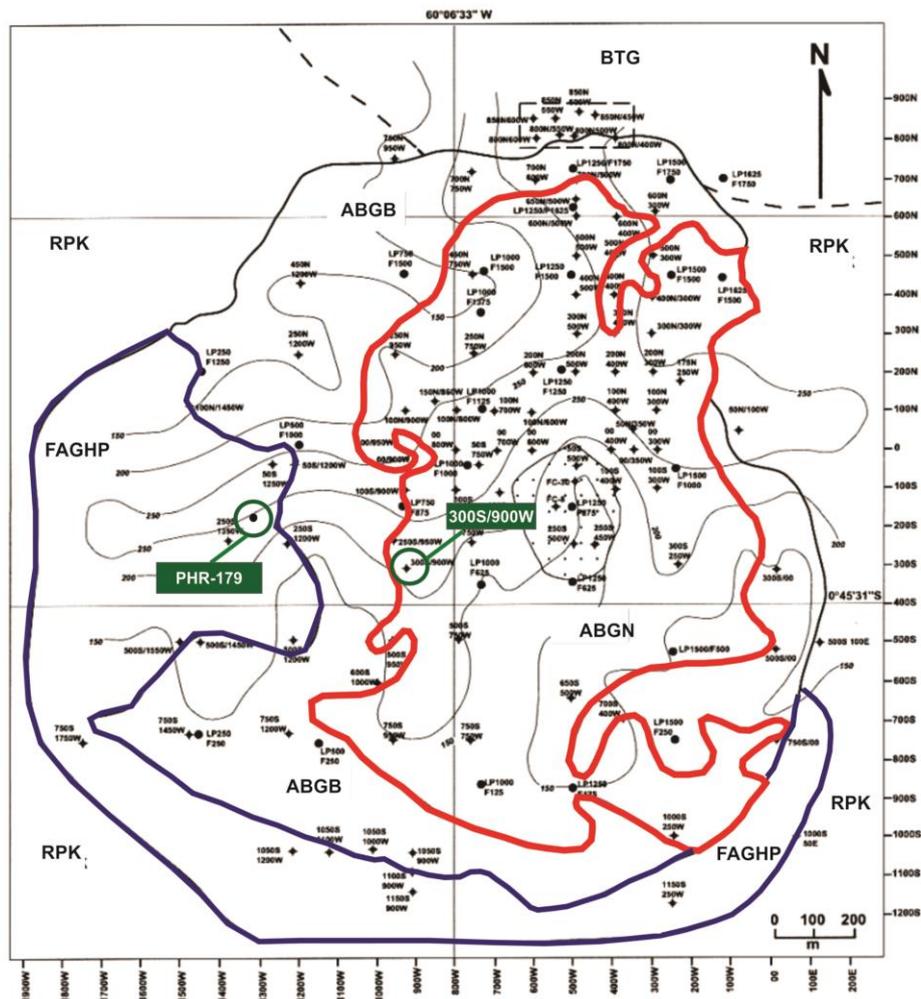


Figura 8- Malha de sondagem de detalhe do albita-granito e seu entorno, com destaque para a localização das amostras graníticas utilizadas neste trabalho: furo 300S/900W (albita-granito de núcleo) e PHR-179 (feldspato alcalino-granito *hipersolvus* porfirítico). ABGB: albita granito de borda; ABGN: albita granito de núcleo; FAGHP: feldspato alcalino granito *hipersolvus* porfirítico; RPK: granito rapakivi e BTG: biotita granito.



Figura 9- Amostra de mão do feldspato alcalino-granito *hipersolvus* porfirítico (PHR-179).

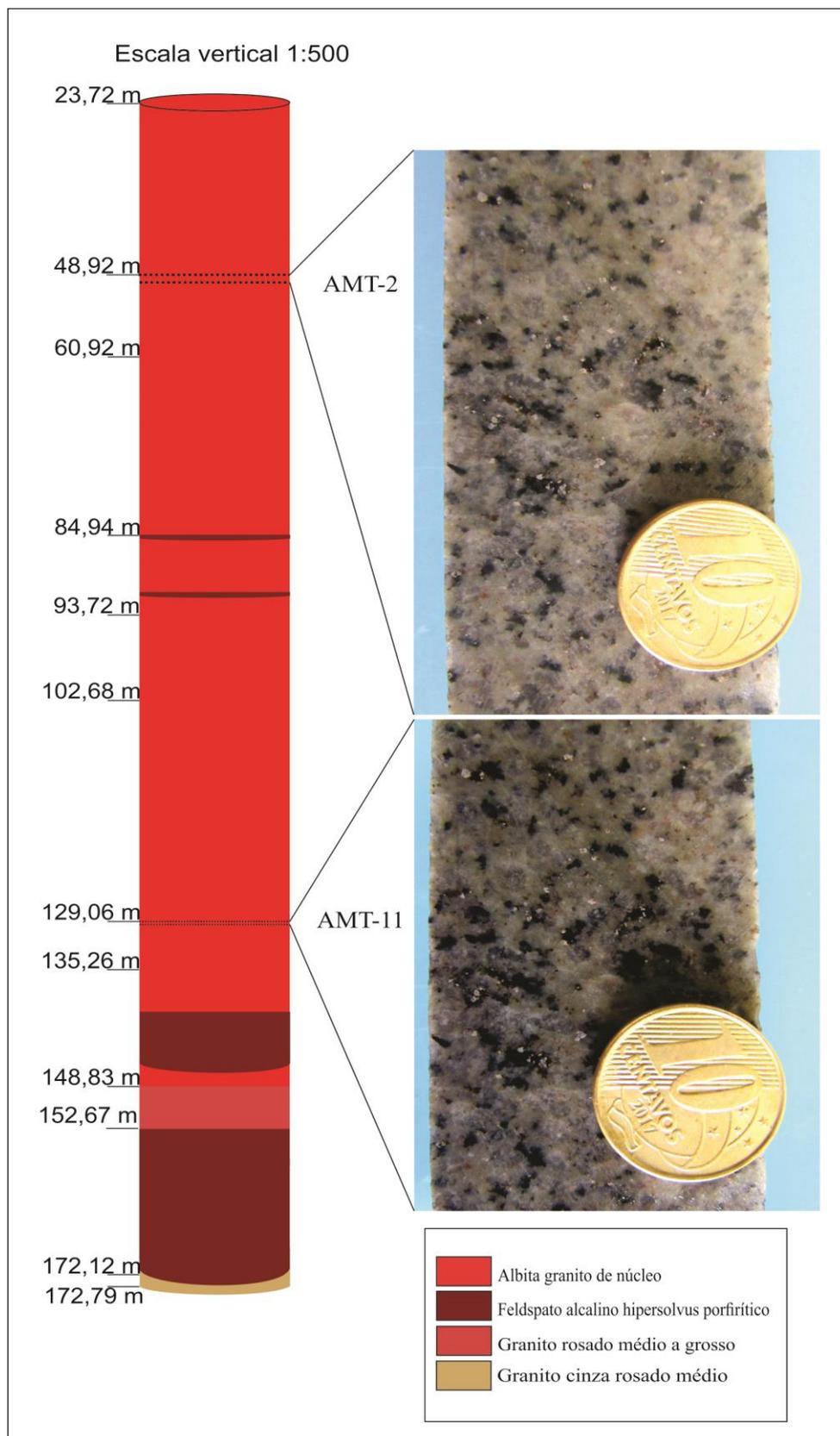


Figura 10- Perfil esquemático do furo de sondagem 300S/900W. AMT-2, correspondendo à profundidade de 48,92-49,63 metros e AMT-11, na profundidade de 126,60-129,06 metros, são as amostras da fácies albita-granito de núcleo utilizadas neste trabalho.

2.3 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA A SELEÇÃO DOS CRISTAIS DE QUARTZO

O procedimento de preparação das amostras é dividido em diversos estágios, iniciando pelo processo de cominuição (britagem e moagem), a fim de individualizar os minerais e, separar e classificar os cristais de quartzo por frações granulométricas.

2.3.1 Procedimento de britagem e moagem

A etapa de cominuição é essencial para o trabalho, pois é necessário se obter cristais de quartzo perfeitamente individualizados. A preparação das amostras foi feita na Oficina de Preparação de Amostras (OPA) da Universidade Federal do Pará – UFPA. Ambas as amostras foram trituradas e moídas. Para a trituração, foram utilizados dois britadores mandíbulas, um para a cominuição inicial (Fig. 11a), e outro para se conseguir um grau de cominuição melhor (Fig. 11b) . Por fim, foi utilizado o moinho de discos (Fig. 11c) para obter-se o tamanho ideal das amostras. A limpeza dos equipamentos antes e depois da moagem de cada amostra é necessária para que não ocorra mistura de material ou contaminação entre as amostras. A limpeza é feita com a utilização de papel toalha e álcool, juntamente com um aparelho de ar comprimido.



Figura 11- Equipamentos utilizados na etapa de britagem e moagem das amostras. Em (A) e (B) britadores de mandíbulas. Em (C) o moinho de discos.

2.3.2 Separação granulométrica e classificação

Após a moagem e britagem das amostras, foi realizada a separação granulométrica. Esse procedimento foi feito no Laboratório de Sedimentologia do Instituto de Geociências da UFPA. Para a separação em frações, foram utilizadas as seguintes peneiras (Fig.12): 1mm-0,71mm, 0,71mm-0,5mm, 0,5mm-0,25mm e < 0,25mm.

Com as amostras devidamente individualizadas em frações, o seguinte passo é a preparação dos concentrados de cristais de quartzo que estão aptos para o ensaio de aquecimento em forno tipo mufla. Para a separação apenas dos cristais de quartzo, foi utilizada uma lupa Leica do Laboratório de Petrografia (LaPetro) do PPGG/IG/UFPA. Nessa etapa, foram selecionados cristais de quartzo com aspecto limpo, sem indícios de fraturamento interno ou cristais aderidos à borda.

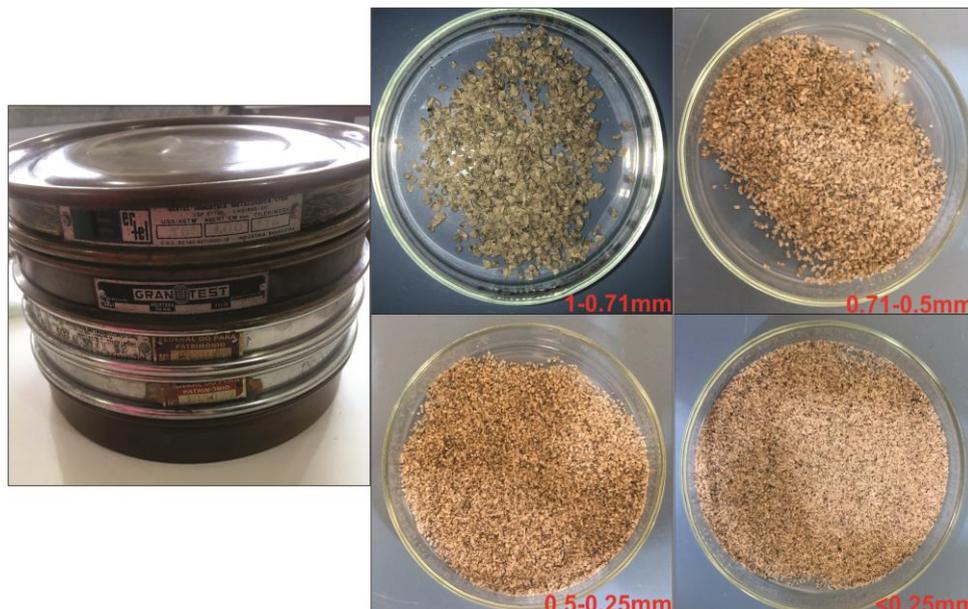


Figura 12- Peneiras utilizadas na classificação dos cristais nas frações 1mm, 0,71mm, 0,5mm e 0,25mm.

2.4 ENSAIOS DE AQUECIMENTO E REHOMOGENEIZAÇÃO DAS INCLUSÕES SILICÁTICAS

Com os cristais de quartzo selecionados, se deu início aos ensaios de aquecimento com o objetivo de rehomogeneizar as inclusões presentes no seu interior. Nessa etapa foi utilizado um forno mufla QUIMIS (Fig. 13A) pertencente ao Laboratório de Análises Químicas do Instituto de Geociências da UFPA. Este forno tem capacidade para atingir temperatura de até 1200°C, em condições de pressão atmosférica. O forno necessita, em média, de 30 a 45 minutos para atingir a temperatura desejada. A partir de então, deve-se iniciar a contagem do tempo durante o qual as amostras permanecem aquecidas em temperatura constante, caracterizando cada um dos experimentos individualmente.

Foram realizados 12 ensaios de aquecimento na mufla QUIMIS, em diferentes temperaturas e tempos de duração. Os ensaios foram realizados nas temperaturas de 700°C, 750°C, 800°C, 850°C, com tempos de duração de 6, 7 e 8 horas. Os cristais de quartzo foram inseridos em cadinhos de porcelana (Fig. 13B), enumerados e devidamente separados de acordo com cada tipo de rocha.

Após a etapa de aquecimento e homogeneização, foi realizado o resfriamento rápido (*quenching*) dos cristais, para a obtenção de vidros (*glass*). A taxa de

resfriamento influencia diretamente na preservação das inclusões, uma vez que, dependendo do resfriamento, os cristais de quartzo podem trincar, eventualmente causando a perda (*leakage*) do líquido contido nas inclusões. Nos experimentos executados, o resfriamento dos cristais foi realizado de dois modos diferentes: (1) pelo contato da borda externa do cadinho de porcelana com água em temperatura ambiente, dentro de um copo Becker, imediatamente após as amostras serem retiradas da mufla (Fig. 13C); (2) Pelo resfriamento lento e natural das amostras em um dessecador (Fig. 13D).

Sob as condições de temperatura e tempo utilizadas, apenas o ensaio realizado a 850°C por 8 horas seguidas apresentou problemas, como a quebra do cadinho, além dos cristais de os cristais de quartzo ficaram grudados e bem mais quebradiços quando comparados com os outros. Tal comportamento foi observado nas amostras das duas fácies graníticas.



Figura 13- (A) forno mufla QUIMIS; (B) cadinho de porcelana utilizado para os ensaios de aquecimento; (C) o processo de resfriamento rápido; (D) dessecador para o processo de resfriamento natural.

2.5 ANÁLISE DE CRISTAIS PÓS-AQUECIMENTO E SELEÇÃO DE CRISTAIS COM INCLUSÕES SILICÁTICAS REAQUECIDAS

Após o processo de aquecimento, rehomogeneização e *quenching* dos cristais de quartzo, observou-se que os mesmos ficaram mais escurecidos em relação aos cristais antes do ensaio de aquecimento (Fig. 14B). Outro aspecto importante observado foi a diferença na resposta ao aquecimento pelos cristais das duas fácies: assim, os cristais de quartzo da fácies albita-granito apresentaram-se muito mais fraturados, quebradiços e escuros do que os cristais da fácies feldspato alcalino-granito *hipersolvus* porfirítico.

Para a localização e análise das inclusões silicáticas após as etapas de aquecimento e *quenching*, alguns cristais de quartzo foram montados em lâminas de vidro, utilizando óleo de imersão Olympus modelo 8cc, necessário para uma melhor observação das inclusões devido a sua dimensão reduzida. Para observação das inclusões, foi utilizado o microscópio da marca Olympus BX51 do Laboratório de Inclusões Fluidas da UFPA.

Várias inclusões silicáticas foram identificadas nos cristais de quartzo de ambas as fases. Dentre elas foram escolhidas inclusões que aparentemente se comportaram como sistemas fechados, ou seja, não trincaram ou vazaram durante a etapa de resfriamento rápido (*quenching*).

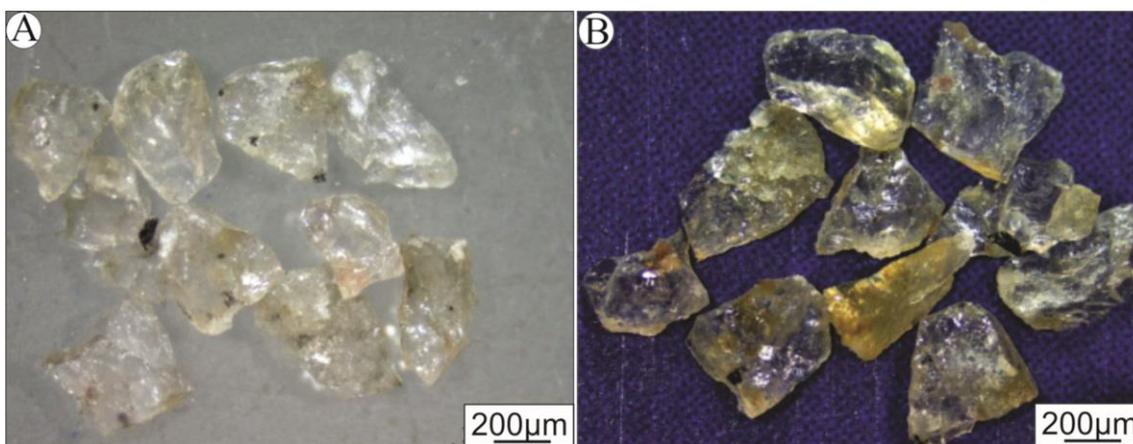


Figura 14- Em (A) imagem dos concentrados de quartzo selecionados para os ensaios de aquecimento no intervalo de 0,71mm-0,5mm; Em (B) cristais de quartzo após o ensaio de aquecimento durante 6 horas seguidas a 800°C.

2.6 MONTAGEM E POLIMENTO DE CRISTAIS COM INCLUSÕES SILICÁTICAS

A etapa de montagem e polimento dos cristais contendo inclusões silicáticas foi desenvolvida no Laboratório de Laminação do Instituto de Geociências da Universidade Federal do Pará - UFPA, sob a supervisão da técnica Joelma Lobo.

Após a escolha dos melhores cristais com as inclusões silicáticas já rehomogeneizadas, a técnica desenvolvida para a montagem desses cristais é uma adaptação da confecção de seções polidas. Utilizou-se um molde circular plástico preenchido por uma solução de epóxi com endurecedor, molde este preparado a partir de ponteira de pipetas oriundas do Laboratório de Análises Químicas da UFPA (Fig. 15A). A técnica inicia-se com os cristais colocados em uma lâmina de vidro comum com uma fita dupla face, em que a face de interesse do cristal de quartzo selecionado deve ficar para baixo (Fig. 14B). Em seguida, esses cristais individuais foram embebidos em resina epóxi (Maxi epóxi resina Gy260) com o endurecedor (837-Br) (Fig. 15C), sendo três partes de resina para uma parte de endurecedor, fixados num molde sobre a placa de vidro e, posteriormente colocados em uma estufa durante oito horas a 40°C. Após este período, os moldes preenchidos são destacados da lâmina e estão prontos para o processo de polimento (Fig. 15D).

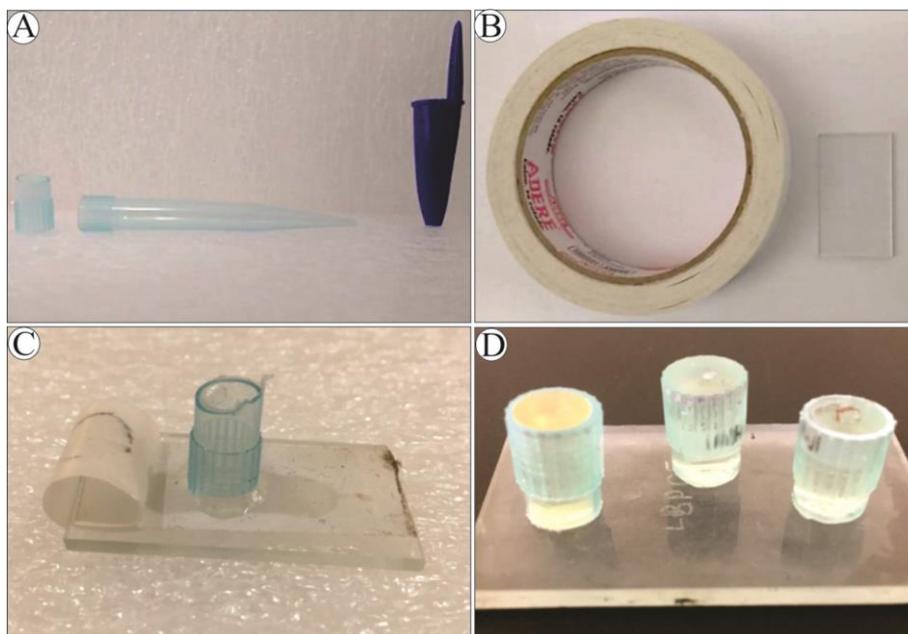


Figura 15- Em (A) os moldes utilizados para as seções com cristais de quartzo. Em (B) fita dupla face e lâmina de vidro utilizado para fixar o cristal. Em (C) molde com o cristal preenchido pelo epóxi e o endurecedor. Em (D) os moldes já estão prontos para a etapa de polimento.

O processo de polimento é uma etapa crucial no desenvolvimento da técnica, pois para uma análise química por microsonda eletrônica é necessário que a inclusão silicática esteja exposta, ou seja, no mesmo nível do cristal hospedeiro. O processo de desbaste do cristal hospedeiro até a exposição do material alvo foi feita com a aplicação de algumas lixas (Tab. 1) sobre uma superfície plana, no caso, uma superfície de vidro. A abrasão do cristal de quartzo é feita por meio de movimentos circulares na lixa, utilizando-se um pouco de água, e observando-se a progressão desse desbaste no microscópio eletrônico Olympus BX51. O microscópio eletrônico binocular com luz transmitida e refletida também é utilizado para estabelecer a profundidade relativa da inclusão e localizar o posicionamento espacial desta em relação a fraturas internas do hospedeiro. E a luz refletida é fundamental para determinar o grau de polimento, pois se a inclusão não estiver no nível da superfície do cristal, no momento da análise química ocorrerá dispersão dos raios-X gerados, o que acarretará problemas na dosagem dos elementos químicos presentes nas fases analisadas.

Após o processo de polimento com as lixas, a aplicação de alumina é essencial, tendo a finalidade de melhorar o polimento. A alumina utilizada na preparação foi da marca Arotec, alumina de polimento de amostras metalográficas de 0,3 μm . Posteriormente é utilizada a pasta de diamante para polimento metalográfico (Arotec) de 1 e 1/4 μm . Ambos abrasivos devem ser usados sobre o pano de polimento, ou seja, para cada abrasivo se faz necessário um pano de polimento, a fim de evitar contaminação. Entretanto, dentre as amostras polidas, apenas em algumas seções foram utilizados os abrasivos, em outras o polimento foi finalizado apenas com a lixa de 4000. Isso foi feito devido ao intenso fraturamento apresentado por alguns cristais, o que causaria sua contaminação por esses abrasivos, prejudicando as análises químicas.

Um dos aspectos práticos definidos ao longo dos experimentos indicou que a fração granulométrica mais eficiente para a rotina desenvolvida equivale ao intervalo de 0,71 a 0,5 mm para os cristais de quartzo provenientes do estágio de cominuição. Além disso, e após a realização de diversos experimentos de aquecimento, com diferentes configurações de temperatura máxima e tempo de permanência das amostras no forno mufla, concluiu-se que o ensaio realizado a temperatura de 850°C por 8 horas seguidas resultou na quebra dos cadinhos e vários cristais de quartzo ficaram “grudados” e ficaram mais quebradiços, quando comparado com outras configurações. Tal comportamento foi observado nas amostras das duas fácies graníticas

Tabela 1- Modelos de lixas utilizadas no desbaste do cristal hospedeiro até a exposição das inclusões silicáticas.

Tipo de lixas	Granulação	Finalidade
3M-401Q	1500 μm	Desbaste mais sutil até a exposição do cristal hospedeiro. Apresenta um desbaste sutil e remove os riscos da superfície deixados pela lixa prévia
BUEHLER MICROCUT PSA,1200,2.875IN	2500 μm	Aplicada quando a inclusão está parcialmente exposta, e utilizada até a exposição total.
BUEHLER MICROCUT PLAIN, 8IN	4000 μm	Tem finalidade de remover os riscos deixados pela lixa prévia e melhorar o polimento da superfície.

2.7 TÉCNICAS ANALÍTICAS

A crescente publicação de trabalhos sobre inclusões silicáticas como uma ferramenta a mais nos estudos petrológicos é devida ao desenvolvimento das técnicas microanalíticas. Até a década de 1970, os petrólogos careciam de ferramentas analíticas para caracterizar o conteúdo de materiais com dimensões de dezenas de micrômetros. Nas décadas de 1970 e 1980, técnicas como a fluorescência de raios X (XRF), a microsonda eletrônica e dentre outras técnicas possibilitaram a caracterização das inclusões silicáticas. Porém, mesmo com o avanço das técnicas analíticas, até a década de 1990, as inclusões silicáticas não podiam ser analisadas de forma confiável para elementos traços, e a análise de elementos voláteis era qualitativa. Como resultado, as comunidades petrológicas e vulcanológicas optaram por não utilizar as inclusões silicáticas como um meio para entender a petrogênese e os fenômenos vulcânicos, o que desencorajou sobremaneira o uso dessas inclusões nas pesquisas (Lowenstern 2005).

Neste capítulo serão abordados alguns aspectos das técnicas e equipamentos utilizados para análise das inclusões silicáticas, em particular o microscópio eletrônico de varredura (MEV) e a microsonda eletrônica. A inserção deste capítulo é justificada

porque esta dissertação tem como objetivo o desenvolvimento de uma metodologia para o estudo de inclusões silicáticas no Laboratório de Inclusões Fluidas do IG-UFPA.

2.7.1 Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

O MEV é um aparelho que pode fornecer informações sobre a morfologia e análises semiquantitativas dos elementos químicos presentes em uma amostra sólida. Em razão disso, essa técnica foi utilizada como uma ferramenta de imageamento e registro das inclusões silicáticas presentes nos cristais de quartzo. É uma ferramenta imprescindível para avaliar o grau de exposição e polimento das inclusões silicáticas, bem como fornecer análises químicas (EDS) preliminares das fases que compõem as inclusões, para definir os elementos químicos maiores presentes em seu interior.

Para isso, foi empregado o MEV da marca ZEISS, modelo Sigma VP, pertencente ao Instituto Tecnológico Vale (ITV), instalado no Laboratório de Microanálises do Instituto de Geociências da UFPA. As imagens foram obtidas com elétrons secundários sob pressão variada a baixo vácuo, uma vez que as amostras não foram metalizadas para não comprometer as análises por microsonda eletrônica.

2.7.2 Microsonda eletrônica

A microsonda eletrônica é um equipamento usado para a caracterização química (WDS) de substâncias sólidas. A caracterização é realizada por meio da produção de raios-X e dos métodos de conversão das intensidades das linhas do característico medidas em concentrações em peso dos elementos da amostra (Gomes 2015).

A grande notoriedade da microsonda é devida a uma série de fatores como: (1) não é uma análise destrutiva; (2) análise *in situ* de materiais sólidos, envolvendo o emprego de seções delgadas e polidas do material de interesse, podendo-se utilizar diferentes sistemas de iluminação (luz transmitida, refletida e polarizada); (3) alta resolução espacial, possibilitando análises qualitativas, semiquantitativas e quantitativas; (4) determinação quantitativa de boa precisão (na região de 1% para elementos maiores); (5) limite de detecção na região de 50 ppm, permitindo em alguns casos a análise de elementos traços; (6) alta eficiência das análises, ocasionando o agrupamento de um grande conjunto de análises (Gomes 2015).

Neste trabalho, a microsonda eletrônica foi empregada com o objetivo de analisar e caracterizar os elementos maiores que constituem as diferentes fases que compõem as inclusões silicáticas. A microsonda eletrônica utilizada nas análises das inclusões silicáticas é da marca JEOL, modelo JXA-8230, pertencente ao Laboratório de Microanálises do Instituto de Geociências da UFPA. Os cristais analisadores utilizados (LDE1,TAP, LIF, PET, PETJ, PETH) permitem que sejam analisados todos os elementos químicos com número atômico superior a 4, ou seja, a partir do elemento boro.

As amostras foram metalizadas com carbono e colocadas em moldes de epóxi com as mesmas dimensões do porta-amostra do aparelho (Figs. 16A e B). As análises foram realizadas com o feixe de 10 ou 5 μm , dependendo do tamanho da inclusão silicática. Os elementos maiores foram analisados na seguinte ordem: F, Na, Mg, Al, Si, Ca, K, S, Fe, Mn, Ti, Sn, Cl e P. E os respectivos padrões e os cristais empregados para cada elemento estão na Tab. 2.

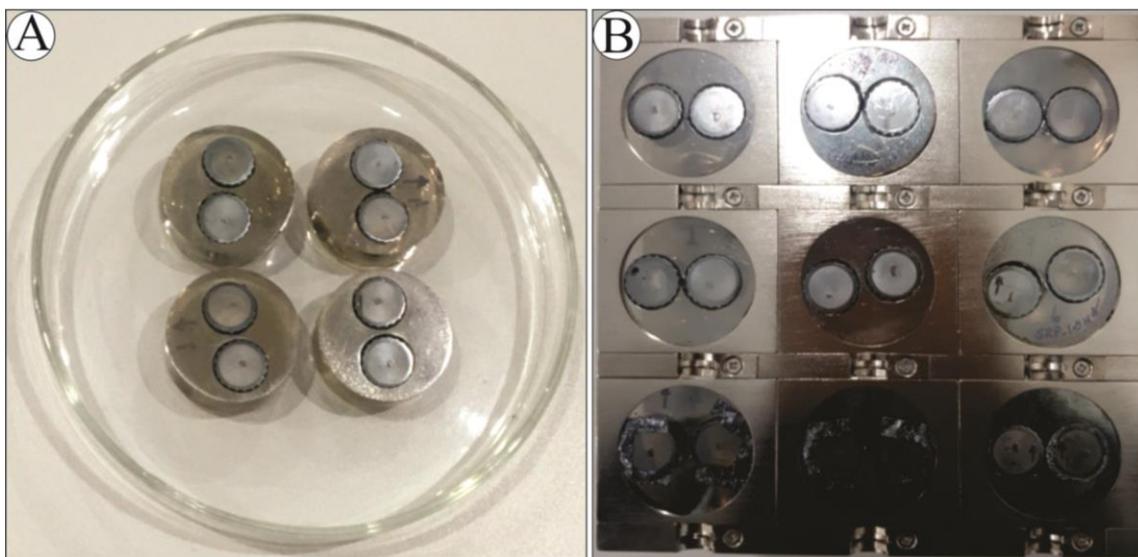


Figura 16- Em (A) amostra com cristais de quartzo encaixados em moldes de epóxi. Em (B) os moldes de epóxi encaixados no porta amostras da microsonda eletrônica

Tabela 2- Os elementos analisados com os seus respectivos cristais analisadores e padrões utilizados.

Componente	Cristal analisador	Padrão
F	LDE1	Fluorita
Na₂O	TAP	Sodalita
MgO	TAP	Forsterita
Al₂O₃	TAP	Anortita
SiO₂	TAP	Ortoclásio
CaO	PETJ	Wollastonita
K₂O	PETJ	Ortoclásio
SO₃	PETJ	Barita
FeO	LIF	Fe ₃ O ₄
MnO	LIF	Rhodonita
TiO₂	LIF	Rutilo
SnO₂	PETH	Cassiterita
Cl	PETH	Sodalita
P₂O₅	PETH	Apatita

CAPÍTULO 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 INTRODUÇÃO

Neste estudo foram utilizados cristais de quartzo de duas fácies graníticas do plúton Madeira: fácies feldspato alcalino-granito *hipersolvus* porfirítico (FAGHP) e fácies albita-granito de núcleo (ABGN). Neste capítulo serão abordados a petrografia das inclusões silicáticas e os resultados das análises químicas por microsonda eletrônica.

3.2 PETROGRAFIA E ANÁLISES DAS INCLUSÕES SILICÁTICAS POR MICROSSONDA ELETRÔNICA

3.2.1 Descrição petrográfica das inclusões silicáticas após o aquecimento e quenching

Como o presente trabalho foi realizado com o foco em cristais separados individuais de quartzo, e porque não foram confeccionadas lâminas bipolidas das suas rochas hospedeiras, não foi realizado qualquer estudo microscópico das inclusões silicáticas antes dos ensaios de aquecimento e homogeneização, como de praxe na grande maioria dos trabalhos utilizando essa metodologia.

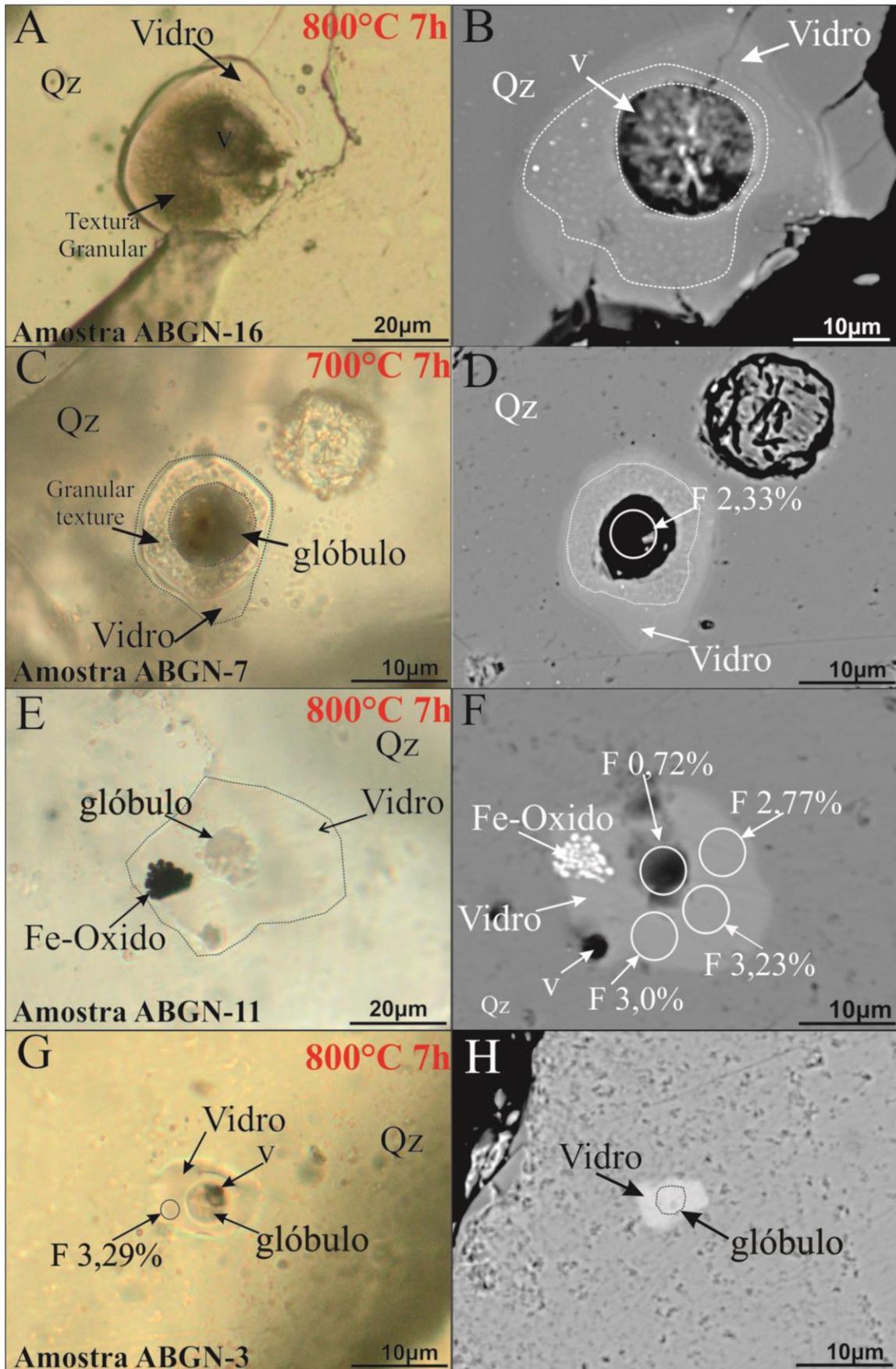
Assim, após o aquecimento e quenching das inclusões silicáticas, os cristais de quartzo foram montados em lâminas de vidro e mergulhados em óleo de imersão Olympus modelo 8cc, procedimento essencial para minimizar o espalhamento da luz (Lowenstern 1995), bem como melhorar a resolução das imagens das inclusões silicáticas. Em seguida, os cristais selecionados foram limpos com um solvente apropriado (hexano: C₆H₁₄) para remover o óleo antes da montagem em resina epóxi.

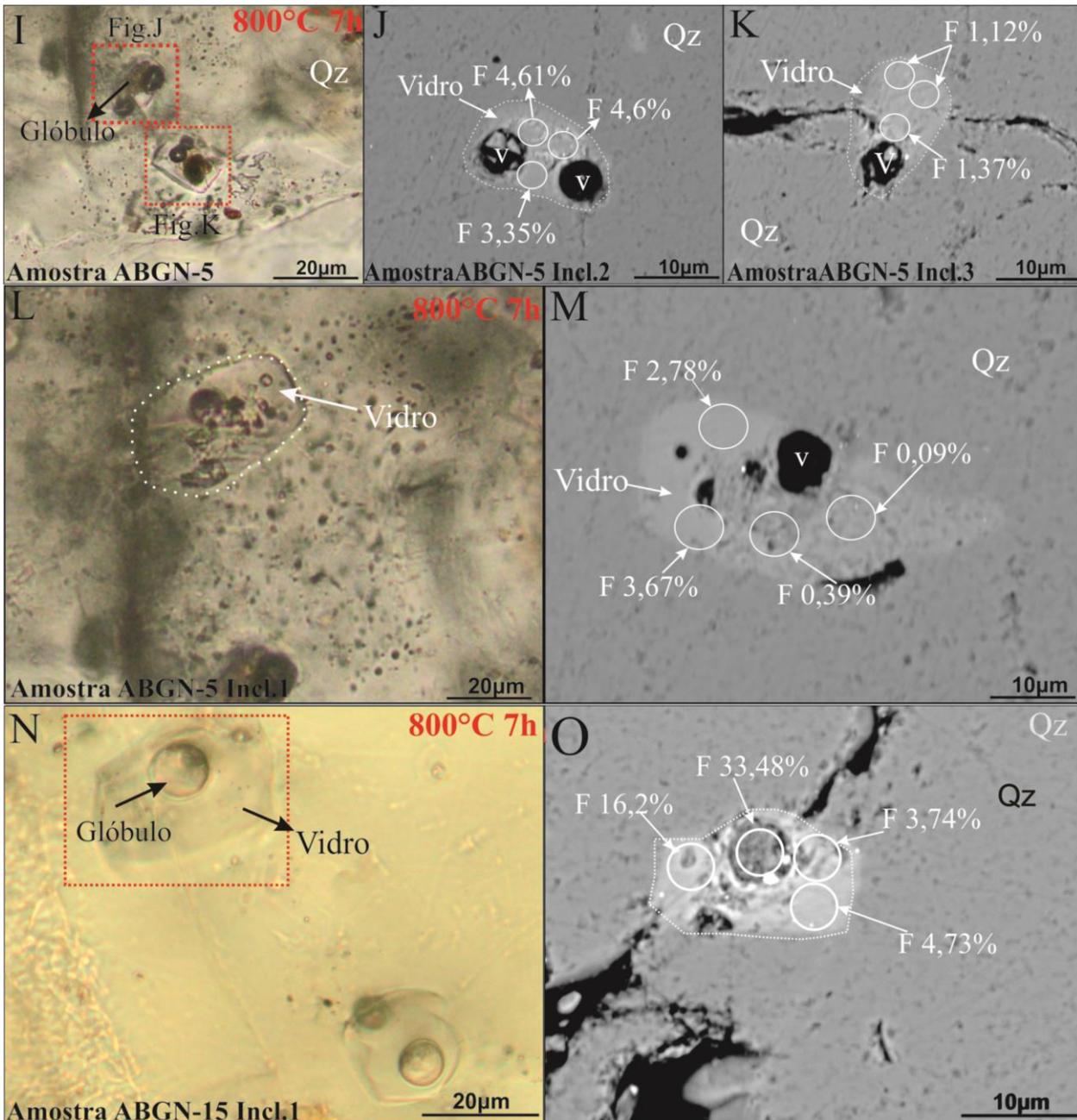
Após o aquecimento e quenching das inclusões silicáticas foi possível distinguir a presença de, pelo menos, quatro fases: vidro (*glass*), glóbulos esféricos, bolhas de contração (fase vapor) e fases minerais refratárias (minerais opacos ou translúcidos) (Fig. 17F; Fig. 18A). Também constatou-se que as inclusões apresentavam uma, duas, várias e até mesmo nenhuma bolha de contração (fase vapor) (Figs. 17I; 17K; 17L). As bolhas de contração apresentam proporções variáveis, podendo ocupar um volume menor (Fig. 17M) ou maior do que 30% da inclusão da cavidade total da inclusão silicática.

Essas inclusões poderiam ser classificadas como do tipo-A (Fig. 17N) ou do tipo-B (Fig. 17J), de acordo com Thomas *et al.* (2000), sendo que esta última, por

definição, apresenta um volume maior de fases voláteis em relação a fase sólida na cavidade da inclusão. Porém, a maioria das inclusões silicáticas identificadas nos cristais de quartzo das fácies estudadas contém glóbulos esféricos compostos de material microcristalino, que variam desde uma massa cristalina a pequenas bolhas de vapor (Figs. 17G; 18G) e, portanto, não deveriam ser descritas conforme a classificação de Thomas *et al.* (2000). Essas inclusões silicáticas com variáveis proporções de glóbulos são descritas como inclusões compostas (Davidson, 2004). Ocasionalmente, fases opacas também foram observadas nas inclusões (Fig.17F). Tais fases tiveram um comportamento refratário e não fundiram durante os ensaios microtermométricos.

Esses glóbulos esféricos são definidos por Davidson (2004) como fases de densidade elevada, o que os diferencia das bolhas de contração, e que podem ter sido aprisionados contemporaneamente à fase (hoje) vidro e, por conseguinte, são imiscíveis (Figs. 17D; 17G; 17P; 18E; 18G). Os glóbulos estão suspensos na matriz de vidro caracterizando uma textura de emulsão (Kamenetsky *et al.* 2004). Algumas inclusões da fácies albíta-granito de núcleo apresentam uma textura granular dispersa no vidro, sem forma definida (Figs. 17B, 17D), e essa textura granular pode ser interpretada como renucleação no resfriamento. Borges *et al.* (submitted) realizaram estudos em inclusões silicáticas nas mesmas rochas graníticas e, durante ensaios de alta temperatura com platinas microtermométricas de até 1350°C, puderam acompanhar as mudanças de fases nas inclusões silicáticas em diversos estágios do aquecimento, e também durante o *quenching*, e no final constataram a formação de texturas semelhantes, tanto do tipo granular quanto “emulsões magmáticas”.





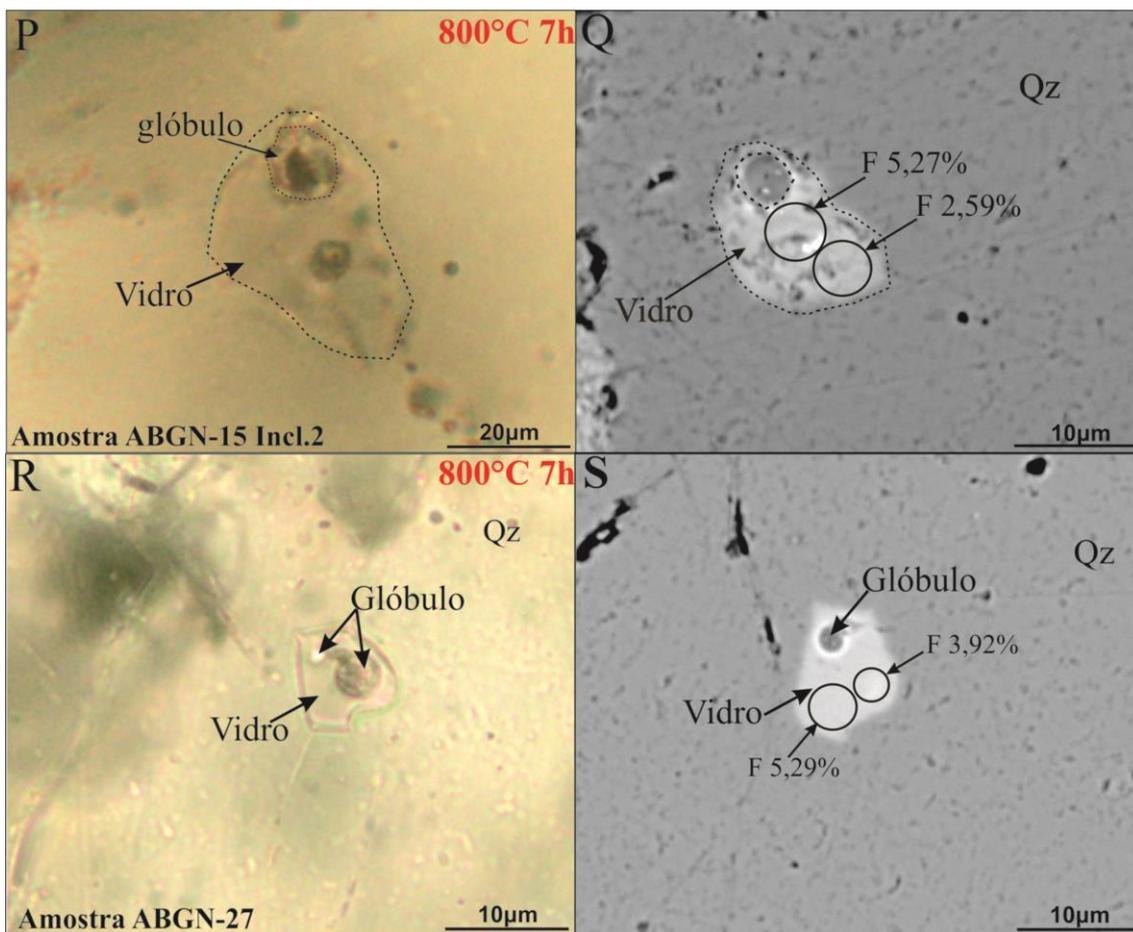


Figura 17- Fotomicrografias com luz transmitida (A, C, G, I, L, N, P e R) e imagens de elétrons retroespalhados (B, D, F, H, J, K, M, O, Q e S) de inclusões silicáticas em cristais de quartzo da fácies albita-granito de núcleo, após aquecidas sob pressão atmosférica, a 800°C por 7 horas e *quenching*. (A-B; I-K) inclusões silicáticas compostas por uma fase glóbulo, uma pequena área caracterizando a fase vidro e uma grande bolha de contração (v: vapor). Nota: em (K) apenas a bolha de contração (v) e a fase vidro estão expostas. (C-D) Inclusões consistindo em pequena área da fase vidro e um glóbulo esférico. (E-F) Inclusões com uma grande área da fase vidro, glóbulo esférico, uma pequena bolha de contração e fase opaca. (G-H, P-Q, R-S) Inclusões que consistem na fase vidro e glóbulo esférico. Nota: em H e S os glóbulos esféricos estão parcialmente expostos. (L-M) Inclusões compostas por uma fase vidro e uma bolha de contração (v). As composições das fases vidro e glóbulos esféricos são apresentadas na Tab. 3. Áreas marcadas por círculos fazem referência aos pontos analisados.

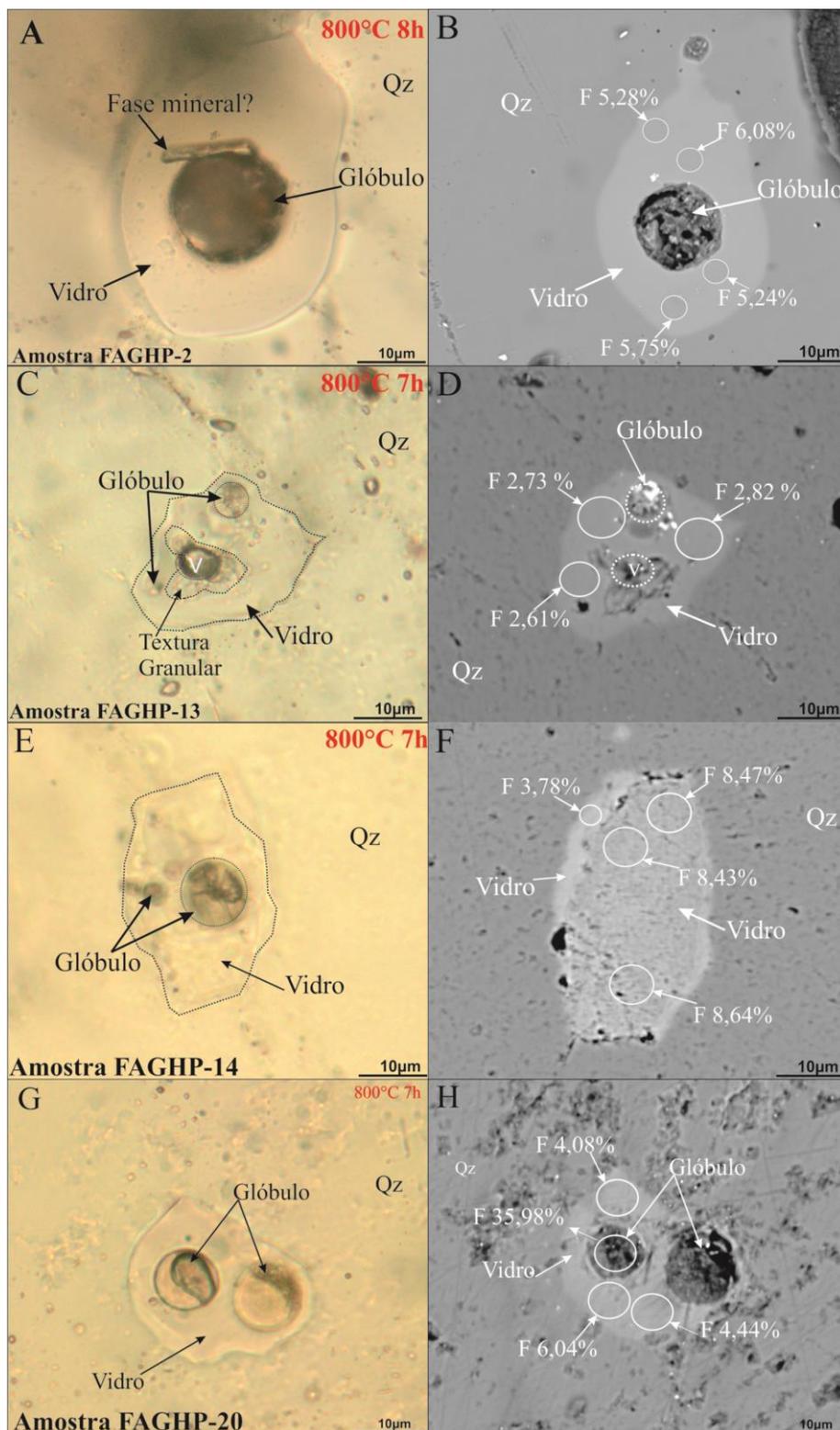


Figura 18 - Fotomicrografias com luz transmitida (A, C, E e G) e imagens de elétrons retroespalhados (B, D, F e H) de inclusões silicáticas aprisionadas em cristais de quartzo da fácies feldspato alcalino-granito *hipersolvus* porfirítico, depois de aquecidas sob pressão ambiente, a 800°C e 7 ou 8 horas e *quenching*. (A-B, E-F e G-H) inclusões silicáticas apresentando uma fase vidro e glóbulos esféricos. Nota: na imagem de elétrons retroespalhados (F) a fase glóbulo não está exposta. (C-D) inclusões consistindo de um glóbulo esférico, vidro silicático e uma pequena bolha de contração (v: vapor). As composições das fases vidro e glóbulos são apresentadas na Tab. 3.

3.2.2 Análises químicas por microsonda eletrônica

Análises de elementos maiores e menores por microsonda eletrônica foram realizadas nas fases sólidas presentes (vidro e glóbulo esférico) nas inclusões silicáticas dos cristais de quartzo das duas fácies estudadas. Dentre todas as análises químicas aproveitadas, dentro dos padrões internacionais, nove foram realizadas em inclusões presentes nos cristais de quartzo do albita-granito de núcleo e quatro nos cristais de quartzo do feldspato alcalino-granito *hipersolvus* porfirítico (Tab. 3).

Apesar dos procedimentos cautelosos durante as análises destas inclusões, é correto afirmar que pode ter ocorrido alguma perda de elementos voláteis ao longo do processo. Para comparação, as composições médias das inclusões silicáticas e de rocha total correspondente são exibidas na Tab. 4. É importante enfatizar que as concentrações obtidas nessas inclusões representam a composição do magma no estágio em que os cristais de quartzo estavam se formando, e os dados de composição da rocha total equivalem à composição final das fácies graníticas (albita-granito de núcleo e feldspato alcalino-granito *hipersolvus* porfirítico).

Tabela 3- Análises químicas por microsonda eletrônica em inclusões silicáticas presentes em cristais de quartzo da fácies albita-granito de núcleo (ABGN) e feldspato-alcálico granito *hipersolvus* porfírico (FAGHP). Em algumas inclusões, foram realizadas análises em vários pontos. ⁺Análises realizadas na fase vidro. ^{*}Análises realizadas na fase glóbulo esférico. Total corrigido para F e Cl. Unidade dos componentes maiores (% peso).

(continua)

Amostras	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	FeO _{tot}	MgO	MnO	TiO ₂	SO ₃	SnO ₂	Sn ppm	P ₂ O ₅	Cl	F	Total
AbGC-3 Incl.1-1 ⁺	74,05	12,02	3,57	5,10	0,00	2,75	0,00	0,12	0,33	0,00	0,03	190	0,00	0,03	3,29	101,28
AbGC-5 Incl.1-1 ⁺	70,69	13,07	4,67	6,48	0,02	1,89	0,00	0,05	0,22	0,19	0,02	141	0,01	0,01	2,78	100,10
AbGC-5 Incl.1-2 ⁺	65,08	14,07	2,92	8,99	0,08	1,99	0,03	0,06	0,43	0,09	0,02	157	0,01	0,02	3,67	97,45
AbGC-5 Incl.1-3 ⁺	65,65	17,02	2,84	11,38	0,06	0,64	0,00	0,01	0,13	0,00	0,00	0,00	0,02	0,02	0,39	98,17
AbGC-5 Incl.1-4 ⁺	65,94	17,51	2,73	11,68	0,08	0,40	0,00	0,00	0,07	0,01	0,00	0,00	0,02	0,01	0,09	98,54
AbGC-5 Incl.1-5 ⁺	67,52	16,59	2,75	11,14	0,02	0,54	0,00	0,01	0,03	0,00	0,00	0,00	0,01	0,02	0,11	98,74
AbGC-5 Incl.2-1 [*]	64,04	13,33	3,36	6,72	0,03	6,50	0,2	0,19	0,71	0,00	0,04	299	0,05	0,02	4,61	99,76
AbGC-5 Incl.2-2 [*]	65,98	11,64	2,41	5,93	0,05	6,24	0,22	0,19	0,57	0,07	0,04	299	0,04	0,03	4,60	97,99
AbGC-5 Incl.2-3 ⁺	63,06	12,36	3,36	6,09	0,04	3,61	0,07	0,10	0,36	0,18	0,02	165	0,02	0,04	3,35	92,70
AbGC-5 Incl.3-1 ⁺	68,96	17,22	3,89	6,69	0,00	2,03	0,06	0,07	0,04	0,24	0,04	299	0,02	0,01	1,2	100,46

(continuação)

Amostras	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	FeO _{tot}	MgO	MnO	TiO ₂	SO ₃	SnO ₂	Sn ppm	P ₂ O ₅	Cl	F	Total
AbGC-5 Incl.3-2 ⁺	68,56	17,38	3,66	6,67	0,00	1,97	0,04	0,06	0,00	0,04	0,04	299	0,01	0,01	1,2	99,64
AbGC-5 Incl.3-3 ⁺	66,43	17,89	3,94	6,85	0,00	1,97	0,15	0,06	0,31	0,06	0,02	165	0,02	0,01	1,37	99,11
AbGC-7 Incl.1-1 ⁺	80,89	7,19	8,78	3,66	0,00	0,04	0,00	0,01	0,04	0,4	0,01	24	0,00	0,01	0,00	101,03
AbGC-7 Incl.1-2 [*]	78,07	8,55	1,84	1,63	0,31	0,16	0,14	0,01	0,03	0,14	0,01	78	0,09	0,12	2,33	93,43
AbGC-11 Incl.1-1 ⁺	69,86	11,10	3,36	6,88	0,03	3,66	0,00	1,07	0,25	0,20	0,01	24	0,02	0,01	3,00	99,45
AbGC-11 Incl.1-2 ⁺	69,83	12,15	3,64	7,11	0,00	3,23	0,00	0,98	0,28	0,00	0,03	252	0,00	0,00	3,23	100,49
AbGC-11 Incl.1-3 ⁺	72,94	10,32	3,17	6,39	0,00	3,24	0,00	0,99	0,29	0,00	0,02	165	0,01	0,01	2,77	100,15
AbGC-11 Incl.1-4 [*]	81,84	4,12	1,23	2,86	0,00	1,67	0,01	0,47	0,15	0,11	0,01	39	0,01	0,01	0,72	93,21
AbGC-15 Incl.1-1 ⁺	75,07	10,82	3,14	4,84	0,12	1,35	0,00	0,04	0,01	0,00	0,05	346	0,01	0,04	3,74	99,21
AbGC-15 Incl.1-2 ⁺	70,98	13,51	3,81	6,17	0,00	1,83	0,00	0,03	0,05	0,03	0,05	401	0,01	0,04	4,73	101,27
AbGC-15 Incl.1-3 ⁺	55,47	15,07	5,44	6,72	0,12	2,38	0,02	0,04	0,09	0,20	0,03	260	0,07	0,04	16,20	101,88

Amostras	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	FeO _{tot}	MgO	MnO	TiO ₂	SO ₃	SnO ₂	Sn ppm	P ₂ O ₅	Cl	F	Total
AbGC-15 Incl.1-4 [*]	17,26	19,09	18,48	2,30	0,85	1,07	0,10	0,13	0,06	0,00	0,10	740	0,34	0,08	33,48	93,30
AbGC-15 Incl.2-1 ⁺	86,39	5,71	1,90	3,02	0,00	0,83	0,00	0,04	0,06	0,00	0,06	488	0,01	0,01	2,59	100,63
AbGC-15 Incl.2-2 ⁺	67,69	13,12	3,39	6,30	0,00	1,86	0,00	0,10	0,03	0,00	0,12	921	0,01	0,01	5,27	97,90
AbGC-27 Incl.1-1 ⁺	70,56	12,26	4,09	5,37	0,00	2,00	0,00	0,01	0,04	0,33	0,09	732	0,03	0,09	5,29	100,18
AbGC-27 Incl.1-2 ⁺	78,11	7,67	2,80	3,36	0,00	1,45	0,00	0,05	0,02	0,00	0,47	3670	0,01	0,26	3,92	97,71
PHAFG-2 Incl.1-1 ⁺	72,14	14,18	1,89	3,94	0,00	1,47	0,00	0,04	0,15	0,06	0,49	3883	0,00	0,05	5,28	99,66
PHAFG-2 Incl.1-2 ⁺	69,95	15,20	1,81	3,91	0,00	1,48	0,00	0,03	0,21	0,00	0,52	4119	0,02	0,06	6,08	99,23
PHAFG-2 Incl.1-3 ⁺	71,19	14,81	1,77	3,87	0,00	1,71	0,00	0,02	0,21	0,03	0,46	3607	0,01	0,05	5,75	99,94
PHAFG-2 Incl.1-4 ⁺	73,49	13,24	1,69	3,91	0,00	2,13	0,00	0,03	0,20	0,06	0,05	401	0,01	0,05	5,24	100,5
PHAFG-13 Incl.1-1 ⁺	70,71	12,18	3,98	4,50	0,06	3,02	0,00	0,09	0,19	0,05	0,06	433	0,01	0,08	2,73	97,65
PHAFG-13 Incl.1-2 ⁺	69,50	12,88	3,89	4,75	0,00	2,88	0,06	0,04	0,19	0,00	0,08	599	0,01	0,12	2,61	96,98
PHAFG-13 Incl.1-3 ⁺	72,14	12,61	4,10	4,64	0,00	3,02	0,00	0,04	0,21	0,09	0,08	599	0,00	0,08	2,82	99,80

Amostras	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	FeO _{tot}	MgO	MnO	TiO ₂	SO ₃	SnO ₂	Sn ppm	P ₂ O ₅	Cl	F	Total
PHAFG-14 Incl.1-1 ⁺	69,03	14,07	2,84	7,29	0,00	1,81	0,00	0,02	0,17	0,08	0,00	0,00	0,01	0,02	3,78	99,13
PHAFG-14 Incl.1-2 ⁺	60,88	14,66	0,38	10,89	0,00	2,44	0,00	0,01	0,22	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	8,47	97,98
PHAFG-14 Incl.1-3 ⁺	59,26	15,10	0,30	10,83	0,00	3,14	0,00	0,02	0,32	0,00	0,00	24	0,03	0,01	8,43	97,44
PHAFG-14 Incl.1-4 ⁺	60,08	14,95	0,31	10,96	0,00	2,61	0,00	0,01	0,24	0,09	0,00	0,00	0,00	0,01	8,64	97,90
PHAFG-20 Incl.1-1 ⁺	67,99	13,01	4,38	5,50	0,02	1,59	0,00	0,02	0,13	0,13	0,00	0,00	0,01	0,02	4,08	96,90
PHAFG-20 Incl.1-2 ⁺	66,40	13,42	5,21	5,77	0,06	1,69	0,00	0,02	0,16	0,18	0,00	8	0,00	0,01	6,04	98,96
PHAFG-20 Incl.1-3 ⁺	67,35	13,45	0,01	5,71	0,00	1,69	0,00	0,01	0,09	0,24	0,00	0,00	0,01	0,01	4,44	93,01
PHAFG-20 Incl.1-4 [*]	3,47	19,18	24,23	0,94	1,91	1,02	0,12	0,08	0,30	0,12	0,00	0,00	0,04	0,08	35,98	87,50
PHAFG-20 Incl.1-5 [*]	3,67	13,87	16,6	0,93	5,50	1,55	0,18	0,09	0,25	0,00	0,00	24	0,08	0,14	39,2	82,06

Tabela 4- Análises químicas por microsonda eletrônica: composições químicas médias das inclusões silicáticas analisadas em cristais de quartzo das fácies ABGN e FAGHP e respectivos valores em rocha total. Os valores de Sn e S estão em partes por milhão (ppm). Total corrigido para Flúor. Os valores de rocha total foram retirados de Costi *et al.* (2000)

Óxidos	ABGN	ABGN	ABGN	FAGHP	FAGHP	FAGHP
	Rocha total	Fase vidro	Fase glóbulo	Rocha total	Fase vidro	Fase glóbulo
SiO ₂	70,00	68,80	72,50	72,00	68,67	3,57
Al ₂ O ₃	12,00	14,75	11,34	12,60	14,00	16,52
Na ₂ O	6,33	3,50	5,46	4,29	2,00	24,23
K ₂ O	3,97	8,44	3,89	4,66	6,18	0,93
CaO	0,04	0,01	0,24	0,73	0,01	3,70
FeO _{tot}	2,44	2,21	3,10	2,42	2,19	1,28
MgO	< 0,10	0,04	0,14	0,12	0,01	0,15
MnO	0,08	0,06	0,20	0,05	0,02	0,08
TiO ₂	< 0,05	0,22	0,30	0,14	0,19	0,27
P ₂ O ₅	< 0,05	0,01	0,06	0,05	0,01	0,06
S	351	0,22	0,06	< 50	0,07	0,12
Sn	1175	426	291	33	976	12
F	2,10	3,10	9,15	0,54	5,31	37,59
Total	97,10	98,07	91,64	99,88	95,98	84,78

3.2.2.1 Análise de fases sólidas nas inclusões silicáticas

Para tentar compreender a geoquímica das inclusões silicáticas e sua evolução, comparamos as composições das fases sólidas existentes nas cavidades das inclusões e as análises de rocha total, plotadas em diagramas Harker. Os dados de rocha total usados nessa comparação foram retirados de Costi (2000).

Na fase vidro do Feldspato Alcalino-granito hipersolvus porfirítico (FAGHP), SiO₂ variou entre 66,4% e 73,49%, enquanto no glóbulo esférico a variação ficou entre 3,47% e 3,67%. Em rocha total, os teores variaram entre 73,4% e 74,1%. Para a fácies Albita-granito de núcleo (ABGN) (Fig.19 B), SiO₂ na fase vidro variou entre 55,47% e

86,3%, já no glóbulo esférico os valores registram de 17,26% a 81,4%. Para rocha total o conteúdo de SiO_2 apresenta variação entre 67,1% e 74,84% (Fig.19 A).

Para os óxidos de Na_2O e K_2O , na fase vidro do FAGHP, variaram entre 0,01% a 5,21% e 3,87% a 10,96%, respectivamente. No glóbulo esférico, os valores foram de 16,6 a 24,23% para Na_2O , enquanto para K_2O não ultrapassaram 1%. Já em rocha total, os valores variaram de 3,64% a 4,63% (Na_2O), 4,3% a 5,1% (K_2O) (Fig.20 B; 21 B). No ABGN, a fase vidro apresentou variação de 1,9% a 8,78% para Na_2O , e de 3,02% a 11,68 % para K_2O . No glóbulo esférico, a variação para o Na_2O foi de 1,23% a 18,48%, e para o K_2O de 1,63% a 6,72%. Já na rocha total, variaram de 5,39% a 7% (Na_2O) e 3,3% a 4,7% (K_2O) (Fig. 20 A; 21 A).

As concentrações de Al_2O_3 na fase vidro do FAGHP variaram de 12,18% a 15,19%, enquanto no glóbulo esférico elas variaram entre 13,87% e 19,18%. Em rocha total os valores variam entre 12,4% a 12,7% (Fig.22;23 B).No ABGN, a fase vidro apresentou variações entre 5,71% e 17,89%, e o glóbulo esférico apresentam de 4,12% a 19,09%, respectivamente. Já na rocha total os valores variam de 12% a 16,6% (Fig. 22;23 A).

As MI da fácies ABGN são levemente enriquecidas em flúor quando comparadas com análises de rocha total. Na fase vidro, os valores de F variaram de 0% a 16,20%, enquanto que para o glóbulo esférico, variou de 0,72% a 33,48 % (ver tabela 3). Para rocha total, as concentrações de F registram valores de 1,3% a 3,23%. E as MI da fácies FAGHP são altamente enriquecidas em flúor quando comparadas com análises de rocha total (0,54%, média). Na fase vidro, o F variou de 2,61% a 8,67%, e no glóbulo esférico de 35,8% a 39,2% (ver tabela 3). A variação de F pode ser observada nos diferentes diagramas onde foram comparados com outros elementos maiores e também nas imagens das inclusões silicáticas (Fig. 17;18 b; d; f; h; j; k; m; o; q e s) também são mostrados diferentes pontos de análise química em cada inclusão individualmente.

A concentração de Sn (Fig 25 AB) é consideravelmente maior, 976 ppm média, nas inclusões silicáticas (fase de vidro) da fácies FAGHP do que na fase glóbulo esférico (78 ppm, média) e rocha total (33 ppm, em média). As inclusões silicáticas da fácies ABGN são esgotadas em Sn (414 ppm em média na fase vidro e 291 ppm na fase glóbulo) em comparação com a rocha total (1175 ppm, média).

As inclusões silicáticas da fácies FAGHP são predominantemente peraluminosas ($A/CNK=1,8$ na média) (Fig. 26 B).. No entanto, é importante destacar que alguns pontos de análises (FAGHP-20 Incl.1-1⁺, FAGHP-20 Incl.1-2⁺, FAGHP-20 Incl.1-3⁺), na mesma inclusão, mostrara composição transicional entre peralcalina e peraluminosa. As inclusões silicáticas da fácies ABGN são principalmente peralcalinas; porém, algumas inclusões mostraram composições compatíveis com rochas peraluminosas (Fig. 26 A).

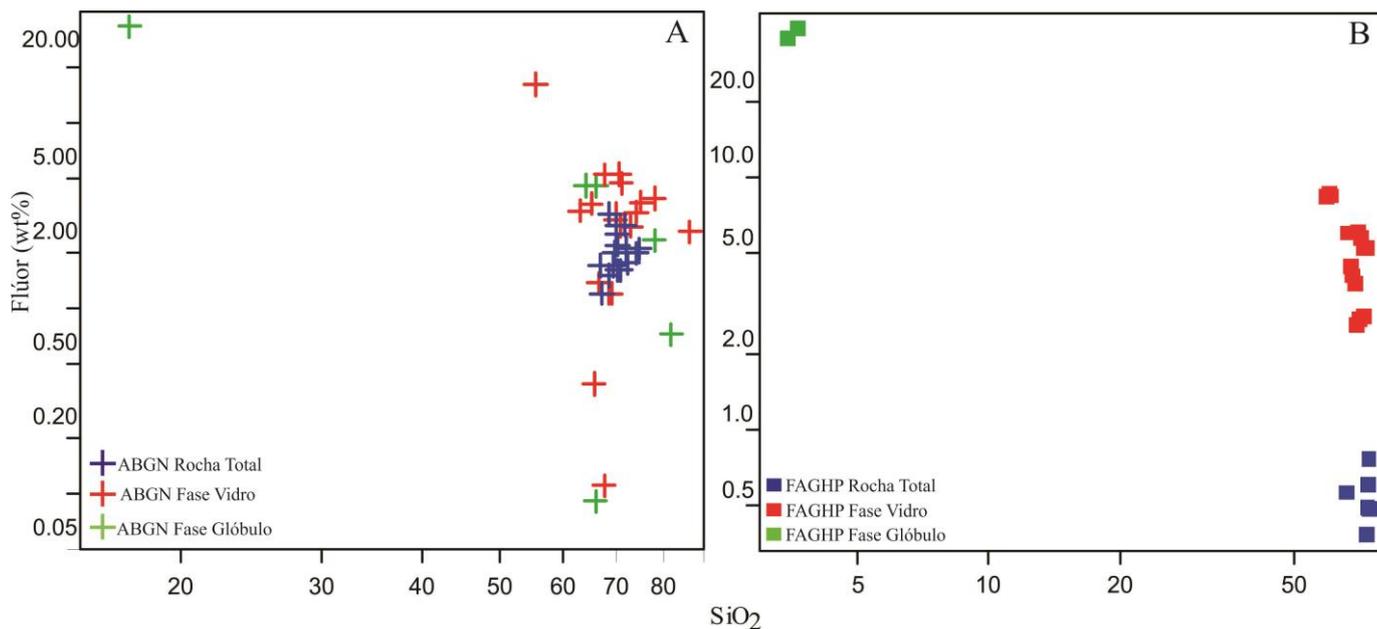


Figura 19- Diagramas de variação SiO₂ x F para as fases sólidas das inclusões silicáticas em cristais de quartzo das fácies Albita-granito de núcleo (A) e Feldspato alcalino granito hipersolvus porfirítico (B), em comparação aos valores das respectivas rochas totais ABGN e FAGHP.

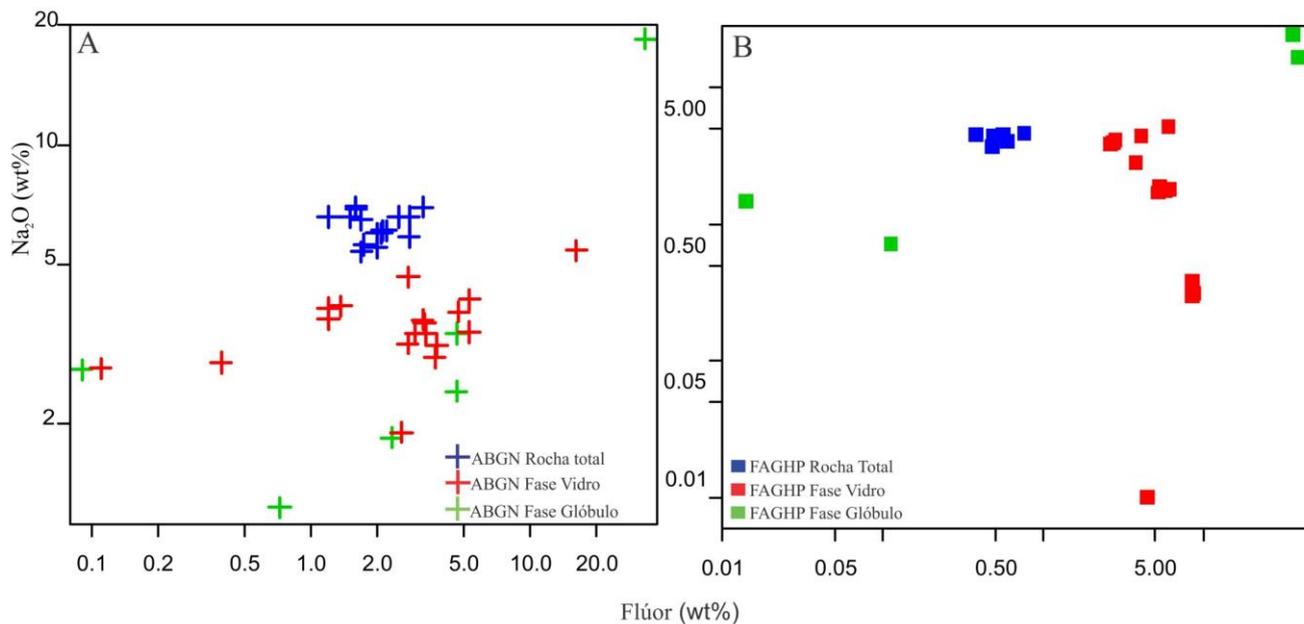


Figura 20- Diagramas de variação Na₂O x F para as fases sólidas das inclusões silicáticas em cristais de quartzo das fácies Albita-granito de núcleo (A) e Feldspato alcalino granito hipersolvus porfirítico (B), em comparação aos valores das respectivas rochas totais ABGN e FAGHP.

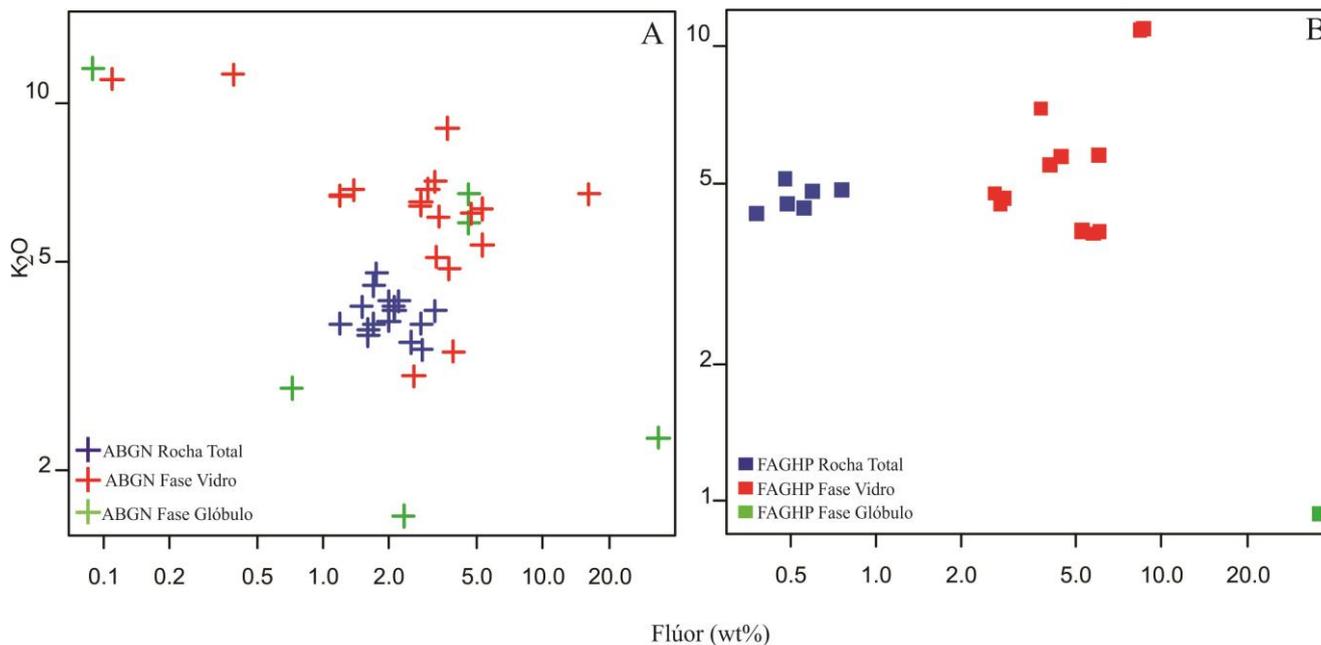


Figura 21-Diagramas de variação K_2O x F para as fases sólidas das inclusões silicáticas em cristais de quartzo das fácies Albita-granito de núcleo (A) e Feldspato alcalino granito hipersolvus porfirítico (B), em comparação aos valores das respectivas rochas totais ABGN e FAGHP.

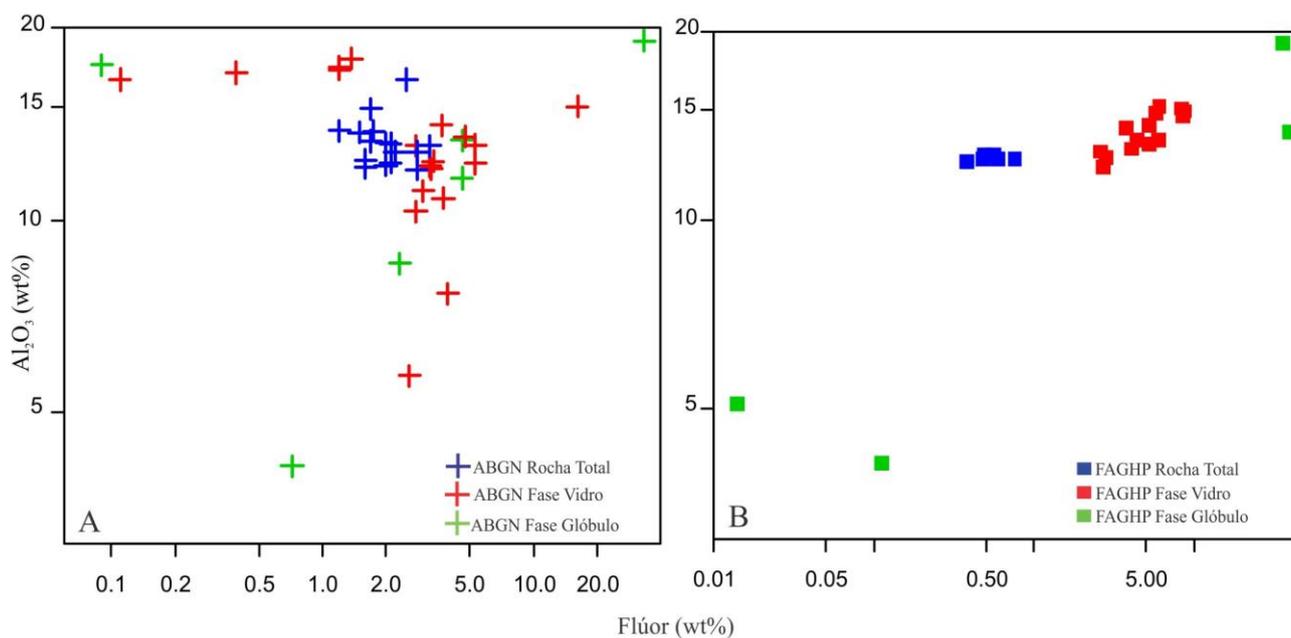


Figura 22- Diagramas de variação Al_2O_3 x F para as fases sólidas das inclusões silicáticas em cristais de quartzo das fácies Albita-granito de núcleo (A) e Feldspato alcalino granito hipersolvus porfirítico (B), em comparação aos valores das respectivas rochas totais ABGN e FAGHP.

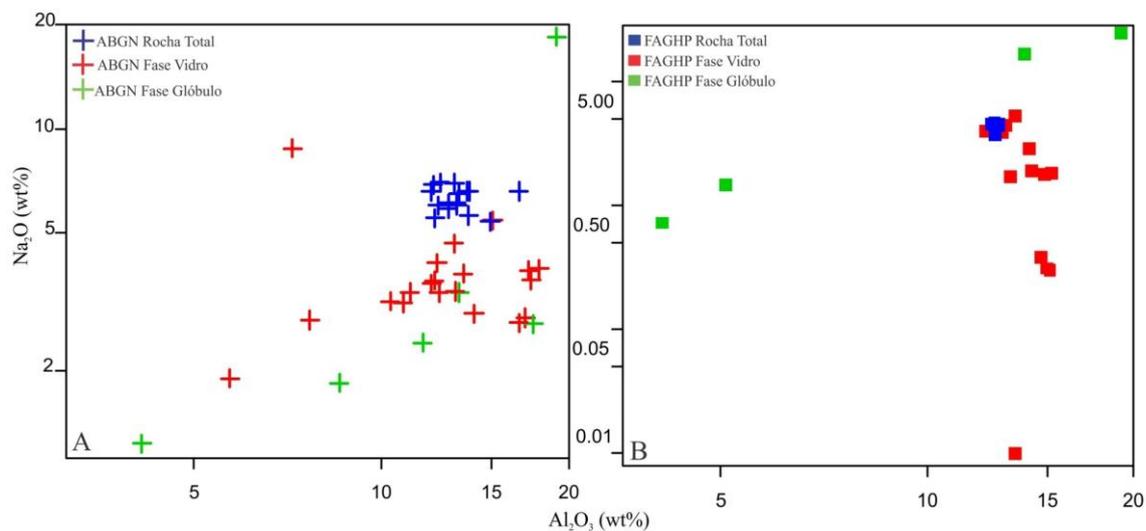


Figura 23- Diagramas de variação $\text{Na}_2\text{O} \times \text{Al}_2\text{O}_3$ para as fases sólidas das inclusões silicáticas em cristais de quartzo das fácies Albita-granito de núcleo (A) e Feldspato alcalino granito hipersolvus porfírico (B), em comparação aos valores das respectivas rochas totais ABGN e FAGH.

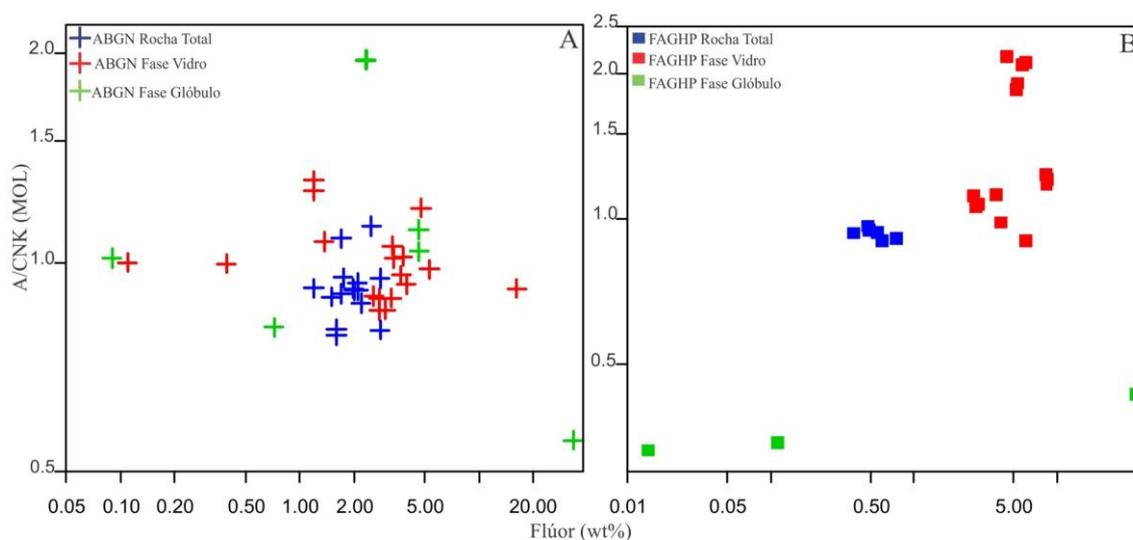


Figura 24- Diagramas de variação $\text{A/CNK} \times \text{F}$ para as fases sólidas das inclusões silicáticas em cristais de quartzo das fácies Albita-granito de núcleo (A) e Feldspato alcalino granito hipersolvus porfírico (B), em comparação aos valores das respectivas rochas totais ABGN e FAGHP.

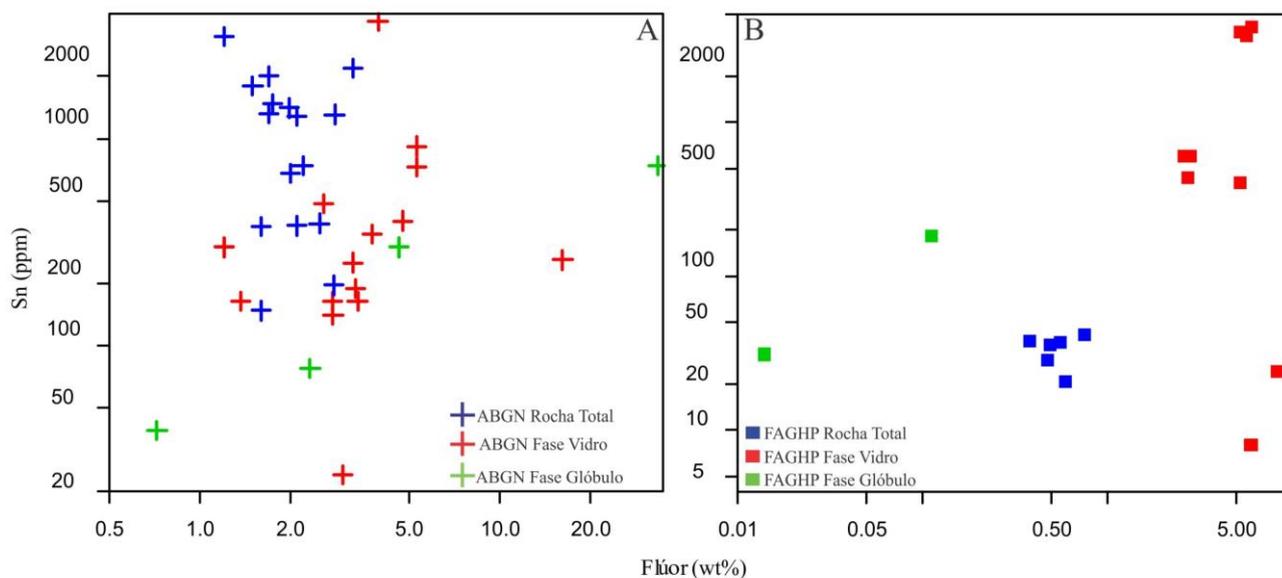


Figura 25- Diagramas de variação Sn x F para as fases sólidas das inclusões silicáticas em cristais de quartzo das fácies Albita-granito de núcleo (A) e Feldspato alcalino granito hipersolvus porfírico (B), em comparação aos valores das respectivas rochas totais ABGN e FAGHP.

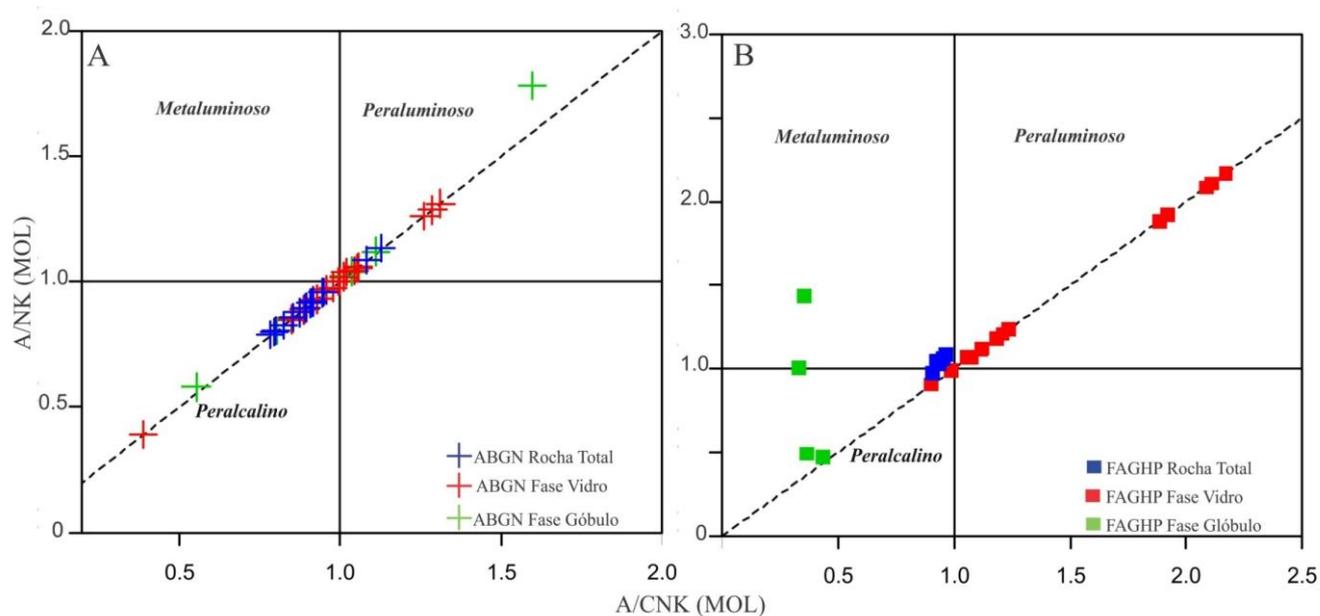


Figura 26- Diagramas A/NK (MOL) versus A/CNK (MOL), em que estão plotados dados químicos das fases sólidas das inclusões silicáticas em cristais de quartzo das fácies ABGN (A) e FAGHP (B), bem como os das respectivas rochas totais.

3.3 CONCLUSÕES

Com base nos dados obtidos de inclusões silicáticas (MI) da suíte Madeira e comparado com dados geoquímicos de rocha total (tabela 4), as MIs possivelmente representam amostras do líquido inicial no momento em que foram aprisionadas no cristal hospedeiro (cristais de quartzo). No entanto, em estudos de inclusões silicáticas em rochas plutônicas, todos os parâmetros de rehomogenização (temperatura e duração dos ensaios de aquecimento) antes das análises devem ser considerados com cautela (Bordnar & Student 2006). A temperatura de homogenização deve ser eficaz o suficiente para homogeneizar as fases cristalizadas que constituem as inclusões. As temperaturas de homogeneização utilizadas neste estudo foram de 700-800°C à pressão atmosférica, e estão acima das condições de solidus (500°C, 2 MPa) propostas por Costi *et al.* (2009). Então, altos teores de sílica (tabela 3) podem indicar superaquecimento e refusão do hospedeiro das inclusões silicáticas, nesse caso, cristais de quartzo (Lukkari *et al.* 2009). Além disso, a duração do aquecimento também é importante e está diretamente relacionada à difusão de voláteis e outros componentes, pois, em MIs ricas em voláteis as inclusões irão comumente crepitar antes que Th seja alcançada, devido às altas pressões internas geradas durante aquecimento. Como resultado, muitos pesquisadores optam trabalhar com temperaturas até as fases sólidas tenham dissolvido, produzindo uma inclusão que contém fusão mais bolha de vapor (Bordnar & Student 2006), como foi possível observar nas inclusões identificadas neste estudo.

Após a homogenização das MI foi possível observar que existem duas fases sólidas presentes nas cavidades das inclusões (fase vidro e fase glóbulo esférico) com distintas assinaturas geoquímicas. Os pontos analisados em ambas as fácies mostram altos valores de F, Al₂O₃ e Na₂O, como na amostra ABGN-15 Incl.1-4* do ABGN (Fig. 18 N-O; F 33,48%; Al₂O₃ 19,08%; Na₂O 18,48%) e para o FAGHP, nas amostras PHAFG-20 Incl.1-4* e FAGHP-20 Incl.1-5* (F 35,98%; 39,2%, Al₂O₃ 19,18%; 13,87%; Na₂O 24.23; 16,59%) da facies FAGHP. Constata-se, assim, que há uma fase glóbulo esférico presentes na MI com composição distinta da fase vidro e rocha total. E há algumas fases de glóbulos esféricos presentes apenas em duas inclusões silicáticas de ambas as fácies que exibem composição análoga à criolita. No entanto, para confirmar essa associação, é necessário realizar um estudo extenso, com mais análises em mais amostras. Por outro lado, esses dados permitem inferir que o líquido magmático aprisionado nos cristais de quartzo durante sua formação já era saturado em F. O alto

conteúdo de F pode ser considerado com uma evidência que explicaria as características incomuns do granito Madeira, como abordado por Costi *et al.* (2009), em que fases magmáticas peralcalinas e peraluminosas, que geralmente não são encontradas juntas, coexistem no Albita-granito de núcleo. Costi *et al.* (2009) também sugeriram que a origem do Albita-granito de núcleo teria sido originado por meio de um magma parental peralcalino rico em flúor, porém esse caráter teria sido desenvolvido em um estado tardio de diferenciação.

Os dados de Al_2O_3 , Na_2O e K_2O são evidências de que ocorreu uma diferenciação do magma inicial para formar o Albita-granito de núcleo e o Feldspato-Alcalino granito hipersolvus porfirítico. Corrobora com essa hipótese o fato de, as análises de inclusões silicáticas na fase vidro da fácies ABGN apresentam teores altos de Al_2O_3 e K_2O , valores baixos de Na_2O quando comparadas com as análises de rocha total. Esses valores altos podem ser explicados pela evolução do magma inicial gerando um magma com a assinatura geoquímica do Albita-granito de núcleo e outro com a composição do Feldspato-Alcalino granito hipersolvus porfirítico.

No diagrama A/NK versus A/CNK (Fig.26 A e B), especialmente na fácies FAGHP, observa-se que as inclusões silicáticas (vidro e glóbulo) têm uma assinatura geoquímica diferente em comparação aos dados de rocha total. Os pontos correspondentes à fase vidro são plotados no campo peraluminoso e os glóbulos no campo peralcalino. Essa é outra evidência de que o magma gerador da fácies ABGN não era inicialmente peralcalino, e esse caráter resultou em uma diferenciação tardia, conforme Thomas *et al.* (2006) e Costi *et al.* (2009)

3.3.1 Evidências de imiscibilidade em inclusões silicáticas

A técnica de reaquecimento utilizada neste trabalho não permitiu a visualização das transformações das fases durante o processo de aquecimento e processos de imiscibilidade como nos estudos microtermométricos de inclusões fluidas. Porém, foi possível visualizar nas inclusões silicáticas das duas fácies do granito Madeira um caso de imiscibilidade com pelo menos dois líquidos coexistentes. Segundo Roedder (1984) e Frezzotti (1992, 2001), a evidência morfológica de imiscibilidade magmática é uma gota de uma fase dentro de outra de composição contrastante. Isso é demonstrado pelas

texturas de emulsão, nas quais vários glóbulos são distribuídos aleatoriamente dentro da fase de vidro de silicato nas amostras (Fig.17c; 18a).

Além disso, os teores de F podem ser outra evidência de imiscibilidade, em ambas as fácies ABGN e FAGHP, pois algumas inclusões mostram ampla variação de flúor na mesma cavidade (por exemplo, amostras ABGN-5 e FAGHP-14. Ver tabela 3), e a composição dos glóbulos presentes nas inclusões silicáticas da fácies FAGHP (tabela 3) mostra alto teor de flúor quando comparadas com análises de rocha total. Este líquido rico em flúor certamente foi aprisionado na inclusão durante o crescimento do quartzo. Thomas *et al.* (2006) enfatizaram a importância dos processos de imiscibilidade nos estágios finais da evolução de magmas leucograníticos metaluminoso a peraluminoso rico em F-, B- e P, bem como apontam evidências de que um magma peraluminoso evoluído rico em F pode gerar dois fundidos diferentes, sendo um peralcalino e o outro metaluminoso a peraluminoso, por processos de imiscibilidade.

Essa hipótese é fortemente consistente com os dados de inclusões silicáticas apresentados neste trabalho (Fig.26a; 26b), com base nas análises de inclusões silicáticas da fácies FAGHP, variando de peraluminoso (fase vidro) a peralcalino (fase de glóbulo). Em outras palavras, o líquido aprisionado nos cristais de quartzo, no momento da sua formação, era um magma parental peraluminoso rico em F e em algum ponto da evolução esse magma parental gerou um magma peralcalino rico em F, originando a fácies Albita-granito de núcleo, e outro metaluminoso a peraluminoso que evoluiu para formar o Feldspato-alcálico granito hipersolvus porfirítico. Além disso, a maior concentração de Sn na fase vidro das inclusões da fácies FAGHP (ver Fig.25 b) sugere que o líquido primário teve uma concentração mais alta do que o líquido final que formou o granito feldspato alcálico hipersolvus porfirítico. Isso é evidência de que um magma inicial peraluminoso já saturado em F e Sn- poderia gerar esses dois magmas de diferentes composições.

4 CONCLUSÕES

As composições químicas obtidas nas análises das inclusões silicáticas mostraram que a técnica aqui desenvolvida, para a preparação das amostras, atingiu o seu objetivo. Provavelmente, os elementos mais sensíveis e, em tese, mais problemáticos durante as análises por microsonda eletrônica, Na e F, apresentaram uma boa resposta e as suas concentrações nas inclusões silicáticas demonstraram ser compatíveis com as composições das rochas graníticas hospedeiras.

Um dos aspectos mais importantes da análise dos dados químicos obtidos é que as inclusões silicáticas marcam muito bem as diferenças composicionais entre os líquidos magmáticos aprisionados nos fenocristais de quartzo das duas rochas graníticas. Se os dois líquidos magmáticos coexistiram pelo menos em parte de sua história evolutiva (Costi 2000), pode-se considerar que as concentrações dos elementos maiores e menores das inclusões silicáticas representariam a assinatura geoquímica no momento da formação dos fenocristais de quartzo, representantes da fase *liquidus* nas duas fácies graníticas.

Além do mais, as concentrações de F e Na são de extrema importância para futuras discussões sobre a possível origem comum das fases precursoras (*melt fractions*) dos líquidos que formaram o albita-granito e o feldspato alcalino-granito *hipersolvus* porfirítico.

As análises WDS obtidas por microsonda eletrônica representam novos dados de estudos em inclusões silicáticas a mina de Pitinga. Além de testar a hipótese de imiscibilidade sugerida por Costi *et al.* (2009), e corroborar que o magma parental do albita granito de núcleo não era inicialmente peralcalino, e sim desenvolvido relativamente tarde durante diferenciação. Entretanto, esse estudo ainda é o embrião de investigações em inclusões silicáticas que precisam se desenvolver em todas as fácies da suíte Madeira a compreensão geral da sua evolução magmática. Porém, o desenvolvimento desta técnica mostrou que o estudo das inclusões é uma ferramenta petrológica promissora.

REFERÊNCIAS

- Almeida F.F.M., Brito Neves B.B., Carneiro C.D.R. 2000. The origin and evolution of the South American Platform. *Earth-Science Reviews*, **50**: 77-111.
- Almeida M. E. 2006. *Evolução geológica da porção centro-sul do Escudo das Guianas com base no estudo geoquímico, geocronológico e isotópico dos granitoides paleoproterozoicos do sudeste de Roraima, Brasil*. PhD Theses, Centro de Geociências, Universidade Federal do Pará, Belém. 227p.
- Anderson A.T. 1974. Evidence for a picritic, volatile-rich magma beneath Mt. Shasta, California. *Journal of Petrology*, **15**:243–267.
- Anderson A.T., Davis A.M., Lu F. 2000. Evolution of Bishop Tuff rhyolitic magma based on melt and magnetite inclusions and zoned phenocrysts. *Journal of Petrology*. **41**:449-473.
- Bastos Neto A.C., Pereira V.P., Lima E.F., Ferron J.M., Minuzzi O., Ronchi L.H., Flores J.A.A., Frantz J.C., Pires A.C., Pierosan R., Hoff R., Botelho N.F., Rolim S.B.A., Rocha F.N.F., Ulmann L. 2005. A jazida de criolita da mina Pitinga (Amazonas). In: Marini J.O., Queiroz E., Ramos B.W. (eds.) *Caracterização de depósitos minerais em distritos mineiros da Amazônia*. Brasília, DF, Brasil, DNPM–ADIMB, p.477-552.
- Bastos Neto A. C., Pereira V. P., Ronchi L. H., Lima E. F., Frantz J. C. 2009. The world-class Sn, Nb, Ta, F, (Y, RE, Li) deposit and the massive cryolite associated with the albite-enriched facies of the Madeira A-type granite, Pitinga Mining District, Amazonas State, Brazil. *The Canadian Mineralogist*, **47**:1329-1357.
- Bodnar R. & Student J. 2006. *Melt inclusions in plutonic rocks: petrography and microthermometry*. [S.l.], Elsevier, p.165-188. (Mineralogical Association of Canada Short Course, 36).
- Bowden P. & Kinnaird J.A. 1984. Geology and mineralization of the Nigerian anorogenic ring complexes. *Geologisches Jahrbuch*, **B56**: 1-65.
- Borges R.M.K. 1997. *Petrografia e química mineral dos greisens associados ao Granito Água Boa - mina Pitinga (AM): um estudo dos processos de formação de greisens*. Dissertation, Centro de Geociências, Universidade Federal do Pará, Belém, 190 p.
- Borges R. M. K. 2002. *Greisens and K-Episyenites Associated to the Água Boa granite, Pitinga (Amazonas State): a study of hydrothermal processes leading to tin mineralization*. PhD Theses, Universidade Federal do Pará, Belém, Brasil, 142p.
- Borges R. M. K., Dall’Agnol R., Costi H.T. 2003. Geologia, petrografia e química mineral das micas dos greisens estaníferos associados ao plúton Água Boa, Pitinga (AM). *Revista Brasileira de Geociências*, **33**:51-62.
- Borges R. M. K., Villas R. N. N., Fuzikawa K., Dall’Agnol R., Pimenta M. A. 2009. Phase separation, fluid mixing, and origin of the greisens and potassic episyenite associated with the Água Boa plúton, Pitinga tin province, Amazonian Craton, Brazil. *Journal of South American Earth Sciences*, **27**:161-183.

- Borges R. M. K., Amorim L. E. D., Rios F. J., Costi H. T., Freitas, M., Lima T. A. F. 2016. Estudo de inclusões de líquidos silicáticos (*melt inclusions*) em quartzo de granitos estaníferos da Província Pitinga (AM): um estudo pioneiro no Brasil. In: SBGeo. 48º Congresso Brasileiro de Geologia, Porto Alegre, p. 124-126.
- Costi H. T. 2000. *Petrologia de granitos alcalinos com alto flúor mineralizados em metais raros: o exemplo do albita-granito da Mina Pitinga, Amazonas, Brasil*. PhD Theses, Universidade Federal do Pará, Belém, 345p.
- Costi H.T., Dall’Agnol R., Moura C.A.V. 2000. Geology and Pb–Pb geochronology of Paleoproterozoic volcanic and granitic rocks of Pitinga Province, Amazonian Craton, Northern Brazil. *International Geology Review*, **42**:832–849.
- Costi H.T., Dall’Agnol R., Borges R.M.K., Minuzzi O.R.R., Teixeira J.T. 2002. Tin-bearing sodic episyenites associated with the Proterozoic, A-type Água Boa granite, Pitinga mine, Amazonian Craton, Brazil. *Gondwana Research*, **5**:435–451.
- Costi H.T., Borges R. M. K. Dall’Agnol R. 2005. Depósitos de estanho da mina do Pitinga, estado do Amazonas. In: Marini E.J.O. & Queiroz B.W. (eds). *Depósitos minerais na Amazônia*. Brasília, DF, Brasil, DNPM–ADIMB, v.1, p. 391-475.
- Costi H.T., Dall’Agnol R., Pichavant M. Rämö O. T. 2009. The peralkaline tin-mineralized Madeira cryolite Albite-Rich granite of Pitinga, Amazonian craton, Brazil: Petrography, mineralogy and crystallization processes. *The Canadian Mineralogist*, **47**:1301-1327.
- Danyushevsky L.V., McNeill A.W., Sobolev A.V. 2002 Experimental and petrological studies of melt inclusions in phenocrysts from mantle-derived magmas: an overview of techniques, advantages and complications. *Chemical Geology*, **183**:5-24.
- Daoud W.K. 1988. *Granitos estaníferos de Pitinga, Amazonas: contexto geológico e depósitos minerais associados*. Unpublished Dissertation, Universidade de Brasília, Brasília,DF, Brasil, 194p.
- Daoud W. K. & Antonietto Jr A. 1985. Geologia do granito Água Boa, Pitinga, AM. In: SBG, 2º Simpósio de Geologia da Amazônia, Belém, *Anais[...]*, p.17–33.
- Davidson P. 2004. *A new methodology for the study of the magmatic–hydrothermal transition in felsic magmas: applications to barren and mineralized systems*. Unpublished PhD Thesis, University of Tasmania, Hobart, Australia, 274 p.
- De Vivo B., Frezzotti M.L., Lima A. 1994. Immiscibility in magmatic differentiation and fluid evolution in granitoid xenoliths at Pantelleria: fluid inclusions evidence, *Acta Vulcanology*. **3**:195-202.
- Feio G.R.L. 2007. *Petrografia e geoquímica dos greisens associados ao topázio-granito do pluton Água Boa, Província Estanífera de Pitinga (AM)*. Dissertation, Instituto de Geociências, Universidade Federal do Pará, Belém, 132p.
- Feio G. R. L., Dall’Agnol R., Borges R. M. K. 2007. Greisens associados ao topázio granito do pluton Água Boa, Província Estanífera de Pitinga: petrografia e balanço de massa. *Revista Brasileira de Geociências* **37** (3): 607–624.

- Ferron J.M.T.M. 2006. *Geologia regional, geoquímica e geocronologia Pb-Pb de rochas graníticas e vulcânicas paleoproterozoicas da Província Pitinga, Cráton Amazônico*. PhD Theses, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 201p.
- Ferron J.M.T.M., Bastos Neto A.C., Lima E.F.D., Costi H.T., Moura C.A.V., Prado M., Pierosan R., Galarza M. A. 2006. Geologia e geocronologia Pb–Pb de rochas graníticas e vulcânicas ácidas a intermediárias paleoproterozoicas da Província Pitinga, Cráton Amazônico. *Revista Brasileira de Geociências*, **36** (3): 499–512.
- Frezzotti M. L. 2001. Silicate-melt inclusions in magmatic rocks: applications to petrology. *Lithos*, **55**: 273–299.
- Gibbs A.K. & Barron C.N. 1983. The Guiana Shield reviewed. *Episodes*, **2**: 7-14
- Gomes C. B. 2015. *A microsonda eletrônica na geologia*. São Paulo, Edusp, 84, 248p.
- Halter W.E., Pettke T. Heinrich C.A. 2004a. Laser ablation ICP–MS analysis of silicate and sulfide melt inclusions in an andesitic complex I: analytical approach and data evaluation. *Contribution to Mineral Petrology*, **147**:385-396.
- Halter W.E., Heinrich C.A. Pettke T. 2004b. Laser ablation ICP–MS analysis of silicate and sulfide melt inclusions in an andesitic complex II: evidence for magma mixing and magma chamber evolution. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **147**:397-412.
- Harris N.B.W. 1981. The role of fluorine and chlorine in the petrogenesis of a peralkaline complex from Saudi Arabia. *Chemical Geology*, **31**: 303-310.
- Horbe M.A., Horbe A.C., Teixeira T., Costi H.T. 1985. Granito Madeira: petrologia, petroquímica e mineralizações. *In: SBG, 2º Simpósio de Geologia da Amazônia, Anais[...]*, v.3, p. 284-320.
- Horbe M.A., Horbe A.C., Costi H.T., Teixeira J.T. 1991. Geochemical characteristics of cryolite–tin-bearing granites from the Pitinga mine, northwestern Brazil: a review. *Journal of Geochemical Exploration*, **40**: 227-249.
- Kamenetsky V.S., Naumov V.B., Davidson P., Van Achteberghd E., Ryand C.G. 2004. Immiscibility between silicate magmas and aqueous fluids: a melt inclusion pursuit into the magmatic-hydrothermal transition in the Omsukchan Granite (NE Russia). *Chemical Geology*, **210**:79-90.
- Lenharo S. L. R. 1998. *Evolução magmática e modelo metalogenético dos granitos mineralizados da região de Pitinga, Amazonas, Brasil*. PhD Theses, Universidade de São Paulo, Brasil, p.290.
- Lowenstern J.B. 1995. Applications of silicate-melt inclusions to the study of magmatic volatiles. *In: Binding U. (ed.). Magmas, fluids, and ore deposits*. [S.l., s.n], p.71–99. (Mineralogical Association of Canada Short Course Series, 23).
- Lowenstern J.B. 2003. Melt inclusions come of age: volatiles, vol-canoes, and sorby's legacy. *In: De Vivo Benedetto & Bodnar Robert J. (ed.). Developments in volcanology*, 5. Melt inclusions in volcanic systems: methods, applications and problems. Amsterdam, Elsevier, p.1-21.

- Lu F., Anderson A.T., Davis A.M. 1992, Melt inclusions and crystal-liquid separation in rhyolitic magma of the Bishop Tuff. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **110**:113-120.
- Minuzzi O. R. R. 2005. *Gênese e evolução da mineralização de Criolita, Pirocloro e Columbita da Subfácies Albita Granito de Núcleo, Mina Pitinga, Amazonas, Brasil*. PhD Theses, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Brasil. 320p.
- Nielsen T.F.D., Solovova I.P., Veksler I.V. 1998. Parental melts of melilitolite and origin of alkaline carbonatite: evidence from crystallized melt inclusions, Gardiner complex. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **126**:331–44.
- Rapien M.H., Bodnar R.J., Simmons S., Szabó CS., Wood C.P., Sutton S.R. 2003. Melt inclusion study of the embryonic porphyry copper system at White Island, New Zealand. *Society of Economic Geologists Special Publication*, **10**:41-59.
- Roedder E. 1979. Origin and significance of magmatic inclusions. *Bulletin de Minéralogie*, **102**:487–510.
- Roedder E. 1984. *Fluid inclusions*. Virginia, USA, Mineralogical Society of America. (Reviews in Mineralogy, v. 12).
- Roedder E. 1992. Fluid inclusion evidence for immiscibility in magmatic differentiation. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **56**:5-20.
- Santos J. O. S.; Hartmann L. A., Gaudette H. E., Groves D. I. Mcnaughton N. J., Fletcher I. R. 2000. A new understanding of the provinces of the Amazon craton based on integration of field mapping and U–Pb and Sm–Nd geochronology. *Gondwana Research*, **3**:453-488.
- Schiano P. 2003. Primitive mantle magmas recorded as silicate melt inclusions in igneous minerals. *Earth-Science Reviews*, **63**:121–44.
- Silva E.J.O. 2016. *Caracterização mineralógica de quartzo do depósito estanífero Grotta Rica, Província Pitinga (AM): feições morfológicas e texturas de catodoluminescência em microscópio eletrônico de varredura*. Trabalho de Conclusão de Curso, Graduação em Geologia, Universidade Federal do Pará, Instituto de Geociências, 100 p.
- Sobolev V.S. & Kostyuk V.P. 1975. Magmatic crystallization based on a study of melt inclusions. *Fluid Inclusion Research* **9**:182-253 (translated from original publication in Russian).
- Sorby H.C. 1858. On the microscopic structure of crystals, indicating the origin of minerals and rocks. *Geol. Soc. London Q. J.*, **14**:453–500.
- Souza A. C. 2012. *Litogeoquímica e química mineral das rochas félsicas e máficas aflorantes entre os km 151-155 da BR-174, município de Presidente Figueiredo (AM)*. Dissertation, Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 98p.
- Student J. J. & Bodnar R. J. 2004. Silicate melt inclusions in porphyry copper deposits: Identification and homogenization behavior. *Canadian Mineralogist*, **42**:1583-1599.
- Teixeira J. T., Costi H. T., Minuzzi O. R. R., Soares E. A. A. 1992. Depósitos primários de criolita, cassiterita, xenotímio e columbita em apogranito – mina do Pitinga (Am). *In*. SBG, 37º Congresso Brasileiro de Geologia. São Paulo, *Anais*[...], p.212-213.

Thomas R., Webster J.D., Heinrich W. 2000. Melt inclusions in pegmatite quartz: complete miscibility between silicate melts and hydrous fluids at low pressure. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **139**:394–401.

Thomas R., Förster H. J., Rickers K., Webster J. D. 2005. Formation of extremely F-rich hydrous melt fractions and hydrothermal fluids during differentiation of highly evolved tin-granite magmas. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **148**:582–601.

Valério, C. S. 2006. *Magmatismo paleoproterozoico do Extremo Sul do Escudo das Guianas, município de Presidente Figueiredo (AM): geologia, geoquímica e geocronologia pb-pb em zircão*. Dissertation, Universidade Federal do Amazonas. 112p.

Veiga Jr J.P., Nunes A.C.B., Souza E.C.D., Santos J.O.S., Amaral J.E.D., Pessoa M.R. Souza S.A.S. 1979. *Projeto sulfetos de Uatumã*. Manaus, DNPM/CPRM, p.221. Relatório técnico final.

Webster J.D. & Thomas R. 2006. *Silicate melt inclusions in felsic plutons: a synthesis and review*. Montreal, Quebec, p. 165-188. (Mineralogical Association of Canada Short Course, 36).

Whalen J. B., Currie K. L., Chappell B.W. 1987. A-type granites: geochemical characteristics, discrimination and petrogenesis. *Contributions to Mineral Petrology*, **95**:407-419.

Yang K. & Scott S.D. 2002. Magmatic degassing of volatiles and ore metals into a hydrothermal system on the modern sea floor of the eastern Manus back-arc basin, western Pacific. *Economic Geology*, **97**:1079–1100.