



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

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO Nº 634

**U–Pb EM TITANITA POR LA-ICP-MS NO LABORATÓRIO
PARÁ-ISO (UFPA): METODOLOGIA E APLICAÇÃO EM
ROCHAS DO SUDESTE DO ESCUDO DAS GUIANAS E
PROVÍNCIA BORBOREMA**

Dissertação apresentada por:

JOÃO ALBERTO EVANGELISTA PINTO

Orientador: Prof. Dr. JEAN MICHEL LAFON (UFPA)

**BELÉM-PARÁ
2023**

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)

- P659u Pinto, João Alberto Evangelista.
 U-Pb em titanita por LA-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso
 (UFPA): metodologia e aplicação em rochas do sudeste do Escudo
 das Guianas e Província Borborema / João Alberto Evangelista
 Pinto. — 2023.
 xvii, 108 f. : il. color.
- Orientador(a): Prof. Dr. Jean Michel Lafon Lafon
 Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Pará,
 Instituto de Geociências, Programa de Pós-Graduação em Geologia
 e Geoquímica, Belém, 2023.
1. U-Pb in situ em titanita. 2. LA-ICP-MS. 3. Material de
 Referência. 4. Sudeste do Escudo das Guianas. 5. Sistema
 Orogênico Sergipano. I. Título.

CDD 551.701



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

**U-Pb EM TITANITA POR
LA-ICP-MS NO LABORATÓRIO PARÁ-ISO (UFPA):
METODOLOGIA E APLICAÇÃO EM ROCHAS DO SUDESTE
DO ESCUDO DAS GUIANAS E PROVÍNCIA BORBOREMA**

DISSERTAÇÃO APRESENTADA POR:
JOÃO ALBERTO EVANGELISTA PINTO

**Como requisito parcial à obtenção de Grau de Mestre em Ciências na Área de
GEOLOGIA E GEOQUÍMICA, linha de pesquisa Geocronologia e Geoquímica
Isotópica.**

Data de Aprovação: 18 / 05 / 2023

Banca Examinadora:


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


Prof. Dr. João Marinho Milhomem Neto
(Membro – UFPA)


Prof. Dr. Kei Sato
(Membro – USP)

*Dedico este trabalho aos meus avós,
Darcy Maria e Pedro Elias.*

AGRADECIMENTOS

O autor desta dissertação expressa seus sinceros agradecimentos a todas as pessoas e instituições que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho e em particular:

- Ao CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico) pela concessão da bolsa de mestrado (130983/2018-7) e fomento ao PROJETO UNIVERSAL n. 423625/2018-7;
- Ao Programa de Pós-Graduação de Geologia e Geoquímica do Instituto de Geociências da UFPA pela disponibilização de infraestrutura;
- Ao Laboratório de Geologia Isotópica (Pará-Iso) do Instituto de Geociências da UFPA pela infraestrutura disponibilizada, com destaque para os Profs. João Milhomem Neto e Andréia Cardoso, por todo o apoio durante as análises;
- Ao meu orientador Prof. Jean Michel Lafon, pela oportunidade de realizar este trabalho e pelos incentivos, valiosas discussões, ensinamentos e reflexões;
- Ao GEOLAB (Laboratório de Geocronologia de Alta Resolução) da USP, pelas análises U-Pb por SHRIMP, com destaque para o responsável técnico Kei Sato;
- Ao laboratório de Microanálises do Instituto de Geociências (UFPA), pelas imagens obtidas por MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura), com destaque para o Prof. Cláudio Lamarão (coordenador do laboratório) e para a Gisele Marques (técnica do laboratório);
- Ao Laboratório de Microscopia Eletrônica da Superintendência Regional de Belém do Serviço Geológico do Brasil (CPRM/Belém), com destaque para o geólogo Dr. Marcelo Vasquez (responsável pelo laboratório);
- Ao Laboratório de Laminação do Instituto de Geociências da UFPA, com destaque para a responsável técnica Joelma Lobo, pela confecção das pastilhas de titanita;
- À minha família, especialmente meus pais, Carlos Alberto e Mara Cristina, e meus avós, Darcy Maria e Pedro Elias, pelo incentivo dedicado ao longo de minha trajetória acadêmica;
- À geóloga Raiene (Neni) Miranda, por todo amor, carinho, apoio e paciência durante uma década de companheirismo.
- Aos amigos da Geologia, em especial ao Luciano Ribeiro, por todo o apoio e pelas valiosas discussões sobre geoquímica e evolução crustal.

“Extraí-se ideias de devaneios. Extraí-se ideias do tédio. Extraí-se ideias o tempo todo. A única diferença entre os escritores e as outras pessoas é que a gente percebe quando está fazendo isso.”

Neil Gaiman

RESUMO

A titanita (CaTiSiO_5) é um mineral comum em rochas metamórficas ortoderivadas, cálcio-silicáticas e granitoides cálcio-alcálinas. A temperatura de fechamento para difusão de Pb em titanita varia entre 650-775°C. Além disso, tende a ser mais reativa do que outros petrocronômetros como zircão e monazita, uma vez que é mais susceptível a reações metamórficas de médio a alto grau. Portanto, a titanita é um geocronômetro amplamente utilizado na datação U–Pb de eventos metamórficos, ígneos e hidrotermais. Este trabalho consistiu na implementação do protocolo experimental da metodologia U–Pb em titanita por espectrometria de massa de fonte plasma indutivamente acoplado e microsonda de ablação a laser (LA-ICP-MS) no Laboratório de Geologia Isotópica da Universidade Federal do Pará (Pará-Iso). A rotina analítica foi otimizada com base em análises de quatro titanitas de referência (Tory Hill, Khan, Mud Tank e CHBK), para estimar a precisão, confiabilidade e reprodutibilidade dos dados. Este protocolo experimental foi implementado a partir de procedimentos previamente desenvolvidos no Laboratório Pará-Iso (U–Pb em zircão) e em outros laboratórios (U–Pb em titanita). Os cristais mais adequados para datação (aqueles mais escuros e sem inclusões/fraturas) foram selecionados e fixados em pastilhas de resina epóxi (*mounts*). Imagens de elétrons retro espalhados (ERE) foram obtidas para avaliar as feições internas dos cristais e identificar os domínios para as análises pontuais (*spots*). As análises U–Pb foram realizadas com espectrômetro de massa quadrupolo (Q-ICP-MS) modelo *iCAP Q* da marca *Thermo Fischer Scientific*, com microsonda de ablação a laser tipo sólido *Nd:YAG 213 nm* modelo *LSX-213 G2* da marca *CETAC*. O processamento e redução dos dados analíticos brutos foram realizados em macro *Excel*, desenvolvida para as especificidades do *iCAP Q* e do sistema U–Pb em titanita, levando em conta o fato deste mineral poder incorporar quantidades consideráveis de Pb comum, o que requer uma avaliação cuidadosa e correção adequada do conteúdo desse Pb. O cálculo das idades e os diagramas Concórdia foram gerados com auxílio do suplemento *Isoplot/Excel*. Para validar o protocolo de análises U–Pb por LA-Q-ICP-MS, titanitas de dois materiais de referência (Khan e CKHB) e de três amostras (dois ortognaisses e um metatonalito) também foram analisadas por SHRIMP IIe no Centro de Pesquisas em Geocronologia e Geoquímica Isotópica da Universidade de São Paulo (CPGEO-USP). As análises por LA-Q-ICP-MS nas titanitas Tory Hill e Khan forneceram idades médias ponderadas $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $1057,2 \pm 2,5$ Ma ($n=79$; $\text{MSWD}=0,74$) e $518,0 \pm 4,9$ Ma ($n=26$; $\text{MSDW}=0,45$), respectivamente, concordantes com a idade ID-TIMS da literatura de $1059,7 \pm 1,2$ Ma para a titanita Tory Hill e com a idade SHRIMP de $519,9 \pm 1,8$ Ma ($n=18$; $\text{MSWD}=0,65$)

da titanita Khan. Esta última mostrou-se mais adequada para uso como material de referência (MR) primário, pois apresentou maior sinal analítico, menor variância nas razões isotópicas e menor conteúdo de Pb comum. As titanitas Mud Tank e CKHB, empregadas como MRs secundários, forneceram, respectivamente, idades médias ponderadas $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $318,4 \pm 2,1$ Ma ($n=44$; MSWD=0,30) e $93,9 \pm 2,9$ Ma ($n=40$; MSWD=0,05), idênticas à idade ID-TIMS de $319,20 \pm 0,36$ Ma da literatura para Mud Tank e à idade SHRIMP de $93,8 \pm 1,5$ Ma ($n=18$; MSWD=0,10) da titanita CHKB. As idades SHRIMP demonstram a excelente reprodutibilidade interlaboratorial, certificando o protocolo analítico implementado no Pará-Iso. Como aplicação geológica, foram datadas titanitas de três rochas metamórficas, uma arqueana e duas paleoproterozoicas do sudeste do Escudo das Guianas (SEG), sendo um ortogneisse granodiorítico (JAP-02A – 2,69 a 2,60 Ga), o paleossoma de um ortogneisse diorítico migmatítico (STG-179B – 2139 ± 1 Ma) e um metatonalito (B107 – 2139 ± 12 Ma). As análises na amostra JAP-02A forneceram uma idade média ponderada $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ de 2051 ± 10 Ma, a qual registra o evento metamórfico tardi-riaciano que produziu este ortogneisse de protólito neoarqueano, da porção norte do Bloco Amapá. As amostras STG-179B e B107 afloram ao longo do Rio Oiapoque, na fronteira entre Amapá e Guiana Francesa. As titanitas dessas amostras forneceram idades médias ponderadas $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ de 2111 ± 17 Ma e 2098 ± 29 Ma para o paleossoma e o metatonalito, respectivamente. Estas idades registram um evento de metamorfismo regional associado ao estágio colisional (2,11-2,09 Ga) do Ciclo Transamazônico (2,26-1,95 Ga), que retrabalhou as rochas do SEG. Isto reforça a eficiência da sistemática U-Pb em titanita no registro de eventos metamórficos. Foram também analisadas titanitas ígneas de um leucrogranito neoproterozoico (SOS-1257), inserido no Sistema Orogênico Sergipano (SOS), no setor sul da Província Borborema (PB). A idade média ponderada $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $639,1 \pm 5,8$ Ma foi obtida e é considerada como a melhor estimativa da idade de cristalização deste leucrogranito, uma vez que análises U-Pb em zircões desta mesma amostra não forneceram resultados analíticos coerentes, devido ao elevado grau de metamitização dos cristais. A idade obtida neste leucrogranito ilustra o potencial da titanita em fornecer idades de cristalização em granitoides cujos zircões metamíticos inviabilizaram a determinação de uma idade. Os resultados obtidos neste trabalho demonstram a viabilidade da metodologia U-Pb em titanita por LA-Q-ICP-MS, que se encontra em rotina no Laboratório Pará-Iso.

Palavras-chave: U-Pb *in situ* em titanita; LA-ICP-MS; material de referência, metamorfismo; Sudeste do Escudo das Guianas; Sistema Orogênico Sergipano.

ABSTRACT

Titanite (CaTiSiO_5) is a common accessory mineral in ortho-derived metamorphic rocks, calc-silicatic rocks, and calc-alkali granites. The closing temperature for Pb diffusion in titanite varies between 650–775°C. Furthermore, it tends to be more reactive than other petrochronometers such as zircon and monazite, as it is more susceptible to medium- to high-grade metamorphic reactions. Therefore, titanite is a geochronometer widely used in U–Pb dating of metamorphic, igneous, and hydrothermal events. This work consisted of the implementation of the experimental procedures of the U–Pb methodology in titanite by inductively coupled plasma source mass spectrometry and laser ablation microprobe (LA-ICP-MS) at the Isotope Geology Laboratory of the Federal University of Pará (Pará-Iso). The analytical routine was optimized based on analyses of four reference titanites (Tory Hill, Khan, Mud Tank, and CHBK), to estimate the precision, reliability, and reproducibility of the data. The protocol was implemented based on procedures previously developed at the Pará-Iso Laboratory (U–Pb in zircon) and in other laboratories (U–Pb in titanite). The most suitable crystals for dating (those that are darker and without inclusions/fractures) were selected and fixed in epoxy resin mounts. Backscattered electron images helped to evaluate the internal features of the crystals and identify the domains for in situ analysis. The U–Pb analyses were performed with a quadrupole mass spectrometer (Q-ICP-MS) model iCAP Q from Thermo Fischer Scientific, with a solid-state Nd:YAG 213 nm laser microprobe model LSX-213 G2 from CETAC. The processing and reduction of the raw analytical data were performed with an in-house Excel spreadsheet, adapted to the specificities of iCAP Q and the U–Pb system in titanite, considering that titanite can incorporate large amounts of common Pb, which requires a careful evaluation and proper correction of the content of this Pb. Age calculation and Concordia diagrams were provided using the Isoplot/Excel software. To validate the U–Pb analysis protocol by LA-Q-ICP-MS, titanites from two reference materials (Khan and CKHB) and three samples (two orthogneisses and one tonalite) were also analyzed by SHRIMP IIe at the Center for Research in Geochronology and Isotopic Geochemistry at the University of São Paulo (CPGEO-USP). LA-Q-ICP-MS analyses on the Tory Hill and Khan titanites provided mean $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ ages of 1057.2 ± 2.5 Ma ($n=79$; $\text{MSWD}=0.74$) and 518.0 ± 4.9 Ma ($n=26$; $\text{MSDW}=0.45$), respectively, in agreement with the ID-TIMS age of 1059.7 ± 1.2 Ma from the literature for the Tory Hill titanite and with the SHRIMP age of 519.9 ± 1.8 Ma ($n=18$; $\text{MSWD}=0.65$) of the Khan titanite. The latter proved to be more suitable for use as a primary reference material (RM), as it showed a higher analytical signal, lower variance in isotopic ratios, and lower common Pb content. The Mud Tank and CKHB titanites, used as secondary

RMs, provided, respectively, mean $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ ages of 318.4 ± 2.1 Ma ($n=44$; $\text{MSWD}=0.30$) and 93.9 ± 2.9 Ma ($n=40$; $\text{MSWD}=0.05$), identical to the ID-TIMS age of 319.20 ± 0.36 Ma from the literature for Mud Tank and the SHRIMP age of 93.8 ± 1.5 Ma ($n=18$; $\text{MSWD}=0.10$) of the CHKB titanite. SHRIMP ages demonstrate excellent interlaboratory reproducibility, certifying the implemented analytical protocol at the Pará-Iso Laboratory. As a geological application, titanites were dated from three metamorphic rocks, one Archean and two Paleoproterozoic from the southeastern Guiana Shield (SEGS) previously dated by U–Pb method in zircon: a granodioritic orthogneiss (JAP-02A, 2.69–2.60 Ga), the paleosome of a migmatized dioritic orthogneiss (STG-179B, 2139 ± 1 Ma) and tonalite (B107, 2139 ± 12 Ma). Titanites from sample JAP-02A yielded a mean $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ age of 2051 ± 10 Ma, which records the late-Rhyacian metamorphic event that produced this orthogneiss from a Neoarchean protolith, in the northern portion of the Amapá Archean Block. Samples STG-179B and B107 crop out along the Oyapock River, on the border between Amapá and French Guiana. Titanites from these samples provided mean $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ ages of 2111 ± 17 Ma and 2098 ± 29 Ma for the paleosome and tonalite, respectively. These ages record a regional metamorphism event associated with the collisional stage (2.11–2.09 Ga) of the Transamazonian orogeny (2.26–1.95 Ga), which built up the SEGS. Such findings reinforce the efficiency of the titanite U–Pb systematics on the record of metamorphic events. In addition, igneous titanites of a Neoproterozoic leucogranite (SOS-1257), from the Sergipe Orogenic System, in the southern sector of the Borborema Province were also analyzed. The mean $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ age of 639.1 ± 5.8 Ma was obtained and is considered the best estimate of the crystallization age of this leucogranite since U–Pb dating of zircons from this same sample failed as they are highly metamict crystals. The age obtained for this leucogranite illustrates the potential of titanite to provide crystallization ages for granitoids whose metamict zircons preclude the determination of a reliable age. The results obtained in this work demonstrate the feasibility of the U–Pb method on titanite by LA-Q-ICP-MS, which is now routinely used at the Pará-Iso Laboratory.

Keywords: titanite U–Pb *in situ* analyses; LA-ICP-MS; reference material; metamorphism; Southeast Guiana Shield; Sergipe Orogenic System.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

CAPÍTULO 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA: SISTEMA U–Pb EM TITANITA

Figura 1 – Diagramas de estabilidade P-T (pressão-temperatura) de titanitas metamórficas em rochas de composição félsica.....	13
Figura 2 – Diagrama Tera-Wasserburg esquemático	15

CAPÍTULO 3 IMPLEMENTAÇÃO DA METODOLOGIA U–Pb EM TITANITA POR LA-ICP-MS NO LABORATÓRIO PARÁ-ISO

Figura 3 – Imagens obtidas em lupa binocular dos cristais de materiais de referência de titanita disponíveis no Laboratório Pará-Iso e utilizadas neste trabalho	22
Figura 4 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com os resultados obtidos para a titanita Tory Hill por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.....	34
Figura 5 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com os resultados obtidos para a titanita Khan por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso	36
Figura 6 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com os resultados obtidos para a titanita Mud Tank por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.....	38
Figura 7 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com os resultados obtidos para a titanita Mud Tank por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.....	40
Figura 8 – Imagens de ERE dos cristais da titanita Khan	45
Figura 9 – Imagens de ERE dos cristais da titanita CKHB	45
Figura 10 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com os dados das titanitas Khan e CKHB obtidos por SHRIMP	46

CAPÍTULO 4 APLICAÇÃO EM TITANITAS METAMÓRFICAS E MAGMÁTICAS DE ROCHAS DO SUDESTE DO ESCUDO DAS GUIANAS E PROVÍNCIA BORBOREMA

Figura 11 – Mapa geológico simplificado do Escudo das Guianas.....	49
Figura 12 – Mapa geológico simplificado para o sudeste do Escudo das Guianas	51
Figura 13 – Feições de campo e aspectos petrográficos do ortogneisse JAP-02A	54
Figura 14 – Feições de campo do afloramento STG-179.....	55
Figura 15 – Imagens de ERE das titanitas do ortogneisse granodiorítico JAP-02A.....	56
Figura 16 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com os dados das titanitas do ortogneisse JAP-02A	58
Figura 17 – Imagens de ERE das titanitas representativas do paleossoma STG-179B.....	59
Figura 18 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com os resultados U–Pb das titanitas do paleossoma STG-179B	60

Figura 19 – Imagens de ERE das titanitas representativas do metatonalito B107	62
Figura 20 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com os resultados U–Pb obtidos nas titanitas do metatonalito B107 por LA-Q-ICP-MS	63
Figura 21 – Mapa geológico simplificado da porção sul da Província Borborema, destacando os domínios tectônicos do Sistema Orogênico Sergipano	64
Figura 22 – Aspectos petrográficos do granito SOS-1257	66
Figura 23 – Imagens de ERE das titanitas representativas do granito SOS-1257.....	67
Figura 24 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com resultados U–Pb obtidos nas titanitas do granito SOS-1257	69

LISTA DE TABELAS**CAPÍTULO 3 IMPLEMENTAÇÃO DA METODOLOGIA U–Pb EM TITANITA POR LA-ICP-MS NO LABORATÓRIO PARÁ-ISO**

Tabela 1 – Principais titanitas de referência internacional utilizadas atualmente como padrão em análises U–Pb <i>in situ</i> por LA-ICP-MS e SHRIMP.....	19
Tabela 2 – Parâmetros instrumentais e condições operacionais do sistema LA-Q-ICP-MS....	27
Tabela 3 – Sumário das sessões analíticas realizadas por LA-Q-ICP-MS ao longo do ano de 2022 no Laboratório Pará-Iso.	30
Tabela 4 – Médias ponderadas das razões isotópicas e idades calculadas para as titanitas Tory Hill, Khan, Mud Tank e CKHB, com base nos resultados obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.	32
Tabela 5 – Síntese das idades e erros associados das titanitas de referência analisadas neste trabalho, com os respectivos valores reportados na literatura para comparação.....	42

SUMÁRIO

DEDICATÓRIA	iv
AGRADECIMENTOS	v
EPÍGRAFE	vi
RESUMO.....	vii
ABSTRACT	ix
LISTA DE ILUSTRAÇÕES.....	xi
LISTA DE TABELAS.....	xiii
CAPÍTULO 1 INTRODUÇÃO	1
1.1 APRESENTAÇÃO.....	1
1.2 PROBLEMÁTICA E JUSTIFICATIVA	4
1.3 OBJETIVOS.....	7
1.4 MATERIAIS E METODOLOGIA	7
1.4.1 Pesquisa bibliográfica.....	8
1.4.2 Implantação do protocolo analítico	8
1.4.2.1 Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	8
1.4.2.2 Análises isotópicas U–Pb em materiais de referência de titanita por LA-Q-ICP-MS....	9
1.4.3 Aplicação em titanitas de rochas pré-cambrianas do Escudo das Guianas e da Província Borborema	9
1.4.3.1 Seleção das amostras para aplicação geológica.....	9
1.4.3.2 Estudos petrográficos	10
1.4.3.3 Preparação de amostras	10
1.4.3.4 Análises isotópicas U–Pb das amostras de titanita por LA-Q-ICP-MS	10
CAPÍTULO 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA: SISTEMA U–Pb EM TITANITA ...	12
2.1 SISTEMÁTICA U–Pb EM TITANITA.....	14
2.2 DIFUSÃO DE Pb EM TITANITA E TEMPERATURAS DE FECHAMENTO.....	16
CAPÍTULO 3 IMPLEMENTAÇÃO DA METODOLOGIA U–Pb EM TITANITA POR LA-ICP-MS NO LABORATÓRIO PARÁ-ISO	18
3.1 MATERIAIS DE REFERÊNCIA UTILIZADOS.....	18
3.1.1 Titanita Tory Hill	19
3.1.2 Titanita Khan.....	20
3.1.3 Titanita Mud Tank	21
3.1.4 Titanita CKHB.....	21

3.2 PREPARAÇÃO DE AMOSTRA.....	22
3.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	24
3.4 ANÁLISES ISOTÓPICAS U–Pb EM TITANITA POR LA-Q-ICP-MS.....	25
3.4.1 Correção de Pb comum.....	27
3.4.2 Redução dos dados brutos	28
3.5 DADOS ISOTÓPICOS U–Pb EM MATERIAIS DE REFERÊNCIA	29
3.5.1 Materiais de referência primários.....	33
3.5.1.1 Titanita Tory Hill.....	33
3.5.1.2 Titanita Khan	35
3.5.2 Materiais de referência secundários	37
3.5.2.1 Titanita Mud Tank.....	37
3.5.2.2 Titanita CKHB.....	39
3.5.3 Qualidade analítica e estimativa e correção de Pb comum	41
3.5.3.1 Qualidade analítica e precisão das análises isotópicas e idades	41
3.5.3.2 Estimativa e correção de Pb comum.....	42
3.6 VALIDAÇÃO DO PROTOCOLO ANALÍTICO.....	44
CAPÍTULO 4 APLICAÇÃO EM TITANITAS METAMÓRFICAS E MAGMÁTICAS	
DE ROCHAS DO SUDESTE DO ESCUDO DAS GUIANAS E PROVÍNCIA	
BORBOREMA	47
4.1 SUDESTE DO ESCUDO DAS GUIANAS.....	47
4.1.1 Contexto regional.....	47
4.1.1.1 Bloco arqueano Amapá	50
4.1.1.2 Domínios paleoproterozoicos Lourenço e Carecuru	51
4.1.2 Tipos de rocha e descrição das amostras.....	52
4.1.2.1 Complexo Guianense – ortognaisse granodiorítico (JAP-02A)	53
4.1.2.2 Paleossoma do ortognaisse diorítico migmatizado (STG-179B)	54
4.1.2.3 Complexo Laussat - metatonalito (B107).....	55
4.1.3 Resultados geocronológicos U–Pb em titanita por LA-Q-ICP-MS.....	56
4.1.3.1 Complexo Guianense – ortognaisse granodiorítico (JAP-02A)	56
4.1.3.2 Paleossoma (STG-179B)	58
4.1.3.3 Complexo Laussat – metatonalito (B107).....	61
4.2 SISTEMA OROGÊNICO SERGIPANO, SUL DA PROVÍNCIA BORBOREMA.....	63
4.2.1 Contexto regional.....	63
4.2.2 Descrição petrográfica do granito SOS-1257.....	66

4.2.3 Resultados geocronológicos U–Pb em titanita do granito SOS-1257.....	67
4.3 DISCUSSÃO E INTERPRETAÇÕES.....	69
CAPÍTULO 5 CONCLUSÕES	73
REFERÊNCIAS.....	75
APÊNDICE A – MATERIAL SUPLEMENTAR.....	85

CAPÍTULO 1 INTRODUÇÃO

1.1 APRESENTAÇÃO

A titanita (CaTiSiO_5) é um mineral acessório comum em rochas metamórficas ortoderivadas, cálcio-silicáticas e plútons cálcio-alcálinos (Kohn 2017). Sua estrutura cristalina pode incorporar elementos litófilos de alta razão carga/raio iônico (HFSE – *high field-strength elements*), elementos terras raras (ERE), bem como conteúdo significativo de urânio (U) e tório (Th), o que justifica seu potencial para a geocronologia U–Pb (Frost *et al.* 2000). No entanto, a titanita também apresenta afinidade com chumbo (Pb), podendo incorporar quantidades consideráveis de Pb inicial durante processos de (re)cristalização, o que requer uma avaliação cuidadosa do conteúdo isotópico e proporção desse Pb (Schmitz & Bowring 2001, Aleinikoff *et al.* 2002, Simonetti *et al.* 2006, Storey *et al.* 2006, Bonamici & Blum 2020). Titanitas de rochas ígneas e metamórficas normalmente apresentam conteúdo amplamente variável de U (10-1000 ppm) e Th (10-1000 ppm), com abundância de chumbo inicial/comum entre 0,2-10 ppm (Frost *et al.* 2000). Diversos estudos realizados em titanitas naturais sugerem temperaturas de fechamento para difusão de Pb entre 650-775 °C (Scott & St-Onge 1995, Kohn & Corrie 2011), podendo chegar a temperaturas ≥ 825 °C (Gao *et al.* 2012). Por ser uma das diversas fases minerais que contém Ti e Ca, a titanita tende a ser mais reativa do que outros geocronômetros, como zircão e monazita, uma vez que é mais susceptível a participar de reações metamórficas de médio a alto grau (Scott & St-Onge 1995, Frost *et al.* 2000). Além disso, a estrutura cristalina da titanita, quando comparada à estrutura do zircão, normalmente apresenta menor incidência de dano causado pelo decaimento radioativo do ^{238}U (Tilton & Grunefelder 1968), sendo, portanto, menos propícia a processos de metamitização. Estas propriedades conferem à titanita um papel importante na datação, principalmente, de eventos metamórficos de média à alta temperatura e eventos hidrotermais, bem como na datação de rochas ígneas, especialmente onde outros petrocronômetros são ausentes, extremamente metamíticos ou menos reativos (Frost *et al.* 2000, Kohn 2017).

Nas últimas décadas, diversos estudos demonstraram a utilidade da titanita na geocronologia U–Pb *in situ*, em especial na datação de rochas metamórficas, principalmente em decorrência da habilidade deste mineral em registrar múltiplos estágios de crescimento metamórfico, fornecendo informações importantes acerca da evolução metamórfica da rocha (Scott & St-Onge 1995, Storey *et al.* 2007, Gao *et al.* 2012, Spencer *et al.* 2013, Kohn & Corrie 2011, Bonamici *et al.* 2015, Kirkland *et al.* 2016, Garber *et al.* 2017, Walters & Kohn 2017, Cioffi *et al.* 2019, Walters *et al.* 2022). Estes estudos mostram que as idades U–Pb em titanitas

são comumente controladas por reações metamórficas e processos de deformação que levam à geração de novo material (cristalização ou recristalização). Este crescimento metamórfico pode produzir domínios com diferentes idades U–Pb, uma vez que o acúmulo de Pb radiogênico se iniciou em momentos diferentes dentro de um mesmo cristal ou entre cristais de titanita. Ou seja, o sistema U–Pb em titanitas ígneas e metamórficas pode ser afetado por crescimento episódico, recristalização ou difusão (Bonamici *et al.* 2015, Walters & Kohn 2017, Cioffi *et al.* 2019, Hartnady *et al.* 2019). Por vezes, o zoneamento químico em um cristal de titanita pode representar diferenças nas razões isotópicas U–Pb; no entanto, nem sempre é possível estabelecer esta correlação (Bonamici *et al.* 2015, Kohn 2017). Dessa forma, combinar dados U–Pb em titanita com aqueles obtidos em outros geocronômetros permite esclarecer a evolução magmática e/ou metamórfica da rocha hospedeira. Recentemente, a titanita também vem sendo empregada em estudos petrocronológicos. Neste contexto, as idades U–Pb obtidas em domínios de um cristal de titanita são correlacionadas com as condições petrogenéticas da rocha hospedeira, o que permite definir trajetórias P–T–t (Garber *et al.* 2017, Cioffi *et al.* 2019, Scibiorski *et al.* 2019). Além disso, o geotermômetro calibrado Zr-em-titanita permite uma ligação direta entre as idades obtidas e as informações fornecidas pelo modelamento termodinâmico (Heaman 2009).

O zircão e a monazita são os minerais mais empregados em datações U–Pb, pois ambos apresentam alta concentração de U, baixo conteúdo de Pb comum e temperaturas de fechamento superiores a 900 °C (Cherniak & Watson 2000, Cherniak *et al.* 2004). Dentre os métodos disponíveis para análises U–Pb em minerais acessórios, os mais utilizados atualmente são a espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado e microsonda de ablação a laser (LA-ICP-MS) e a espectrometria de massa de íons secundários (SIMS). Estas técnicas microanalíticas apresentam boa resolução espacial e permitem obter idades em domínios específicos de um cristal, o que é uma vantagem em relação à diluição isotópica e espectrometria de massa por termoionização (ID-TIMS). As análises realizadas por LA-ICP-MS, quando comparado aos demais métodos, são relativamente mais simples, mais rápidas e com menores custos instrumentais e operacionais (Kylander-Clark 2017). No entanto, o fracionamento U–Pb induzido pelo laser e o desvio instrumental de massa que ocorrem durante as análises são os principais desafios desta técnica microanalítica. Portanto, datações U–Pb *in situ* por LA-ICP-MS dependem de materiais de referência internacional isotopicamente homogêneos, com idades controladas e matriz correspondente ao mineral acessório analisado, para correção dos fracionamentos instrumentais e certificação da qualidade analítica.

Este trabalho apresenta o protocolo experimental de datação U–Pb *in situ* em titanita por LA-ICP-MS implantado no Laboratório de Geologia Isotópica da Universidade Federal do Pará (Pará-Iso/UFGPA). A implantação deste protocolo foi baseada em procedimentos analíticos previamente implementados no Laboratório Pará-Iso (U–Pb em zircão; Milhomem Neto & Lafon 2019) e desenvolvidos em outros laboratórios (U–Pb em titanita; Simonetti *et al.* 2006, Chew *et al.* 2014, Sato *et al.* 2016). A ampliação das ferramentas de datação *in situ* disponíveis no Laboratório Pará-Iso por meio da implantação da metodologia U–Pb em titanita é parte integrante do PROJETO CNPq-UNIVERSAL 423625/2018-7, coordenado pelo Prof. Jean Michel Lafon, orientador desta dissertação. No âmbito deste projeto, as metodologias U–Pb em zircão (Milhomem Neto & Lafon 2019) e U–Pb em monazita (Ferreira 2022) por LA-ICP-MS já se encontram em rotina, o que permitiu ampliar o potencial analítico do Laboratório Pará-Iso e aplicar estes métodos à evolução crustal da Amazônia Oriental.

A rotina de análises pontuais U–Pb em titanita foi definida com base nos resultados fornecidos por quatro materiais de referência: as titanitas Tory Hill, Mud Tank e CKHB (Fisher *et al.* 2020) e a titanita Khan (Kinny *et al.* 1994, Heaman 2009). Para validar o protocolo implementado e como primeira aplicação desta metodologia, foram realizadas análises pontuais em titanitas metamórficas de uma rocha arqueana e duas paleoproterozoicas localizadas na porção sudeste do Escudo das Guianas, no estado do Amapá. Estas rochas foram previamente datadas pelo método U–Pb em zircão por LA-ICP-MS (Milhomem Neto & Lafon 2020, Pinto 2020) ou Pb–Pb em zircão e U–Pb em titanita por ID-TIMS (Lafon *et al.* 2003). Além disso, como complemento, foram datadas titanitas ígneas de um granito neoproterozoico do Sistema Orogênico Sergipano, setor sul da Província Borborema. Os zircões deste granito não forneceram resultados analíticos coerentes devido ao elevado grau de metamitização dos cristais, os quais foram analisados por LA-ICP-MS (Pereira *et al.* 2023).

Esta dissertação de mestrado está organizada em cinco capítulos e incluem inicialmente a apresentação, a problemática e justificativa, os objetivos e a metodologia reunidos na Introdução (Capítulo 1). Em seguida, é apresentada uma Fundamentação Teórica (Capítulo 2) que aborda as especificidades do sistema U–Pb em titanita, difusão de Pb e temperaturas de fechamento. O Capítulo 3 descreve, em detalhe, o protocolo experimental e a instrumentação da metodologia U–Pb em titanita por LA-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso. Este capítulo também inclui os resultados obtidos para as titanitas de referência Tory Hill e Khan (materiais de referência primários) e para as titanitas Mud Tank e CKHB (materiais de referência secundários). O Capítulo 4 é dedicado às primeiras aplicações geológicas da metodologia U–Pb *in situ* em titanitas do sudeste do Escudo das Guianas, demonstrando o potencial da titanita

em registrar eventos metamórficos. Neste contexto, foram selecionadas titanitas de um ortogneisse arqueano da porção central do Amapá, assim como do paleossoma de um ortogneisse migmatítico e de um metatonalito, ambos de idade riaciana e aflorantes no Rio Oiapoque, fronteira entre o Amapá e a Guiana Francesa. Neste mesmo capítulo, são apresentados os resultados da aplicação desta metodologia em titanitas ígneas de um leucrogranito do setor sul da Província Borborema, elucidando o potencial deste mineral acessório em registrar eventos magmáticos. Por fim, o Capítulo 5 sumariza as considerações finais e principais conclusões alcançadas durante o desenvolvimento da dissertação.

1.2 PROBLEMÁTICA E JUSTIFICATIVA

A geocronologia U-Th-Pb em minerais acessórios (como zircão, monazita, titanita, apatita, rutilo, baddeleíta e outros) é fundamental para a compreensão de diversos processos geológicos. Apesar de historicamente os dados U-Pb em titanita terem sido inicialmente obtidos por ID-TIMS (e.g., Kinny *et al.* 1994, Scott & St-Onge 1995, Essex & Gromet 2000, Romer & Rötzler 2003, Heaman 2009), em tempos mais recentes, um grande volume de dados vem sendo obtido *in situ* por LA-ICP-MS (e.g., Simonetti *et al.* 2006, Storey *et al.* 2006, 2007, Bühn *et al.* 2009, Chew *et al.* 2014, Mazoz *et al.* 2022, Walters *et al.* 2022) e SIMS (e.g., Aleinikoff *et al.* 2002, Bonamici *et al.* 2015, Sato *et al.* 2016). Nos últimos anos, a espectrometria de massa de fonte ICP com ablação a laser (LA) tornou-se a ferramenta de análises isotópicas *in situ* mais empregada em datações U-Pb e estudos petrocronológicos (Kylander-Clark 2017). Esta técnica microanalítica oferece vantagens como menor custo relativo de instrumentação e obtenção de dados, bem como análises mais rápidas, diretas e simples, o que leva a uma aquisição de dados com menor tempo de análise pontual (normalmente ≤ 60 s). Os constantes avanços nesta técnica justificam o seu uso crescente em análises isotópicas *in situ*, fornecendo idades U-Pb com boa precisão e exatidão, com erro em torno de 1-2% (Kylander-Clark 2017). Além disso, análises por LA-ICP-MS permitem medir tanto a concentração de determinados elementos traço quanto as razões U-Pb de um mesmo ponto analítico em um cristal/grão (Kylander-Clark 2017).

Assim como em outros métodos microanalíticos, os principais desafios das análises U-Pb em minerais acessórios por LA-ICP-MS consistem no fracionamento elementar U-Pb induzido pelo laser (*downhole fractionation*) e na discriminação instrumental de massas (mudança de sensibilidade ao longo de uma sessão analítica). As estratégias empregadas na correção destes fracionamentos instrumentais envolvem o uso de um padrão externo (material de referência primário) de idade conhecida, cujas razões U-Pb são utilizadas para determinar

um fator de conversão. Este fator é então aplicado em razões isotópicas de titanitas de amostras de idade desconhecida para corrigir o fracionamento U–Pb. O desvio instrumental que ocorre durante as análises é comumente minimizado a partir da abordagem padrão-amostra (*bracketing*), onde os cristais/grãos de idades desconhecidas são intercalados com um padrão externo (de mesma matriz) em uma sequência analítica. Além disso, a qualidade dos dados isotópicos U–Pb obtidos em amostras é certificada com base nas idades conhecidas de um padrão interno (material de referência secundário). Portanto, o método de datação U–Pb por LA-ICP-MS é altamente dependente de materiais de referência, os quais normalmente consistem de cristais de qualidade gemológica e devem ser homogêneos para a sistemática U–Th–Pb, livres de Pb comum (ou pelo menos homogêneos em termos deste componente) e ocorrer em quantidade suficiente para serem distribuídos em vários laboratórios (Chew *et al.* 2014).

Dessa forma, a caracterização destes minerais de referência é imprescindível para implementar a rotina de análises U–Pb em um determinado mineral geocronômetro. Para garantir razões isotópicas e teores de U, Th e Pb com a maior acurácia possível, a sistemática U–Pb dos padrões é preferencialmente avaliada por ID-TIMS. A partir disso, as idades conhecidas destes materiais são utilizadas como referência para a otimização das análises U–Pb por LA-ICP-MS ou SIMS, cujos resultados para um determinado padrão são comparados com aqueles obtidos por ID-TIMS e disponíveis na literatura. Neste sentido, a determinação dos parâmetros instrumentais e das melhores condições analíticas é fundamental para a aquisição em rotina de dados confiáveis e de qualidade (Takenaka *et al.* 2015). Para isto, o protocolo de análises U–Pb por LA-ICP-MS é implementado com base em materiais de referência, cujos dados isotópicos são sistematicamente avaliados ao longo de diferentes sessões analíticas, o que permite validar este protocolo. No entanto, apesar dos avanços em termos de resolução espacial em análises por LA-ICP-MS, esta é uma técnica destrutiva que demanda um suprimento contínuo destes padrões (Kylander-Clark 2017, Mazoz *et al.* 2022). Atualmente, existe um número razoável de materiais de referência de titanita calibrados para análises U–Pb por LA-ICP-MS ou SIMS, sendo amplamente utilizados e difundidos na literatura (Kinny *et al.* 1994, Schmitz & Bowring 2001, Aleinikoff *et al.* 2007, Heaman 2009, Kennedy *et al.* 2010, Spandler *et al.* 2016, Fisher *et al.* 2020).

A titanita é um mineral comum em rochas ígneas cálcio-alcalinas e em rochas metamórficas ortoderivadas. Em relação a minerais como o zircão, a titanita é mais reativa durante processos metamórficos ou circulação de fluidos; portanto, o seu crescimento é mais propício de ser induzido por múltiplos eventos termais (como metamorfismo regional ou de

contato), bem como pelo desenvolvimento de zonas de cisalhamento ou alteração hidrotermal (Frost *et al.* 2000, Kohn 2017). Além disso, titanitas naturais apresentam temperaturas de fechamento para difusão de Pb estimadas entre 650-825 °C (Scott & St-Onge 1995, Kohn & Corrie 2011, Gao *et al.* 2012). Estas propriedades tornam a titanita um excelente geocronômetro na datação, sobretudo, de eventos metamórficos, deformacionais e hidrotermais (Kohn 2017).

Em corpos plutônicos onde outros geocronômetros são ausentes ou de baixa qualidade, a titanita pode ser uma alternativa na determinação da melhor estimativa da idade de cristalização da rocha hospedeira (Frost *et al.* 2000, Kohn 2017). Esta situação é recorrente em rochas graníticas mais evoluídas, onde os zircões presentes são comumente metamíticos e podem inviabilizar o cálculo de uma idade coerente. Este é o caso do plúton neoproterozoico Pedra Furada, um dos alvos de aplicação deste trabalho, inserido no Sistema Orogênico Sergipano, sul da Província Borborema. Devido ao elevado grau de metamitização, as análises U–Pb por LA-ICP-MS nos zircões de um leucrogranito deste plúton não forneceram resultados aproveitáveis (Pereira *et al.* 2023). Neste contexto, a datação U–Pb de titanitas ígneas deste leucogranito permite avaliar o potencial deste mineral no registro de eventos ígneos.

Nos últimos anos, a quantidade de estudos geológicos e geocronológicos no Escudo das Guianas vem aumentando consideravelmente. Este escudo representa o segmento norte do Cráton Amazônico e é separado do Escudo Brasil Central, ao sul, pela bacia sedimentar Solimões-Amazonas. A porção sudeste do Escudo das Guianas, uma das áreas de estudo deste trabalho, compreende o norte do Brasil (Amapá e noroeste do Pará), sul da Guiana Francesa e Suriname. Esta porção é uma faixa orogênica que consiste de grandes extensões de crosta juvenil paleoproterozoica com alguns remanescentes arqueanos retrabalhados (Vanderhaegue *et al.* 1998, Delor *et al.* 2003, Rosa-Costa *et al.* 2006, 2009, Fraga & Cordani 2019, Milhomem Neto & Lafon 2019, 2020). Este segmento é formado por complexos granulíticos-gnáissicos-migmatíticos, *greenstone belts* e plútons graníticos. O ciclo orogênico Transamazônico (2,26-1,95 Ga) é responsável pelos principais eventos magmáticos e tectono-metamórficos que ocorreram no sudeste do Escudo das Guianas, especialmente durante o Riachiano (Avelar *et al.* 2003, Delor *et al.* 2003, Rosa-Costa *et al.* 2006, 2009, 2014, 2017). Em território brasileiro, o sudeste do Escudo das Guianas é composto pelo bloco meso-neoarqueano Amapá (Rosa-Costa *et al.*, 2006, 2014; Milhomem Net & Lafon, 2019), o qual é circundado, a norte e a sul, pelos domínios paleoproterozoicos Lourenço e Carecuru, respectivamente (Rosa-Costa *et al.* 2014).

Apesar dos recentes avanços na obtenção de dados geocronológicos (evaporação de Pb e U–Pb em zircão) no sudeste do Escudo das Guianas, a datação U–Pb *in situ* em titanitas desta porção do escudo ainda é inédita. Neste sentido, a aplicação desta metodologia em rochas do

Bloco Amapá e do domínio paleoproterozoico Lourenço permitem avaliar a influência do Ciclo Transamazônico nesta porção do escudo, a partir de novas informações acerca da cronologia detalhada de eventos metamórficos. Dessa forma, a implantação da metodologia U–Pb em titanita por LA-ICP-MS é fundamental para ampliar as ferramentas geocronológicas disponíveis no Laboratório Pará-Iso.

1.3 OBJETIVOS

Este trabalho foi desenvolvido com dois objetivos principais, um de cunho técnico-metodológico e outro de caráter aplicado, sendo eles:

- A implantação do protocolo analítico de datação U–Pb em titanita por LA-Q-ICP-MS (espectrômetro de massa quadrupolo com fonte ICP e ablação a laser), no Laboratório Pará-Iso. Para isso, foram realizadas análises pontuais em materiais de referência internacional, o que permite estabelecer a rotina e os parâmetros adequados à obtenção de dados com exatidão, precisão e reprodutibilidade. A validação deste protocolo foi realizada por meio de comparação interlaboratorial, a partir de análises por microsonda iônica de alta resolução e sensibilidade (SHRIMP) no Centro de Pesquisas em Geocronologia e Geoquímica Isotópica da Universidade de São Paulo (CPGEO-USP).
- O aprimoramento da cronologia dos episódios de metamorfismo relacionados a estágios tardios do Ciclo Transamazônico no sudeste do Escudo das Guianas, com base em datações U–Pb em titanitas metamórficas, como resultado da primeira aplicação deste método no Laboratório Pará-Iso. Neste sentido, é possível investigar a influência deste evento orogenético no embasamento arqueano do Bloco Amapá e no domínio paleoproterozoico Lourenço, contribuindo para a compreensão da evolução geodinâmica desta porção do Escudo das Guianas no final do Riaciano.
- Avaliação do potencial da metodologia U–Pb em titanita em registrar eventos magmáticos, como resultado da aplicação deste método em um granito do Plúton Pedra Furada, no sul da Província Borborema. Esta aplicação ilustra a capacidade da titanita em fornecer idades de cristalização de granitoides cujos zircões não determinaram uma idade, devido ao alto grau de metamitização dos cristais. Além disso, foi possível contribuir para o quadro geocronológico do Domínio Macururé, onde está inserido o Plúton Pedra Furada, no Sistema Orogênico Sergipano, sul da Província Borborema.

1.4 MATERIAIS E METODOLOGIAS

As atividades desenvolvidas ao longo deste trabalho envolvem, inicialmente, pesquisa bibliográfica e estabelecimento do protocolo experimental por meio de análises por microscopia

eletrônica de varredura e análises isotópicas U–Pb em materiais de referência de titanita por LA-Q-ICP-MS. A implantação deste protocolo foi conduzida com base em quadro padrões de titanita: Khan, Tory Hill, Mud Tank e CKHB, os quais foram calibrados para as análises pontuais U–Pb. Em seguida, foram selecionadas três amostras do sudeste do Escudo das Guianas e uma amostra da Província Borborema e, a partir disso, foi realizada a descrição petrográfica destas rochas. Posteriormente, o procedimento de preparação das amostras foi adaptado para a separação, concentração e seleção dos cristais de titanita mais adequados para a datação. Como primeiras aplicações geológicas desta metodologia no Laboratório Pará-Iso, foram conduzidas análises U–Pb *in situ* por LA-Q-ICP-MS em titanitas metamórficas e ígneas das amostras selecionadas. O protocolo analítico implementado foi validado a partir de comparação interlaboratorial; assim, dois materiais de referência (titanitas Khan e CKHB) e titanitas de três amostras foram analisadas por SHRIMP no Laboratório de Geocronologia de Alta Resolução (GEOLAB) do Centro de Pesquisas em Geocronologia e Geoquímica Isotópica da Universidade de São Paulo (CPGEO-USP).

1.4.1 Pesquisa bibliográfica

Inicialmente, esta etapa foi desenvolvida por meio da compilação e leitura de artigos disponíveis na literatura, com contribuições sobre os protocolos experimentais da metodologia U–Pb em titanita por LA-ICP-MS. Os trabalhos consultados fornecem um panorama atualizado dos procedimentos analíticos de datação U–Pb em titanita, abordando as especificidades desta sistemática (como difusão de Pb, temperatura de fechamento, correções de Pb comum e tratamento dos dados). Posteriormente, foram levantados artigos, dissertações e teses acerca do contexto geológico e evolução geodinâmica das duas áreas de aplicação deste trabalho: o sudeste do Escudo das Guianas e o Sistema Orogênico Sergipano (Província Borborema).

1.4.2 Implantação do protocolo analítico

1.4.2.1 Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Nesta etapa, os cristais/fragmentos de cristais das titanitas de referência foram imageados por elétrons retro espalhados (ERE), a fim de caracterizar texturalmente suas feições internas, como domínios (zoneamento), fraturas, inclusões e alterações. Além disso, foram realizadas análises semiquantitativas pontuais e mapas de composição por espectrometria de energia dispersiva (EDS), para avaliar possíveis diferenças químicas entre os domínios internos de um mesmo cristal, bem como identificar inclusões e alterações. As imagens de ERE são

fundamentais em datações U–Pb em titanita, uma vez que possibilitam a seleção dos melhores cristais e domínios internos a serem analisados. As imagens de ERE e análises por EDS foram realizadas no Laboratório de Microscopia Eletrônica do Serviço Geológico do Brasil (CPRM/Belém). Além disso, foram obtidas imagens de ERE das titanitas de referência e de amostras selecionadas para as análises por SHRIMP, no CPGEO-USP.

1.4.2.2 Análises isotópicas U–Pb em materiais de referência de titanita por LA-Q-ICP-MS

A rotina de análises U–Pb em titanita foi adaptada a partir da metodologia U–Pb em zircão por LA-MC-ICP-MS (espectrometria de massa multicoletor com fonte ICP e ablação a laser), implantada no Laboratório Pará-Iso. Portanto, foi necessário fazer adaptações no protocolo analítico e no processamento dos dados U–Pb em titanita obtidos por LA-Q-ICP-MS, levando em conta as especificidades do equipamento e o sistema U–Pb deste mineral. Para isso, quatro materiais de referência foram analisados (titanitas Tory Hill, Kan, Mud Tank e CKHB), com o intuito de definir e otimizar os melhores parâmetros e condições analíticas do laser e do ICP-MS, para obter um sinal analítico satisfatório (ou seja, alto e estável) destes materiais. A partir de então, os resultados obtidos em cada um dos materiais de referência foram comparados com os dados de ID-TIMS fornecidos pela literatura, o que permite testar a reprodutibilidade dos dados e selecionar a titanita a ser aplicada como material de referência primário (com base no sinal analítico, erro sobre as razões U–Pb e conteúdo de Pb comum). Assim, um dos materiais de referência é empregado como padrão primário, para as correções dos fracionamentos instrumentais, enquanto os demais são considerados como amostras.

1.4.3 Aplicação em titanitas de rochas pré-cambrianas do Escudo das Guianas e da Província Borborema

1.4.3.1 Seleção das amostras para aplicação geológica

Para a seleção das amostras investigadas neste trabalho foi feita uma avaliação de dados petrográficos da literatura, no sentido de selecionar amostras com disponibilidade de titanita para as análises U–Pb. Assim, foram aproveitadas quatro amostras já disponíveis no acervo do Laboratório Pará-Iso, sendo previamente datadas por Pb–Pb e/ou U–Pb em zircão ou U–Pb em titanita por ID-TIMS. Estas amostras foram coletadas em campanhas de campo de trabalhos prévios desenvolvidos no sudeste do Escudo das Guianas e na Província Borborema. Neste caso, foram utilizadas três amostras de rochas metamórficas do Escudo das Guianas: um ortogneisse granodiorítico (amostra JAP-02A) do Complexo Guianense, pertencente ao

embasamento neoarqueano do Bloco Amapá, na região central do Amapá; um metatonalito (amostra B107) do Complexo Laussat e o paleossoma de um ortognaisse diorítico migmatizado (amostra STG-179B), sendo estas duas últimas amostras de idade riaciana, inseridas no Domínio Lourenço e aflorantes no Rio Oiapoque, na fronteira entre o Amapá e a Guiana Francesa. Além disso, como complemento, foi selecionada uma amostra de leucogranito (SOS-1257) do Plúton Pedra Furada, que é um granito sin-tectônico intrusivo em sequências metavulcano-sedimentares do Sistema Orogênico Sergipano, no sul da Província Borborema.

1.4.3.2 Estudos petrográficos

As análises petrográficas envolveram descrições mineralógicas e texturais de duas lâminas delgadas das amostras estudadas (ortognaisse JAP-02A do Complexo Guianense e leucogranito SOS-1257 do Plúton Pedra Furada), com foco na ocorrência dos cristais de titanita. Além disso, foram utilizados dados petrográficos obtidos nos trabalhos de Nomade *et al.* (2002), Delor *et al.* (2003), Lafon *et al.* (2003) e Tavares *et al.* (2003), referentes às amostras B107 (metatonalito do Complexo Laussat) e STG-179B (paleossoma de ortognaisse). Para a classificação petrográfica das amostras e identificação das fases minerais, foram utilizadas as propostas de Le Maitre (2002), Best (2003) e o manual de mineralogia de Deer *et al.* (1992). Esta etapa foi realizada no Laboratório de Petrografia do Programa de Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica (PPGG) do Instituto de Geociências da UFPA.

1.4.3.3 Preparação de amostras

A preparação das amostras envolve as etapas de fragmentação/pulverização, separação granulométrica, separação magnética, concentração de minerais pesados e seleção dos cristais. No separador magnético *Frantz*, os cristais de titanita são retirados na fração magnética por uma corrente de 0,8-1,5 A e inclinação lateral de 10°. Os cristais preferencialmente mais escuros e sem inclusões ou fraturas foram selecionados com uso de lupa binocular, fixados em pastilhas com resina epóxi (*mounts*) e polidos a fim de expor uma seção longitudinal.

1.4.3.4 Análises isotópicas U–Pb das amostras de titanita por LA-Q-ICP-MS

Para validar o protocolo de análises U–Pb estabelecido durante a etapa de implantação da metodologia, as titanitas das quatro amostras foram caracterizadas por imagens de ERE e análises semiquantitativas por EDS, ambas realizadas por MEV. Com isto, foi possível definir a posição dos *spots* (pontos analíticos) de 50 µm. A partir de então, foram conduzidas as análises

isotópicas U–Pb por LA-Q-ICP-MS, utilizando a mesma rotina analítica e abordagem de processamento dos dados brutos definidas pelos materiais de referência.

CAPÍTULO 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA: SISTEMA U–Pb EM TITANITA

Titanitas são nesossilicatos que ocorrem como uma solução sólida envolvendo três membros finais: CaTiSiO_5 , $\text{CaAlSiO}_4(\text{OH})$ e $\text{CaAlSiO}_4(\text{F})$, podendo acomodar no máximo 50% destes últimos dois componentes (Frost *et al.* 2000). Este silicato é uma das poucas fases minerais com Ti que ocorrem em uma gama de rochas, assim como óxidos de Ti (rutilo e anatásio) e óxidos de Fe-Ti (ilmenita e magnetita). A titanita contém três sítios estruturais, um sítio tetraédrico com Si, um octaédrico com Ti e um decaédrico com Ca. Por meio de substituições químicas, este mineral pode acomodar conteúdo significativo de U, Th, ETR, Sr, Y e Pb no sítio do Ca, bem como pode concentrar quantidades consideráveis de HFSE (especialmente Nb, Ta e Zr), Al, Fe^{2+} e Fe^{3+} no sítio do Ti (Deer *et al.* 1992, Lucassen *et al.* 2011, Kohn 2017). A titanita tem uma forte tendência a desenvolver zoneamento setorial, que consiste em setores com diferentes composições químicas, definidas pela própria cristalografia do mineral (Paterson *et al.* 1989). Esta feição é atribuída a diferenças no particionamento químico entre as distintas faces do cristal (Hollister 1970). Este processo é preservado durante o crescimento de um cristal de titanita devido a sua baixa difusão iônica a nível intracristalino (Watson & Liang, 1995, Kohn 2017). Neste contexto, a partição química entre as faces cristalinas da titanita pode levar a diferenças significativas nos conteúdos de Zr, U, Pb e ETRs (Hayden *et al.* 2008, Walters & Kohn 2017). No entanto, nem sempre estas diferenças químicas refletem discrepâncias na composição isotópica de U e Pb e, consequentemente, na idade (Bonamici *et al.* 2015, Kohn 2017).

De maneira geral, a estabilidade da titanita em rochas ígneas e metamórficas é fortemente controlada pela composição total da rocha hospedeira (Figura 1), a qual normalmente é enriquecida em Ca. A razão Ca/Al também apresenta papel determinante na estabilidade deste mineral; assim, a titanita tende a se estabilizar em rochas com alta razão Ca/Al, uma vez que a alta atividade de Ca leva à estabilização da titanita em substituição de fases minerais como quartzo, ilmenita e K-feldspato (Force 1991, Frost *et al.* 2000). Dessa forma, a titanita é mais comumente encontrada em granitoides metaluminosos com conteúdo intermediário de SiO_2 , como dioritos e granodioritos (Frost *et al.* 2000). Em rochas máficas, que apresentam as maiores razões Ca/Al, a estabilidade da titanita é praticamente dominada pelas condições de cristalização, especialmente a temperatura (T °C), fugacidade de oxigênio (f_{O_2}) e fugacidade de água ($f_{\text{H}_2\text{O}}$).

Apesar de comum em rochas plutônicas cálcio-alcálicas, cristais de titanita são raros em rochas vulcânicas de mesma composição. Isto sugere que as titanitas em plútons cálcio-

alcalinos são fases silicáticas cristalizadas em estágios mais tardios da evolução magmática (Frost *et al.* 2000, Kohn 2017). Neste sentido, a formação da titanita pode estar associada a reações de hidratação de piroxênio e anfibólio durante os estágios tardi-magmáticos ou alteração deltérica (Wones 1989, Frost & Lindsley 1991, Frost *et al.* 2000). Os campos de estabilidade de pressão e temperatura para a titanita são apresentados nos diagramas da Figura 1, os quais foram calculados por Kohn (2017), abrangendo um amplo intervalo de composição de rocha-total hospedeira. Para rochas metamórficas ortoderivadas (metabasaltos, metadacitos e metariolitos), a titanita é estável em condições intermediárias de pressão e temperatura, quando comparada a outras fases com Ti, como rutilo e ilmenita. Além disso, o alto conteúdo de Ca e Ti em rochas metamáficas tende a estabilizar a titanita em menores condições de pressão e temperatura (Figura 1b), em comparação às condições em rochas de composição félsica a intermediária (Figura 1a). Dessa forma, espera-se que titanitas em rochas metamórficas registrem os estágios mais precoces e tardios de metamorfismo, mas não as condições de pico metamórfico (Kohn 2017).

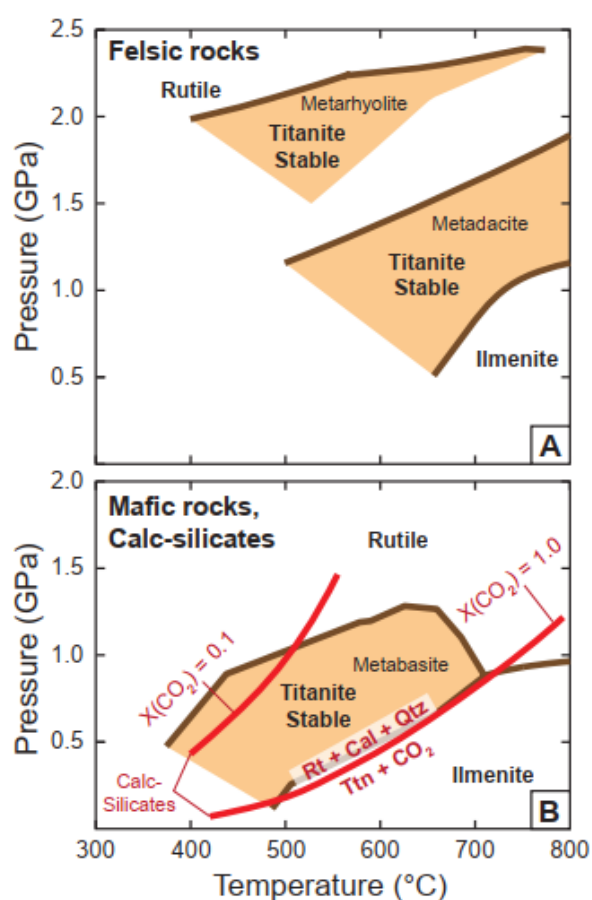


Figura 1 – Diagramas de estabilidade P-T (pressão-temperatura) de titanitas metamórficas em rochas de composição félsica (a) e máfica (b). Retirado de Kohn (2017).

2.1 SISTEMÁTICA U–Pb EM TITANITA

A titanita é um mineral acessório que normalmente apresenta conteúdo relativamente alto de U e Th, o qual comumente se mantém em sua estrutura cristalina, o que a torna um importante geocronômetro (Frost *et al.* 2000, Schmitz & Bowring 2001). Isto permite a sua aplicação na geocronologia U–Th–Pb, a qual se baseia em três sequências de decaimento independentes: ^{235}U – ^{207}Pb , ^{238}U – ^{206}Pb e ^{232}Th – ^{208}Pb . Na maioria das rochas ígneas, o conteúdo inicial de U em titanita varia entre 20 e 1000 ppm (Frost *et al.* 2000), podendo chegar a valores superiores a 3000 ppm em rochas metamórficas de alto grau (Timmermann *et al.* 1997). Diferente de outros minerais com alto teor de U, como o zircão e a monazita, a titanita também apresenta afinidade com o Pb. Dessa forma, pode incorporar quantidades significativas de Pb comum, ou seja, aquele que não é produzido pelo decaimento radiogênico do U aprisionado na titanita durante a sua cristalização e/ou recristalização (Frost *et al.* 2000, Storey *et al.* 2006, Kirkland *et al.* 2018, Bonamici & Blum 2020). Titanitas naturais comumente apresentam conteúdo de Pb comum/inicial entre 0,2 e 10 ppm (Frost *et al.* 2000). Estes autores apontam que não há distinção clara entre o conteúdo de U e Pb de titanitas provenientes de diferentes litotipos, uma vez que a variação destes elementos é bastante ampla. No entanto, dados isotópicos U–Pb em titanitas de corpos graníticos mostram uma correlação negativa entre Pb comum e U inicial, em consequência da diferenciação magmática (Chen & Moore 1982, Simonetti & Diog 1990). Assim como no zircão, as razões Th/U em titanitas magmáticas são geralmente maiores do que em titanitas metamórficas (Gao *et al.* 2012).

Devido à sua afinidade por Pb, grande parte das medições U–Pb em titanita necessitam de correções substanciais de Pb comum antes do cálculo das idades (Kohn 2017). Além disso, diferentes domínios internos ou cristais de titanitas de uma mesma amostra podem apresentar composições distintas de Pb comum (Essex & Gromet 2000). Isto porque o conteúdo e a composição deste Pb podem variar significativamente em função das condições locais de cristalização (Essex & Gromet 2000, Romer & Rötzler 2003). Assim como outros minerais que incorporam Pb inicial (como apatita, allanita e rutilo), a titanita pode herdar composições de Pb que refletem fases reativas locais e isotopicamente heterogêneas (Romer & Rötzler 2003, 2011, Romer & Xiao 2005). A composição de Pb neste reservatório pode ser consideravelmente diferente das estimativas de evolução de Pb crustal, como o modelo de Stacey & Kramers (1975), especialmente quando minerais precursores ricos em U e Th são envolvidos na geração da titanita (Romer 2001, Romer & Siegesmund 2003, Kirkland *et al.* 2016, 2017). Ou seja, o conteúdo de Pb comum em cristais de titanitas de uma mesma amostra pode ser derivado tanto de fases minerais empobrecidas em U, com conteúdo de Pb puramente não-radiogênico (como

os feldspatos), quanto de minerais acessórios enriquecidos em U, com conteúdo de Pb predominantemente radiogênico (Kohn 2017).

Estes pontos são cruciais para a datação de minerais acessórios com afinidade para Pb, sendo necessário uma avaliação cuidadosa durante a etapa de tratamento dos dados analíticos, especialmente voltada para a correção de Pb comum. Vários métodos de correção de Pb comum são baseados em estimativas do conteúdo e/ou composição do componente deste Pb, como é o caso da correção para o ^{204}Pb , amplamente utilizada na redução de dados isotópicos obtidos em uma diversidade de minerais acessórios. Para isso, a composição de Pb comum é assumida a partir de modelos de evolução de Pb terrestre, sendo o modelo em estágio duplo de Stacey & Kramers (1975) o mais utilizado. Esta composição isotópica de Pb inicial também pode ser acessada a partir de fases cogenéticas empobrecidas em U (como feldspato, epidoto, mica, piroxênio e anfibólio), cujo componente de Pb comum é assumido como o mesmo do geocronômetro de interesse (Kohn & Corrie *et al.* 2011, Chew *et al.* 2014, Kirkland *et al.* 2018). Na datação de minerais que incorporam Pb inicial, uma abordagem comumente empregada é o método de correção para o ^{207}Pb , que consiste em uma regressão linear dos dados U–Pb sem correção para Pb comum (comumente reportados na literatura como razões isotópicas totais ou semi-totais) em um diagrama Tera-Wasserburg (Figura 2). Esta regressão (isócrona inversa) teoricamente representa uma reta de mistura entre um componente radiogênico e um componente de Pb comum (razão $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial), cuja composição é estimada a partir do intercepto com o eixo $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ no diagrama Tera-Wasserburg (*y-intercept*; Simonetti *et al.* 2006, Chew *et al.* 2014), como mostra a Figura 2.

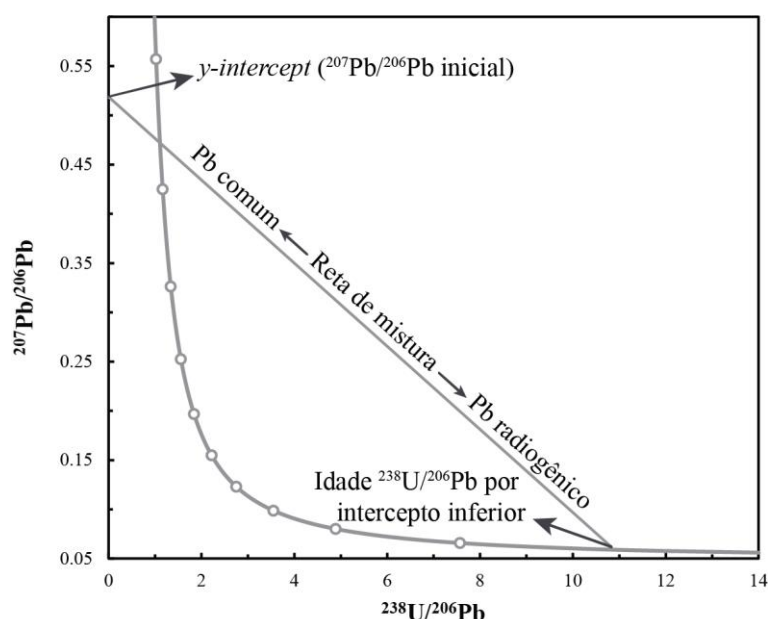


Figura 2 – Diagrama Tera-Wasserburg esquemático ilustrando o método de correção para o ^{207}Pb . A isócrona inversa é gerada a partir da regressão de pontos analíticos mais radiogênicos e menos radiogênicos, o que fornece uma idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior, bem como um intervalo de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial (*y-intercept*).

2.2 DIFUSÃO DE Pb EM TITANITA E TEMPERATURAS DE FECHAMENTO

A maioria dos estudos geocronológicos em titanita reportam idades U–Pb mais jovens do que as idades obtidas em zircões. Esta discrepância de idades é tipicamente atribuída à perda contínua de Pb por difusão durante resfriamento ou à reabertura total ou parcial do sistema U–Pb durante eventos termiais posteriores (Kohn 2017). Neste sentido, é importante conhecer a temperatura de fechamento do sistema isotópico, ou seja, a temperatura a partir da qual o sistema se mantém fechado, sem perdas por difusão; este parâmetro é fundamental para a compreensão da sistemática U–Pb em titanita, uma vez que determina a influência de reaberturas por difusão em relação ao crescimento mineral (Frost *et al.* 2000). A temperatura de fechamento é diretamente influenciada por fatores como a difusividade (coeficiente de difusão D), raio efetivo de difusão (que pode variar dependendo do tamanho do grão) e taxa de resfriamento. Trabalhos pioneiros reportaram idades U–Pb em titanitas similares às idades obtidas por geocronômetros de baixa temperatura, o que levou à sugestão de que as idades de titanitas refletem o momento de fechamento do sistema isotópico U–Pb para difusão intracristalina (Mattinson 1978, Mezger *et al.* 1991). Posteriormente, esta suposição foi corroborada pelo estudo experimental de Cherniak (1993) acerca das taxas de difusão de Pb em titanita, que forneceu temperaturas de fechamento aparentes entre 500 e 650 °C. A autora reporta altas taxas de difusão de Pb, o que implica em temperaturas de fechamento em torno de 600 °C para grãos de 100 µm de diâmetro submetidos a uma taxa de resfriamento de 10 °C/Ma. No entanto, também com base em dados experimentais, Cherniak (1995) identificou uma inconsistência entre as difusividades do Pb e Sr, com discrepâncias significativas nas taxas de difusão, apesar de ambos os cátions substituírem o Ca^{2+} na estrutura cristalina da titanita.

No entanto, ao longo das últimas décadas, um número significativo de estudos em titanitas naturais tem indicado que o sistema U–Pb deste mineral se mantém razoavelmente robusta durante eventos metamórficos de alto grau (Scott & St-Onge 1995, Pidgeon *et al.* 1996, Zhang & Scharer 1996, Kohn & Corrie 2011, Gao *et al.* 2012, Spencer *et al.* 2013, Garber *et al.* 2017, Stearns *et al.* 2016, Walters & Kohn 2017, Cioffi *et al.* 2019, Walters *et al.* 2022). Dessa forma, o debate acerca das taxas de difusão de Pb em titanita levou a uma ampla variedade de propostas de temperatura de fechamento, com base em diversos ambientes geológicos. Datações em titanitas de rochas metamorizadas sob altas temperaturas sugerem temperaturas de fechamento > 650 °C (Pidgeon *et al.* 1996), 660-700 °C (Scott & St-Onge 1995), > 712 °C (Zhang & Scharer 1996) e > 775 °C (Kohn & Corrie 2011). A preservação de núcleos herdados (pré-metamórficos) de titanitas levou a estimativas > 780 °C (Spencer *et al.* 2013) e > 825 °C (Gao *et al.* 2012). Esta última proposta pode ser considerada como um limite

máximo para a temperatura de fechamento em titanita, uma vez que é definida a partir de núcleos que resistiram a um evento de granulitização, registrando herança magmática do protólito. Isto porque a duração do pico de temperatura (pico metamórfico) é fundamental para delimitar a difusividade em titanita e, conseqüentemente, para estabelecer as temperaturas de fechamento (Kohn 2017). Estudos petrocronológicos recentes (Kohn & Corrie 2011, Gao *et al.* 2012, Spencer *et al.* 2013, Stearns *et al.* 2016, Hartnady *et al.* 2019) forneceram restrições relativamente precisas para a difusividade em titanita, sugerindo uma difusão lenta de Zr, Pb, U e Th. Estas novas estimativas de difusão de Pb são consideravelmente mais lentas do que aquela fornecida pelos dados experimentais de Cherniak (1993). Dessa forma, titanitas metamórficas formadas em condições de fácies anfibolito a xisto-verde e titanitas ígneas formadas durante alteração deltérica fornecem idades U–Pb que registram o momento da cristalização deste mineral, em vez de idades rejuvenescidas por difusão (Frost *et al.* 2000).

CAPÍTULO 3 IMPLEMENTAÇÃO DA METODOLOGIA U–Pb EM TITANITA POR LA-ICP-MS NO LABORATÓRIO PARÁ-ISO

A implantação do protocolo experimental da metodologia U–Pb *in situ* em titanita no Laboratório Pará-Iso foi embasada em procedimentos e condições analíticas previamente estabelecidos neste mesmo laboratório e em outros no Brasil e exterior. Assim, foram utilizados os protocolos de datação U–Pb em zircão por LA-MC-ICP-MS e LA-Q-ICP-MS, implantados, respectivamente, no Laboratório Pará-Iso (Milhomem Neto & Lafon 2019) e no Laboratório de Geocronologia do Departamento de Geologia da Universidade Federal de Ouro Preto (Takenaka *et al.* 2015), adaptando-os de acordo com as especificidades do método U–Pb em titanita. Além disso, foram utilizados protocolos analíticos empregados em outros laboratórios para análises pontuais U–Pb em titanita por SHRIMP (Sato *et al.* 2016), LA-MC-ICP-MS (Simonetti *et al.* 2006) e LA-Q-ICP-MS (Storey *et al.* 2007, Chew *et al.* 2014), os quais foram desenvolvidos com materiais de referência e/ou equipamentos similares aos disponíveis no Laboratório Pará-Iso.

O protocolo desenvolvido neste trabalho envolve, de maneira geral, imageamento por MEV e análises isotópicas U–Pb em materiais de referência de titanita, cujos cristais ou fragmentos de cristais são fixados em pastilhas (*mounts*). As razões isotópicas e as idades de quatro titanitas de referência, obtidas por LA-Q-ICP-MS, são comparadas com os valores estabelecidos na literatura (obtidos por ID-TIMS), para testar a precisão, exatidão e reprodutibilidade dos resultados. Como forma de validação deste protocolo implementado, foram enviadas ao CPGEO-USP concentrados de titanitas de referência (Khan e CKHB) e de amostras (STG-179B, JAP-02A e SOS-1257) para análises U–Pb por SHRIMP, o que permitiu a comparação interlaboratorial dos dados isotópicos obtidos.

3.1 MATERIAIS DE REFERÊNCIA UTILIZADOS

O uso de materiais de referência em datações U–Pb *in situ* de minerais acessórios é essencial, pois é com base nesses minerais de referência (material de referência primário) que são realizadas as correções dos fracionamentos químicos e isotópicos instrumentais que ocorrem durante estas microanálises, bem como permite avaliar a qualidade dos dados analíticos (material de referência secundário) obtidos em amostra de idade desconhecida. Estes materiais tipicamente precisam apresentar matriz correspondente ao mineral acessório analisado, o que permite definir as melhores condições de análise, bem como evitar discrepâncias relacionadas a interferências isobáricas (efeito de matriz). Além disso, é ideal que sejam isotopicamente e quimicamente homogêneos (com idades perfeitamente determinadas e controladas) e sem feições de alteração ou metamitização. Dessa forma, assim como em outras

matrizes minerais, a sistemática U–Pb dos materiais de referência de titanita deve ser caracterizada com a maior precisão possível, sendo preferencialmente realizada por ID-TIMS. Apesar dos avanços de resolução espacial em análises por LA-ICP-MS, esta técnica demanda um suprimento contínuo de materiais de referência bem caracterizados, os quais são empregados na correção tanto do fracionamento elementar U–Pb induzido pelo laser quanto do desvio instrumental de massas. Dessa forma, por ser uma técnica naturalmente destrutível, é ideal que o tamanho dos cristais ou fragmentos de materiais de referência seja adequado, possibilitando diversas análises *in situ* por ablação a laser (Fisher *et al.* 2020). Atualmente, existe uma quantidade seleta de titanitas naturais disponíveis como materiais de referência calibrados para análises U–Pb por SIMS e LA-ICP-MS. Uma relação dos principais materiais de referência de titanita é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1 – Principais titanitas de referência internacional utilizadas atualmente como padrão em análises U–Pb *in situ* por LA-ICP-MS e SHRIMP.

Titanita	Ocorrência	Local	Idade (Ma) ¹	Referência
MKED1	Veios em <i>skarn</i> de Cu-Au-ETR	Queensland, Austrália	1517,3 ± 0,3	Spandler <i>et al.</i> (2016)
OLT	<i>Skarn</i> rico em Ca-Ti	Quebec, Canadá	1014,8 ± 2	Kennedy <i>et al.</i> (2010)
BLR	Megacristal metamórfico	Ontário, Canadá	1047,1 ± 0,4	Aleinikoff <i>et al.</i> (2007)
Khan	Pegmatito em rochas cálcio-silicáticas	Namíbia, África	518 ± 2 522,3 ± 2	Kinny <i>et al.</i> (1994) Heaman (2009)
Tory Hill	Não informado	Ontário, Canadá	1039 ± 23	Fisher <i>et al.</i> (2020)
Mud Tank	Carbonatito	Austrália	319,20 ± 0,36	Fisher <i>et al.</i> (2020)
CKHB	Hbl-bt granodiorito	México	94,29 ± 0,15	Fisher <i>et al.</i> (2020)
Fish Canyon	Cinzas vulcânicas	Colorado, EUA	28,53 ± 0,05	Schmitz & Bowring (2001)

¹ Idades obtidas por ID-TIMS

Neste trabalho, quatro materiais de referência naturais de titanita foram calibrados para análises U–Pb por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso. A titanita Khan foi doada ao laboratório pelo Prof. Miguel S. Basei, da Universidade de São Paulo (USP), enquanto as demais titanitas (Tory Hill, Mud Tank e CKHB) foram adquiridas em alíquotas de 50 mg cada, do Prof. John Hanchar, da *Memorial University of Newfoundland*, Canadá. Estes últimos materiais foram recentemente caracterizados por ID-TIMS e calibrados para análises U–Pb e Sm–Nd por *laser ablation split stream* (LASS) e disponibilizados para a comunidade científica por Fisher *et al.* (2020).

3.1.1 Titanita Tory Hill

A titanita Tory Hill foi coletada na região de Tory Hill, em Ontario (Canadá). Fisher *et al.* 2020 adquiriram um cristal de qualidade gemológica, de cor castanho escuro a preto, o qual foi triturado em fragmentos de ~2,5 a 0,2 mm de tamanho (Figura 3a), sendo metade deste

material reservado para distribuição. Análises em cinco frações da Tory Hill forneceram idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior de 1039 ± 23 Ma (95% de conf.; MSWD = 16) obtida em diagrama Tera Wasserburg a partir de dados sem correção de Pb comum, cuja regressão forneceu um valor de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial de 0,692 (Fisher *et al.* 2020). Os autores consideram a idade por intercepto inferior como sendo da cristalização da titanita. No entanto, as idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ destas mesmas análises, quando corrigidas para o ^{204}Pb , fornecem uma média ponderada de $1059,7 \pm 1,2$ Ma (2σ ; $n = 5$; MSWD = 2,3). Esta idade foi determinada a partir dos pontos concordantes em diagrama Concórdia clássico, utilizando os dados suplementares disponibilizados pelos autores.

3.1.2 Titanita Khan

A titanita Khan foi coletada em pegmatitos intrusivos em rochas cálcio-silicáticas, expostas na mina de cobre Khan na Namíbia, África. Estes pegmatitos são tipicamente compostos de quartzo, microclínio, albita, clinopiroxênio, hornblenda, pirita, calcopirita, bornita e, em menor proporção, titanita e apatita (Mazoz *et al.* 2022). A titanita Khan particularmente ocorre de forma mais abundante próximo ao contato com as rochas encaixantes, onde os cristais desta titanita comumente apresentam fraturas preenchidas por quartzo e/ou feldspatos. Os cristais são euédricos, com ~0,5 mm de tamanho e de cor marrom escuro a marrom claro (Figura 3b). Apresenta conteúdo de U variando entre 22-1700 ppm, com média de 584 ppm, e baixo conteúdo de Pb comum, com f_{206} entre 0,3-2,7% (Kinny *et al.* 1994, Heaman 2009, Ma *et al.* 2019).

Este material foi primeiramente analisado por Kinny *et al.* (1994), utilizando ID-TIMS. Os autores realizaram análises U–Pb em frações pulverizadas de dois fragmentos da titanita Khan, as quais forneceram uma média ponderada das idades $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ de 518 ± 2 Ma (95% conf.; $n = 6$). Heaman (2009) analisou nove frações desta titanita por ID-TIMS, resultando em uma média ponderada das idades $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ de $522,3 \pm 2$ Ma (2σ ; $n = 9$; MSWD = 1,0), que é considerada pelo autor como a melhor estimativa da idade de cristalização da titanita Khan. Heaman (2009) também aponta para uma variação relativamente ampla nas idades aparentes (ou seja, as idades individuais de cada fração analisada) da titanita Khan, principalmente nas idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$, as quais apresentam variância maior do que as idades $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$. Recentemente, Mazoz *et al.* (2022) analisaram cinco frações da titanita Khan por ID-TIMS, fornecendo uma idade concordante de $515,6 \pm 1,3$ Ma (95% conf.; $n = 5$; MSWD = 2,8), obtida em diagrama Concórdia clássico. Análises U–Pb por LA-ICP-MS forneceram idades entre 516-521 Ma, sendo uma idade concordante de $516 \pm 4,4$ Ma (LA-MC-ICP-MS; $n = 12$; Simonetti

et al. 2006), e idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ de $520,9 \pm 3,9$ Ma (LA-Q-ICP-MS; $n = 14$; MSDW = 4,2; Chew *et al.* 2014) e 521 ± 3 Ma (LA-MC-ICP-MS; $n = 21$; MSDW = 0,51; Ma *et al.* 2019), ambas definidas por intercepto inferior em diagrama Tera-Wasserburg, a partir dos dados ancorados pela estimativa de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial de Stacey & Kramers (1975).

3.1.3 Titanita Mud Tank

A titanita Mud Tank foi obtida a partir de carbonatito homônimo, que ocorre na região central da Austrália. Cristais de zircão do carbonatito Mud Tank são amplamente utilizados como material de referência para análises isotópicas de Hf por LA-ICP-MS. Um único cristal, de qualidade gemológica da titanita Mud Tank foi adquirido por Fisher *et al.* (2020) e pulverizado para análises. Os fragmentos da titanita Mud Tank são translúcidos, de cor castanho claro e com ~ 500 μm de comprimento (Figura 3c). Os autores reportaram uma idade concordante de $319,2 \pm 1,0$ Ma (2σ ; $n = 4$; MSWD = 0,4) para esta titanita. Os dados sem correção para Pb comum, disponíveis no material suplementar em Fisher *et al.* (2020), forneceram uma idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior de $318,7 \pm 1,2$ Ma (95% conf.; $n = 4$; MSWD = 0,14), definida em diagrama Tera-Wasserburg. Neste diagrama, a regressão dos dados forneceu uma estimativa de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial (intercepto com o eixo y) de 0,818.

3.1.4 Titanita CKHB

Os cristais da titanita CKHB são provenientes de um hornblenda-biotita granodiorito do plúton cretáceo Sierra San Pedro Martin, no México. Fisher *et al.* (2020) concentraram cerca de 15 g de cristais de titanita deste granodiorito. Os cristais da titanita CKHB são predominantemente subédricos, translúcidos, de cor amarelada e com 200-400 μm de tamanho (Figura 3d). Estes autores obtiveram uma idade concordante de $94,29 \pm 0,15$ Ma (2σ ; $n = 7$; MSDW = 0,74) para a titanita CKHB. Com base nas razões totais (sem correção para Pb comum), disponíveis nos dados suplementares de Fisher *et al.* (2020), foi calculada uma idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior de $94,9 \pm 1,3$ Ma (95% conf.; $n = 7$; MSWD = 0,14), com uma razão $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial de 0,885.

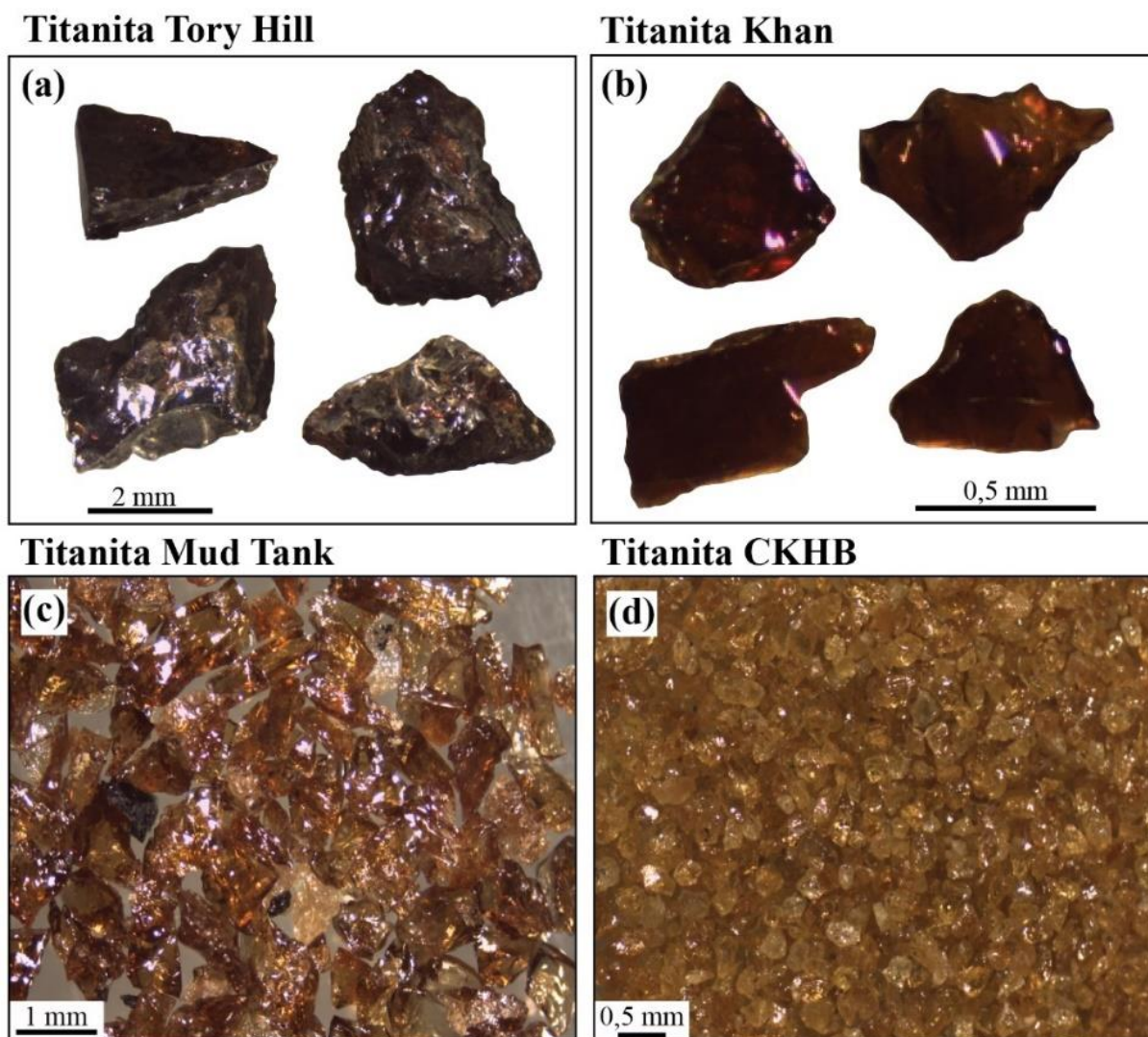


Figura 3 – Imagens obtidas em lupa binocular dos cristais de materiais de referência de titanita disponíveis no Laboratório Pará-Iso e utilizadas neste trabalho. (a) fragmentos da titanita Tory Hill; (b) fragmentos de cristais da titanita Khan; (c) cristais da titanita Mud Tank; e (d) cristais da titanita CKHB.

3.2 PREPARAÇÃO DE AMOSTRA

Esta etapa não foi necessária para os materiais de referência, uma vez que estes já se encontram na forma de cristais/fragmentos concentrados, sendo então selecionados e fixados em resina epóxi para a confecção dos *mounts*. Para as amostras, foi necessário concentrar os cristais de titanita a partir de técnicas gravimétricas/magnéticas empregadas no laboratório Pará-Iso, similares às utilizadas na concentração de minerais pesados como zircão, monazita, granada e outros. A preparação das amostras destinadas a análises U–Pb em titanita baseou-se no protocolo de Milhomem Neto & Lafon (2019) implementado no Laboratório Pará-Iso a partir da metodologia estabelecida pela CPRM/Belém. Envolve etapas de fragmentação/pulverização, separação granulométrica, separação magnética, concentração dos minerais pesados e seleção dos cristais de titanita. Além disso, foi utilizado como base os procedimentos descritos por Sato *et al.* (2016), principalmente aqueles mais específicos em

relação à concentração e seleção dos cristais de titanita. As etapas desenvolvidas na preparação das amostras para análises U–Pb em titanita por LA-ICP-MS serão descritas a seguir.

i) Fragmentação/cominuição – A cominuição das amostras foi realizada na Oficina de Preparação de Amostras (OPA) do Instituto de Geociências (IG) da UFPA, por meio de britadores de mandíbula que fragmentam as amostras coletadas e, em seguida, por moinhos de disco e anéis, onde o material britado é cominuído;

ii) Separação granulométrica – Esta etapa, assim como as etapas de concentração dos minerais pesados, foi realizada no Laboratório de Separação Mineral do Pará-Iso, a partir de peneiramento *via* úmido, resultando em quatro frações granulométricas: uma $> 250 \mu\text{m}$, que pode ser processado novamente, caso necessário; duas frações de $250\text{-}175 \mu\text{m}$ e $175\text{-}125 \mu\text{m}$, as quais são utilizadas nas etapas de concentração dos minerais pesados; e uma fração de $< 125 \mu\text{m}$, que pode ser aproveitada caso o mineral de interesse não seja encontrado nas demais frações;

iii) Bateamento – É a primeira etapa de concentração dos minerais pesados, realizada por meio de duas batéias cônicas metálicas, com 53 e 30 cm de diâmetro. Este processo consiste em movimentos circulares na batéia menor imersa em água sobre a batéia maior, de forma que os minerais mais densos, como a titanita, concentram-se no fundo da batéia pequena, enquanto os mais leves são depositados na batéia maior. Ao fim do processo, o material mais leve é armazenado e, se necessário, pode ser recuperado posteriormente;

iv) Microbateamento em água – É realizado com o concentrado de minerais obtido na etapa anterior, pelo uso de microbatéias de porcelana e Pirex. O processo é feito com movimentos circulares na microbatéia de porcelana imersas no Pirex com água. Os minerais pesados são concentrados no centro da microbatéia, enquanto os mais leves se depositam no Pirex;

v) Separação magnética – Após a secagem do material em estufa a 100°C , os grãos de minerais magnéticos são separados com ímã de mão e posteriormente, boa parte dos minerais máficos são separados com ímã de neodímio;

vi) Microbateamento em álcool – É a última etapa de concentração dos minerais pesados, quando são retirados os minerais leves remanescentes das etapas anteriores. O concentrado é imerso em placa de Petri com álcool etílico ($>90\%$) e o processo é realizado com movimentos curtos repetitivos de “vai e volta” com a placa levemente inclinada, quase na horizontal. Dessa forma, os minerais pesados são concentrados na borda da placa, enquanto que os mais leves são espalhados próximos ao centro da placa e retirados com o uso de uma micropipeta plástica descartável;

vii) Separação magnética – Após a secagem do concentrado em estufa a 100 °C, uma segunda etapa de separação magnética é realizada com uso de separador *Isodynamic Frantz*, com inclinações longitudinal e transversal de 20° e 10°, respectivamente. A titanita é um mineral paramagnético, com susceptibilidade magnética relativamente baixa em comparação a outros minerais pesados, sendo atraída a partir de um intervalo de corrente de 0,7 a 1,5 A. Primeiramente, é utilizada a corrente de 0,7 A, em que os cristais de titanita são concentrados na fração atraída pelo campo magnético. Outros minerais paramagnéticos, com suscetibilidade magnética maior ou próxima à da titanita, também podem se concentrar nesta fração, como o anfibólio, epidoto, monazita e granada, dependendo da paragênese da rocha hospedeira. Posteriormente, a fração magnética é processada utilizando a corrente de 1,5 A, para retirar os possíveis minerais atraídos a 0,7 A mas que possuem susceptibilidade magnética maior do que a da titanita, sendo, portanto, atraídos para a fração não-magnética sob 1,5 A.

viii) Seleção dos grãos de titanita – Nesta etapa, os minerais pesados são observados em lupa binocular, onde é realizada a seleção dos melhores cristais de titanita, aqueles preferencialmente mais escuros e sem feições metamíticas, fraturas e/ou inclusões visíveis. Os cristais selecionados são fixados em lâminas de vidro com fita dupla-face, para então serem confeccionadas as pastilhas com resina epóxi (*mounts*) no Laboratório de Laminação do IG/UFPa. Os *mounts* são quadrados e apresentam superfície de 1 cm² e 0,5 cm de espessura, sendo devidamente polidos, para expor uma seção longitudinal dos cristais de titanita. Uma seleção cuidadosa, baseada na qualidade morfológica dos cristais de titanita, é fundamental para garantir a qualidade analítica e para a interpretação dos dados geocronológicos U–Pb.

3.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Diferente do zircão, a titanita é completamente escura em imagens de catodoluminescência (CL), o que impossibilita observar suas feições internas, devido ao seu maior conteúdo em elementos pesados, especialmente o Ti. Portanto, para a caracterização textural das feições internas dos cristais de titanitas de referência e de amostras, foram realizadas imagens de elétrons retro espalhados (ERE) por MEV. A partir destas imagens, é possível identificar os padrões de zoneamento, diferentes domínios internos, microfraturas, inclusões e alterações. As imagens de ERE foram obtidas no Laboratório de Microscopia Eletrônica da CPRM/Belém por meio do MEV *EVO-ZEISS* modelo *L15*. Os materiais de referência e as titanitas das amostras enviadas para datação U–Pb por SHRIMP também foram imageadas por ERE no CPGEO-USP, com uso de MEV *FEI Quanta 250*.

3.4 ANÁLISES ISOTÓPICAS U–Pb EM TITANITA POR LA-Q-ICP-MS

As análises U–Pb em titanita foram realizadas com um espectrômetro de massa quadrupolo de fonte plasma indutivamente acoplado (Q-ICP-MS) modelo *iCAP Q* da marca *Thermo Fischer Scientific*, equipado com microsonda de ablação a laser tipo sólido Nd:YAG 213 nm modelo *LSX-213 G2* da marca CETAC. Este espectrômetro possui um analisador de massas (quadrupolo) que mede, em contagem por segundo (cps), os núclídeos de interesse para o sistema U–Pb, sendo eles: ^{238}U , ^{232}Th , ^{208}Pb , ^{207}Pb , ^{206}Pb , $^{204}\text{Pb}+\text{Hg}$ e ^{202}Hg . As massas desses isótopos são medidas pelo quadrupolo a partir do método de *peak jump/hopping*, que consiste na leitura dos isótopos de forma alternada em “saltos” seletivos. Dessa forma, cada isótopo apresenta um tempo de leitura, o qual é definido como *dwell time* ou tempo de integração. Além disso, os gases hélio (He) e argônio (Ar) são responsáveis pelo transporte (arraste) do material extraído pelo laser até o plasma e, em seguida, ao analisador de massas. Estes gases possuem uma quantidade de Hg em sua composição e, portanto, o isótopo ^{204}Hg interfere diretamente na massa do ^{204}Pb . Para corrigir esta interferência isobárica, o sinal do ^{202}Hg é medido e, de acordo com a abundância isotópica natural de Hg (razão $^{202}\text{Hg}/^{204}\text{Hg} = 4,36$), é convertido em ^{204}Hg . A massa do ^{204}Pb é então obtida a partir da redução da proporção de ^{204}Hg . Portanto, para datações U–Pb de minerais com afinidade para Pb comum, como a titanita, o monitoramento destes isótopos de Hg é crucial.

Neste espectrômetro, a aquisição do branco analítico (*background*) é realizada no início de cada análise pontual, a qual tem duração total de ~60 s e consiste de 155 ciclos de varredura. Dessa forma, os primeiros 46 ciclos (que correspondem a ~20 s) são destinados à medição do *background*, enquanto os outros 109 ciclos de varredura são atribuídos à leitura do sinal do material removido (amostra ou material de referência), o que corresponde aos 40 s restantes de análise. Assim, a média do *background* medido no início de cada análise é subtraído do sinal bruto da amostra. A sequência analítica é composta por 14 pontos analíticos (*spots*) e segue o método de *bracketing*, onde a leitura dos materiais de referência é realizada antes e depois das análises em amostras. Inicialmente, um dos materiais de referência é utilizado como padrão primário para as correções do fracionamento elementar e discriminação instrumental de massa, enquanto os demais são considerados como amostra. A rotina adotada para as análises de titanitas de referência e de amostras de idade desconhecida seguem a ordem abaixo:

- [1] titanita de referência primária 01;
- [2] titanita de referência secundária 01;
- [3] titanita de amostra 01;
- [4] titanita de amostra 02;

- [5] titanita de amostra 03;
- [6] titanita de amostra 04;
- [7] titanita de amostra 05;
- [8] titanita de referência primária 02;
- [9] titanita de amostra 06;
- [10] titanita de amostra 07;
- [11] titanita de amostra 08;
- [12] titanita de amostra 09;
- [13] titanita de referência secundária 02;
- [14] titanita de referência primária 03.

Os parâmetros instrumentais do laser Nd:YAG 213 nm foram baseados nos parâmetros empregados na rotina analítica em zircão, implementada no Laboratório Pará-Iso por Milhomem Neto & Lafon (2019), utilizando o mesmo modelo de laser acoplado a um MC-ICP-MS. Essas condições foram testadas nos materiais de referência de titanita, para otimizar as análises U–Pb, definindo as melhores condições para se obter um sinal analítico alto e estável, o que influencia diretamente no erro das razões isotópicas. Testes com *spots* de 25 µm de diâmetro forneceram um sinal analítico baixo, com massa de ^{207}Pb abaixo de 10.000 cps para os materiais de referência secundários (titanitas CKHB e Mud Tank). Assim, foi adotado um diâmetro de 50 µm (*spot size*) para os furos produzidos pelo laser, tanto nos padrões quanto nas amostras, para garantir uma correção eficaz dos fracionamentos instrumentais. O fluxo de gás He variou de 400 a 800 mL/min durante a etapa de otimização. Com 800 mL/min de He, houve um ganho no sinal analítico do ^{207}Pb em torno de 20-30 cps. Este valor é similar ao fluxo recomendado na literatura para análises U–Pb em titanita por LA-Q-ICP-MS (Storey *et al.* 2006, Smith *et al.* 2009, Chew *et al.* 2014, Takenaka *et al.* 2015). A frequência do laser foi de 10 Hz e a potência de 55%, fornecendo uma densidade de energia de 5,5 J/cm². Para as análises em amostras, as condições instrumentais foram constantes, sendo as mesmas condições das leituras dos padrões. A Tabela 2 sintetiza os parâmetros analíticos escolhidos para o iCAP-Q e o laser Nd:YAG 213 nm.

As razões isotópicas $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ e $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ determinadas nos materiais de referência durante as análises pontuais são comparadas com os valores disponíveis na literatura, determinados por ID-TIMS, o que permite o cálculo de um fator de conversão para ambas razões. Este fator é então aplicado sobre as razões de amostras de idades desconhecidas, para corrigir o fracionamento elementar induzido pelo laser e a discriminação de massa instrumental. Para garantir a homogeneidade destas razões, os ciclos com valores mais

discrepantes (*outliers*) são descartados do cálculo da média das razões isotópicas, segundo um desvio padrão a 1σ .

Tabela 2 – Parâmetros instrumentais e condições operacionais do sistema LA-Q-ICP-MS.

Q-ICP-MS		Laser Nd:YAG 213 nm	
Modelo	<i>Thermo Scientific iCAP Q</i>	Modelo	<i>CETAC LSX-213 G2</i>
Analizador de massas	Quadrupolo	Gás He	800 mL/min
Potência RF do plasma	1550 W	Diâmetro dos spots	50 μ m
Gás Ar resfriador	14 mL/min	Frequência	10 Hz
Gás Ar auxiliar	0.8 mL/min	Potência	55%
Gás He de arraste	4-5 mL/min	Energia	4,5 J/cm ²
Isótopos medidos / dwell times (ms)	²³⁸ U (30), ²³² Th (30), ²⁰⁸ Pb (30), ²⁰⁷ Pb (40), ²⁰⁶ Pb (30), ²⁰⁴ Pb+Hg (40) e ²⁰² Hg (30)	Tempo de ablação	~60 s (20 s de <i>background</i> e 40 s de sinal)
		Burst count	420 pulsos

3.4.1 Correção de Pb comum

Os dados isotópicos obtidos nos materiais de referência e nas amostras foram sistematicamente corrigidos com base no ²⁰⁴Pb e ²⁰⁷Pb. Para a abordagem baseado no ²⁰⁴Pb, a estimativa de Pb comum/inicial (razões ²⁰⁶Pb/²⁰⁴Pb e ²⁰⁷Pb/²⁰⁴Pb iniciais) é definida com base no modelo em duplo estágio da evolução do Pb terrestre de Stacey & Kramers (1975). Neste caso, é necessário assumir uma idade estimada para a titanita analisada, a qual é utilizada para calcular as razões iniciais, considerando que estas representam a composição do Pb inicial no momento de cristalização do mineral. A partir de então, as razões radiogênicas ²⁰⁶Pb*/²³⁸U e ²⁰⁷Pb*/²⁰⁶Pb* são calculadas com base nas equações (1) e (2), respectivamente, onde a fração não-radiogênica do ²⁰⁶Pb e ²⁰⁷Pb (²⁰⁴*f*₂₀₆ e ²⁰⁴*f*₂₀₇), conforme as equações (3) e (4), é reduzida das razões totais (Pb comum + Pb radiogênico), ou seja, as razões medidas (Compston *et al.* 1984, Williams 1998).

$$^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U} = (1 - ^{204}f_{206}) * (^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U})_{\text{amostra}} \quad (1)$$

$$^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^* = [(1 - ^{204}f_{207}) / (1 - f_{206})] * (^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb})_{\text{amostra}} \quad (2)$$

Onde,

$$^{204}f_{206} = (^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb})_{\text{comum}} / (^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb})_{\text{amostra}} \quad (3)$$

$$^{204}f_{207} = (^{207}\text{Pb}/^{204}\text{Pb})_{\text{comum}} / (^{207}\text{Pb}/^{204}\text{Pb})_{\text{amostra}} \quad (4)$$

A correção para o ²⁰⁷Pb é uma abordagem amplamente utilizada na datação U–Pb de minerais acessórios com alto Pb comum. Neste caso, a estimativa de Pb inicial (razão ²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb inicial) pode ser definida, em diagrama Tera-Wasserburg, a partir da regressão linear das razões totais ²⁰⁶Pb/²³⁸Pb e ²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb, as quais são corrigidas somente para o *background* e fracionamentos instrumentais (sem correção para Pb comum). Esta regressão consiste em uma reta de mistura entre um componente de Pb puramente comum (intercepto

com o eixo y) e um componente de Pb puramente radiogênico (intercepto inferior), como mostra a Figura 2. Este método de correção de Pb comum assume que os dados radiogênicos U–Pb* são concordantes e equivalentes (Chew *et al.* 2014). Dessa forma, a idade corrigida para o ^{207}Pb pode ser calculada por intercepto inferior no diagrama Tera-Wasserburg, a partir de uma isócrona inversa, ou seja, a regressão linear das razões totais. O intervalo da composição de Pb comum ($^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial) também é definido neste diagrama pelo intercepto com o eixo y (*y-intercept*) com erro a 1σ , aproveitando a própria distribuição dos dados sem correção de Pb (razões totais). A partir disso, a média ponderada das idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ corrigidas para o ^{207}Pb é calculada por um algoritmo do *Isoplot* (*Age7corr*; Ludwig 2003), bem como o erro individual associado à idade de cada ponto analítico (*AgeEr7Corr*; Ludwig 2003). A regressão linear dos dados sem correção de Pb em diagrama Tera-Wasserburg é realizada pela função Concórdia Inversa 2-D do *Isoplot* (Ludwig 2003).

Em situações em que a variação nas razões $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ é alta e/ou o conteúdo de Pb comum é muito homogêneo, a regressão dos dados brutos pode fornecer um intercepto com erro muito alto, o que compromete a estimativa de Pb comum e, consequentemente, a idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ corrigida para o ^{207}Pb . Neste caso, a composição de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial também pode ser estimada pelo modelo de Stacey & Kramers (1975), a qual é utilizada para ancorar o intercepto inferior no diagrama Tera-Wasserburg, assim como no cálculo da média ponderada das idades corrigidas para o ^{207}Pb .

3.4.2 Redução dos dados brutos

O processamento e tratamento dos dados analíticos brutos são realizados em uma macro *Excel* interna, a qual foi elaborada com base no protocolo de redução de dados U–Pb em zircão por LA-MC-ICP-MS (Milhomem Neto & Lafon 2019, adaptado de Chemale Jr *et al.* 2012) desenvolvido no Laboratório Pará-Iso. Portanto, foi necessário efetuar uma série de adaptações na macro, levando em consideração as especificidades do LA-Q-ICP-MS e do sistema U–Pb em titanita. A Figura Suplementar 1 sintetiza as etapas de redução e correções dos dados U–Pb em titanita obtidos por LA-Q-ICP-MS. As modificações na macro foram realizadas com uso da linguagem VBA (*Virtual Basic for Applications*) do *Excel*, envolvendo os seguintes ajustes:

- i) Para o *input* dos dados brutos de cada sequência analítica, o número de ciclos de varredura foi aumentado de 40 (número de ciclos das análises por LA-MC-ICP-MS) para 155 ciclos;
- ii) Medição do *background* no início de cada análise pontual (46 ciclos de varredura, totalizando ~20 s), onde a média de cada isótopo é reduzida do sinal analítico da amostra ou

material de referência. As leituras do *background* com valores acima de mil cps são automaticamente destacadas, para facilitar a visualização e evitar uma determinação e redução superestimada do branco analítico. Estes valores normalmente estão associados a efeito de memória ou a situações em que o sinal da amostra inicia antes dos 20 s de leitura do branco analítico.

iii) Automatização de corte dos ciclos de varredura considerados como *outliers*, os quais são filtrados do cálculo das razões isotópicas de interesse ($^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ e $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$), de acordo com uma lógica de corte segundo Média $\pm$ Desvio padrão (1σ), que pode ser aplicada duas vezes, caso a variância dos dados seja alta. Este corte é adotado tanto para as razões radiogênicas quanto para as razões totais (sem correção de Pb), as quais, a partir de então, são corrigidas para os fracionamentos instrumentais;

iv) Determinação do fator de conversão para a correção do fracionamento isotópico, calculado com base nos valores de referência (razões $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ e $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$) das titanitas Khan ou Tory Hill, o que possibilita avaliar o uso destes dois materiais de referência como padrão primário para uma mesma sequência de análise. Para isso, estes dois materiais de referência podem ser invertidos a partir de um comando VBA inserido na macro;

v) Para a estimativa de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial e cálculo das idades corrigidas para o ^{207}Pb , é necessário, primeiramente, calcular as razões totais $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ e $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$, corrigidas somente para o *background* e fracionamento isotópico.

O cálculo das idades e apresentação dos resultados obtidos em diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg são realizados com auxílio do suplemento Isoplot/EX de Ludwig (2003). As idades concordantes (em diagrama Concórdia clássico) e médias ponderadas são reportadas com erros a 2σ , enquanto as idades por intercepto inferior são reportadas com 95% de confiança. O erro individual sobre as razões $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$, $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$, $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ e $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ é propagado pela adição quadrática da reprodutibilidade externa e da precisão durante a leitura pontual, a partir do desvio padrão do material de referência primário (SD) e do erro padrão da amostra (SE), segundo a equação (5), a qual é comumente utilizada (Horstwood *et al.* 2003, Gerdes & Zeh 2006, Bühn *et al.* (2009).

$$1\sigma(^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U} \text{ ou } ^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb})_{\text{propagado}} = (1\text{SD}^2 + 1\text{SE}^2)^{1/2} \quad (5)$$

3.5 DADOS ISOTÓPICOS U–Pb EM MATERIAIS DE REFERÊNCIA

As análises isotópicas U–Pb por LA-Q-ICP-MS realizadas nas titanitas de referência foram conduzidas no Laboratório Pará-Iso durante sete diferentes sessões ao decorrer do ano de 2022. Durante as sessões, um dos materiais de referência é empregado como amostra,

enquanto outro é utilizado como padrão primário, conforme sintetizado na Tabela 3, a qual apresenta informações de cada sessão analítica conduzida em 2022. Os dados U–Pb das sessões analíticas realizadas em diferentes dias ao longo deste ano foram reunidas em dois conjuntos, as sessões 2022-I e 2022-II (Tabela 4), as quais foram conduzidas utilizando fluxo de gás He de 400 e 800 mL/min, respectivamente.

Tabela 3 – Sumário das sessões analíticas realizadas por LA-Q-ICP-MS ao longo do ano de 2022 no Laboratório Pará-Iso.

Sessão	Amostra	MR primário	Nº de spots
11-01-2022 ¹	Tory Hill	Khan	38
	Khan	Tory Hill	25
	Mud Tank	Khan	38
	CKHB	Khan	25
01-02-2022 ¹	Tory Hill	Khan	25
12-05-2022 ²	Khan	Tory Hill	12
13-05-2022 ²	Mud Tank	Khan	12
	CKHB	Khan	12
26-05-2022 ²	Tory Hill	Khan	25
	Khan	Tory Hill	12
	Mud Tank	Khan	12
	CKHB	Khan	12
27-05-2022 ²	Mud Tank	Khan	12
	CKHB	Khan	12
21-06-2022 ²	Tory Hill	Tory Hill	25

¹Sessão-I (400 mL/min de gás He); ²Sessão-II (800 mL/min de gás He).

As titanitas Khan e Tory Hill são normalmente utilizadas como material de referência primário em análises realizadas em outros laboratórios. As demais titanitas disponíveis (Mud Tank e CKHB) apresentam idades mais jovens e, conseqüentemente, sinal analítico mais baixo, o que influencia diretamente no erro associado às razões isotópicas destes materiais de referência. Portanto, esses dois materiais devem ser utilizados de preferência como padrões secundários, para certificar a qualidade das análises. Neste trabalho, as titanitas Khan e Tory Hill são empregadas na correção do fracionamento isotópico e elementar, a partir da comparação das razões isotópicas obtidas por LA-Q-ICP-MS com aquelas disponíveis nos trabalhos de caracterização destes minerais por ID-TIMS. Para a titanita Khan, é utilizada a média ponderada das razões radiogênicas U–Pb ($^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ e $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$) fornecidas por Heaman (2009). Já para a titanita Tory Hill, é utilizada a média ponderada das razões U–Pb totais, sem correção de Pb comum ($^{206}\text{Pb}_t/^{238}\text{U}$ e $^{207}\text{Pb}_t/^{206}\text{Pb}_t$), as quais são as únicas razões isotópicas disponíveis no material suplementar de Fisher *et al.* (2020). Nesse caso, o conteúdo e a variação de Pb inicial desta titanita interferem diretamente no valor das razões totais, o que,

consequentemente, pode prejudicar o cálculo do fator de conversão, que será aplicado sobre a amostra como forma de correção dos fracionamentos instrumentais. Por esse motivo, prefere-se utilizar as razões radiogênicas U–Pb da titanita Khan para o cálculo deste fator de conversão.

Os resultados das análises U–Pb realizadas por LA-Q-ICP-MS nos quatro materiais de referência foram sistematicamente corrigidos para o ^{204}Pb e ^{207}Pb . Dessa forma, os dados corrigidos para o ^{204}Pb foram plotados em diagramas Concórdia clássico, utilizando as razões radiogênicas. Para a correção baseada no ^{207}Pb , os dados sem correção de Pb comum foram plotados em diagramas Tera-Wasserburg, utilizando as razões totais dos *spots* com maior concordância nas idades U–Pb*. Por isso, procurou-se calcular as idades corrigidas por ambos os métodos utilizando as mesmas análises, exceto em situações onde o conteúdo de Pb comum é alto e/ou heterogêneo. Este conteúdo de Pb comum pode comprometer o cálculo das idades corrigidas para o ^{204}Pb . No entanto, é importante para a regressão linear dos dados sem correção de Pb comum em diagrama Tera-Wasserburg, uma vez que quanto maior o espalhamento dos dados ao longo da reta de mistura Pbc-Pb*, menor é o erro associado ao *y-intercept* e à idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ definida por intercepto inferior. A Tabela 4 sintetiza os resultados obtidos nas titanitas de referência, apresentando a média ponderada das razões isotópicas radiogênicas e totais, bem como as idades corrigidas para o ^{204}Pb e ^{207}Pb .

Tabela 4 – Médias ponderadas das razões isotópicas e idades calculadas para as titanitas Tory Hill, Khan, Mud Tank e CKHB, com base nos resultados obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.

Titanita/Sessão	Pb comum	Razões isotópicas radiogênicas				Razões isotópicas totais				Idades ²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U corrigida para ²⁰⁴ Pb ^(a)	Idades ²³⁸ U/ ²⁰⁶ Pb corrigidas para ²⁰⁷ Pb			
	²⁰⁴ f ₂₀₆	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb*	1σ	²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb†	1σ		Intercepto em diagrama T-W		Média ponderada ²³⁸ U/ ²⁰⁶ Pb	
	(%)		(%)		(%)		(%)				S&K (Ma) ¹	y-intercept (Ma) ²	S&K (Ma) ¹	y-intercept (Ma) ²
Tory Hill														
2022-I (n = 63)	4.7-6.6	0.1782	0.32	0.0748	1.20	5.264	0.64	0.1235	1.20	1057.2 ± 3.4 Ma	1032 ± 17	1016 ± 22	1054.2 ± 4.2	1016.5 ± 7.7
2022-II (n = 50)	3.8-4.6	0.1782	0.34	0.0748	0.83	5.371	0.33	0.1104	0.54	1057.3 ± 3.6 Ma	1054 ± 13	-	1056.9 ± 3.9	-
2022-Geral (n = 113)	3.8-6.6	0.1782	0.23	0.0748	0.68	5.340	0.32	0.1142	1.30	1057.2 ± 2.5	1047.1 ± 9.4	1044 ± 11	1052.8 ± 2.9	1043.8 ± 3.3
Khan														
2022-I (n = 25)	0.1-3.9	0.0835	1.50	0.0592	2.90	11.630	1.10	0.0781	5.70	518.9 ± 8.7 Ma	518.4 ± 7.0	-	517.9 ± 5.7	-
2022-II (n = 24)	0.4-1.8	0.0837	1.20	0.0585	1.90	11.800	1.10	0.0636	1.80	518.3 ± 6.0 Ma	520.0 ± 6.5	-	520.1 ± 5.9	-
2022-Geral (n = 49)	0.1-3.9	0.0837	0.95	0.0586	1.70	11.710	0.80	0.0688	4.00	518.0 ± 4.9 Ma	521.0 ± 7.9	-	519.0 ± 4.1	-
Mud Tank														
2022-I (n = 38)	4.2-5.6	0.0494	2.40	0.0517	3.00	19.360	0.85	0.0720	1.10	310.8 ± 7.3	316.5 ± 3.6	-	316.1 ± 2.7	-
2022-II (n = 36)	0.9-1.6	0.0507	1.40	0.0532	1.50	19.300	1.00	0.0651	1.80	318.5 ± 4.5	320.7 ± 3.8	-	320.6 ± 3.3	-
2022-Geral (n = 74)	0.9-5.6	0.0503	1.20	0.0528	1.40	19.340	0.66	0.0696	1.70	316.4 ± 3.9	318.7 ± 2.8	-	318.4 ± 2.1	-
CKHB														
2022-I (n = 25)	14.2-26.2	0.0146	4.90	0.0481	3.50	58.580	1.00	0.1502	2.80	93.2 ± 4.6 Ma	94 ± 12	95.0 ± 3.8	95.1 ± 1.3	93.5 ± 5.4
2022-II (n = 36)	7.6-17.6	0.0148	4.00	0.0488	2.40	60.460	0.96	0.1299	3.80	94.3 ± 3.7 Ma	91.1 ± 5.2	93.8 ± 2.9	94.6 ± 1.1	90.9 ± 2.2
2022-Geral (n = 61)	7.6-26.2	0.0147	3.10	0.0486	2.00	59.370	0.87	0.1398	3.10	93.9 ± 2.9 Ma	93.7 ± 2.8	92,2 ± 4,0	94.83 ± 0.85	92.0 ± 1.4

^(a) Média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$

¹ Idade ancorada pela estimativa de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial de Stacey & Kramers (1975).

² Idade e estimativa de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial definidos por regressão linear em diagrama Tera-Wasserburg.

3.5.1 Materiais de referência primários

3.5.1.1 Titanita Tory Hill

Foi realizado um total de 100 análises pontuais neste material de referência, sendo 55 dessas análises agrupadas na sessão 2022-I e as outras 45 análises reunidas na sessão 2022-II. As análises na titanita Tory Hill mostram um conteúdo de Pb comum alto e relativamente homogêneo, com $^{204}f_{206}$ variando entre 3,8 e 6,6% (média = 5,0%). Estes valores são coerentes com os dados obtidos nesta titanita por Fisher *et al.* (2020), cujas baixas razões $^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$ (~ 300) equivalem a um $^{204}f_{206}$ em torno de 5%.

Para o cálculo das idades, um filtro de discordância $< 2\%$ (entre as idades individuais $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ e $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$) foi aplicado, resultando em 21 *spots* descartados desse cálculo. As análises concordantes forneceram média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $1057,2 \pm 3.4$ Ma (2σ ; $n = 40$; MSWD = 0,68; Figura 4a) e $1057,2 \pm 2,5$ Ma (2σ ; $n = 39$; MSWD = 0,83; Figura 4c) para as sessões 2022-I e 2022-II, respectivamente. Estas idades foram calculadas a partir dos dados corrigidos para Pb comum, os quais foram plotados em diagrama Concórdia clássico (Figura 4). Os dados agrupados destas duas sessões forneceram uma média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $1057,2 \pm 2,5$ (2σ ; $n = 79$; MSWD = 0,74; Figura 4e), que é concordante, dentro dos limites de erro, com as outras duas idades. As idades corrigidas para o ^{204}Pb são globalmente idênticas à média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $1059,7 \pm 1,2$ Ma (2σ ; $n = 5$; MSWD = 2,3), calculada a partir dos dados suplementares de Fisher *et al.* (2020). O erro a 1σ associado às razões individuais $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ e $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ destas análises variou entre 0,86-2,01% e 2,18-4,62%, respectivamente.

As mesmas análises plotadas no diagrama Concórdia clássico (aquelas com discordância sobre as idades U–Pb* $< 2\%$) também foram plotadas em diagrama Tera-Wasserburg para o cálculo das idades corrigidas para o ^{207}Pb (Figura 4). Para a sessão 2022-I, a regressão linear dos dados sem correção de Pb comum forneceu uma idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior de 1016 ± 22 Ma (95% de conf.; $n = 40$; MSWD = 0,73). Esta regressão também definiu uma estimativa da razão $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial de $0,61 \pm 0,11$, a qual foi utilizada no cálculo da média ponderada das idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ corrigidas para o ^{207}Pb de $1016,5 \pm 7,7$ (2σ ; $n = 40$; MSWD = 0,21), que é idêntica àquela definida por intercepto inferior. Os dados sem correção de Pb da sessão 2022-II apresentaram pouca variação no conteúdo de Pb comum ($< 1\%$), o que comprometeu a regressão linear dos dados e, conseqüentemente, a definição da razão $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial e das idades corrigidas para o ^{207}Pb . Os dados dessas duas sessões foram agrupados e plotados em diagrama Tera-Wasserburg. A regressão desses dados sem

correção de Pb forneceu uma idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ de 1044 ± 11 Ma (intercepto inferior; 95% de conf.; $n = 79$; MSWD = 0,88; Figura 4f), com estimativa de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial de $0,764 \pm 0,10$, a qual foi utilizada no cálculo da média ponderada das idades corrigidas para ^{207}Pb de $1043,8 \pm 3,3$ Ma (2σ ; $n = 79$; MSWD = 0,60; Figura 4f). Essas idades obtidas a partir dos dados sem correção de Pb são similares, dentro dos limites de erro, à idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior de 1039 ± 23 Ma (ID-TIMS; 95% de conf.; $n = 5$; MSWD = 16) de Fisher *et al.* (2020), a qual é considerada pelos autores como a idade de cristalização da titanita Tory Hill.

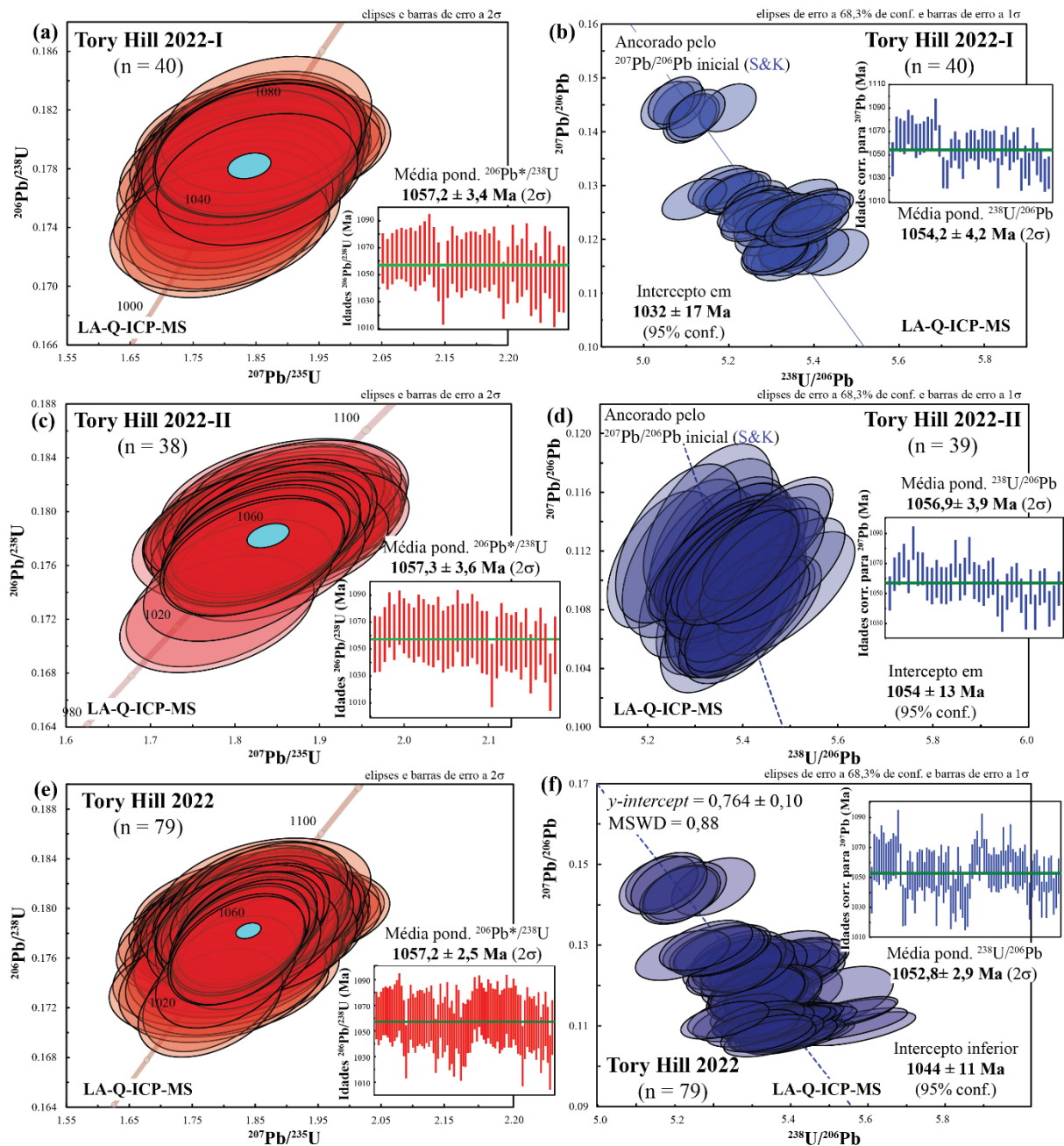


Figura 4 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com os resultados obtidos para a titanita Tory Hill por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso. (a, c, e) diagramas Concórdia e média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$, calculada a partir dos dados corrigidos para o ^{204}Pb ; (b, d) dados sem correção de Pb comum plotados em diagramas Tera-Wasserburg, com intercepto inferior e média ponderada das idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ corrigidas para o ^{207}Pb ancorados pela estimativa de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial de Stacey & Kramers (1975); e (f) regressão linear dos dados sem correção de Pb em diagrama Tera-Wasserburg, com $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial estimado pelo y -intercept.

A razão $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial estimada pelo modelo de evolução do Pb terrestre de Stacey & Kramers (1975) foi recalculada para a idade de cristalização de 1039 Ma da titanita Tory Hill, definindo um valor de 0,91, que é superior aos valores estimados por regressão linear ($0,614 \pm 0,11$ e $764 \pm 0,10$). Essa razão (0,91) foi utilizada para ancorar os dados sem correção de Pb no diagrama Tera-Wasserburg, fornecendo idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior de 1032 ± 17 Ma (95% de conf.; $n = 40$; MSWD = 0,87; Figura 4b) e 1054 ± 13 Ma (95% de conf.; $n = 39$; MSWD = 0,80; Figura 4d) para as sessões 2022-I e 2022-II, respectivamente. Essa mesma estimativa foi utilizada no cálculo da média ponderada das idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ corrigidas para o ^{207}Pb de $1054,2 \pm 4,2$ (2σ ; $n = 40$; MSWD = 0,86; Figura 4b) e $1056,9 \pm 3,9$ (2σ ; $n = 39$; MSWD = 0,79; Figura 4d) para as sessões 2022-I e 2022-II, respectivamente. O erro a 1σ associado às razões totais $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}_t$ e $^{207}\text{Pb}_t/^{206}\text{Pb}_t$ variou entre 0,79-1,96% e 1,42-2,43%, respectivamente.

3.5.1.2 Titanita Khan

Foram realizadas 43 análises na titanita Khan ao longo das sessões 2022-I ($n = 23$) e 2022-II ($n = 20$). De maneira geral, as análises apresentam contribuição de Pb comum baixa, com $^{204}f_{206}$ variando entre 0,4 e 3,6%, com exceção de 6 pontos analíticos que apresentaram maior conteúdo de Pb comum, com $^{204}f_{206}$ entre 4-7%. Estes valores são coerentes com a composição de Pb comum definida por ID-TIMS, que mostra uma contribuição ligeiramente menor de Pb comum, com $^{204}f_{206}$ entre 0,3 e 2,7% (Kinny *et al.* 1975, Heaman 2009).

No cálculo das idades corrigidas para o ^{204}Pb , foram descartados 18 pontos analíticos com discordância $> 10\%$ e/ou Pb comum $> 2\%$. Dessa forma, as análises mais concordantes e com menor contribuição de Pb comum forneceram média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $518,9 \pm 8,7$ Ma (2σ ; $n = 10$; MSWD = 0,24; Figura 5a) e $518,3 \pm 6,0$ Ma (2σ ; $n = 16$; MSWD = 0,56; Figura 5c) para as sessões 2022-I e 2022-II, respectivamente, conforme os diagramas Concórdia apresentados na Figura 5, onde os dados corrigidos para Pb comum estão plotados. Os dados das duas sessões em conjunto forneceram média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $518,0 \pm 4,9$ (2σ ; $n = 26$; MSWD = 0,45; Figura 5e), idêntica às idades individuais de ambas as sessões. O erro a 1σ variou entre 1,76-3,12% e 3,36-5,94% sobre as razões radiogênicas $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ e $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$, respectivamente.

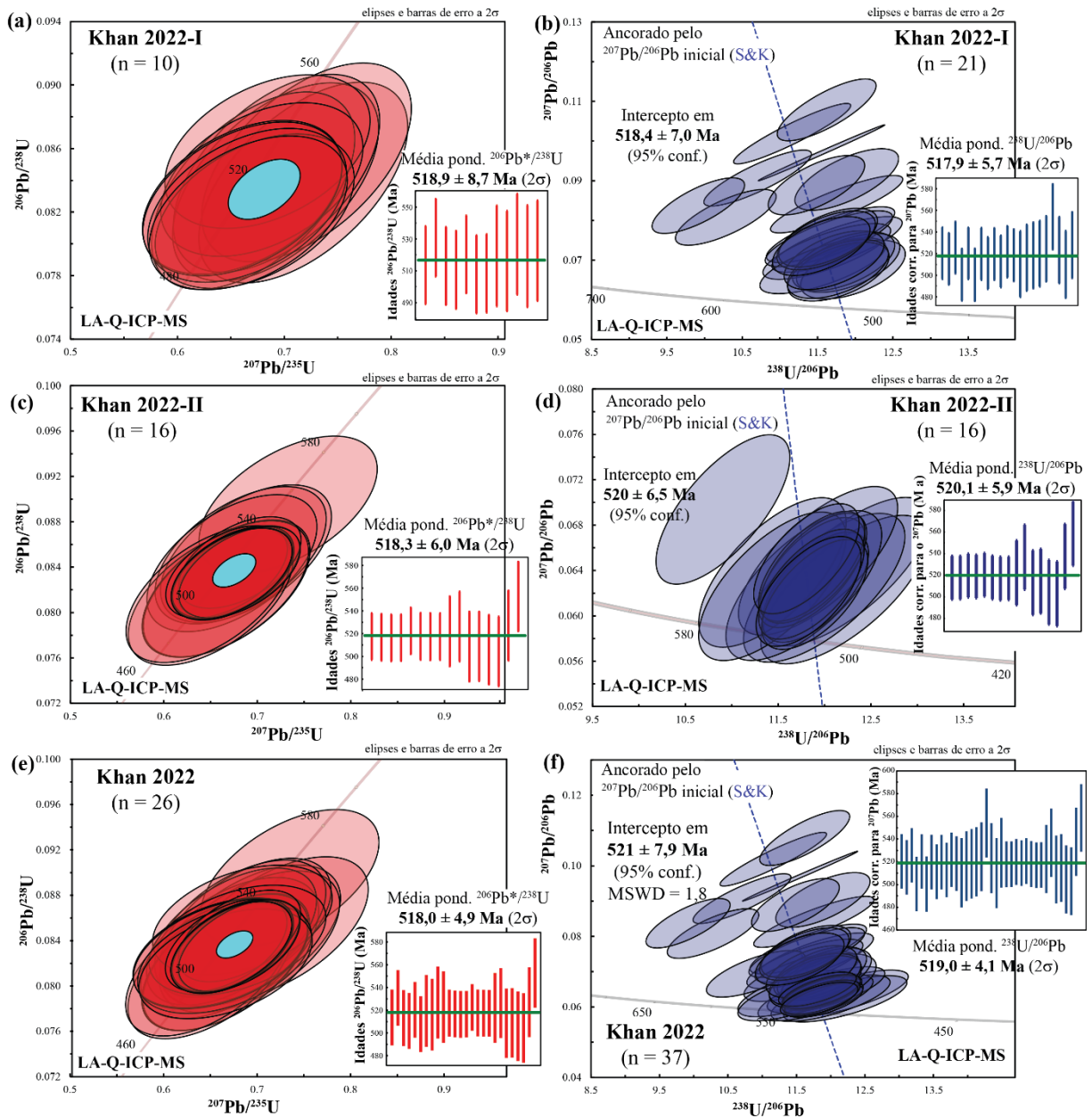


Figura 5 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com os resultados obtidos para a titanita Khan por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso. (a, c, e) diagramas Concórdia e média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$, calculada a partir dos dados corrigidos para o ^{204}Pb ; (b, d, f) dados sem correção de Pb comum plotados em diagramas Tera-Wasserburg, com intercepto inferior e média ponderada das idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ corrigidas para o ^{207}Pb ancorados pela estimativa de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial de Stacey & Kramers (1975).

Apesar da variação no conteúdo de Pb comum, que normalmente produz um espalhamento ao longo da reta de mistura Pbc-Pb*, a regressão linear dos dados sem correção de Pb forneceu interceptos com erro elevado. Isto porque os pontos analíticos mostraram uma dispersão ao longo da reta Pbc-Pb* no diagrama Tera-Wasserburg. Dessa forma, para ancorar os dados sem correção de Pb comum, foi utilizada a razão $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial de 0,87, estimada pelo modelo de Stacey & Kramers (1975) na idade atribuída à cristalização da titanita Khan (~520 Ma). As análises ancoradas por essa composição de Pb inicial forneceram idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior de $518,4 \pm 7,0$ Ma (95% de conf.; n = 21; MSWD = 0,55;

Figura 5b) e $520,6 \pm 6,5$ Ma (95% de conf.; $n = 16$; MSWD = 0,77; Figura 5d) para as sessões 2022-I e 2022-II, respectivamente. Em conjunto, os dados dessas duas sessões forneceram uma idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior de $521,0 \pm 7,9$ Ma (95% de conf.; $n = 37$; MSWD = 1,8; Figura 5f), a qual é similar, dentro dos limites de erro, às idades anteriores. As análises realizadas por LA-Q-ICP-MS na titanita Khan forneceram idades corrigidas para o ^{204}Pb e ^{207}Pb concordantes entre si. Estas idades se encontram dentro do intervalo das idades obtidas por ID-TIMS para esse material de referência (515-522 Ma; Kinny *et al.* 1994, Heaman 2009, Mazoz *et al.* 2022).

3.5.2 Materiais de referência secundários

3.5.2.1 Titanita Mud Tank

Um conjunto de 54 análises foi realizado na titanita Mud Tank, sendo agrupados nas sessões 2022-I e 2022-II com 27 pontos analíticos em cada. Há uma diferença marcante no conteúdo de Pb comum entre essas duas sessões, com $^{204}\text{f}_{206}$ variando entre 4,2-5,6% e 0,9-1,6% para as sessões 2022-I e 2022-II, respectivamente. No entanto, os dados suplementares de Fisher *et al.* (2020) mostram uma proporção de Pb comum mais homogênea, variando entre 1,8 e 3,8%. A diferença no conteúdo de Pb comum entre as sessões analíticas possivelmente está relacionada à mudança no fluxo de gás He de arraste, que foi de 480 mL/min (sessão 2022-I) e 800 mL/min (sessão 2022-II). Este acréscimo no fluxo de He provocou um aumento do sinal analítico das massas analisadas, o que provavelmente permitiu uma correção mais eficiente do Hg e, conseqüentemente, melhor quantificação do ^{204}Pb .

Os *spots* ($n = 29$) com discordância acima de 30% foram descartados do cálculo das idades corrigidas para Pb comum. Assim, os 25 pontos subconcordantes forneceram média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $310,8 \pm 7,3$ Ma (2σ ; $n = 12$; MSWD = 0,20; Figura 6a) e $318,5 \pm 4,5$ Ma (2σ ; $n = 13$; MSWD = 0,1; Figura 6c) para as sessões 2022-I e 2022-II, respectivamente. Uma idade $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $316,4 \pm 3,9$ (2σ ; $n = 25$; MSWD = 0,27; Figura 6e) foi obtida a partir do agrupamento dos dados dessas sessões. Fisher *et al.* (2020) reportam uma idade concordante de $319,20 \pm 0,36$ Ma (ID-TIMS; 2σ ; $n = 4$; MSWD = 1,0). As idades obtidas por LA-Q-ICP-MS são similares, considerando os limites de erro, a esta idade definida por ID-TIMS. O erro a 1σ sobre as razões individuais $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ e $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ destas análises variou entre 0,68-4,88% e 1,80-7,88%, respectivamente.

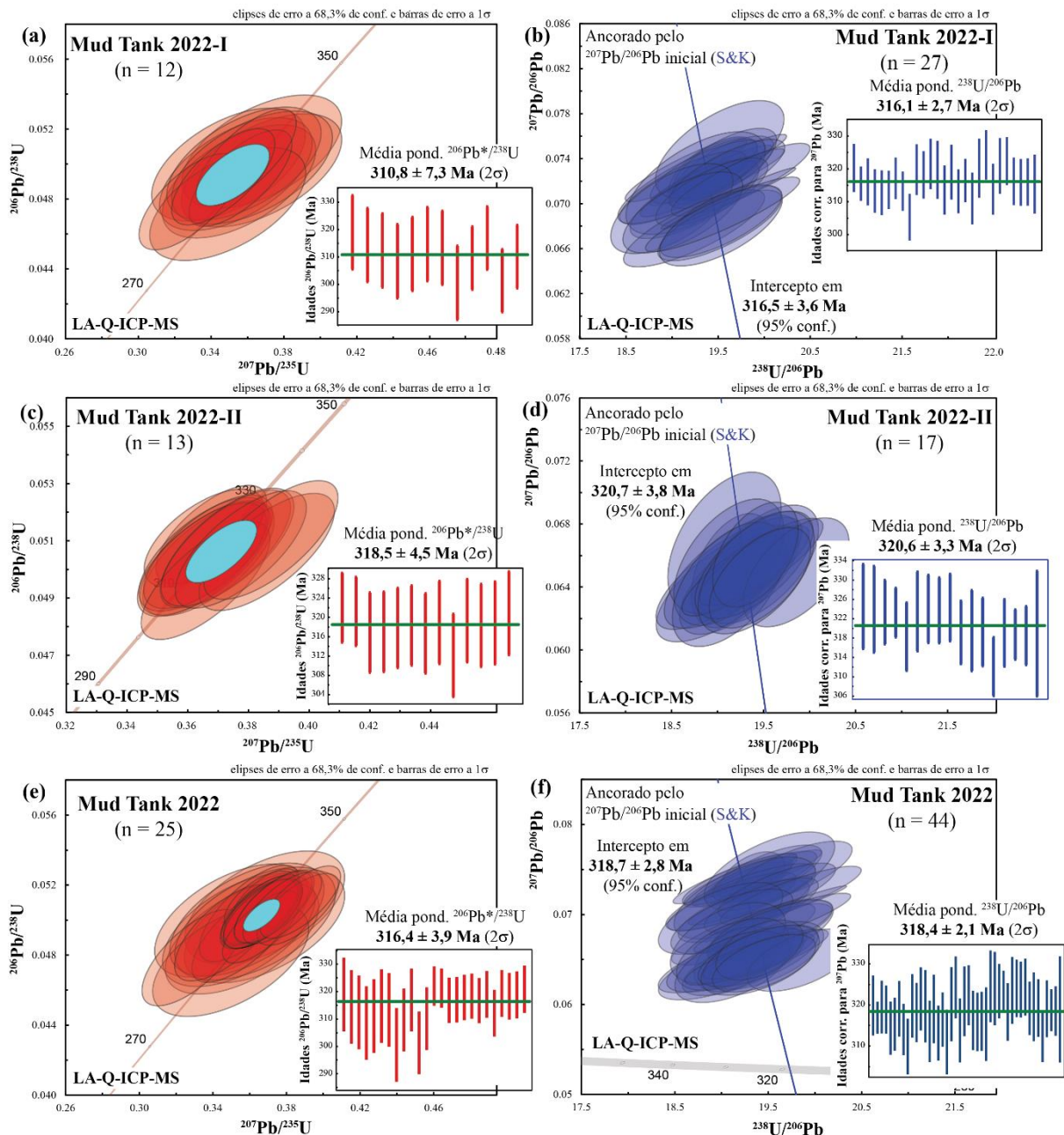


Figura 6 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com os resultados obtidos para a titanita Mud Tank por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso. (a, c, e) diagramas Concórdia e média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$, calculada a partir dos dados corrigidos para o ^{204}Pb ; (b, d, f) dados sem correção de Pb comum plotados em diagramas Tera-Wasserburg, com intercepto inferior e média ponderada das idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ corrigidas para o ^{207}Pb ancorados pela estimativa de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial de Stacey & Kramers (1975).

Em diagrama Tera-Wasserburg, os pontos analíticos mostraram um agrupamento próximo ao intercepto inferior na Concórdia. Ou seja, estão próximos do polo radiogênico e apresentam pouco espalhamento ao longo da reta de mistura Pbc-Pb^* . A regressão linear a partir desse *cluster* (que se comporta praticamente como um único ponto) não permitiu definir um *y-intercept* com erro aceitável. Uma razão $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial de 0,86, recalculada para a idade de cristalização da Mud Tank (319 Ma), foi estimada a partir do modelo de Stacey & Kramers (1975). Os dados sem correção de Pb foram ancorados por essa estimativa de Pb comum, em

diagrama Tera-Wasserburg, o que forneceu idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior de $316,5 \pm 3,6$ Ma (95% de conf.; $n = 27$; MSWD = 0,19; Figura 6b), $320,7 \pm 3,8$ Ma (95% de conf.; $n = 17$; MSWD = 0,24; Figura 6d) e $318,7 \pm 2,8$ Ma (95% de conf.; $n = 44$; MSWD = 0,27; Figura 6f) para as sessões 2022-I, 2022-II e os dados agrupados, respectivamente. Essa mesma razão $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial também foi utilizada no cálculo das idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ corrigidas para o ^{207}Pb , fornecendo média ponderada de $316,1 \pm 2,7$ Ma (2σ ; $n = 27$; MSWD = 0,30; Figura 6b) e $320,6 \pm 3,3$ Ma (2σ ; $n = 17$; MSWD = 0,26; Figura 6d) para as sessões 2022-I e 2022-II, respectivamente. Uma média ponderada das idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ de $318,4 \pm 2,1$ Ma (2σ ; $n = 44$; MSWD = 0,30; Figura 6f) para os dados em conjunto das duas sessões. As idades obtidas na titanita Mud Tank são todas concordantes entre si e idênticas, considerando os limites de erro, com a idade de 319 Ma definida por ID-TIMS em Fisher *et al.* (2020).

3.5.2.2 Titanita CKHB

Foram realizadas 46 análises pontuais na titanita CKHB ao longo das sessões 2022-I ($n = 19$) e 2022-II ($n = 27$). A proporção de Pb comum dessas análises é extremamente alta e heterogênea, com $^{204}\text{f}_{206}$ variando entre 7,6 e 26%, com um único ponto analítico com $^{204}\text{f}_{206}$ de 51%. Estes valores são coerentes com os dados de ID-TIMS desta titanita obtidos por Fisher *et al.* (2020), que também reportam um conteúdo de Pb comum alto e heterogêneo, com baixas razões $^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$ (~ 162) equivalentes a valores de $^{204}\text{f}_{206}$ entre 9,7 e 19%.

Para o cálculo das idades em diagrama Concórdia clássico, foram descartadas 7 análises com conteúdo de Pb comum $> 20\%$. Os pontos mais concordantes forneceram média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $93,2 \pm 4,6$ Ma (2σ ; $n = 13$; MSWD = 0,001; Figura 7a) e $94,4 \pm 3,7$ Ma (2σ ; $n = 27$; MSWD = 0,06; Figura 7c) para as sessões 2022-I e 2022-II, respectivamente. Uma média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $93,9 \pm 2,9$ Ma (2σ ; $n = 40$; MSWD = 0,05; Figura 7e) foi obtida a partir da integração dos resultados das duas sessões. Essas idades são similares, dentro dos limites de erro, com a idade concordante de $94,29 \pm 0,15$ Ma (2σ ; $n = 7$; MSWD = 0,74) obtida por ID-TIMS em Fisher *et al.* (2020). O erro a 1σ sobre as razões $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ e $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ variou entre 7,96-13,59% e 3,90-9,04%, respectivamente.

A regressão dos dados sem correção de Pb comum da sessão 2022-I, em diagrama Tera-Wasserburg, forneceu uma idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior de 94 ± 12 Ma (95% de conf.; $n = 19$; MSWD = 0,43; Figura 7b). Essa regressão também definiu uma razão $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial de $0,76 \pm 0,53$ por intercepto superior, a qual foi utilizada no cálculo da média ponderada das idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ corrigidas para o ^{207}Pb de $93,5 \pm 5,4$ Ma (2σ ; $n = 19$; MSWD = 0,02; Figura 7b). Para a sessão 2022-II, foi obtida uma idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior de

$91,1 \pm 5,2$ Ma (95% de conf.; $n = 25$; MSWD = 0,31; Figura 7d), com estimativa de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial de $0,64 \pm 0,21$ e média ponderada das idades corrigidas para o ^{207}Pb de $90,9 \pm 2,2$ Ma (2σ ; $n = 25$; MSWD = 0,07; Figura 7d). A regressão linear dos dados agrupados dessas sessões forneceu uma idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior de $92,2 \pm 4,0$ Ma (95% de conf.; $n = 44$; MSWD = 0,35; Figura 7f), bem como uma razão $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial de $0,69 \pm 0,17$. Esta razão foi utilizada no cálculo da média ponderada das idades corrigidas para o ^{207}Pb de $92,0 \pm 1,4$ Ma (2σ ; $n = 44$; MSWD = 0,11; Figura 7f). Estas idades e as estimativas de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial são similares à idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ de $94,9 \pm 1,3$ Ma (95% de conf.; $n = 44$; MSWD = 0,35) e ao *y-intercept* de $0,89 \pm 0,1$, ambos definidos em diagrama Tera-Wasserburg a partir dos dados suplementares de Fisher *et al.* (2020).

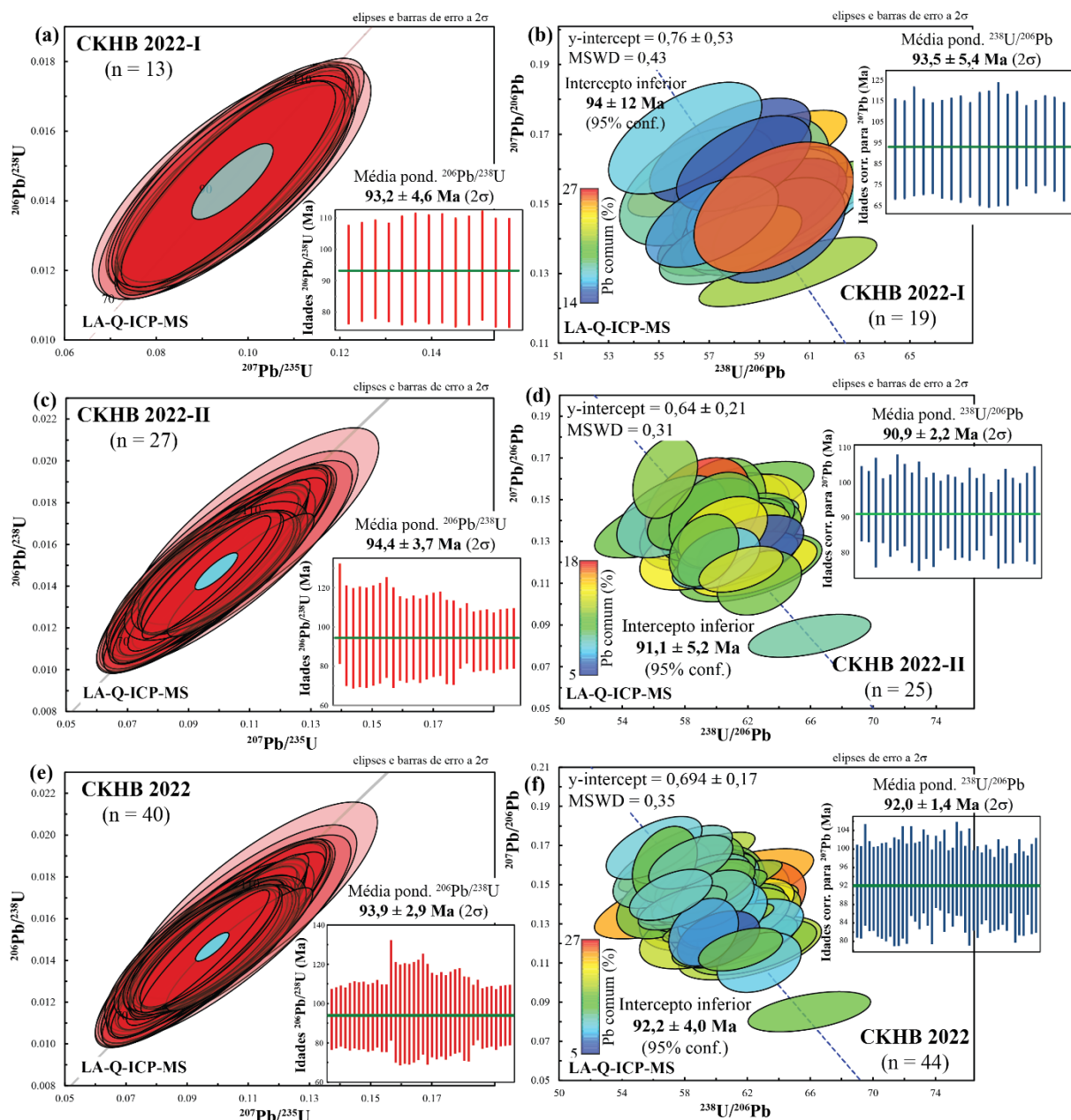


Figura 7 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com os resultados obtidos para a titanita Mud Tank por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso. (a, c, e) Diagramas Concórdia e média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$,

calculada a partir dos dados corrigidos para o ^{204}Pb ; (b, d, f) Regressão linear dos dados sem correção de Pb em diagrama Tera-Wasserburg, com $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial estimado pelo *y-intercept*.

3.5.3 Qualidade analítica e estimativa e correção de Pb comum

3.5.3.1 Qualidade analítica e precisão das análises isotópicas e idades

As idades das titanitas de referência obtidas por LA-Q-ICP-MS no presente trabalho mostraram boa concordância com as idades da literatura, definidas por ID-TIMS e LA-ICP-MS. Os resultados também demonstram reprodutibilidade, exatidão e precisão, com erros adequados para materiais de referência de idades distintas, posicionadas do Mesoproterozoico até o Mesozoico. Os erros sobre as razões isotópicas U–Pb foram calculados segundo a equação (5) do Capítulo 3 (ver tópico 3.4.2 Redução dos dados brutos), com propagação por adição quadrática do desvio padrão do material de referência primário e o erro padrão da amostra (materiais de referência secundários). As análises na titanita Tory Hill, de idade mesoproterozoica (1039 Ma), forneceram erros a 2σ inferiores a 0,5% sobre as idades concordantes, obtidas em diagrama Concórdia tradicional, e sobre a média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$, corrigidas para o ^{204}Pb . Ao passo que as idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$, definidas por intercepto inferior em diagrama Tera-Wasserburg, e a média ponderada das idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ (corrigidas para o ^{207}Pb) apresentaram incertezas, sob o mesmo nível de confiança, em torno de 1%. Para as titanitas, Khan (~520 Ma) e Mud Tank (319 Ma), ambas do Paleozoico, os erros a 2σ foram em torno de 1,5% sobre as idades corrigidas para o ^{204}Pb e ^{207}Pb . Já para a titanita CKHB, do Mesozoico (94 Ma), as incertezas sobre as idades foram mais elevadas, porém comparáveis com aqueles da literatura, com valores a 2σ inferiores a 4% para as idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ e em torno de 3% sobre as idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$. A Tabela 5 sumariza as idades e erros associados para as titanitas de referência analisados neste trabalho. Além disso, os materiais de referência secundários Mud Tank e CKHB apresentaram erros elevados sobre as razões $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}^*$, com valores a 1σ em torno de 5% e 10%, respectivamente. Esta razão é derivada das razões $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ e $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$, assumindo a abundância natural da razão $^{238}\text{U}/^{235}\text{U}$ (137,88). Ou seja, os erros elevados podem ser um reflexo do baixo sinal analítico das titanitas Mud Tank e CKHB, em especial da última, que é o material de referência mais jovem analisado no presente trabalho e, conseqüentemente, apresenta as menores contagens para os isótopos de Pb e U. A reprodutibilidade das razões $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ e $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ apresenta correlação negativa com o sinal analítico das massas ^{207}Pb e ^{206}Pb ; portanto, quanto menor o sinal dessas massas, maior o erro associado às razões isotópicas (Horstwood *et al.* 2003, Takenaka *et al.*

2015, Spencer *et al.* 2016). Para as titanitas Mud Tank e CKHB, esta correlação é mais crítica para a massa ^{207}Pb , pois apresenta sinal analítico em torno de 10 mil cps.

Tabela 5 – Síntese das idades e erros associados das titanitas de referência analisadas neste trabalho, com os respectivos valores reportados na literatura para comparação.

recursos valores reportados na literatura para comparação.						
Titanita/Referência	Pb comum ²⁰⁴ f ₂₀₆ (%)	Idades corrigidas para ²⁰⁴ Pb (Ma)		Idades corrigidas para ²⁰⁷ Pb (Ma)		Método de estimativa de ²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb inicial
		²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U 2σ (abs)		²³⁸ U/ ²⁰⁶ Pb 2σ (abs)		
Tory Hill						
Neste trabalho ^a	3.8-6.6	1057.2 ¹	2.5	1044 ²	11.0	<i>y-intercept</i> (regressão em diagrama TW)
Fisher <i>et al.</i> (2020) ^b	~5	1059.7 ¹	1.2	1039 ²	23.0	
Khan						
Neste trabalho ^a	0.1-3.9	518 ¹	4.9	519 ³	4.1	Modelo de Stacey & Kramers (1975)
Chew <i>et al.</i> (2014) ^a		-	-	519.9 ³	4.0	
Kinny <i>et al.</i> (1994) ^c	0.3-2.7	518 ¹	2.0	-	-	-
Heaman (2009) ^c		522.2 ⁴	2.2	-	-	-
Mud Tank						
Neste trabalho ^a	0.9-5.6	316.4 ¹	3.9	318.7 ²	2.8	Modelo de Stacey & Kramers (1975)
Fisher <i>et al.</i> (2020) ^b	1.8-3.8	319.2 ⁴	0.4	318.7 ²	1.2	
CKHB						
Neste trabalho ^a	7.6-26.2	93.9 ¹	2.9	92.2 ²	4.0	<i>y-intercept</i> (regressão em diagrama TW)
Fisher <i>et al.</i> (2020) ^b	9.7-19	94.29 ⁴	0.2	94.9 ²	1.3	

(a) LA-Q-ICP-MS; (b) LASS-ICP-MS; (c) ID-TIMS.

¹ Média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$.

² Idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior em diagrama Tera-Wasserburg (TW).

³ Média ponderada das idades corrigidas para o ^{207}Pb .

⁴ Idade concordante em diagrama Concórdia tradicional.

3.5.3.2 Estimativa e correção de Pb comum

Dentre os materiais de referência analisados, as titanitas Tory Hill e CKHB apresentam a maior contribuição de Pb comum, com valores de $^{204}\text{f}_{206}$ entre 3,8-6,6% e 7,6-26%, respectivamente. As análises na titanita Mud Tank mostram uma diferença significativa no conteúdo de Pb comum entre as sessões analíticas 2022-I e 2022-II, com valores de $^{204}\text{f}_{206}$ entre 4,2-5,6% e 0,9-1,6%, respectivamente. Os valores de $^{204}\text{f}_{206}$ da sessão 2022-II são mais coerentes com aqueles disponíveis em Fisher *et al.* (2020), que definiram, por ID-TIMS, valores de $^{204}\text{f}_{206}$ entre 1,8 e 3,8%. Portanto, a mudança no fluxo do gás He de arraste entre as duas sessões analíticas, de 480 para 800 mL/min, possivelmente permitiu uma melhor quantificação do ^{204}Pb , em decorrência do aumento no sinal analítico e correção mais eficiente do Hg.

A titanita Khan apresentou o conteúdo de Pb comum mais baixo e homogêneo, com valores de $^{204}\text{f}_{206}$ entre 0,4 e 3,6%, coerentes com os valores definidos por ID-TIMS entre 0,3 e 2,7% (Kinny *et al.* 1975, Heaman 2009). A baixa contribuição de Pb comum, associada à boa reprodutibilidade de suas razões radiogênicas U–Pb, tornam a titanita Khan a melhor candidata

a ser utilizada nas correções dos fracionamentos instrumentais. Além disso, as razões isotópicas disponíveis em Fisher *et al.* (2020) para a titanita Tory Hill são razões totais, (sem correção de Pb), ou seja, a variação no conteúdo de Pb comum interfere na definição das razões. Ao utilizar as razões isotópicas da titanita Tory Hill como referência para as correções de fracionamento, o cálculo do fator de conversão aplicado sobre as amostras pode ser comprometido. Portanto, preferiu-se utilizar a titanita Khan como material de referência primário (externo) durante as análises de amostras e demais titanitas de referência. No entanto, alguns cristais da titanita Khan apresentam inclusões e alterações, o que requer um cuidado maior no posicionamento do *spot* durante as análises, para evitar interferências na resposta analítica e, conseqüente, na definição das razões isotópicas.

Os dados sem correção de Pb comum da titanita CKHB, plotados em diagrama Tera-Wasserburg, forneceram uma estimativa de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial por intercepto superior similar àquela definida, pelo mesmo método, por Fisher *et al.* (2020) e àquela estimada pelo modelo de Stacey & Kramers (1975). Para as titanitas Khan e Mud Tank, a distribuição dos dados sem correção de Pb não permitiu definir um intercepto com erro aceitável, devido à dispersão dos pontos analíticos ao longo da reta Pbc-Pb^* ou ao agrupamento dos pontos próximo ao intercepto inferior da Concórdia no diagrama Tera-Wasserburg. A estimativa de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial obtida pela regressão das análises da titanita Tory Hill é similar àquela definida por Fisher *et al.* (2020). No entanto, estes valores definem uma composição de Pb comum consideravelmente mais radiogênica do que a estimativa do modelo de Stacey & Kramers (1975). Isto reflete na diferença das idades da titanita Tory Hill, segundo o método de correção de Pb comum. Neste caso, a abordagem baseada no ^{204}Pb (razões $^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$ e $^{207}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$ iniciais) forneceu uma idade de $1057,2 \pm 2,5$ Ma. Já o método de correção baseado no ^{207}Pb (razão $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial) forneceu uma idade de 1044 ± 11 , ancorado pelo *y-intercept*. Portanto, para análises U–Pb em titanita por LA-Q-ICP-MS, recomenda-se um tratamento do Pb comum utilizando as duas abordagens de correção, baseadas no ^{204}Pb e ^{207}Pb . A quantificação da massa do ^{204}Pb , a partir de uma redução superestimada do ^{204}Hg , pode interferir na definição das idades radiogênicas individuais $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ e $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$, especialmente para as análises em cristais/domínios de titanita cujo conteúdo de Pb comum é mais elevado. No entanto, em diagrama Tera-Wasserburg, a dispersão dos pontos analíticos e/ou pouco espalhamento ao longo da reta Pbc-Pb^* pode levar a uma composição de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial (*y-intercept*) com erro muito elevado, resultando em idades corrigidas para o ^{207}Pb errôneas, como no caso das titanitas Khan e Mud Tank.

3.6 VALIDAÇÃO DO PROTOCOLO ANALÍTICO

Para validar o protocolo de análises U–Pb por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso, foram enviados concentrados de titanitas de dois materiais de referência (Khan e CKHB) e das amostras JAP-02A (arqueana), STG-179B (paleoproterozoica) e SOS-1257 (neoproterozoica) para datação U–Pb por SHRIMP IIe no CPGEO-USP. As análises por SHRIMP não apresentam interferência isobárica de Hg e, sendo assim, toda a massa 204 medida é referente ao ^{204}Pb ; portanto, isto favorece uma correção mais precisa de Pb comum. Os dados U–Pb obtidos nas titanitas Khan e CKHB foram comparados com os resultados obtidos no Laboratório Pará-Iso, testando a reprodutibilidade interlaboratorial e certificando o protocolo analítico de datação U–Pb em titanita implantado no Laboratório Pará-Iso. A titanita Khan foi empregada como padrão primário, para a correção do fracionamento isotópico das análises nas amostras de idade desconhecida, na titanita CKHB (que foi considerada como amostra) e na própria titanita Khan. As idades U–Pb obtidas por SHRIMP nas titanitas das amostras mostraram boa concordância com idades por LA-Q-ICP-MS, sendo descritas e interpretadas no Capítulo 4. As Figura 8 e Figura 9 mostram imagens de ERE dos cristais das titanitas Khan e CKHB, respectivamente, selecionados para as análises por LA-Q-ICP-MS e SHRIMP.

Foram realizadas 18 análises isotópicas na titanita Khan, as quais apresentam conteúdo de Pb comum baixo e homogêneo, com valores de $^{204}f_{206}$ entre 1-2%. Estas análises forneceram uma idade concordante de $519,9 \pm 1,8$ Ma (2σ ; MSWD = 0,65; Figura 10a) e média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $519,9 \pm 2,4$ Ma (95% de conf.; $n = 18$; MSWD = 1,8; Figura 10a), idêntica às idades obtidas por LA-Q-ICP-MS de $518 \pm 4,9$ Ma e $521 \pm 7,9$ Ma. Para a titanita CKHB, também foram realizadas 18 análises pontuais, as quais mostraram uma contribuição de Pb comum alta e heterogênea, com valores de $^{204}f_{206}$ variando entre 5 e 40%, compatível com os valores definidos por LA-Q-ICP-MS. Os dados corrigidos para o ^{204}Pb e plotados em diagrama Concórdia forneceram uma média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $93,8 \pm 1,5$ Ma (2σ ; $n = 18$; MSWD = 0,10; Figura 10b). A regressão dos dados sem correção de Pb, em diagrama Tera-Wasserburg, definiu uma idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ de $93,4 \pm 2,6$ Ma (95% de conf.; $n = 18$; MSWD = 0,08; Figura 10c) e razão $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial de $0,837 \pm 0,12$. Estas idades são concordantes, dentro dos limites de erro, com as idades obtidas por LA-Q-ICP-MS ($93,9 \pm 2,9$ Ma). Além disso, as análises realizadas na SHRIMP forneceram erros menores do que as análises por LA-Q-ICP-MS, o que é coerente com a diferença de precisão analítica entre esses equipamentos.

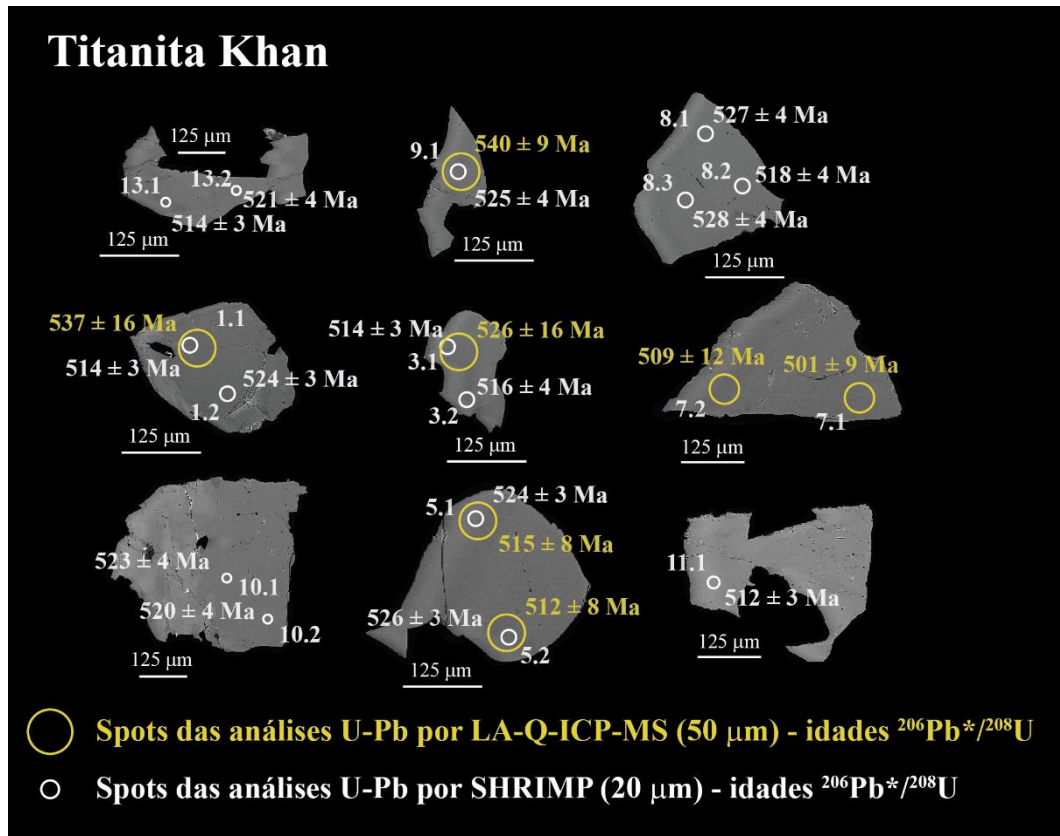


Figura 8 – Imagens de ERE dos cristais da titanita Khan, com a localização dos *spots* das análises pontuais por LA-Q-ICP-MS e SHRIMP.

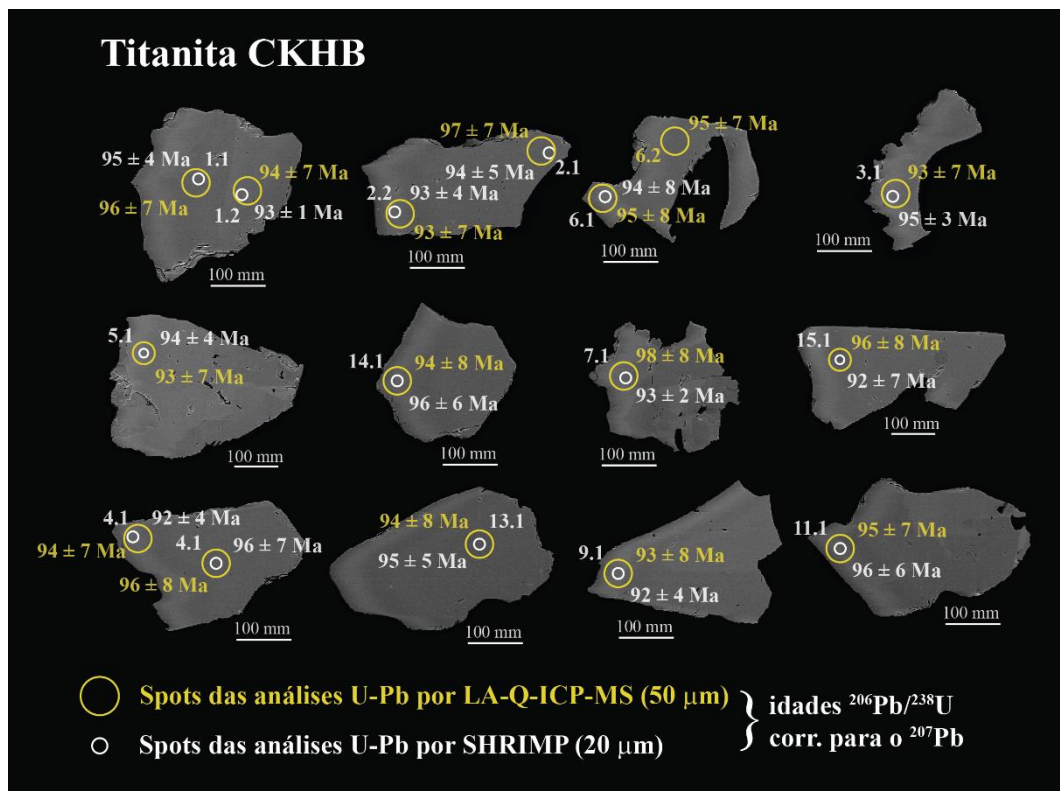


Figura 9 – Imagens de ERE dos cristais da titanita CKHB, com a localização dos *spots* das análises pontuais por LA-Q-ICP-MS e SHRIMP.

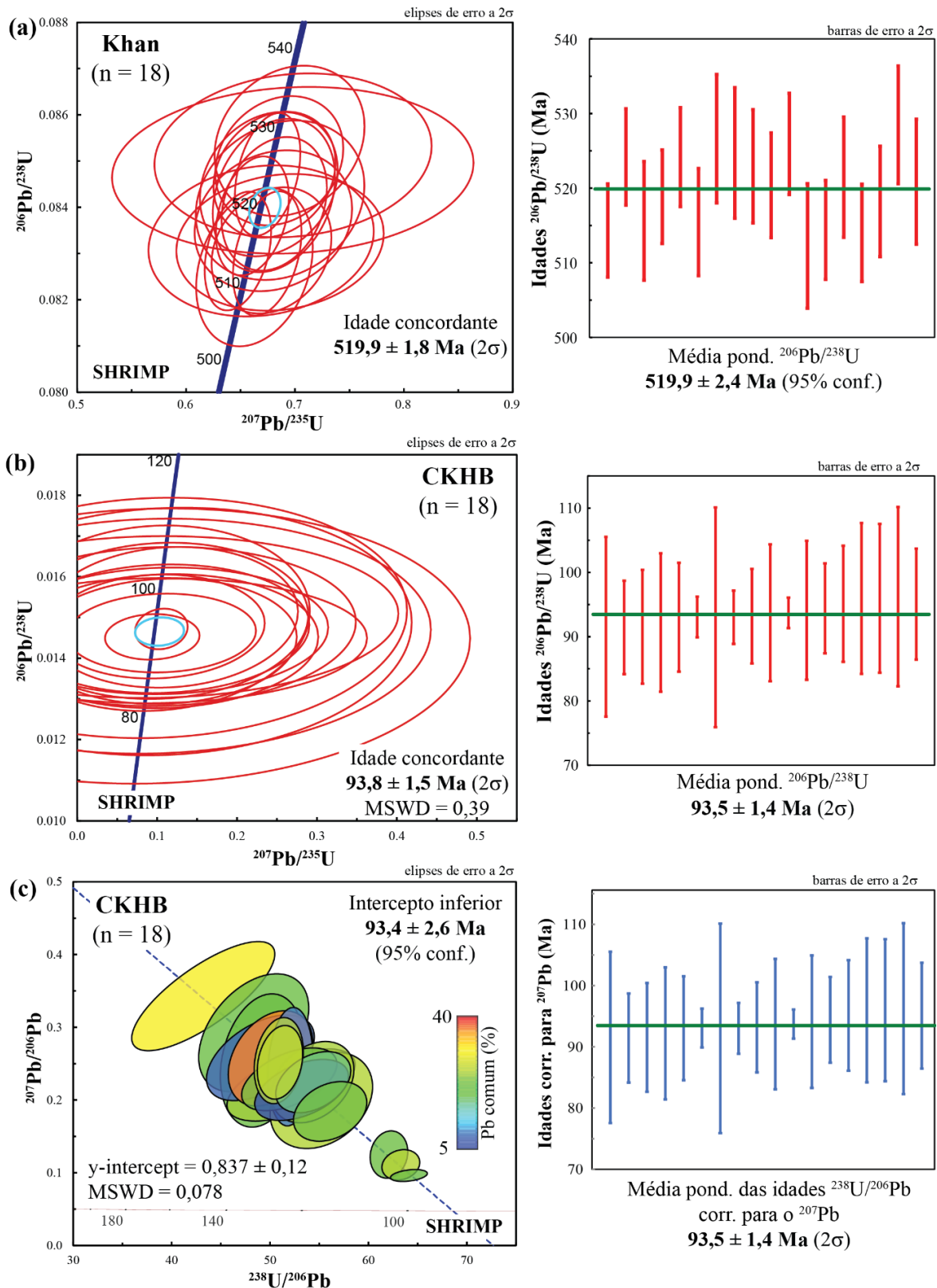


Figura 10 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com os dados das titanitas Khan e CKHB obtidos por SHRIMP; (a) Idade concordante e média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ da titanita Khan, calculadas a partir dos dados corrigidos para Pb comum; (b) Idade concordante e média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ da titanita CKHB; (c) Diagrama Tera-Wasserburg com os dados sem correção de Pb comum, definindo idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior e a razão $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial pelo y -intercept, o qual foi usado no cálculo da média ponderada das idades corrigidas para o ^{207}Pb .

CAPÍTULO 4 APLICAÇÃO EM TITANITAS METAMÓRFICAS E MAGMÁTICAS DE ROCHAS DO SUDESTE DO ESCUDO DAS GUIANAS E PROVÍNCIA BORBOREMA

Neste capítulo, serão apresentados os resultados obtidos nas primeiras aplicações geológicas do método U–Pb *in situ* em titanita por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso. Buscou-se selecionar amostras com idades de cristalização conhecidas, sendo previamente datadas pelos métodos Pb–Pb e/ou U–Pb em zircão e com disponibilidade suficiente de cristais de titanita. Dessa forma, foram analisadas titanitas de quatro amostras disponíveis no acervo do Laboratório de Geologia Isotópica e que atendem esses pré-requisitos, sendo um ortogneisse granodiorítico (JAP-02A), o paleossoma de um ortogneisse diorítico migmatítico (STG-179B), um metatonalito (B107) e um leucrogranito (SOS-1257). Com isso, foi possível validar o protocolo analítico implementado a partir dos materiais de referência, bem como elucidar a capacidade desse mineral em registrar, principalmente, eventos metamórficos e também magmáticos. As amostras JAP-02A, STG-179B e B107 estão inseridas no Sudeste do Escudo das Guianas, norte do Cráton Amazônico, e foram analisadas a fim de consolidar a cronologia de episódios metamórficos que essas rochas experimentaram durante o Riachiano, investigando a influência do Ciclo Transamazônico nesta porção do Escudo das Guianas. Além disso, a amostra SOS-1257 foi selecionada, como complemento, para investigar o potencial do sistema U–Pb em titanita de fornecer idade de cristalização em granitoides cujos zircões metamíticos inviabilizaram a determinação de uma idade. Essa amostra está inserida no contexto do Sistema Orogênico Sergipano, no setor sul da Província Borborema.

4.1 SUDESTE DO ESCUDO DAS GUIANAS

4.1.1 Contexto regional

O Cráton Amazônico, norte da América do Sul, é composto por dois escudos, o Escudo das Guianas ao norte e o Escudo Brasil Central ao sul, separados pela bacia paleozoica Solimões-Amazonas (*insert* na Figura 11). A ocorrência de terrenos arqueanos nesse cráton é limitada a sua porção oriental, sendo a Província Carajás, no Escudo Brasil Central, o único registro preservado de crosta arqueana não retrabalhada (Cordani *et al.* 2009). Os principais modelos propostos para a compartimentação geotectônica do Cráton Amazônico são os de Tassinari & Macambira (1999, 2004) e Santos *et al.* (2000, 2006), os quais subdividem o cráton em províncias tectono-geocronológicas baseado em padrões de idades, *trends* estruturais, associações litológicas e evolução geodinâmica. De acordo com ambas propostas, a porção oriental do Escudo das Guianas é constituída pela Província Maroni-Itacaiúnas/Transamazonas,

que é definida como uma extensa faixa orogênica paleoproterozoica desenvolvida durante o Ciclo de orogenias Transamazônico (2,26–1,95 Ga). No entanto, na última década, o arcabouço geológico e tectônico do Escudo das Guianas tem sido revisado, o que levou a uma nova proposta para a porção central-oriental do escudo (Figura 11; Fraga & Cordani 2019, Fraga *et al.* 2020), incluindo: (i) extensos cinturões riacianos de gnaiss-granito-*greenstone* e de granulito-charnockito; (ii) cinturões orogênicos e ígneos do Eo-Orosiriano (2,04–1,93 Ga); (iii) cinturões de granito-gnaiss e a extensa província ígnea silícica (SLIP) Uatumã no final do Orosiriano (1,89–1,87 Ga), bem como uma extensa cobertura de plataforma sedimentar (Supergrupo Roraima); e (iv) um cinturão orosiriano-estateriano de alta temperatura intrudido por plútons graníticos, bem como o magmatismo máfico estateriano Avanavero (Teixeira *et al.* 2019) completam este arcabouço paleoproterozoico. Os principais registros de crosta arqueana no Escudo das Guianas são encontrados nas porções noroeste e sudeste, sendo relacionados, respectivamente, ao Complexo Imataca (porção leste da Venezuela; 3,7–2,6 Ga; Tassinari *et al.* 2004, Cordani *et al.*, 2009) e ao Bloco Amapá (estado do Amapá e noroeste do Pará; 3,34 Ga, 3,19 Ga, 2,85–2,79 Ga e 2,70–2,59 Ga; Sato & Tassinari 1997, Rosa-Costa *et al.* 2006, 2014, Borghetti *et al.* 2018, Milhomem Neto & Lafon, 2019, Spier *et al.* 2021) (Figura 11). Ambos remanescentes arqueanos foram intensamente retrabalhados pelo ciclo orogênico Transamazônico, durante o Riáciano (Bloco Amapá) e Eo-Orosiriano (Complexo Imataca) (Vanderhaeghe *et al.* 1998, Delor *et al.* 2003, Tassinari *et al.* 2004, Rosa-Costa *et al.* 2006, Fraga & Cordani 2019).

Em território brasileiro, o Sudeste do Escudo das Guianas é formado pelo bloco meso-neoarqueano Amapá (Rosa-Costa *et al.* 2006, 2014, Milhomem Neto & Lafon, 2019), cercado ao norte e sul, respectivamente, pelos domínios riacianos Lourenço e Carecuru (Rosa-Costa *et al.* 2014) (Figura 12). Dados geocronológicos, baseados em análises Rb–Sr, Ar–Ar e evaporação de Pb e U–Pb em zircão, indicam que os principais eventos magmáticos e tectono-metamórficos do sudeste do Escudo das Guianas ocorreram durante a orogenia Transamazônica, principalmente no Riáciano (Vanderhaeghe *et al.* 1998, Avelar *et al.* 2003, Delor *et al.* 2003, Rosa-Costa *et al.* 2006, 2008, 2009, 2014, 2017, Barreto *et al.* 2013). A evolução geodinâmica deste terreno envolve quatro estágios (Vanderhaeghe *et al.* 1998, Delor *et al.* 2003, McReath & Faraco 2006, Rosa-Costa *et al.*, 2006, Barreto *et al.* 2013, Viana *et al.* 2020, Milhomem Neto & Lafon 2020, Gorayeb *et al.* 2021): (i) no Eoriáciano (~2,26–2,20 Ga), uma fase pré-orogênica é marcada por magmatismo toleítico em um estágio oceânico; (ii) no Mesoriáciano (2,20–2,13 Ga), a deposição de sequências *greenstone* e geração de magmatismo TGG estão relacionadas a um ambiente de arco de ilha; (iii) o Neoriáciano (2,12–2,08 Ga) é

dominado pela geração de magmatismo granítico e migmatização de TGG e *greenstone belts* formados no estágio anterior, devido ao fechamento das bacias de arco de ilha; e (iv) Um estágio tardi-orogênico (2,07–2,02 Ga) é marcado pela colocação de granitos metaluminosos e por metamorfismo de alto grau e migmatização em escala regional. A maior parte dos processos geodinâmicos no sudeste do Escudo das Guianas está relacionada à acreção de crosta em contexto de arcos vulcânicos (Guiana Francesa) e continentais (domínios Lourenço e Carecuru) e ao retrabalhamento de uma crosta arqueana (Bloco Amapá) (Milhomem Neto & Lafon 2019, 2020).

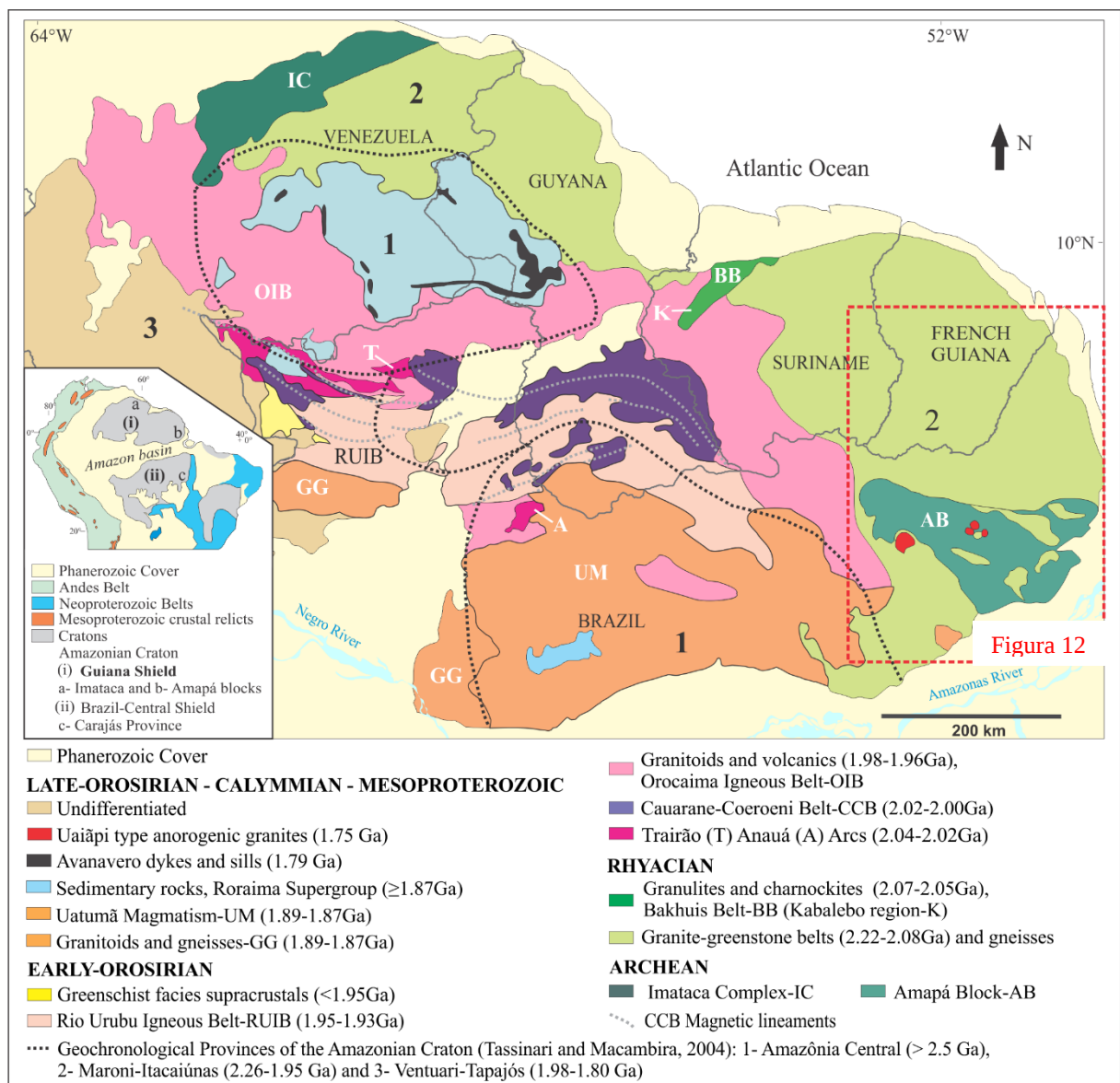


Figura 11 – Mapa geológico simplificado do Escudo das Guianas, mostrando as principais associações tectono-estratigráficas (Fraga & Cordani 2019). *Insert*: subdivisão geotectônica da América do Sul, com ênfase em seus dois escudos, (a) Guiana e (b) Brasil Central.

4.1.1.1 Bloco arqueano Amapá

O Bloco Amapá é um extenso segmento crustal de direção WNW-ESSE, com cerca de 200 Km de largura e, pelo menos, 400 Km de comprimento (Figura 12). É formado essencialmente por um embasamento meso-neoarqueano, retrabalhado e metamorfozido durante a Orogenia Transamazônica, bem como por sequências *greenstone belts* e corpos graníticos riacianos (Rosa-Costa *et al.* 2006, Milhomem Neto & Lafon 2019). Este arcabouço apresenta unidades tectono-estratigráficas predominantemente orientadas ao longo do *trend* regional de direção NW–SE, compostas por ortognaisses cálcio-alcalinos e graníticos, gnaisses granulíticos orto- e paraderivados e plútons graníticos e charnockíticos (Ricci *et al.* 2001, Rosa-Costa *et al.* 2006, 2014, 2017, Barbosa & Chaves 2015). Três principais eventos magmáticos têm sido registrados pelos métodos Pb–Pb e U–Pb em zircão, datados em ~3,19 Ga, 2,85-2,79 Ga e 2,69-2,60 Ga (Avelar *et al.* 2003, Rosa-Costa *et al.* 2006, 2014, Borghetti *et al.* 2018, Milhomem Neto & Lafon, 2019, Lafon *et al.* 2022). Além disso, uma idade U–Pb em zircão de ~3,34 Ga de uma intrusão máfica-ultramáfica e alguns zircões herdados de um ortogneisse com idades U–Pb e Pb–Pb em torno de 3,32 e 3,49 Ga indicam a existência de uma crosta paleoarqueana mais antiga em algumas porções do Bloco Amapá (Rosa-Costa *et al.* 2014, Milhomem Neto & Lafon 2019, Spier *et al.* 2021). De acordo com a assinatura de Nd das rochas do embasamento meso-neoarqueano, episódios de crescimento crustal são registrados no Paleo-Mesoarqueano, enquanto o Neoarqueano é dominado por retrabalhamento crustal (Sato & Tassinari, 1997, Avelar *et al.* 2003, Rosa-Costa *et al.* 2006, 2014, Oliveira *et al.* 2008, Milhomem Neto & Lafon 2019). Recentemente, dados isotópicos Lu-Hf em zircão apontaram para a predominância de retrabalhamento crustal de fontes eo-paleoarqueanas (Borghetti *et al.* 2018, Milhomem Neto & Lafon 2019), com menor contribuição de fusão parcial de uma fonte juvenil mesoarqueana (Milhomem Neto & Lafon 2019).

Os complexos metamórficos ortoderivados (Jari-Guaribas, Baixo-Mapari e Guianense) e o paraderivado (Iratapuru) e corpos sieno-a monzograníticos compõem a associação magmática neoarqueana do Bloco Amapá (Ricci *et al.* 2001, Rosa-Costa *et al.* 2006, Barbosa & Chaves 2015). Durante a Orogenia Transamazônica, no Riacyano, este embasamento arqueano foi deformado e metamorfozido sob condições de fácies anfibolito a granulito, marcando uma fase colisional em torno de 2,10 Ga, seguida por eventos tectono-termais tardi-orogênicos entre 2,06–2,00 (Rosa-Costa *et al.* 2008, 2009, Gorayeb *et al.* 2021, Milhomem Neto *et al.* 2022). O Complexo Guianense, um dos alvos desta dissertação, aflora em uma extensa área no Bloco Amapá e também ocorre como remanescentes inseridos no domínio paleoproterozoico Lourenço (Rosa-Costa *et al.* 2006, 2014). É formado predominantemente por

ortognaisses tonalíticos a granodioríticos, metamorfizados e migmatizados sob condições de fácies anfibolito e com enclaves anfibolíticos concordantes ao bandamento gnáissico, bem como por quartzo-dioritos, trondhjemitos e monzogranitos subordinados (Ricci *et al.* 2001, Rosa-Costa *et al.* 2006, 2014, Barbosa & Chaves 2015). Apresenta idades de evaporação de Pb (Rosa-Costa *et al.* 2003, 2006, 2014) e U–Pb em zircão (Milhomem Neto & Lafon 2019, Pinto 2020) entre 2,69–2,60 Ga.

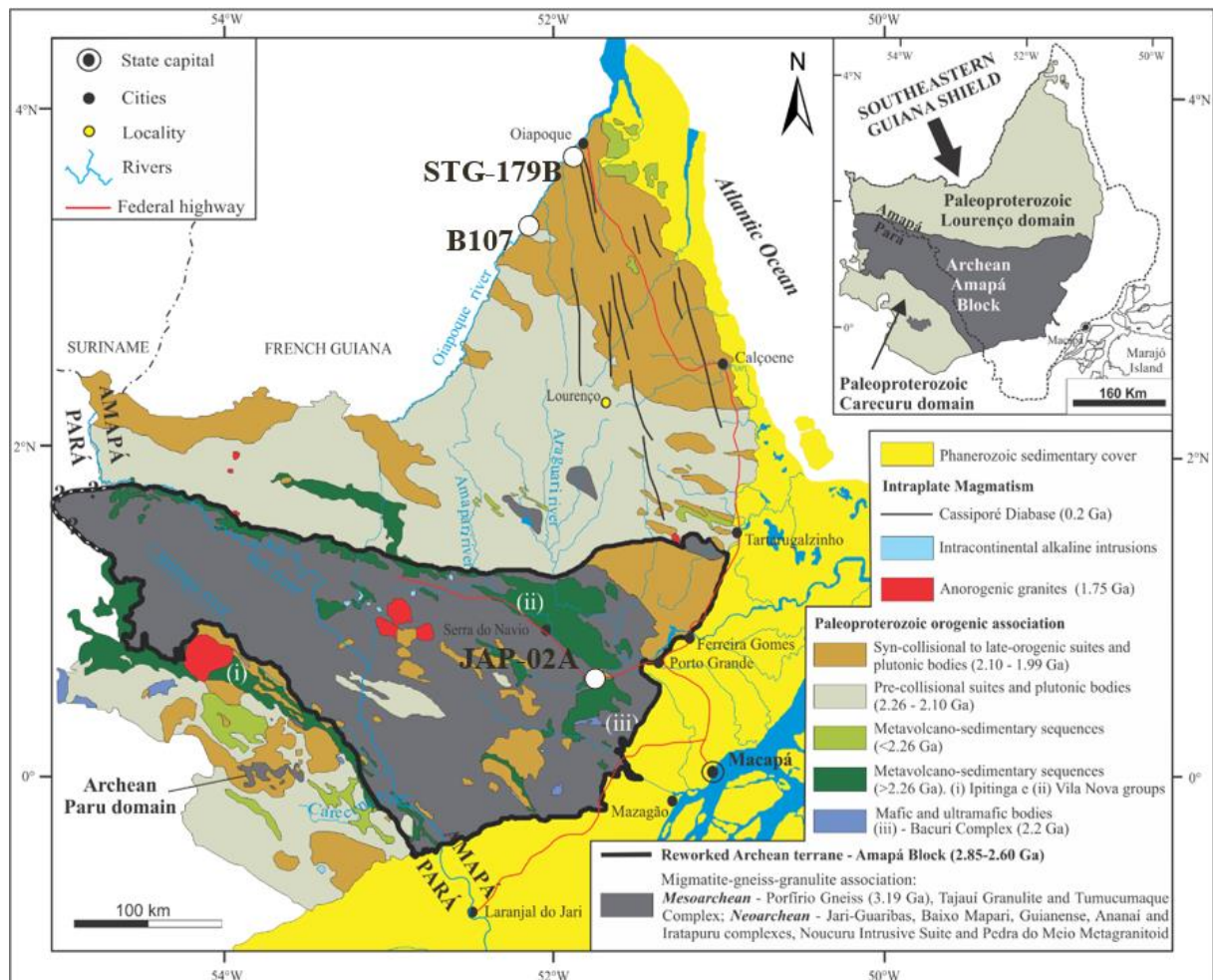


Figura 12 – Mapa geológico simplificado para o sudeste do Escudo das Guianas, com ênfase nas principais associações tectono-estratigráficas. *Insert*: limites do bloco arqueano Amapá com os domínios circundantes Lourenço e Carecuru.

4.1.1.2 Domínios paleoproterozoicos Lourenço e Carecuru

O Domínio Lourenço apresenta uma evolução orogenética aproximadamente similar àquela proposta para a Guiana Francesa (Vanderhaege *et al.* 1998, Delor *et al.* 2003), entretanto relacionada a um ambiente de arco continental, em vez de arco vulcânico (Barreto *et al.* 2013, Rosa-Costa *et al.* 2014, Vianna *et al.* 2020), com geração de crosta riaciana e retrabalhamento de crosta arqueana em eventos pré- a sin-colisionais e tardi-orogênicos. É formado predominantemente por gnaisses e granitoides, com poucas ocorrências de seqüências

metavulcano-sedimentares. Suítes magmáticas e corpos plutônicos com assinatura geoquímica de granitos do tipo-I e tipo-TTG foram formados entre 2,20 e 2,13 Ga, sendo contemporâneos aos granitos cálcio-alcálicos que marcam a fase pré-colisional riaciana em ambiente de arco magmático na Guiana Francesa (Avelar 2002, Barreto *et al.* 2003, Rosa-Costa *et al.* 2014, 2017, Silva 2018, Milhomem Neto & Lafon 2020, Vianna *et al.* 2020). Dentre os gnaisses e granitoides de 2,20-2,13 Ga, duas amostras localizadas no extremo norte-noroeste do Domínio Lourenço são alvos deste trabalho, sendo um paleossoma e um metatonalito que afloram ao longo do Rio Oiapoque, limite entre o Amapá e a Guiana Francesa (Figura 12). O período de 2,10 a 2,08 Ga é marcado por extenso magmatismo granítico e metamorfismo/migmatização dos granitoides cálcio-alcálicos e sequências metavulcano-sedimentares, em decorrência da colisão de arcos magmáticos recém-formados com o bloco arqueano (Delor *et al.* 2003, Viana *et al.* 2020). Na transição entre o Domínio Lourenço e o Bloco Amapá, um episódio metamórfico tardi-orogênico de alto grau foi registrado em torno de 2,06-2,04 Ga por rochas granulíticas com protólitos arqueanos e riacianos (Avelar *et al.* 2003, Enjoly 2008, Oliveira *et al.* 2008, Rosa-Costa *et al.* 2014, Gorayeb *et al.* 2021, Milhomem Neto *et al.* 2022).

O Domínio Carecuru é constituído por uma associação granito-*greenstone* riaciana desenvolvida em um contexto de arco magmático continental, construído entre 2,19-2,14 Ga e incorporado à borda sudoeste do Bloco Amapá durante o estágio acrescionário da Orogenia Transamazônica (Rosa-Costa *et al.* 2006, 2017). É constituído principalmente por granitoides cálcio-alcálicos e ortognaisses tonalíticos, dioríticos e granodioríticos, datados entre 2,19-2,14 Ga (Rosa-Costa *et al.* 2006, 2017, Milhomem Neto & Lafon 2020). Este domínio contém um *inlier* arqueano (Domínio Paru; Figura 12), composto por ortognaisses granulíticos com protólitos ígneos de ~2,60 Ga de idade (Rosa-Costa *et al.* 2003). Por não ter sido alvo do presente trabalho, esse domínio não será apresentado em detalhes.

4.1.2 Tipos de rocha e descrição das amostras

Para a primeira aplicação geológica deste trabalho, foi utilizado um ortognaisse granodiorítico (amostra JAP-02A), coletado à margem de uma drenagem nos arredores do município de Pedra Branca do Amapari, na região central do Amapá. As fotos de campo e fotomicrografias desta amostra estão disponíveis na Figura 13. O ortognaisse JAP-01A foi alvo de estudo do TCC de Pinto (2020), vinculado à Faculdade de Geologia do IG-UFPA. Além disso, foram utilizadas amostras coletadas ao longo do Rio Oiapoque (paleossoma STG-179B e metatonalito B107). Os concentrados de titanita dessas amostras foram cedidos pelo Serviço Geológico Francês (BRGM), que realizou levantamentos geológicos nessa área, fronteira entre

o estado do Amapá e a Guiana Francesa, em parceria com o Serviço Geológico do Brasil (CPRM). As amostras de mão não estão disponíveis no Laboratório Pará-Iso, portanto, suas informações petrográficas são aquelas disponíveis em trabalhos geológicos prévios (Nomade *et al.* 2002, Delor *et al.* 2003, Lafon *et al.* 2003, Tavares *et al.* 2003). A amostra STG-179B aflora na área de *Saut Cafesoca*, a alguns quilômetros ao sul da cidade de Oiapoque e sua forma de ocorrência no campo é ilustrada na Figura 14. A amostra B107 foi coletada mais ao sul, cerca de 25 Km a jusante do Rio Camopi. A localização das três amostras está exibida na Figura 12.

4.1.2.1 Complexo Guianense – ortognaisse granodiorítico (JAP-02A)

A rocha aflora em blocos *in situ* (Figura 13b), de cor cinza escuro com porções esbranquiçadas e de granulação predominantemente média. É recortada por mobilizados quartzo-feldspáticos concordantes com o bandamento gnáissico (Figura 13a), orientado de acordo com o *trend* regional NW-SE. É composta essencialmente por quartzo, plagioclásio, k-feldspato e biotita em menor proporção. Os minerais acessórios presentes são allanita, titanita, zircão, apatita e opacos. O ortognaisse apresenta uma textura granoblástica predominante, com alguns domínios com um arranjo lepidoblástico definido pela orientação dos cristais de biotita (Figura 13c). A titanita ocorre em cristais subédricos a anédricos, com cerca de 0,1 a 0,2 mm de tamanho, normalmente associada à substituição das lamelas de biotita (Figura 13d) ou bordejando cristais opacos.

Esta amostra foi previamente datada pelo método U–Pb em zircão (LA-MC-ICP-MS; Pinto 2020), com idades U–Pb entre 2696 ± 16 Ma e 2651 ± 18 Ma registrando, segundo o autor, a idade de cristalização neoarqueana do protólito granodiorítico do ortognaisse. Esta idade, junto com as características petrográficas, indica que esta rocha pertence ao Complexo Guianense (2,69-2,60 Ga; Rosa-Costa *et al.* 2003, 2006, 2014, Milhomem Neto & Lafon 2019). Além disso, um único cristal registrou herança magmática em 2995 ± 36 Ma, a qual não pode ser diretamente relacionada a nenhuma unidade magmática do embasamento mesoarqueano do Bloco Amapá (Pinto 2020).

Complexo Guianense - ortogneisse granodiorítico (JAP-02A)

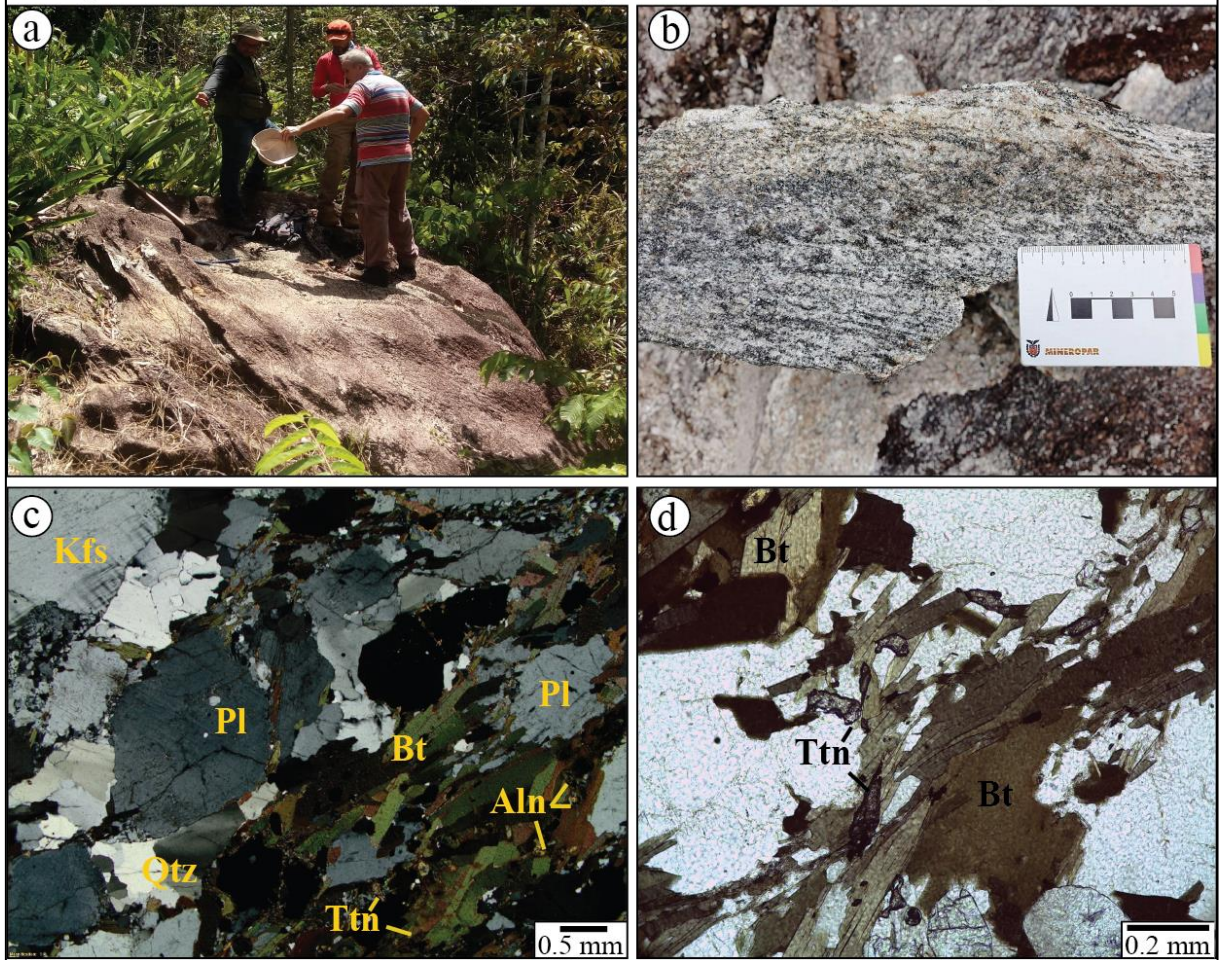


Figura 13 – Feições de campo e aspectos petrográficos do ortogneisse JAP-02A. (a) Visão geral do afloramento do ortogneisse. (b) Aspectos macroscópicos da rocha, mostrando bandamento gnáissico. (c) Fotomicrografia a nicóis cruzados exibindo domínios com textura granoblástica e lepidoblástica. (e) Detalhe dos cristais de titanita associados à biotita a nicóis descruzados.

4.1.2.2 Paleossoma do ortogneisse diorítico migmatítico (STG-179B)

A amostra STG-179B representa o paleossoma de um ortogneisse diorítico (amostra STG-179A), o qual foi previamente descrito e datado em Lafon *et al.* (2003) e Tavares *et al.* (2003). De acordo com esses autores, o ortogneisse diorítico corresponde a uma porção mais preservada, sem feições de fusão *in situ*, do protólito ígneo de um migmatito (Figura 14). Este ortogneisse é composto essencialmente por anfibólio, plagioclásio, quartzo, epidoto, biotita e microclina, com titanita como mineral acessório normalmente associada ao anfibólio. No mesmo afloramento, porções do ortogneisse foram intensamente migmatizadas e apresentam mobilizados félsicos (leucossoma) resultantes de fusão parcial *in situ* (Figura 14).

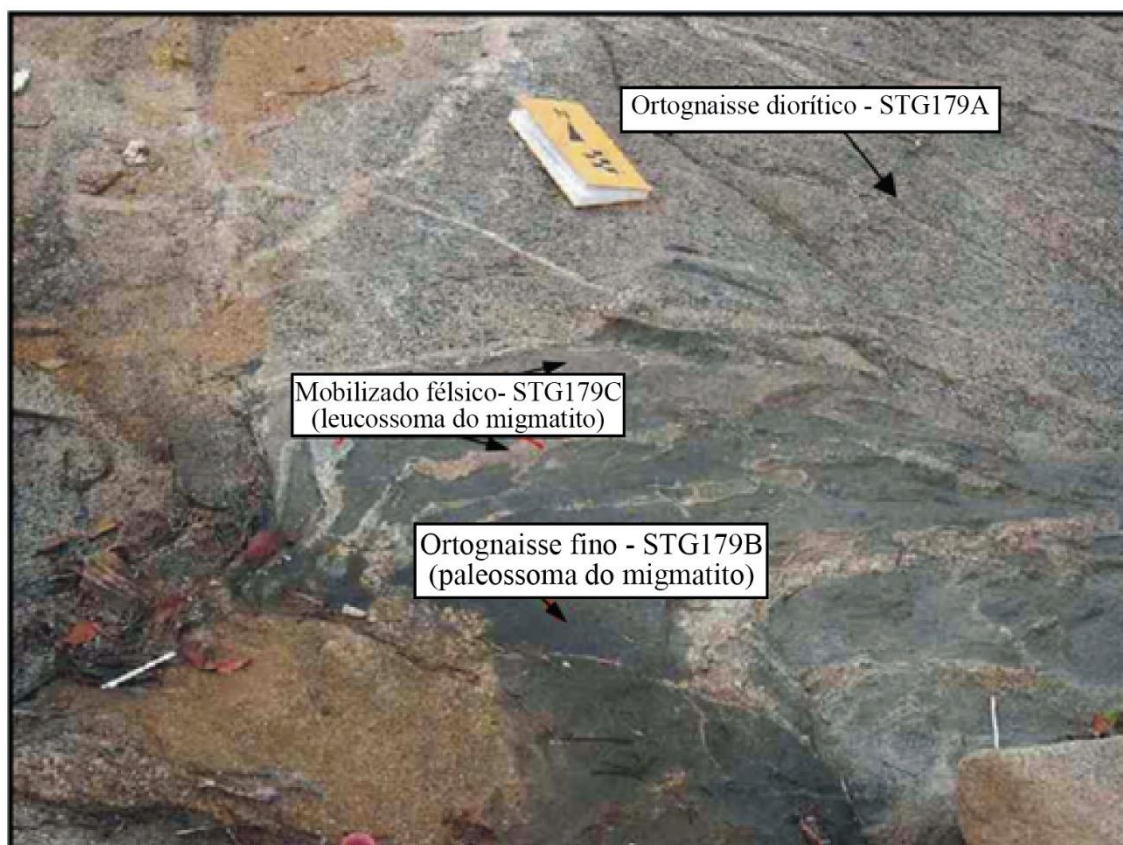


Figura 14 – Feições de campo do afloramento STG-179, exibindo o ortognaisse diorítico STG-179A, que se encontra migmatizado. O leucossoma STG-179C, de composição félsica, é produto da anatexia do ortognaisse e está recortando o paleossoma do migmatito (amostra STG-179B).

Zircões e titanitas do ortognaisse diorítico migmatizado, cujo paleossoma é a amostra STG-179B, foram datados por evaporação de Pb e ID-TIMS, respectivamente (Lafon *et al.* 2003). Estes autores reportaram uma idade Pb–Pb em zircão de 2139 ± 1 Ma, interpretada como a idade de cristalização do protólito diorítico do ortognaisse. Uma idade U–Pb de 2105 ± 27 Ma foi obtida para as titanitas do ortognaisse, o que marca o evento de migmatização que afetou esta rocha.

4.1.2.3 Complexo Laussat - metatonalito (B107)

As informações petrográficas do metatonalito B107 são aquelas descritas em Nomade *et al.* 2002 e Delor *et al.* 2003. Segundo esses autores, o metatonalito apresenta granulação grossa e assinatura cálcio-alkalina. É composto essencialmente por hornblenda rica em Mg, biotita e plagioclásio, com quartzo e titanita intersticiais como minerais acessórios.

Análises por evaporação de Pb em zircões do metatonalito B107 forneceram uma idade de 2163 ± 3 Ma (Delor *et al.* 2003). Recentemente, Milhomem Neto & Lafon (2020) dataram a mesma amostra e obtiveram uma idade U–Pb em zircão por LA-ICP-MS de 2139 ± 12 Ma, a qual é interpretada pelos autores como a idade de cristalização do metatonalito. Além disso,

uma análise em um núcleo herdado forneceu idade de 2502 ± 51 Ma, registrando herança magmática neoarqueana, a qual não foi possível ser relacionada a nenhuma unidade magmática do embasamento do Bloco Amapá (Milhomem Neto & Lafon 2020). Segundo os autores, o reconhecimento deste núcleo herdado neoarqueano sugere que a idade por evaporação de Pb, que é ligeiramente mais velha, representa a mistura de Pb proveniente de domínios distintos.

4.1.3 Resultados geocronológicos U–Pb em titanita por LA-Q-ICP-MS

4.1.3.1 Complexo Guianense – ortogneisse granodiorítico (JAP-02A)

O ortogneisse produziu cristais prismáticos de titanita com 200–300 μm de tamanho, predominantemente anédricos à subédricos, com raros cristais euédricos. As imagens de ERE (Figura 15) mostram um zoneamento interno irregular, definido por setores normalmente distribuídos em faixas de 10–100 μm de largura. Alguns cristais apresentam aspecto homogêneo, sem zoneamento interno, enquanto outros exibem bordas com tamanho inferior a 10 μm . Além disso, boa parte dos cristais possuem microfraturas e, por vezes, pequenas inclusões.

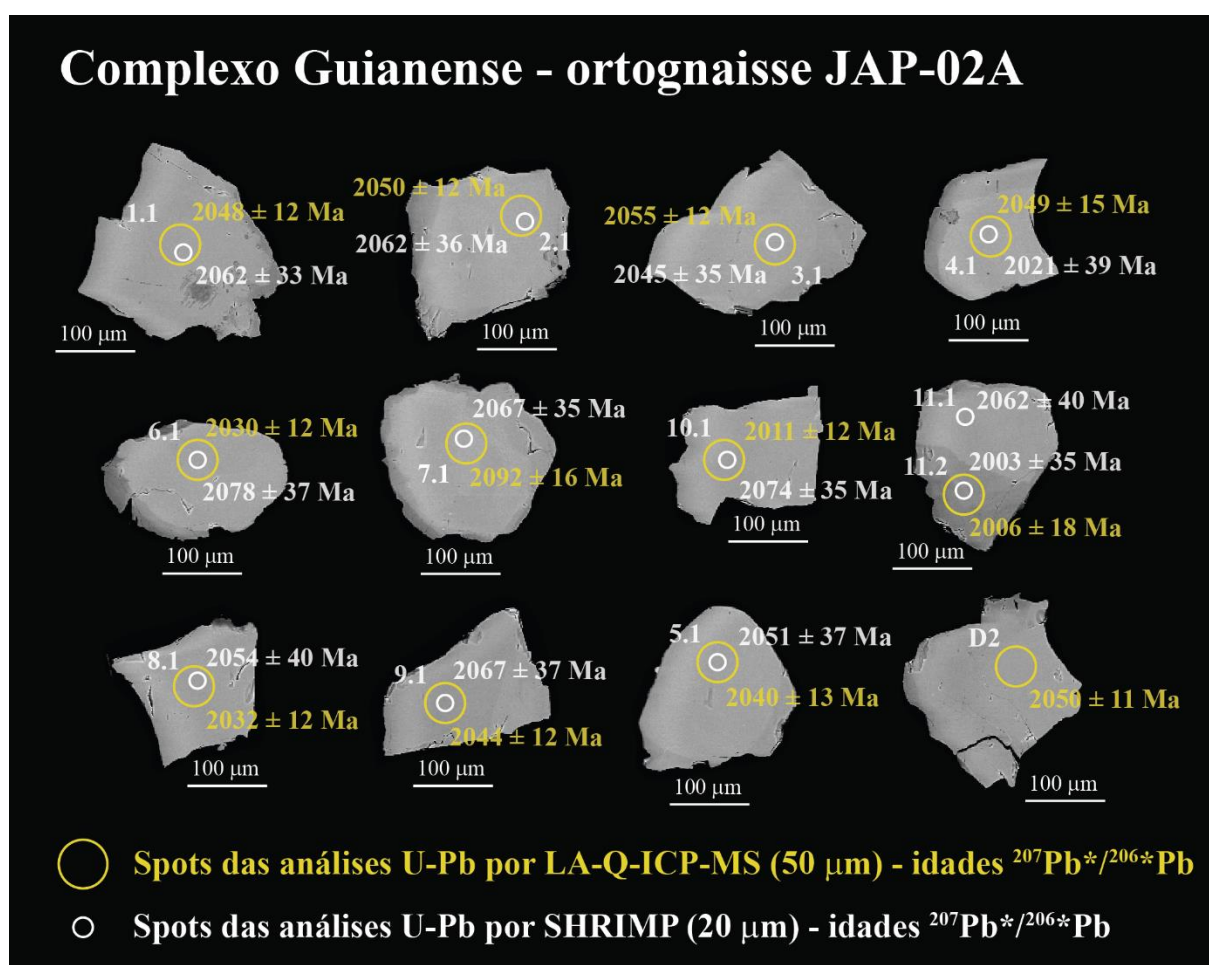


Figura 15 – Imagens de ERE das titanitas representativas do ortogneisse granodiorítico JAP-02A, com a posição das análises pontuais (spots) por LA-Q-ICP-MS e SHRIMP.

Foram realizadas 54 análises pontuais por LA-Q-ICP-MS nas titanitas da amostra JAP-02A (Figura 16a), as quais mostraram conteúdo de Pb comum heterogêneo, com valores de $^{204}f_{206}$ variando entre 0,8 e 5,8%, com um único ponto analítico apresentando $^{204}f_{206}$ de 12%. As análises concordantes (discordância < 1%) e com menos de 2,5% de Pb comum mostraram um espalhamento ao longo da Concórdia (Figura 16b), mas forneceram uma idade concordante de $2033,1 \pm 4,0$ Ma (2σ ; $n = 22$; MSWD = 1,4). Estas mesmas análises foram utilizadas no cálculo da média ponderada das idades $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ de 2027 ± 12 Ma (2σ ; $n = 22$; MSWD = 0,25) (Figura 16b). No diagrama Tera-Wasserburg da Figura 16c, os dados sem correção de Pb comum mostram um espalhamento ao longo da reta Pbc-Pb^* . A regressão linear destes pontos analíticos forneceu uma idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior mais antiga, de $2047,2 \pm 9,5$ Ma (95% de conf.; $n = 20$; MSWD = 0,22), bem como uma estimativa de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial por intercepto superior de $1,00 \pm 0,31$ (Figura 16c), a qual é idêntica àquela definida pelo modelo de Stacey & Kramers (1975) para a idade ~2050 Ma. Esta estimativa de Pb inicial foi utilizada no cálculo das idades corrigidas para o ^{207}Pb , que forneceram uma média ponderada de $2047,3 \pm 6,1$ Ma (2σ ; $n = 20$; MSWD = 0,19).

Além disso, foram conduzidas 18 análises por SHRIMP IIe, as quais apresentaram valores de $^{204}f_{206}$ entre 0,8 e 1,9%. Um único ponto analítico apresentou erro de 5% sobre a razão $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ e, portanto, foi descartado do cálculo das idades. A partir dos dados corrigidos para o Pb comum, as análises com menos de 2% de discordância forneceram uma idade concordante de $2049,7 \pm 9,1$ Ma (2σ ; $n = 17$; MSWD = 0,02) e uma média ponderada de 2051 ± 10 Ma (2σ ; $n = 17$; MSWD = 0,44) (Figura 16d). Estas idades são concordantes, dentro dos limites de erro, com as idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ (corrigidas para o ^{207}Pb) obtidas por LA-Q-ICP-MS.

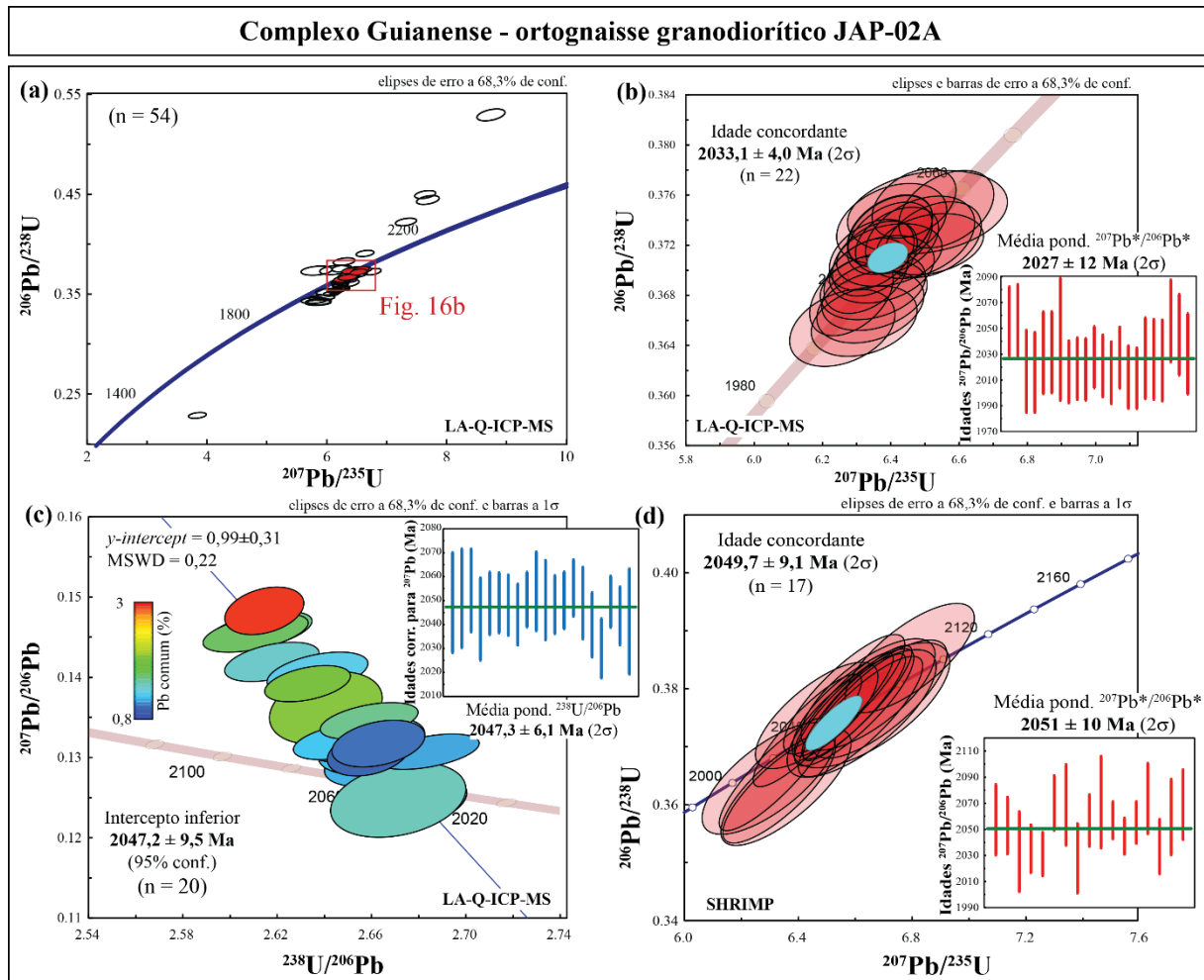


Figura 16 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com os dados das titanitas do ortogneisse JAP-02A, obtidos por LA-Q-ICP-MS (a, b e c) no Laboratório Pará-Iso e por SHRIMP (d) no CPGEO-USP. (a) diagrama Concórdia com os dados corrigidos para Pb comum, as elipses em preto foram descartadas do cálculo das idades; (b) idade concordante e média ponderada das idades $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$, ambas calculadas a partir dos mesmos pontos analíticos; (c) dados sem correção de Pb comum plotados em diagrama Tera-Wasserburg, com intercepto inferior e superior (*y-intercept*) definidos pela regressão linear. A média ponderada das idades corrigidas para o ^{207}Pb foi calculada a partir da composição de Pb inicial do intercepto superior; e (d) idade concordante e média ponderada das idades $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ fornecidas pelas análises por SHRIMP.

4.1.3.2 Paleossoma (STG-179B)

Os cristais de titanita do paleossoma são predominantemente subédricos, com alguns cristais anédricos e cerca de 150–350 μm de tamanho. As imagens de ERE (Figura 17) comumente apresentam zoneamento concêntrico, definido por domínios irregulares de 20–100 μm de largura, com alguns cristais exibindo bordas com < 20 μm de espessura. Alguns cristais possuem microfraturas e inclusões de 10–60 μm de tamanho.

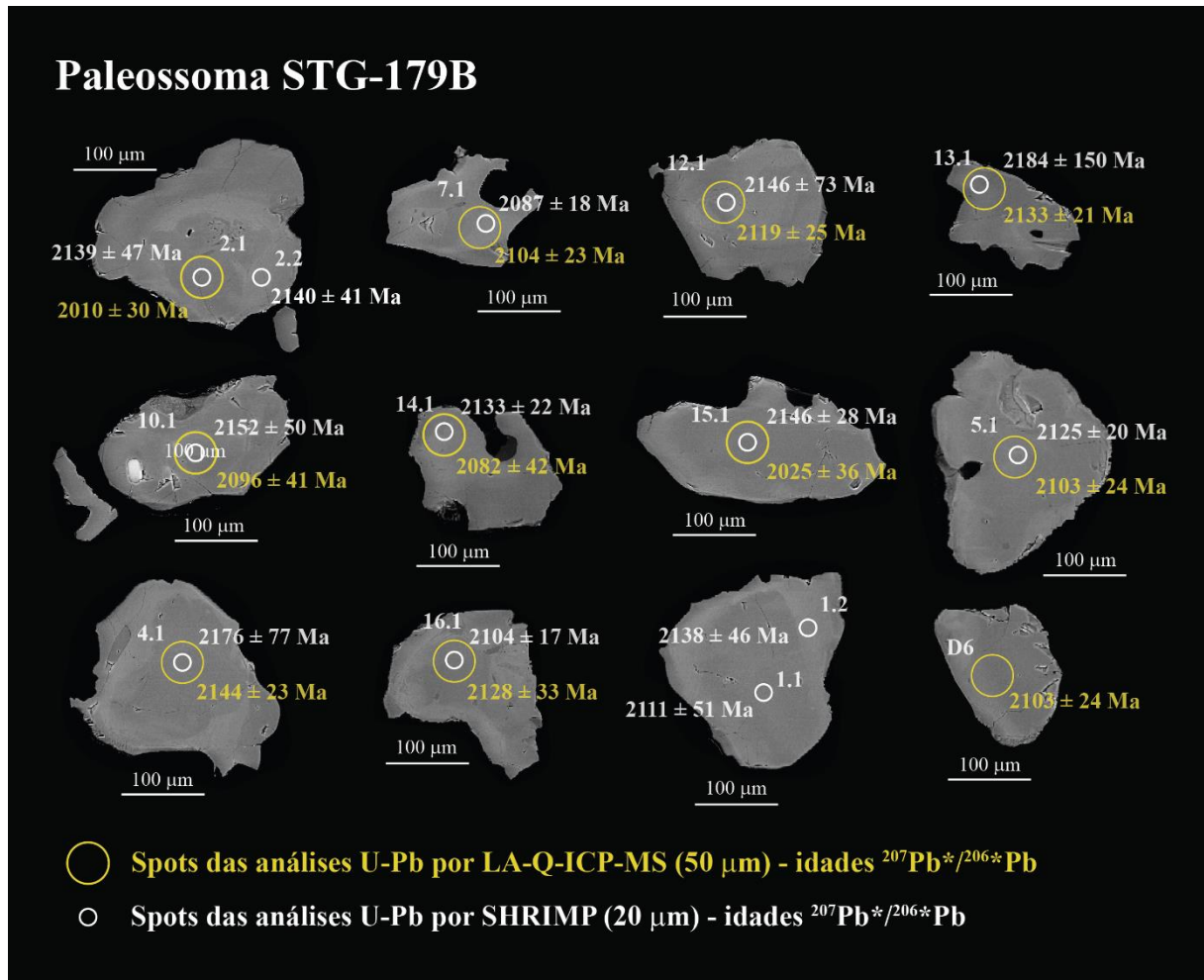


Figura 17 – Imagens de ERE das titanitas representativas do paleossoma STG-179B, com a posição das análises pontuais (spots) por LA-Q-ICP-MS e SHRIMP.

Foram realizadas 46 análises pontuais nos cristais de titanita do paleossoma por LA-Q-ICP-MS (Figura 18a). Estes spots apresentaram conteúdo de Pb comum elevado e heterogêneo, com valores de $^{204}\text{f}_{206}$ variando entre 1,5 e 15%, com dois pontos apresentando $^{204}\text{f}_{206}$ de 20 e 24%. Os pontos discordantes e/ou com alta proporção de Pb comum ($n = 31$) foram descartados do cálculo das idades. Dessa forma, 15 análises concordantes ($< 1\%$ de discordância) e com contribuição de Pb comum inferior a 6% foram utilizadas no cálculo das idades corrigidas tanto para o ^{204}Pb quanto para o ^{207}Pb . Os dados corrigidos para o ^{204}Pb , os quais estão plotados no diagrama Concórdia convencional da Figura 18b, forneceram uma média ponderada das idades $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ de 2112 ± 12 Ma (2σ ; $n = 15$; MSWD = 0,15) e uma idade concordante idêntica de $2111,5 \pm 4,5$ Ma (2σ ; $n = 15$; MSWD = 0,03). Estes mesmos pontos analíticos, mas sem correção de Pb comum, foram plotados em diagrama Tera-Wasserburg e apresentaram espalhamento ao longo da reta Pbc-Pb* (Figura 18c). A regressão linear destes pontos forneceu uma idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior de 2112 ± 20 Ma (95% de conf.; $n = 15$; MSWD = 0,59), bem como uma estimativa da razão $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial de $1,01 \pm 0,28$, definida por

intercepto inferior (Figura 18c). Esta estimativa de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial, que é idêntica àquela derivada do modelo de Stacey & Kramers (1975), foi utilizada no cálculo da média ponderada das idades corrigidas para o ^{207}Pb de 2111 ± 11 Ma (2σ ; $n = 15$; $\text{MSWD} = 0,15$). Apesar do conteúdo elevado e heterogêneo de Pb inicial dessas análises, as idades definidas por meio dos dados corrigidos e não corrigidos para o Pb comum são idênticas. O erro a 1σ sobre a razão $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$ variou entre 1,0–2,7%, enquanto para as razões totais $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ e $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ variou entre 0,4 e 2,3% e 0,8 e 1,7%, respectivamente.

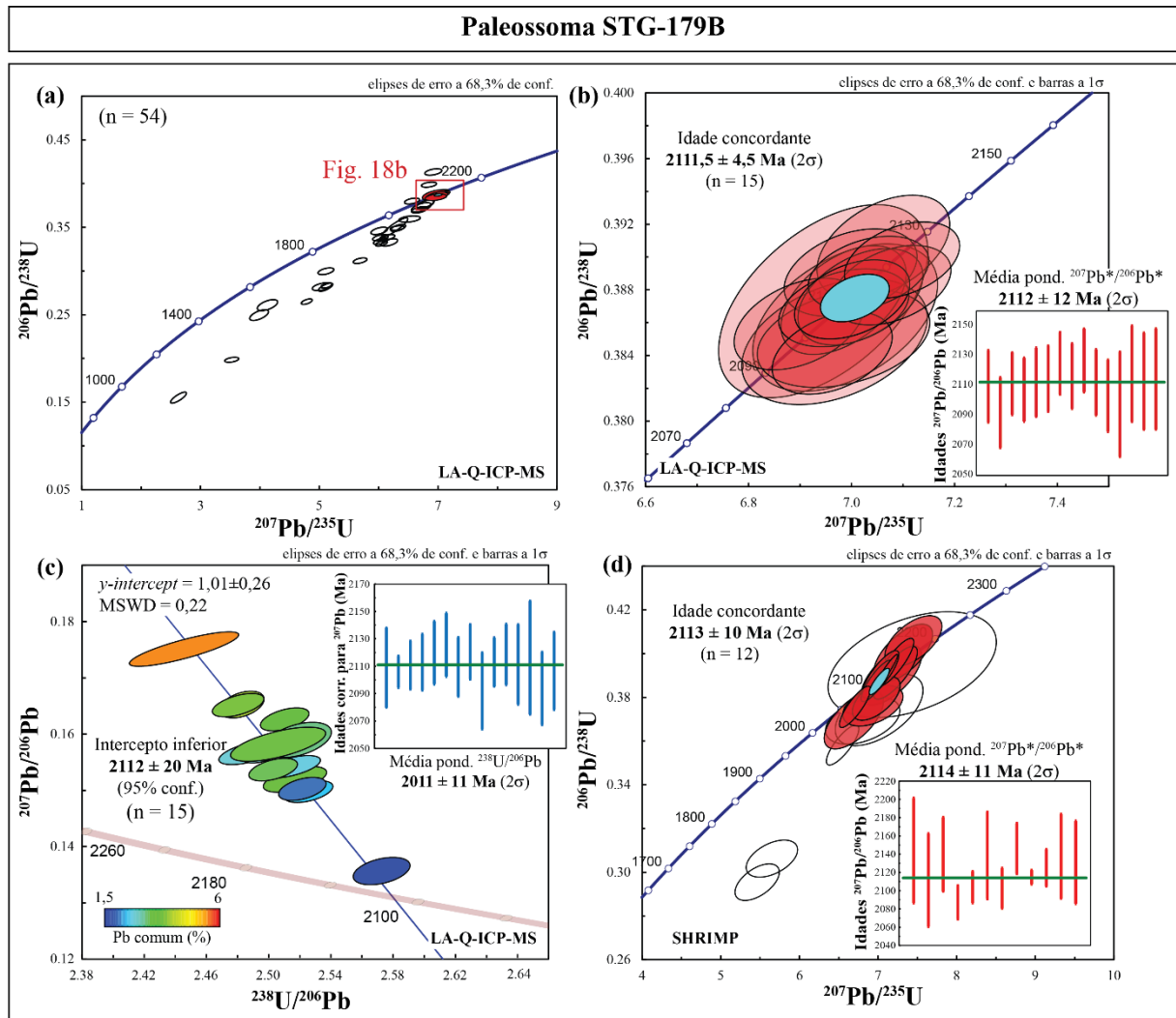


Figura 18 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com os resultados U–Pb das titanitas do paleossoma STG-179B, obtidos por LA-Q-ICP-MS (Laboratório Pará-Iso) e por SHRIMP (CPGEO-USP). (a) diagrama Concórdia com os dados corrigidos para Pb comum. As elipses em preto foram descartadas do cálculo das idades; (b) idade concordante e média ponderada das idades $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$, ambas calculadas a partir de 15 pontos analíticos com menos de 1% de discordância; (c) diagrama Tera-Wasserburg, com intercepto superior (y -intercept) e inferior (idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$) definidos por regressão linear dos dados sem correção de Pb comum. A média ponderada das idades corrigidas para o ^{207}Pb foi calculada a partir da composição de Pb inicial do intercepto superior; e (d) idade concordante e média ponderada das idades $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ fornecidas pelas análises SHRIMP. As elipses em preto foram descartadas do cálculo das idades.

Foram conduzidas 18 análises por SHRIMP IIe nas titanitas desta amostra (Figura 18d), as quais também mostraram conteúdo elevado e heterogêneo de Pb comum. Os valores de

$^{204}f_{206}$ entre 0,7 e 13,4% são coerentes com os valores determinados por LA-Q-ICP-MS. Cinco pontos analíticos mais discordantes (6-25% de discordância) foram descartados do cálculo das idades, bem como um único ponto com erro de 9,5% sobre a razão $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$. Os pontos concordantes a subconcordantes (discordância < 5%) apresentam um espalhamento ao longo da Concórdia, mas forneceram uma idade concordante de 2113 ± 10 Ma (2σ ; $n = 12$; MSWD = 0,05), bem como uma média ponderada das idades $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ idêntica de 2114 ± 11 Ma (2σ ; $n = 12$; MSWD = 0,52) (Figura 18d). O erro a 1σ sobre as razões $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$ variou entre 1,3 e 5,3%. Estas idades são similares, dentro dos limites de erro, com as idades fornecidas pelo LA-Q-ICP-MS.

4.1.3.3 Complexo Laussat – metatonalito (B107)

O metatonalito produziu cristais prismáticos de titanita predominantemente subédricos, com 180–450 μm de tamanho. As imagens de ERE (Figura 19) mostram que os cristais são homogêneos, sem zoneamento e comumente possuem microfraturas. Além disso, alguns apresentam inclusões de minerais prismáticos, com tamanho variando entre 10 e 200 μm . As titanitas do metatonalito B107 foram analisadas somente por LA-Q-ICP-MS, diferentemente das demais amostras, que também foram analisadas por SHRIMP.

Foram conduzidas 56 análises pontuais por LA-Q-ICP-MS nas titanitas do metatonalito (Figura 20a). O conteúdo de Pb comum mostrou-se mais baixo e homogêneo em relação às amostras anteriores, com valores de $^{204}f_{206}$ variando entre 0,5 e 3,1%. Somente duas análises apresentaram valores de $^{204}f_{206}$ mais elevados, de 3,8 e 11,2%. Os pontos analíticos com discordância > 1% e conteúdo de Pb comum > 3% foram desconsiderados no cálculo das idades corrigidas para o ^{204}Pb e ^{207}Pb . As análises concordantes foram plotadas no diagrama Concórdia convencional da Figura 20b e definiram uma idade concordante de $2104,4 \pm 5,6$ Ma (2σ ; $n = 17$; MSWD = 0,03). Estes pontos forneceram uma média ponderada das idades $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ de 2103 ± 20 (2σ ; $n = 17$; MSWD = 0,05), que é idêntica à idade concordante, porém apresenta erro bem mais alto. O erro a 1σ sobre a razão $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$ variou entre 1,5 e 3,1 %.

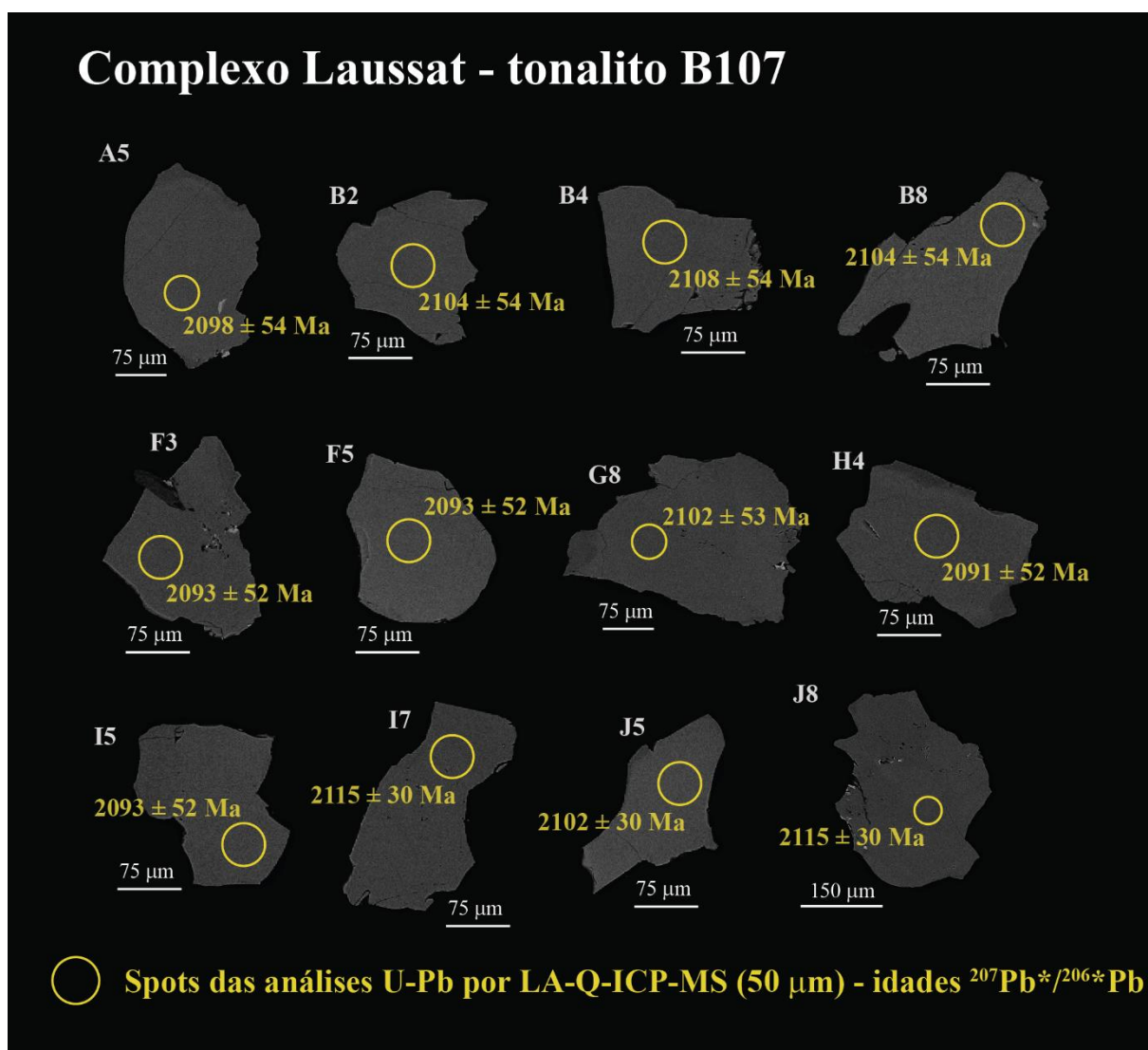


Figura 19 – Imagens de ERE das titanitas representativas do metatonalito B107, com a posição dos spots das análises U–Pb *in situ* por LA-Q-ICP-MS.

No diagrama Tera-Wasserburg da Figura 20b, os dados sem correção de Pb formaram um *cluster* próximo ao intercepto inferior da Concórdia (polo radiogênico da reta Pbc-Pb*), o que está relacionado ao baixo conteúdo de Pb comum das análises. Dessa forma, as idades foram ancoradas pela estimativa de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial de 1,01, derivada do modelo de Stacey & Kramers (1975). Isto definiu uma idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior de 2108 ± 12 Ma (95% de conf.; $n = 17$; MSWD = 0,59), bem como uma média ponderada das idades corrigidas para o ^{207}Pb idêntica de $2108,6 \pm 7,4$ Ma (2σ ; $n = 17$; MSWD = 0,74) (Figura 20b). Estas idades são similares, dentro dos limites de erro, às idades corrigidas para o ^{204}Pb . Além disso, o erro a 1σ sobre as razões totais $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ e $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ variou entre 0,4–1,7% e 1,3–2,5%, respectivamente.

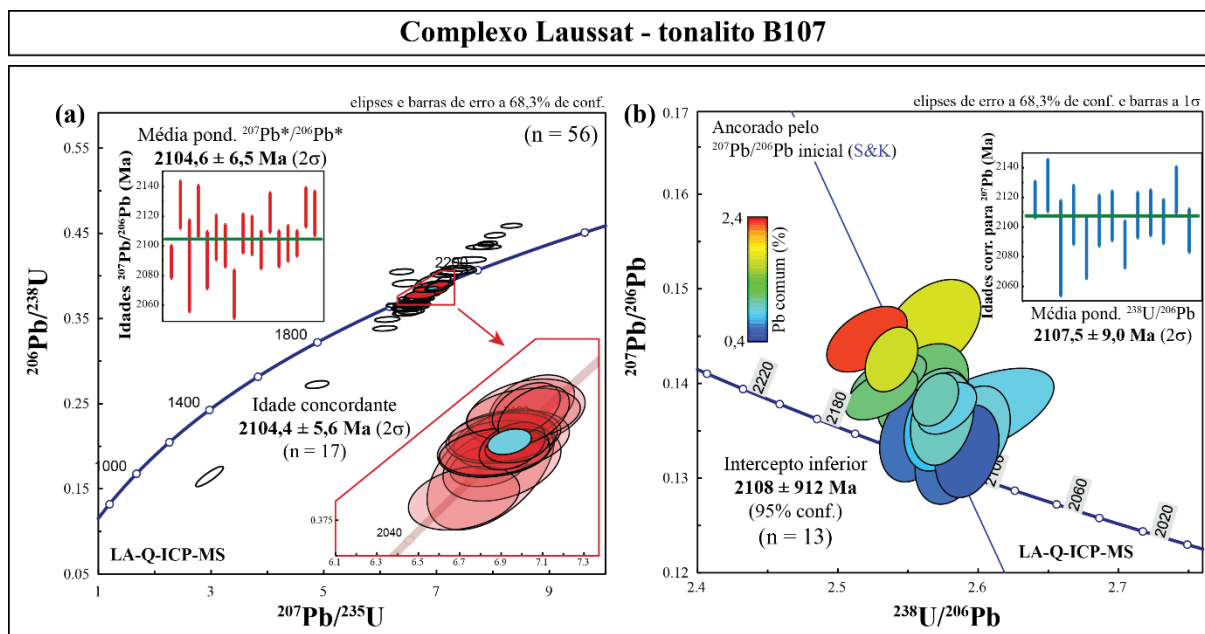


Figura 20 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com os resultados U–Pb obtidos nas titanitas do metatonalito B107 por LA-Q-ICP-MS. (a) diagrama Concórdia com os dados corrigidos para Pb comum. A idade concordante e a média ponderada das idades $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ foram calculadas a partir de 17 pontos analíticos com menos de 1% de discordância. As elipses em preto foram descartadas do cálculo das idades; e (b) dados sem correção de Pb comum plotados em diagrama Tera-Wasserburg, onde o intercepto inferior (idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$) foi ancorado pela composição de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial estimada pelo modelo de Stacey & Kramers (1975).

4.2 SISTEMA OROGÊNICO SERGIPANO, SUL DA PROVÍNCIA BORBOREMA

4.2.1 Contexto regional

A Província Borborema (Figura 21) está localizada na porção leste da Plataforma Sul-Americana (Almeida *et al.* 1981), com área de aproximadamente 380.000 Km², e foi formada a partir da convergência dos crátons Amazônico, São Luís-Oeste Africano e São Francisco-Congo durante a aglutinação do Gondwana Oeste (Almeida *et al.* 1981, Caxito *et al.* 2020). De maneira geral, é composta por um embasamento gnáissico-migmatítico arqueano e paleoproterozoico, recoberto por sequências metassupracrustais mesoproterozoicas e neoproterozoicas, com uma rede de zonas de cisalhamento transcorrentes seccionando a província em diferentes domínios/terrenos (Brito Neves *et al.* 2000, Santos *et al.* 2000, Delgado *et al.* 2003, van Schmus *et al.* 2008, Rosa *et al.* 2020). É limitada a norte e a leste pela Margem Continental, a sul pelo Cráton São Francisco e a oeste pela Bacia do Parnaíba. A Província Borborema foi afetada pelos eventos orogênicos Cariris Velhos (~1,0 Ga) e Brasileiro/Pan-Africano (~0,6 Ga), sendo o último responsável por metamorfismo de baixo a alto grau, colocação de diversos granitoides e desenvolvimento do sistema de zonas de cisalhamento transcorrentes em escala continental (Brito Neves *et al.* 2000, Santos *et al.* 2000).

O magmatismo brasileiro da Província Borborema tem sido dividido em cinco estágios, de acordo com padrões estruturais, geoquímicos, geocronológicos e isotópicos (van Schmus *et*

al. 2011). Baseado neste modelo, mas com modificações nos intervalos de idade, Caxito *et al.* 2020 propõem os seguintes estágios magmáticos: (i) colocação de plútons pré-colisionais em contexto de arco continental (640-620 Ma); (ii) leucrogranitos e granitos a duas micas com colocação contemporânea ao período de pico metamórfico e de deformação relacionado ao evento orogênico Brasileiro (525-590 Ma); (iii) colocação de plútons sin-colisionais a sin-transcorrentes de composição granítica a sienítica e localmente shoshonítica (590-575 Ma); (iv) colocação de plútons tardi- a pós-colisionais em relação ao regime de deformação regional *strike-slip* (575-550 Ma); (v) colocação de plútons sem deformação, exceto aqueles colocados ao longo de zonas de cisalhamento.

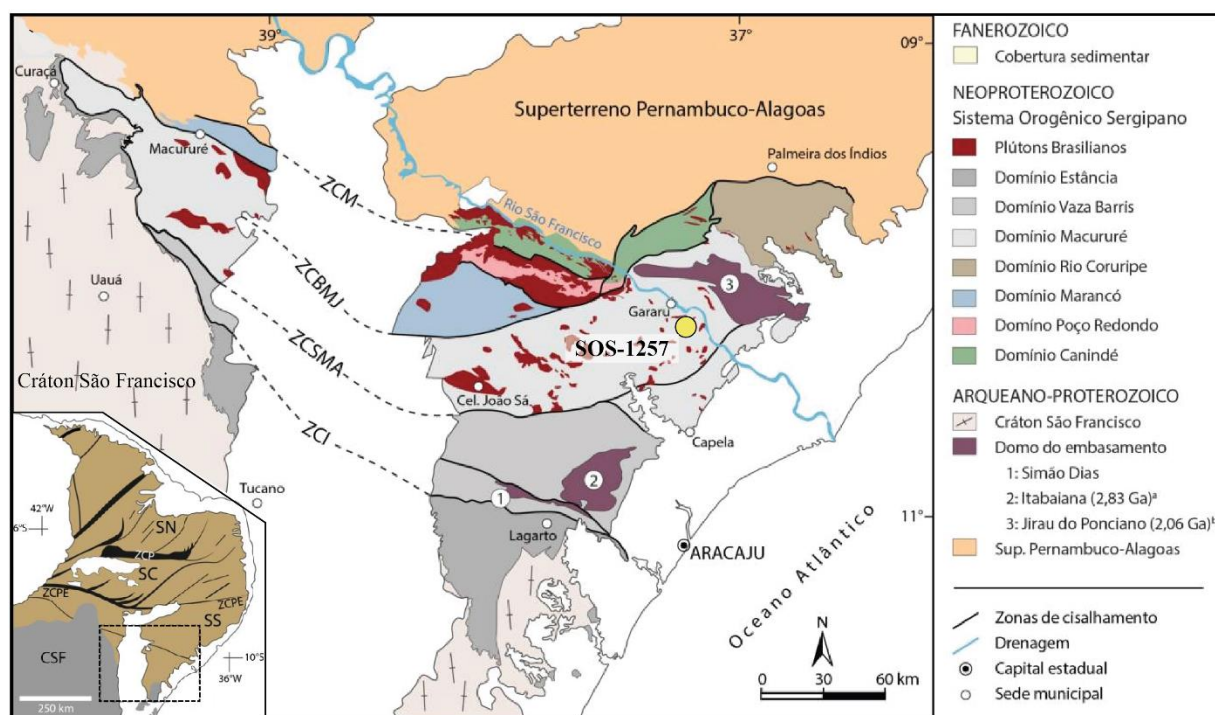


Figura 21 – Mapa geológico simplificado da porção sul da Província Borborema, destacando os domínios tectônicos do Sistema Orogrênico Sergipano (modificado de Davison & Santos, 1989). *Insert*: compartimentação da Província Borborema nas subprovíncias Norte (SN), Central (SC) e Sul (SS), delimitadas pelas zonas de cisalhamento Patos (ZCP) e Pernambuco (ZCPE), segundo van Schmus *et al.* (2008, 2011).

Diversas propostas de compartimentação geotectônica foram levantadas para a Província Borborema (Brito Neves *et al.* 2000, Santos *et al.* 2000, Delgado *et al.* 2003, van Schmus *et al.* 2008). As zonas de cisalhamento Patos e Pernambuco, de direção predominantemente E-W, dividem a Província Borborema nas subprovíncias Norte/Setentrional, Central/Transversal e Sul/Meridional (Delgado *et al.* 2003, van Schmus *et al.* 2008, 2011), como mostra o *insert* da Figura 21. A Subprovíncia Sul é limitada pelo Lineamento Pernambuco e o Cráton São Francisco a norte e sul, respectivamente. Este setor compreende o Superterreno Pernambuco-Alagoas, o Sistema Orogrênico Sergipano (SOS) e a Faixa orogênica Riacho do Pontal. O SOS está situado entre o Superterreno Pernambuco-Alagoas e o Cráton São Francisco

(Figura 21). O modelo mais aceito para evolução geodinâmica dessa região sugere que o SOS corresponde ao produto da colisão continental entre o Supercontinente Pernambuco-Alagoas e a paleoplaca São Francisco, durante a Orogenia Brasileira/Pan-Africana (Oliveira *et al.* 2010, 2017). Recentemente, outro modelo evolutivo vem ganhando força e propõe que a Província Borborema compôs uma extensa massa continental formada por processos paleoproterozoicos de acreção-colisão, a qual passou por decratonização durante o evento orogênico Brasileiro/Pan-Africano (Neves *et al.* 2015, 2016, Ganade *et al.* 2021, Neves 2021).

O SOS pode ser subdividido nos domínios Estância, Vaza-Barris, Macururé, Marancó, Poço Redondo e Canindé (Figura 21), os quais apresentam evoluções tectônicas distintas e são separados por zonas de cisalhamento regionais (Davison & Santos 1989). O Domínio Macururé tem limite a sul com o Domínio Vaza-Barris e a norte com os domínios Marancó, Poço Redondo e Canindé. Este domínio é formado pela sequência metavulcano-sedimentar do Grupo Macururé e por uma suíte intrusiva de granitoides e rochas máfico-ultramáficas de idade brasileira. O Grupo Macururé é composto predominantemente por biota xistos, filitos, metarenitos e quartzitos, com subordinadas grauvacas, rochas vulcânicas e lentes anfibolíticas (Davison & Santos 1989, Oliveira *et al.* 2010). Os plútons graníticos são expressivos neste domínio e podem ser divididos em granitoides pré-colisionais (628-625 Ma) e sin-colisionais (590-570 Ma), em relação ao principal evento de deformação que afetou esta região (Bueno *et al.* 2009). Estes granitos pré-colisionais foram formados em ambientes de arco magmático continental, enquanto os sin-colisionais foram gerados durante o estágio colisional (Oliveira *et al.* 2010).

Dentre esses granitos intrusivos no Grupo Macururé, ocorre o Plúton Pedra Furada (~5 Km), um dos alvos de aplicação da metodologia U–Pb implementada nesta dissertação (amostra SOS-1257). Apresenta forma alongada na direção NW-SE, paralela à foliação dos xistos do Grupo Macururé. É composto essencialmente por biotita-muscovita granitos que frequentemente hospedam enclaves máficos supermicáceos, compostos por biotita (Pereira *et al.* 2023). Como aplicação geológica da metodologia U–Pb em titanita neste trabalho, foi utilizada uma amostra de granito (SOS-1257) do Plúton Pedra Furada, vinculada à Tese de Doutorado do aluno Fábio Pereira, do Programa de Pós Graduação em Geologia e Geoquímica (PPGG) do IG-UFPA. Bueno *et al.* (2009) analisaram, por ID-TIMS, titanitas de um granito do Plúton Pedra Furada, cujas análises forneceram uma idade U–Pb por intercepto superior de $570,6 \pm 8,8$ Ma, considerada pelos autores como a idade de colocação deste plúton. Além disso, Pereira *et al.* (2023) analisaram, por LA-MC-ICP-MS, os zircões da amostra SOS-1257; no

entanto, o elevado grau de metamitização dos cristais de zircão inviabilizou a determinação de uma idade

4.2.2 Descrição petrográfica do granito SOS-1257

A rocha apresenta cor rosa e granulação fina (Figura 22a). Possui textura equigranular e estrutura foliada, definida pela orientação dos cristais de mica. É composta essencialmente por quartzo, microclina e plagioclásio, com biotita e muscovita em menor proporção. Os minerais acessórios presentes são epidoto, allanita, titanita, zircão, apatita e opacos. Os cristais de titanita apresentam faces predominantemente subédricas (Figura 22b,c e d), com cerca de 0,2 mm de tamanho e normalmente ocorrem inclusos em biotita ou em agregados associados a cristais de biotita, epidoto e minerais opacos (Figura 22b e c). Além disso, os cristais de titanita possuem inclusões de zircão com ~0,02 mm de tamanho (Figura 22d).

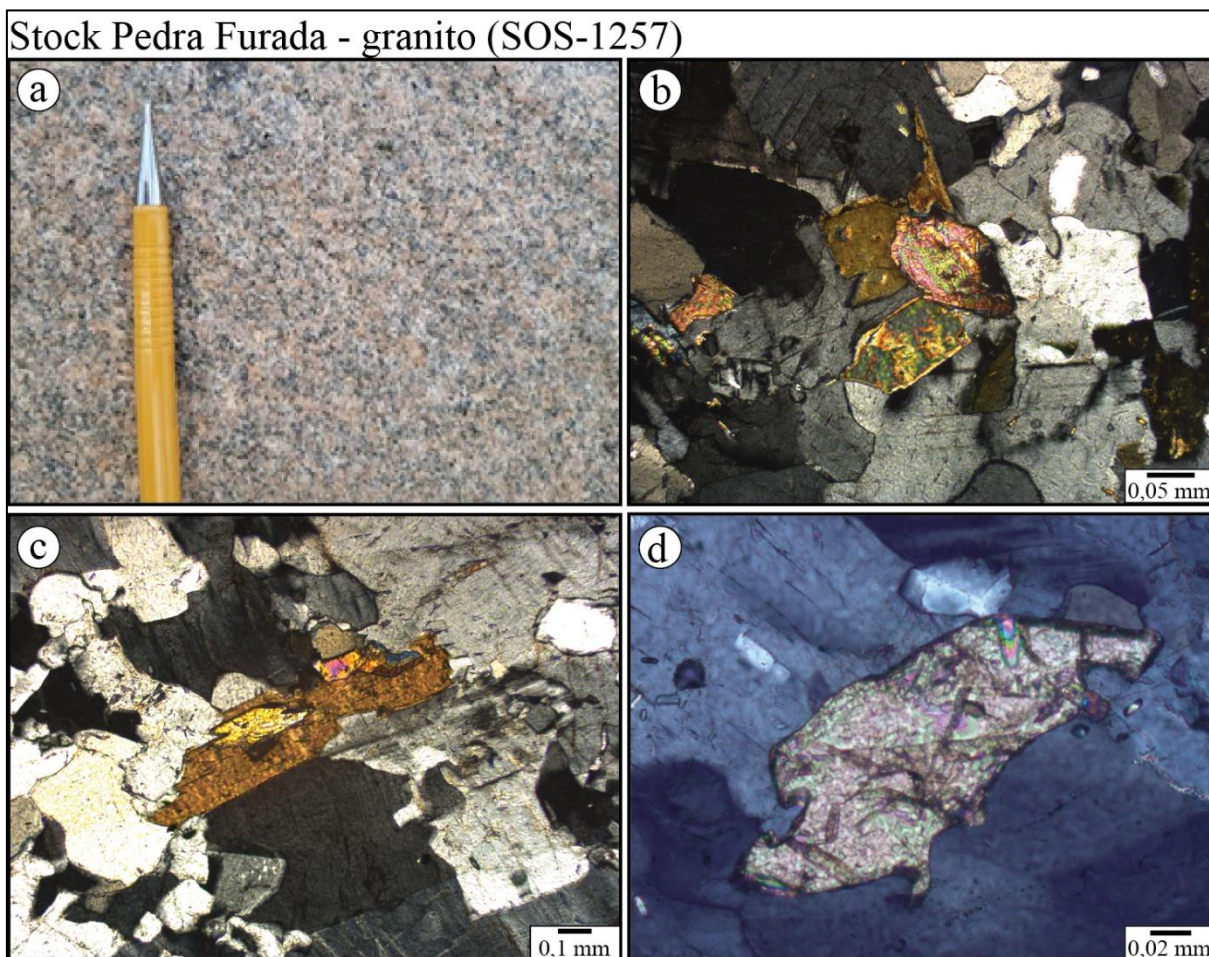


Figura 22 – Aspectos petrográficos do granito SOS-1257. (a) Feições de campo do granito, com cor rosa, granulação fina e estrutura foliada. (b e c) Fotomicrografias a nicóis cruzados exibindo textura equigranular e cristais de titanita subédricos associados à biotita, a qual define a foliação da rocha. (d) Fotomicrografia a nicóis cruzados mostrando, em detalhe, um cristal de titanita subédrico com inclusões de zircão.

4.2.3 Resultados geocronológicos U–Pb em titanita do granito SOS-1257

O granito SOS-1257 produziu cristais de titanita prismáticos, predominantemente subédricos e com 150-350 μm de tamanho. As imagens de ERE (Figura 23) não exibem zoneamento interno, mas são frequentes microfraturas e feições de alteração, as quais se desenvolveram preferencialmente ao longo do fraturamento. Além disso, são comuns inclusões prismáticas, com menos de 10 μm a aproximadamente 30 μm de comprimento.

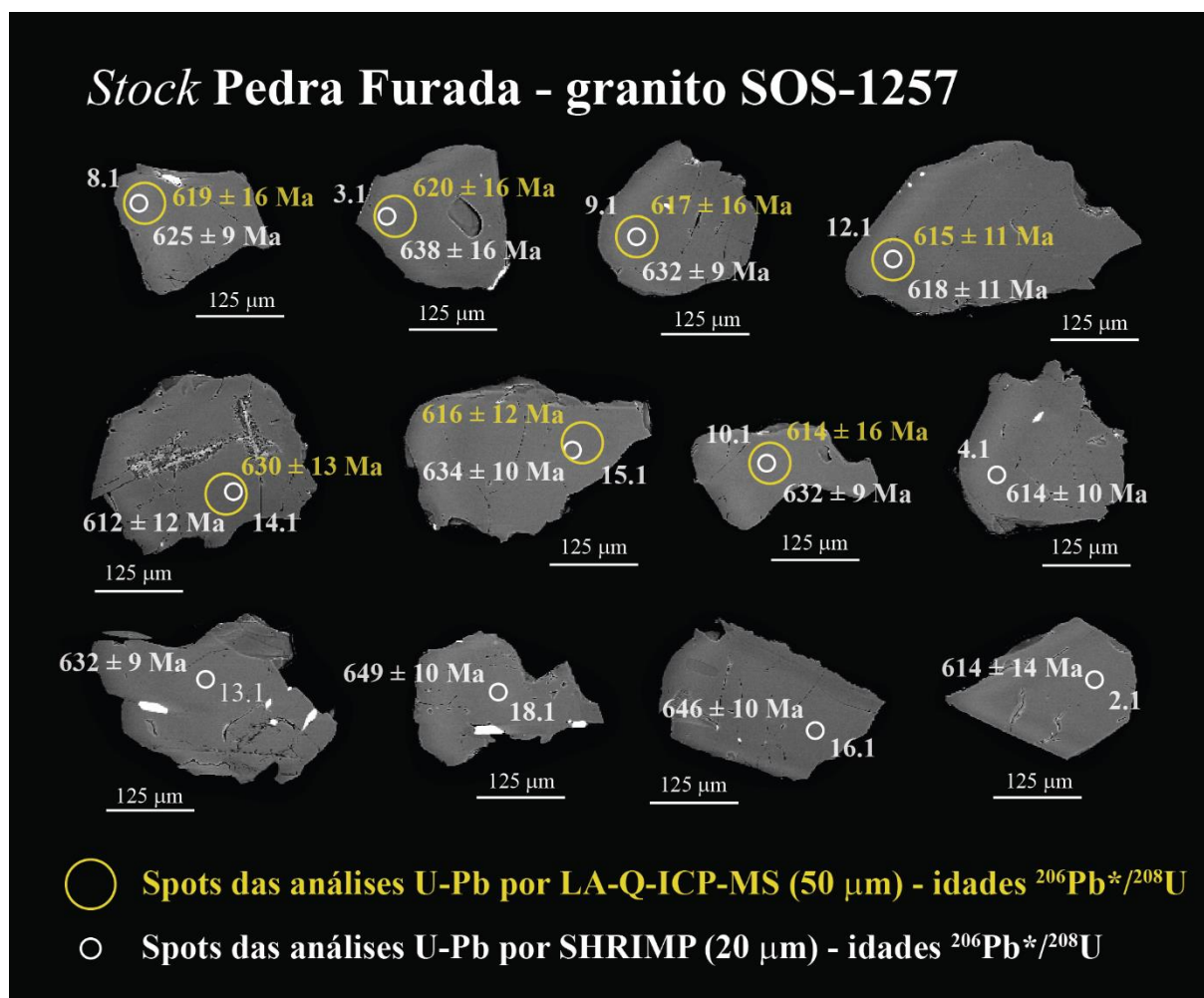


Figura 23 – Imagens de ERE das titanitas representativas do granito SOS-1257, com a posição das análises pontuais (spots) por LA-Q-ICP-MS e SHRIMP.

Foram realizadas 42 análises pontuais por LA-Q-ICP-MS nas titanitas do granito SOS-1257 (Figura 24a), as quais mostraram contribuição de Pb comum alta e heterogênea, com valores de $^{204}\text{f}_{206}$ variando entre 3,7 e 13%. Os pontos analíticos concordantes (discordância < 1%) e com Pb comum < 8% forneceram uma média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $634,9 \pm 7,4$ Ma (2σ ; $n = 7$; MSWD = 0,21), que é idêntica à idade concordante de $634,8 \pm 7,0$ Ma (Figura 24a). Para os dados sem correção de Pb, foi acrescentado no cálculo das idades um ponto subconcordantes com 12,6% de Pb comum, o que aumentou o espalhamento ao longo da

reta Pb–Pb* no diagrama Tera-Wasserburg (Figura 24b). A regressão linear desses dados forneceu uma idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto inferior de 636 ± 15 Ma (95% de conf.; $n = 8$; MSWD = 0,21), assim como uma estimativa da razão $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial por intercepto superior de $1,00 \pm 0,33$ (Figura 24b). Este valor foi utilizado para calcular as idades corrigidas para o ^{207}Pb , com média ponderada de $634,1 \pm 8,9$ Ma (2σ ; $n = 8$; MSWD = 0,02). A composição de Pb comum definida pelo *y-intercept* é ligeiramente menos radiogênica do que a estimativa do modelo de Stacey & Kramers (1975), com razão $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ em 630 Ma igual a 0,88. Este valor foi utilizado para ancorar a composição de Pb no diagrama Tera-Wasserburg, fornecendo uma idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto de 633 ± 11 Ma (95% de conf.; $n = 8$; MSWD = 0,08), bem como uma média ponderada das idades corrigidas para o ^{207}Pb de $631,2 \pm 7,0$ Ma (2σ ; $n = 8$; MSWD = 0,07). O erro a 1σ sobre a razão $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$ variou entre 2,5–3,9%, enquanto para as razões totais $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ e $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ variou entre 1,0–2,5% e 1,1–2,0%, respectivamente.

Além disso, foram conduzidas 18 análises pontuais por SHRIMP IIe nos cristais de titanita dessa amostra (Figura 24c e d). A proporção de Pb comum nessas análises também foi alta e heterogênea, com valores de $^{204}\text{f}_{206}$ variando entre 4,2 e 12,3 %, com um único ponto com $^{204}\text{f}_{206}$ igual a 17%. Estes valores são coerentes com o conteúdo de Pb comum definido por LA-Q-ICP-MS. Cinco pontos analíticos com discordância $> 10\%$ e/ou conteúdo de Pb comum $> 8\%$ foram descartados do cálculo das idades corrigidas para o ^{204}Pb . Os pontos concordantes forneceram uma média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $631,7 \pm 5,4$ Ma (2σ ; $n = 13$; MSWD = 0,97), a qual é idêntica à idade concordante de $631,8 \pm 5,4$ Ma (Figura 24c). A regressão linear dos dados sem correção de Pb, em diagrama Tera-Wasserburg, foi ancorada pelo $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial estimado pelo modelo de Stacey & Kramers (1975), fornecendo uma idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ por intercepto de $633,8 \pm 8,8$ Ma (95% de conf.; $n = 16$; MSWD = 0,98). Utilizando a mesma composição de Pb inicial, foi obtida uma média ponderada das idades corrigidas para o ^{207}Pb de $629,6 \pm 5,0$ Ma (2σ ; $n = 16$; MSWD = 1,08), como mostra a Figura 24d. As idades SHRIMP são concordantes entre si e, dentro dos limites de erro, com as idades obtidas por LA-Q-ICP-MS.

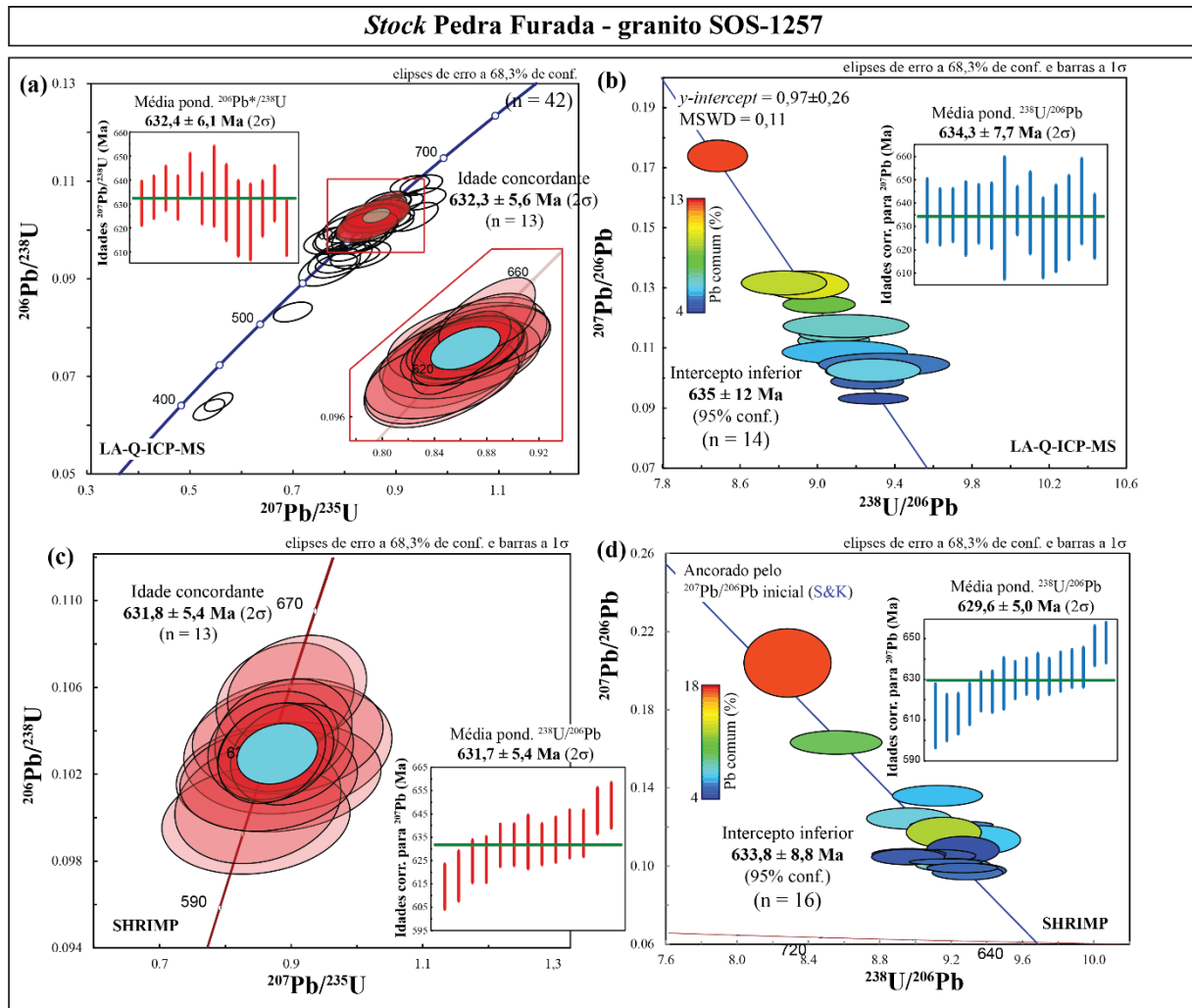


Figura 24 – Diagramas Concórdia e Tera-Wasserburg com resultados U–Pb obtidos nas titanitas do granito SOS-1257 por LA-Q-ICP-MS (Laboratório Pará-Iso) e por SHRIMP (CPGEO-USP). (a) diagrama Concórdia com os dados corrigidos para Pb comum, mostrando idade concordante e média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$. As elipses em preto foram descartadas do cálculo das idades; (b) diagrama Tera-Wasserburg com intercepto superior ($y\text{-intercept}$) e inferior (idade $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$) definidos pela regressão linear dos dados sem correção de Pb comum; e (c) diagrama Concórdia com os dados obtidos por SHRIMP, mostrando a idade concordante e a média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$; e (d) Dados SHRIMP sem correção de Pb comum, plotados em diagrama Tera-Wasserburg e ancorados pela composição de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial estimada por Stacey & Kramers (1975), com idade definida por intercepto inferior e média ponderada das idades corrigidas pelo ^{207}Pb .

4.3 DISCUSSÃO E INTERPRETAÇÕES

As análises por LA-Q-ICP-MS (Pará-Iso, UFPA) e por SHRIMP nas titanitas do ortogneisse JAP-02A forneceram, respectivamente, uma média ponderada das idades corrigidas para o ^{207}Pb de $2047,3 \pm 6,1$ Ma e uma média ponderada das idades $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ de 2051 ± 10 Ma. Os dados obtidos por LA-Q-ICP-MS e com correção de Pb baseada no ^{204}Pb forneceram idades $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ mais jovens, com média ponderada de 2027 ± 12 Ma, bem como uma idade concordante de $2033,1 \pm 4,0$ Ma. Estas idades mais jovens obtidas no Laboratório Pará-Iso indicam que a correção baseada no ^{204}Pb não foi apropriada, uma vez que as idades corrigidas para o ^{207}Pb são concordantes com a idade SHRIMP. Os zircões deste ortogneisse foram datados por LA-MC-ICP-MS por Pinto (2020) e forneceram idades concordantes de 2696

± 16 Ma e 2651 ± 18 Ma, sendo a mais antiga interpretada pelo autor como a idade de cristalização neoarqueana do protólito. As idades de titanita em torno de 2,05 Ga, obtidas neste trabalho, registram o evento metamórfico que afetou o protólito granodiorítico do ortogneisse durante o Neoriaciano. As temperaturas de fechamento para difusão de Pb em titanitas naturais variam entre 650 e 780 °C (Scott & St-Onge 1995, Pidgeon *et al.* 1996, Kohn & Corrie 2011, Spencer *et al.* 2013). Isto sugere que as idades U–Pb em titanitas do ortogneisse representam o crescimento da titanita durante o evento metamórfico/deformacional, sob condições de fácies anfibolito superior. Outra possibilidade seria a reabertura e fechamento, durante um evento tectono-termal no final do Riacciano, do sistema U–Pb de titanitas magmáticas arqueanas do ortogneisse. Esta é a primeira evidência geocronológica de um evento metamórfico de alto grau há 2,05 Ga nas rochas do embasamento arqueano da porção norte do Bloco Amapá, o qual está relacionado ao estágio tardi-Transamazônico (2,07-2,02 Ga) da evolução geodinâmica do Sudeste do Escudo das Guianas na transição Riacciano-Orosiriano. Esta fase tardi-orogênica é marcada pela colocação de corpos graníticos, bem como por metamorfismo de alto grau e migmatização em escala regional (Vanderhaeghe *et al.* 1998, Delor *et al.* 2003, Rosa-Costa *et al.* 2006, Enjolvy 2008, Gorayeb *et al.* 2021). Essas interpretações são coerentes com o evento de granulitização que afetou a borda nordeste do Bloco Amapá, cujo pico metamórfico se deu em 2,06-2,04 Ga, registrado pelos granulitos e charnockitos do Complexo Tartarugal Grande (Avelar 2002, Enjolvy 2008, Oliveira *et al.* 2008, Gorayeb *et al.* 2021, Milhomem Neto *et al.* 2022). Além disso, o Bloco Amapá também experimentou magmatismo tardi-colisional em torno de 2,04-2,05 Ga. Este magmatismo é representado pelo Granito Carrapatinho, com idades Pb–Pb de 2055 ± 6 Ma (Avelar 2002) e U–Pb de 2041 ± 16 Ma (Milhomem Neto & Lafon 2020), bem como por um corpo monzogranítico da Suíte Intrusiva Igarapé Careta, com idade Pb–Pb de 2049 ± 2 Ma (Rosa-Costa *et al.* 2006).

A amostra STG-179B representa o paleossoma de um ortogneisse diorítico migmatítico. As análises nas titanitas do paleossoma forneceram idades $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ de 2112 ± 12 Ma, definida por LA-Q-ICP-MS, e de 2114 ± 11 Ma, obtida por SHRIMP. As duas idades são concordantes entre si e com as idades corrigidas para o ^{207}Pb , cuja média ponderada foi de 2111 ± 11 Ma. A idade de cristalização do protólito diorítico do ortogneisse foi registrada em 2139 ± 1 Ma por evaporação de Pb em zircão (Lafon *et al.* 2003). Além disso, os autores obtiveram uma idade U–Pb por ID-TIMS de 2105 ± 27 Ma para as titanitas do ortogneisse, o que marca o evento de metamorfismo/migmatização da rocha. Portanto, as idades em titanita em torno de 2112 Ma, obtidas neste trabalho para o paleossoma STG-179B, estão em concordância, dentro dos limites de erro, com a idade previamente obtida por Lafon *et al.* (2003) nas titanitas do

ortognaise. As análises por LA-Q-ICP-MS das titanitas do metatonalito B107 forneceu uma idade concordante de $2104,4 \pm 5,6$ Ma, a qual é similar à média ponderada das idades corrigidas para o ^{207}Pb de $2108,6 \pm 7,4$ Ma. A idade de cristalização da amostra B107 foi previamente definida por Milhomem Neto & Lafon (2020), que reportam uma idade de 2139 ± 12 Ma. Além disso, Nomade *et al.* (2002) obtiveram idades Ar-Ar em hornblenda e biotita de 2054 ± 4 Ma e 1995 ± 4 Ma, respectivamente. Segundo os autores, essas duas idades estão marcando o fechamento do sistema Ar-Ar para cada mineral, em decorrência de resfriamento após evento termal. Dessa forma, as titanitas do paleossoma STG-179B e do metatonalito B107 provavelmente estão registrando um evento metamórfico regional de alto grau em torno de 2,11-2,10 Ga. Este evento estaria relacionado ao estágio colisional da evolução geodinâmica do Sudeste do Escudo das Guianas, o qual é marcado por extenso magmatismo granítico e metamorfismo/migmatização de granitoides e sequências metavulcano-sedimentares, em decorrência da colisão de arco continental (Domínio Lourenço) com o Bloco Amapá (Delor *et al.* 2003, Viana *et al.* 2020). Alternativamente, considerando que o metatonalito B107 não apresenta sinal de deformação, as idades das titanitas poderiam ser interpretadas como resultado de resfriamento magmático a partir de sua cristalização/colocação em 2139 ± 12 Ma (U-Pb em zircão; Milhomem Neto & Lafon 2020). No entanto, as duas hipóteses estão de acordo com as idades Ar-Ar da amostra B107, uma vez que a temperatura de fechamento do sistema U-Pb em titanita ($650\text{--}780^\circ\text{C}$) é maior do que aquelas para o sistema Ar-Ar em hornblenda ($\sim 530^\circ\text{C}$) e biotita ($\sim 350^\circ\text{C}$).

As análises por LA-Q-ICP-MS conduzidas nas titanitas do granito SOS-1257 forneceram uma média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $634,9 \pm 7,4$ Ma, a qual é idêntica à média ponderada das idades corrigidas para o ^{207}Pb de $634,1 \pm 8,9$ Ma. Nessa amostra, as análises por SHRIMP forneceram uma média ponderada das idades $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ de $631,7 \pm 5,4$ Ma, que é similar, dentro dos limites de erro, com as idades determinadas por LA-Q-ICP-MS. As idades em torno de 630 Ma do granito SOS-1257 são interpretadas como a melhor estimativa para a idade de cristalização/colocação do Plúton Pedra Furada. Como comentado anteriormente, frações de titanitas de uma amostra do plúton foram previamente datadas por U-Pb ID-TIMS e forneceram uma idade mais jovem de $570,6 \pm 8,8$ Ma (Bueno *et al.* 2009). No entanto, as titanitas analisadas por estes autores apresentaram elevado grau de discordância ou discordância inversa, composição heterogênea de U, Th e Pb, bem como alto conteúdo de Pb comum, com razões $^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb} > 80$, correspondentes a valores de $^{204}f_{206}$ superiores a 22%. Um estudo textural detalhado demonstrou que as titanitas do granito SOS-1257 registram transformações tardi-magmáticas, resultando na formação de óxidos e carbonatos secundários

(Pereira *et al.* 2023). Além disso, é desafiador obter uma idade representativa por métodos de dissolução em cristais texturalmente complexos, uma vez que não há como ter um controle textural. Portanto, considerado a complexidade das titanitas do Plúton Pedra Furada, as idades ID-TIMS mais jovens podem representar uma mistura de domínios ígneos e domínios alterados, fornecendo uma idade sem sentido geológico (Pereira *et al.* 2023).

CAPÍTULO 5 CONCLUSÕES

Os resultados obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso demonstram a viabilidade da metodologia U–Pb *in situ* em titanita, a qual se encontra em rotina no laboratório. Os resultados demonstram reprodutibilidade, exatidão e precisão, com incertezas a 2σ inferiores a 2%, exceto para a titanita CKHB, cujos erros variaram entre 1-4%. O protocolo analítico, implementado no presente trabalho, foi validado a partir de datação por SHRIMP IIe das titanitas Khan e CKHB e de algumas amostras, cujas idades são similares às aquelas obtidas por LA-Q-ICP-MS. As idades de 1044 ± 11 Ma, 518 ± 5 Ma, 318 ± 21 Ma e $93,9 \pm 2,9$ Ma das titanitas Tory Hill, Kahn, Mud Tank e CKHB apresentam boa concordância com as idades ID-TIMS de 1039 ± 23 Ma (Fisher *et al.* 2020), 515-522 Ma (Kinny *et al.* 1994, Heaman 2009, Mazoz *et al.* 2022), $319,20 \pm 0,36$ Ma e $94,29 \pm 0,15$ Ma (Fisher *et al.* 2020), respectivamente. A titanita Khan mostrou-se mais adequada para uso como material de referência primário, devido ao seu conteúdo de Pb comum baixo e homogêneo, alto sinal analítico e razões radiogênicas U–Pb homogêneas. Os demais materiais de referência apresentaram uma contribuição de Pb comum mais alta e heterogênea, especialmente a titanita CKHB, cujos valores de $^{204}f_{206}$ variaram entre 7,6 e 26%. A titanita Tory Hill apresentou idades distintas de acordo com a abordagem de correção de Pb comum, isto porque a estimativa de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial por intercepto superior é mais radiogênica do que aquela prevista pelo modelo de Stacey & Kramers (1975). Neste caso, a correção de Pb comum baseada no ^{204}Pb foi menos efetiva, fornecendo uma idade mais jovem do que aquela corrigida para o ^{207}Pb , a qual foi calculada utilizando a composição de Pb inicial estimada em diagrama Tera-Wasserburg. Além disso, devido à afinidade da titanita com Pb inicial, a correção de interferência isobárica do ^{204}Hg e quantificação do ^{204}Pb é outro fator que influencia diretamente na correção de ^{204}Pb , especialmente para análises cujo conteúdo de Pb comum é elevado. Dessa forma, para as análises U–Pb em titanita por LA-Q-ICP-MS, é importante adotar um tratamento do Pb comum utilizando as abordagens de correção baseadas no ^{204}Pb e ^{207}Pb .

As titanitas do ortognaisse granodiorítico JAP-02A, do Complexo Guianense, forneceram uma idade de $2047,3 \pm 6,1$ Ma corrigida para o ^{207}Pb , a qual é concordante com a idade $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ de 2051 ± 10 Ma obtida por SHRIMP. A correção baseada no ^{204}Pb fornece uma idade $^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^*$ mais jovem de 2027 ± 12 Ma. Esta diferença pode estar na eficácia da quantificação do ^{204}Pb , uma vez que a estimativa de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial da amostra é idêntica àquela prevista pelo modelo de Stacey & Kramers (1975). Esta idade em torno de 2050 Ma é interpretada como a idade de metamorfismo do protólito granodiorítico neoarqueano do ortognaisse, relacionado ao estágio tardi-Transamazônico (2,07-2,02 Ga). Este é um registro

geocronológico inédito de metamorfismo de alto grau há 2,05 Ga em rochas do embasamento arqueano do norte do Bloco Amapá. Este resultado é correlato ao evento de granulitização que afetou a borda nordeste do bloco, com pico metamórfico em 2,06-2,04 Ga (Avelar 2002, Enjoly 2008, Oliveira *et al.* 2008, Gorayeb *et al.* 2021, Milhomem Neto *et al.* 2022). As idades concordantes de $2111 \pm 4,5$ Ma e $2104 \pm 5,6$ Ma foram obtidas, respectivamente, nas titanitas do paleossoma STG-179B e do metatonalito B107 do Complexo Laussat. Estas idades registram um evento metamórfico de alto grau em 2,11-2,10 Ga, associado ao estágio de colisão de arcos continentais (Domínio Lourenço) com o Bloco Amapá, o qual é marcado por intenso metamorfismo e migmatização (Delor *et al.* 2003, Lafon *et al.* 2003, Tavares *et al.* 2003, Rosa-Costa *et al.* 2006, Vianna *et al.* 2020). No entanto, segundo Nomade *et al.* (2002) e Delor *et al.* (2003), que classificam a amostra B107 como um tonalito sem deformação; portanto, a idade de $2104 \pm 5,6$ Ma poderia ser interpretada, alternativamente, como resfriamento magmático a partir da colocação do tonalito, datada em 2139 ± 12 Ma por U–Pb em zircão (Milhomem Neto & Lafon 2020). A idade de $634,9 \pm 7,4$ Ma fornecida pelas titanitas do granito SOS-1257 do Plúton Pedra Furada são interpretadas como a melhor estimativa da idade de cristalização/colocação do plúton. Isto reforça o potencial do método U–Pb em titanita em definir idade de cristalização em granitos cuja datação U–Pb em zircões é inviabilizada pelo estado avançado de metamitização.

REFERÊNCIAS

- Aleinikoff J.N., Wintsch R.P., Fanning C.M., Dorais M.J. 2002. U–Pb geochronology of zircon and polygenetic titanite from the Glastonbury Complex, Connecticut, USA: an integrated SEM, EMPA, TIMS, and SHRIMP study. *Chemical Geology*, **188**:125–147.
- Almeida F.F.M., Hasui Y., Brito Neves B.B., Fuck R.A. 1981. Brazilian structural provinces: An introduction. *Earth Science Research*, **17**:1–29.
- Avelar V.G. 2002. *Geocronologia Pb–Pb em zircão e Sm–Nd em rocha total da porção centro-norte do Estado do Amapá – Brasil*: implicações para a evolução geodinâmica do setor oriental do Escudo das Guianas. PhD Thesis, Universidade Federal do Pará – Brasil. 213 p.
- Avelar V.G., Lafon J.M., Delor C., Guerrot C., Lahondère D. 2003. Archean crustal remnants in the easternmost part of the Guiana Shield: Pb–Pb and Sm–Nd geochronological evidence for Mesoarchean versus Neoarchean signatures. *Géologie de la France*, **2**(3–4):83–100.
- Barbosa J.P.O. & Chaves C.L. 2015. *Geologia e recursos minerais da Folha Macapá - NA.22-Y-D, Estado do Amapá, Escala 1:250.000*. Belém, CPRM – Serviço Geológico do Brasil, p. 116.
- Barreto C.J.S., Lafon J.M., Rosa-Costa L.T., Dantas E.L. 2013. Paleoproterozoic granitoids from the northern limit of the Archean Amapá block (Brazil), Southeastern Guyana Shield: Pb–Pb evaporation in zircons and Sm–Nd geochronology. *Journal of South American Earth Sciences*, **45**:97–116.
- Best M.G. 2003. *Igneous and metamorphic petrology*. New York, Freeman, p. 758.
- Bhun B., Pimentel M., Matteini M., Dantas E. 2009. High spatial resolution analysis of Pb and U isotopes for geochronology by laser ablation multi-collector inductively coupled plasma mass spectrometry (LA-MC-ICP-MS). *Anais da Academia Brasileira de Ciências*, **81**(1):99–114.
- Bonamici C.E. & Blum T.B. 2020. Reconsidering initial Pb in titanite in the context of in situ dating. *American Mineralogist*, **105**:1672–1685.
- Bonamici C.E., Fanning C.M., Kozdon R., Fournelle J.H., Valley J.W. 2015. Combined oxygen-isotope and U–Pb zoning studies of titanite: new criteria for age preservation. *Chemical Geology*, **398**:70–84.
- Borghetti C., Philipp R.P., Mandetta P., Hoffmann I.B. 2018. Geochronology of the Archean Tumucumaque Complex, Amapá Terrane, Amazonian Craton, Brazil. *Journal of South American Earth Sciences*, **88**:294–311.
- Brito Neves B.B., Santos E.J., van Schmus W.R. 2000. Tectonic history of the Borborema Province. In: Cordani U.G., Milani E.J., Thomaz Filho A., Campos D.A. (eds.), *Tectonic Evolution of South America*. Rio de Janeiro, 31st International Geological Congress, 151–182.

- Caxito F.A., Santos L.C.M.L., Ganade C.E., Bendaoud A., Fettous E., Bouyo M.H. 2020. Toward an integrated model of geological evolution for NE Brazil-NW Africa: The Borborema Province and its connections to the Trans- Saharan (Benino-Nigerian and Tuareg shields) and Central African orogens. *Brazilian Journal of Geology*, **50**(2). <https://doi.org/10.1590/2317-4889202020190122>.
- Chemale Jr.F., Kawashita K., Dussin I.V., Ávila J.N., Justino D., Bertotti A. 2012. U–Pb zircon in situ dating with LA-MC-ICP-MS using a mixed detector configuration. *Anais da Academia Brasileira de Ciências*, **84**(2):275-295.
- Chen J.H. & Moore J.G., 1982. Uranium–lead isotopic ages from the Sierra Nevada batholith, California. *J. Geophys. Res.*, **87**:4761–4784.
- Cherniak D.J. & Watson E.B. 2000. Pb diffusion in zircon. *Chemical Geology*, **172**:5-24.
- Cherniak D.J. 1993. Lead diffusion in titanite and preliminary results on the effects of radiation damage on Pb transport. *Chemical Geology*, **110**:177–194.
- Cherniak D.J. 1995. Diffusion of lead in plagioclase and Kfeldspar, an investigation using Rutherford backscattering and resonant nuclear reaction analysis. *Contrib. Mineral. Petrol.*, **120**:358–371.
- Cherniak D.J., Watson E.B., Grove M., Harrison T.M. 2004. Pb diffusion in monazite: a combined RBS/SIMS study. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **68**(4):829–840.
- Chew D.M., Petrus J.A., Kamber B.S. 2014. U–Pb LA-ICPMS dating using accessory mineral standards with variable common Pb. *Chemical Geology*, **363**:185-199.
- Cioffi C.R., Campos Neto M.C., Möller A., Rocha B.C. 2019. Titanite petrochronology of the southern Brasília Orogen basement: effects of retrograde net-transfer reactions on titanite trace element compositions. *Lithos*, **344–345**:93–408.
- Compston W., Williams I.S., Kirschvink J.L., Zichao Z., Guogan M.A. 1984. Zircon U–Pb ages for the Early Cambrian time-scale. *Journal of the Geological Society*, **149**:171–184.
- Cordani U.G., Texeira W., D’Agrella-Filho M.S., Trindade R.I. 2009. The position of the Amazonian Craton in supercontinentes. *Gondwana Research*, **15**:396–407.
- Davison I. & Santos R.A. 1989. Tectonic evolution of the Sergipano Fold Belt, NE Brazil, during the Brasiliano Orogeny. *Precambrian Research*, **45**:319–342
- Deer W.A., Howie R.A., Zussman J. 1992. *Rock-forming minerals*, 2nd ed. London, Longmans. p. 696.
- Delgado I.M., Souza J.D., Silva L.C., Silveira Filho N.C., Santos R.A., Silva A.J., Pedreira da, Guimarães J.T., Angelim L.A., Vasconcelos A.M., Gomes I.P., Lacerda Filho J.V., Valente C.R., Perrota M.M., Heinick C.A. 2003. Província Borborema. In: Bizzi L.A., Schobbenhaus C., Vidotti R.M., Gonçalves J.H. (eds.). *Geologia, tectônica e recursos minerais do Brasil*. Brasília, DF, CPRM, p. 281-292.

Delor C., Lahondère D., Egal E., Lafon J.M., Cocherie A., Guerrot C., Rossi P., Truffert C., Theveniaut H., Phillips D., Avelar V.G. 2003. Transamazonian Crustal growth and reworking as revealed by the 1:500.000 scale geological map of French Guiana (2nd ed.). *Géologie de la France*, (2-3-4):5-58.

Enjoly R. 2008. *Processus d'accrétion crustale et régimes thermiques dans le bouclier des Guyanes: signatures géochimiques et thermochronologiques au transamazonien (2250-1950 Ma)*. PhD Thesis. Universidade de Montpellier II, França, 305p.

Essex R.M. & Gromet L.P. 2000. U–Pb dating of prograde and retrograde titanite growth during the Scandian orogeny. *Geology*, **28**(5):419-522.

Ferreira D.P.A. 2022. *Implantação da metodologia U–Pb em monazita por LA-ICPMS no laboratório de geologia isotópica da UFPA (Pará-Iso): aplicação em rochas de alto grau metamórfico da região central do Amapá, sudeste do Escudo das Guianas*. MS Dissertation. Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica, Instituto de Geociências, Belém, xvii, 121 f.

Fisher C.M., Bauer A.M., Luo Y., Sarkar C., Hanchar J.M., Vervoort J.D., Tapster S.R., Horstwood M., Pearson D.G. 2020. Laser ablation split-stream analysis of the Sm–Nd and U–Pb isotope compositions of monazite, titanite, and apatite – Improvements, potential reference materials, and application to the Archean Saglek Block gneisses. *Chemical Geology*, **539**: e119493.

Force E.R. 1991. *Geology of titanium-mineral deposits*. Tucson, Arizona, Geol. Soc. Am., (Spec. Pap., **259**).

Fraga L.M. & Cordani U. 2019. Early Orosirian tectonic evolution of the Central Guiana Shield: insights from new U–Pb SHRIMP data. In: SAXI- 11 Inter Guiana Geological Conference. Paramaribo, Suriname. *Anais[...]*, p. 59-62.

Fraga L.M., Lafon J.M., Tassinari C.C.G. 2020. Geologia e evolução tectônica das porções central e nordeste do Escudo das Guianas e sua estruturação em cinturões eo-orosirianos. In: Bartorelli A., Teixeira W., Brito Neves B.B. de.(eds.). *Geocronologia e evolução tectônica do Continente Sul-Americano: a contribuição de Umberto Giuseppe Cordani*. 1 ed. São Paulo, Solaris Edições Culturais. p. 92-110.

Frost B.R., Chamberlain K.R., Schumacher J.C. 2000. Sphene (titanite): phase relations and role as a geochronometer. *Chemical Geology*, **172**:131–148.

Frost B.R. & Lindsley D.H. 1991. Occurrence of iron–titanium oxide minerals in igneous rocks. *Rev. Mineral*, **25**:433–486.

Ganade C.E., Weinberg R.F., Caxito F.A., Lopes L.B.L., Tesser L.R., Costa I.S. 2021. Decratonization by rifting enables orogenic reworking and transcurrent dispersal of old terranes in NE Brazil. *Scientific Reports* 2021 **11**(111):1–13.

Gao XY, Zheng YF, Chen YX, Guo J. 2012. Geochemical and U–Pb age constrains on the occurrence of polygenetic titanites in UHP metagranite in the Dabie orogen. *Lithos*, **136**:93–108.

- Garber J.M., Hacker B.R., Kylander-Clarck A.R.C., Stearns M. 2017. Controls on Trace Element Uptake in Metamorphic Titanite: Implications for Petrochronology. *Journal of Petrology*, **58**(6):1031-1058.
- Gorayeb P.S.S., Paiva H.P.S., Lafon J.M., Rosa-Costa L.T., Dantas E.L. 2021. Petrology and crustal evolution of the Tartarugal Grande Granulitic Complex – Northeastern Amazonian Craton. *Journal of South American Earth Sciences*, **112**:103549
- Hartnady M.I.H., Kirkland C.L. Clarck C., Spaggiari C., Smithies R.H., Evans N.J., McDonald B.J. Titanite dates crystallization: slow Pb diffusion during super-solidus re-equilibration. *J. Metamorph Geol.*, **37**:823–838.
- Hayden L.A., Watson E.B., Wark D.A. 2008. A thermobarometer for sphene (titanite). *Contrib Mineral Petrol*, **155**:529–540.
- Heaman L.M. 2009. The application of U–Pb geochronology to mafic, ultramafic and alkaline rocks: An evaluation of three mineral standards. *Chemical Geology*, **261**:43-52.
- Hollister L.S. 1970. Origin, mechanism, and consequences of compositional sector-zoning in staurolite. *Am. Mineral*, **55**:742–766.
- Horstwood M.S.A., Foster G.L., Parrish R.R., Noble S.R., Nowell G.M. 2003 Common-Pb corrected in situ U–Pb accessory mineral geochronology by LA-MC-ICP-MS. *J. Anal. At. Spectrom.*, **18**:837–846.
- Kennedy A.K. 2010. Grenville skarn titanite: potential reference material for SIMS U–Th–Pb analysis. *The Canadian Mineralogist*, **8**:1423–1443.
- Kinny P.D, McNaughton N.J., Fanning C.M., Maas R. 1994. 518 Ma sphene (titanite) from the Khan Pegmatite, Namibia, southwest Africa: a potential ion-microprobe standard. *ICOG8, US Geol. Surv. Circ., Berkeley*. **1107**:171.
- Kirkland C.L., Fougereuse D., Reddy S.M., Hollis J., Saxey D.W. 2018. Assessing the mechanisms of common Pb incorporation into titanite. *Chemical Geology*, **483**:558–566.
- Kirkland C.L., Hollis J., Danišík M., Petersen J., Evans N.J., McDonald B.J. 2017. Apatite and titanite from the Karrat Group, Greenland; implications for charting the thermal evolution of crust from the U–Pb geochronology of common Pb bearing phases. *Precambrian Research*, **300**:107–120.
- Kirkland C.L., Spaggiari C.V., Johnson T.E., Smithies R.H., Danišík M., Evans N., Wingate M.T.D. 2016. Grain size matters: implications for element and isotopic mobility in titanite. *Precamb. Res.*, **278**:283–302.
- Kohn M. & Corrie S.L. 2011. Preserved Zr-temperatures and U–Pb ages in high-grade metamorphic titanite: Evidence for a static hot channel in the Himalayan orogen. *Earth and Planetary Science Letters*, **311**:136-143.
- Kohn M.J. 2017. Titanite petrochronology. *Reviews in Mineralogy & Geochemistry*, **83**:419-441.

Kylander-Clark A.R.C. 2017. Petrochronology by laser-ablation inductively coupled plasma mass spectrometry. *Reviews in Mineralogy & Geochemistry*, **83**:183–198.

Lafon J.M., Delor C., Théveniaut H., Krymsky R., Tavares R.P.S., Roig J-Y. 2003. Isotopic deciphering of rhyacian crustal evolution along the northern Oyapok river: new constraints from Sm-Nd, U-Pb and Pb-Pb geochronology. *Simpósio de Geologia da Amazônia* 8. Manaus, Anais..., p. 66–69.

Lafon J.M., Milhomem Neto J.M., Pinto J.A.E., Barros L.D. 2022. U-Pb-Hf zircon geochronology of the northern border of the Archean Amapá Block, SE Guiana Shield: Further evidence of dominant Neoproterozoic magmatism. *SAXI- 12 Inter-Guiana Geological Conference*. Georgetown, Guyana. Anais..., p. 96–100.

Le Maitre R.W. 2002. *A classification of igneous rocks and glossary of terms*. 2nd Edition, London, 193 p.

Lucassen F., Franz G., Dulski P., Romer R.L., Rhede D. 2011. Element and Sr isotope signatures of titanite as indicator of variable fluid composition in hydrated eclogite. *Lithos*, **121**:12–24.

Ludwig K.R. 2003. *User's Manual for Isoplot/Ex version 3.00 – A Geochronology Toolkit for Microsoft Excel*. Berkeley Geochronological Center, 70 p (Special Publication 4).

Ma Q., Evans N.J., Ling X-X, Yang J-H, Wu F-Y, Zhao Z-D, Yang Y-H. 2019. Natural Titanite Reference Materials for In Situ U-Pb and Sm-Nd Isotopic Measurements by LA-(MC)-ICP-MS. *Geostandards and Geoanalytical Research*, **43**(3):355–384.

Mattinson J.M. 1986. Geochronology of high-pressure-low-temperature Franciscan metabasites: a new approach using the U-Pb system. *Mem.-Geol. Soc. Am.*, **164**:95–105.

Mazoz A., Gonçalves G.O., Lana C., Buick I.S., Corfu F., Kamo, Hao Wang H., Yue-Heng Yang Y-H, Scholz R., Queiroga G., Fu B., Martins L., Schannor M., Abreu A.T., Marly Babinski (8), Peixoto E., Roberto Ventura Santos R.V. 2022. Khan River and Bear Lake: Two Natural Titanite Reference Materials for High-Spatial Resolution U-Pb Microanalysis. *Geostandards and Geoanalytical Research*, **46**(4):701–733.

McReath I. & Faraco M.T.L. 2006. Paleoproterozoic greenstone – granite belts in Northern Brazil and the former Guiana shield – West African Craton province. *Geologia USP, Série Científica*, **5**(2):49–63.

Mezger K., Rawnsley C.M., Bohlen S.R., Hanson G.N. 1991. U-Pb garnet, sphene, monazite, and rutile ages: implications for the duration of high-grade metamorphism and cooling histories, Adirondack Mts. *New York. J. Geol.*, **99**:415–428.

Milhomem Neto J.M., Lafon J.M., Ferreira D.P., Miranda S.S., Dantas E.L. 2022. High-grade metamorphism in the central region of Amapá, Northern Brazil: age constraints from in situ U-Pb dating of monazite and zircon. In: *SAXI- 12 Inter-Guiana Geological Conference*. Georgetown, Guyana. Anais[...], p. 105–109.

Milhomem Neto J.M. & Lafon J.M. 2020. Crustal growth and reworking of Archean crust within the Rhyacian domains of the southeastern Guiana Shield, Brazil: evidence from zircon U–Pb–Hf and whole-rock Sm–Nd geochronology. *Journal of South American Earth Sciences*, **103**, e102740.

Milhomem Neto J.M. & Lafon J.M. 2019. Zircon U–Pb and Lu–Hf isotope constraints on Archean crustal evolution in Southeastern Guyana Shield. *Geoscience Frontiers*, **10**:1477–1506.

Neves S.P. 2021. Comparative geological evolution of the Borborema Province and São Francisco Craton (eastern Brazil): decratonization and crustal reworking during West Gondwana assembly and implications for paleogeographic reconstructions. *Precambrian Research*, **355**, 106119.

Neves S.P., Bruguier O., Silva J.M., Rangel da, Mariano G., Silva Filho A.F., Teixeira C.M.L. 2015. From extension to shortening: Dating the onset of the Brasiliano Orogeny in eastern Borborema Province (NE Brazil). *Journal of South American Earth Sciences*, **58**:238–256.

Neves S.P., Rangel da S. J.M., Bruguier O. 2016. The transition zone between the Pernambuco-Alagoas Domain and the Sergipano Belt (Borborema Province, NE Brazil): geochronological constraints on the ages of deposition, tectonic setting and metamorphism of metasedimentary rocks. *Journal of South American Earth Sciences*, **72**:266–278.

Nomade S., Féraud G., Chen Y., Pouclet A. 2002. Thermal and tectonic evolution of the paleoproterozoic Transamazonian orogen as deduced from $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and AMS along the Oyapok river (French Guyana). *Precambrian Research*, **114**:35–53.

Oliveira E.C., Lafon J.M., Gioia S.M.C.L., Pimentel M.M. 2008. Datação Sm–Nd em rocha total e granada do metamorfismo granulítico da região de Tartarugal Grande, Amapá Central. *Revista Brasileira de Geociências*, **38**:116–129.

Oliveira E.P., Windley B.F., Araújo M.N.C. 2010. The Neoproterozoic Sergipano Orogenic Belt, NE Brazil: a complete plate tectonic cycle in Western Gondwana. *Precambrian Research*, **181**:64–84.

Oliveira E.P., Windley B.F., McNaughton N.J., Bueno J.F., Nascimento R.S., Carvalho M.J., Araújo M.N.C. 2017. The Sergipano Belt. In: Heilbron M., Cordani U.G., Alkmim F.F. (eds.), *São Francisco Craton, Eastern Brazil: tectonic genealogy of a miniature continent*. Cham, Springer International Publishing, p.241–254.

Paterson B.A., Stephens W.E., Herd D.A. 1989 Zoning in granitoid accessory minerals as revealed by backscattered electron imagery. *Mineral Mag*, **53**:55–61.

Pereira F.S., Conceição H., Marinho M.M., Milhomem Neto J.M., Rosa M.L.S., Lafon J.M. Submetido. *Geoscience Frontiers*. Late Cryogenian–Ediacaran magmatism in the Southeast Borborema Province, NE Brazil: ages, sources, petrogenesis, and tectonic setting.

Pidgeon R.T., Bosch D., Bruguier O. 1996. Inherited zircon and titanite U–Pb systems in an Archean syenite from southwestern Australia: implications for U–Pb stability of titanite. *Earth Planetary Sci. Lett.*, **141**:187–198.

Pinto J.A.E. 2020. *Geocronologia U–Pb e geoquímica isotópica Nd–Hf de rochas arqueanas da porção Norte do Bloco Amapá, Sudeste do Escudo das Guianas - AP*. Trabalho de Conclusão de Curso; (Graduação em Geologia) - Universidade Federal do Pará, xv, 75p.

Ricci P.S.F., Carvalho J.M.A., Rosa-Costa L.T., Klein E.L., Vasquez M.L., Vale A.G., Macambira E.M.B., Araújo O. J.B. 2001. Geologia e Recursos Minerais do projeto RENCA-Fase I. In: SBG, 7º Simpósio de Geologia da Amazônia, Belém, CPRM. *Anais[...]*, CD-ROM.

Romer RL & Rötzler J. 2003. Effect of metamorphic reaction history on the U–Pb dating of titanite. *Geol. Soc. Special Publ.*, **220**:147–158.

Romer RL & Rötzler J. 2011. The role of element distribution for the isotopic dating of metamorphic minerals. *Eur. J. Mineral.*, **23**:17–33.

Romer R.L. & Siegesmund S. 2003. Why allanite may swindle about its true age. *Contrib. Mineral. Petrol.*, **146**:297–307.

Romer RL & Xiao Y. 2005. Initial Pb–Sr(–Nd) isotopic heterogeneity in a single allanite–epidote crystal: implications of reaction history for the dating of minerals with low parent-to-daughter ratios. *Contrib. Mineral. Petrol.*, **148**:662–674.

Romer RL. 2001. Lead incorporation during crystal growth and the misinterpretation of geochronological data from low- $^{238}\text{U}/^{204}\text{Pb}$ metamorphic minerals. *Terra Nova*, **13**:258–263.

Rosa M.L.S., Conceição J.A., Marinho M.M., Pereira F.S., Conceição H. 2020. U–Pb SHRIMP dating of the Itabaiana Dome: a Mesoarchean basement inlier (2.83 Ga) in the Sergipano Orogenic System, Borborema Province. *Brazilian Journal of Geology* **50**, e20190106.

Rosa-Costa L. T., Lafon J.M., Delor C. 2006. Zircon geochronology and Sm–Nd isotopic study: further constraints for the Archean and Paleoproterozoic geodynamic evolution of the southeastern Guiana Shield, north of Brazil. *Gondwana Research*, **10**:277–300.

Rosa-Costa L.T., Chaves C.L., Klein E.L. 2014. *Geologia e recursos minerais da Folha Rio Araguari – NA.22-Y-B, Estado do Amapá*. Escala 1:250.000. Belém: CPRM. 159 p.

Rosa-Costa L.T., Chaves C.L., Silva C.M.G., Campos L.D., Abrantes B.K.C., Tavares F.M., Lago A.L. 2017. *Áreas de relevante interesse mineral: Reserva Nacional do Cobre e Associados – RENCA*. Belém, CPRM – Serviço Geológico do Brasil. Informe de Recursos Minerais. p.182 (Avaliação de Recursos Minerais. Série Províncias Minerais do Brasil, 12).

Rosa-Costa L.T., Lafon J.M., Cocherie A., Delor C. 2008. Electron microprobe U–Th–Pb monazite dating of the Transamazonian metamorphic overprint on Archean rocks from the Amapá Block, southeastern Guiana Shield, Northern Brazil. *Journal of South American Earth Sciences*, **26**:445–462.

Rosa-Costa L.T., Monié P., Lafon J.M., Arnaud N.O. 2009. ^{40}Ar – ^{39}Ar geochronology across Archean and Paleoproterozoic terranes from southeastern Guiana Shield (north of Amazonian Craton, Brazil): Evidence for contrasting cooling histories. *Journal of South American Earth Sciences*, **27**:113–128.

Rosa-Costa L.T., Ricci P.S.F., Lafon J.M., Vasquez M.L., Carvalho J.M.A., Klein E.L., Macambira E.M.B. 2003. Geology and geochronology of Archean and Paleoproterozoic domains of the southeastern Amapá and northwestern Pará, Brazil-southeastern Guiana Shield. *Géologie de la France*, **2**(3-4):101-120.

Santos J.O.S., Hartmann L.A., Faria M.S., Riker S.R., Souza M.M., Almeida M.E., McNaughton N.J. 2006. A compartimentação do cráton amazonas em províncias: avanços ocorridos no período 2000–2006. In: SBG, 9th Simpósio de Geologia da Amazônia. Belém, Actas[...].

Santos J.O.S., Hartmann L.A., Gaudette H.E., Groves D.I., McNaughton, N.J., Fletcher I.R. 2000. New understanding of the Amazon Craton provinces, based on field work and radiogenic isotope data. *Gondwana Research*, **3**:453–488.

Sato K. & Tassinari C.C.G. 1997. Principais eventos de acreção continental no Cráton Amazônico baseados em idade modelo Sm-Nd, calculada em evoluções de estágio único e estágio duplo. In: Costa M.L.C. & Angélica R.S. (coords.) *Contribuição à geologia da Amazônia*. SBG-NO, p. 91-142.

Sato K., Siga Junior O., Basei M.A.S., Tassinari C.C.G., Onoe A.T. 2016. SHRIMP U-Th-Pb analyses of titanites: analytical techniques and examples of terranes of the South-Southeast of Brazil – Geoscience Institute of the University of São Paulo. *Geol. USP, Sér. cient.*, **16**(2):3-18.

Schmitz M.D. & Bowring S.A. 2001. U–Pb zircon and titanite systematics of the Fish Canyon Tuff: an assessment of high precision U–Pb geochronology and its application to young volcanic rocks. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **65**(15):2571–2587.

Scibiorski E., Kirkland C.L., Kemp A.I.S., Tohver E., Evans N.J. 2019. Trace elements in titanite: A potential tool to constrain polygenetic growth processes and timing. *Chem. Geol.*, **509**:1–19.

Scott D.J. & St-Onge M.R. 1995. Constraints on Pb closure temperature in titanite based on rocks from the Ungava orogen, Canada: implications for U–Pb geochronology and PT-t path determinations. *Geology*, **23**:1123–1126.

Silva L.P.A. 2018. *Geoquímica e geocronologia U–Pb em zircão e Sm-Nd em rocha total do magmatismo tardi-transamazônico da região de Calçoene, norte do Amapá, sudeste do Escudo das Guianas*. MS Dissertation, Universidade Federal do Pará – Brasil, Belém, 103 p.

Simonetti A. & Diog R. 1990. U–Pb and Rb–Sr geochronology of Acadian plutonism in the Dunnage zone of the southeastern Quebec Appalachian. *Can. J. Earth Sci.* **27**:881–892.

Simonetti A., Heaman L.M., Chacko T., Banerjee N.R. 2006. In situ petrographic thin section U–Pb dating of zircon, monazite, and titanite using laser ablation–MC–ICP–MS. *International Journal of Mass Spectrometry*, **253**:87–97.

Smith M.P., Storey C.D., Jeffries T.E., Ryan C. 2009. In Situ U–Pb and trace element analysis of accessory minerals in the Kiruna District, Norrbotten, Sweden: New Constraints on the timing and origin of mineralization. *J. Petrol.*, **50**:2063–2094.

- Spandler C., Himmerli J., Sha P., Hilbert-Wolf H., Hu Y. 2016. MKED1: A new titanite standard for in situ analysis of Sm–Nd isotopes and U–Pb geochronology. *Chem. Geol.*, **425**:110–126.
- Spencer C.J., Kirkland C.L., Taylor R.J.M. 2016. Strategies towards statistically robust interpretations of in situ U–Pb zircon geochronology. *Geoscience Frontiers*, **7**:581–589.
- Spencer K.J., Hacker B.R., Kylander-Clark A.R.C., Andersen T.B., Cottle J.M., Stearns M.A., Poletti J.E., Seward G.G.E. 2013. Campaign-style titanite U–Pb dating by laser-ablation ICP: Implications for crustal flow, phase transformations and titanite closure. *Chem. Geol.*, **341**:84–101.
- Spier C.A., Ferreira Filho C.F., Daczko N. 2022. Zircon U–Pb isotopic and geochemical study of metanorites from the chromite-mineralised Bacuri Mafic-Ultramafic Complex: Insights of a Paleoarchean crust in the Amapá Block, Guyana Shield, Brazil. *Gond. Research*, **105**:262–289.
- Stacey J.S. & Kramers J.D. 1975. Approximation of terrestrial lead isotope evolution by a two-stage model. *Earth and Planetary Science Letters*, **26**:207–221.
- Stearns M.A., Cottle J.M., Hacker B.R., Kylander-Clark A.R.C. 2016. Extracting thermal histories from the near-rim zoning in titanite using coupled U–Pb and trace-element depth profiles by single-shot laser-ablation split stream (SS-LASS) ICP-MS. *Chem Geol*, **422**:13–24.
- Storey C.D., Jeffries T.E., Smith. M.P. 2006. Common lead-corrected laser ablation ICP–MS U–Pb systematics and geochronology of titanite. *Chemical Geology*, **227**:37–52.
- Storey C.D., Smith. M.P., Jeffries T.E. 2007. In situ LA-ICP-MS U–Pb dating of metavolcanics of Norrbotten, Sweden: Records of extended geological histories in complex titanite grains. *Chemical Geology*, **240**:163–181.
- Takenaka L.B., Lana C., Scholz R., Nalini Jr. H.A., Abreu A.T. 2015. Optimization of the in-situ U–Pb age dating method via LA-Quadrupole-ICP-MS with applications to the timing of U–Zr–Mo mineralization in the Poços de Caldas Alkaline Complex, SE Brazil. *Journal of South American Earth Sciences*, **62**:70–79.
- Tassinari C.C.G., Macambira M.J.B. 2004. Evolução tectônica do Cráton Amazônico. In: Mantesso Neto V., Bartorelli A., Carneiro C.D.R., Brito Neves B.B. (eds.). *Geologia do Continente Sul Americano*. Evolução da obra de Almeida F.F.M. São Paulo, BECA, p. 471–486.
- Tavares R.P.S., Lafon J.M., Delor C., Théveniaut H., Krymsky R. 2003. Geocronologia Pb–Pb em monocristais de zircão e U–Pb em titanitas: evolução Tardi-Transamazônica da região de Oiapoque (Fronteira Guiana Francesa – Norte do Amapá). In: SBG, 9º Congresso Brasileiro de Geoquímica, Belém, *Anais*[...], p.746–748.
- Teixeira W., Hamilton M.A., Girardi V.A.V., Faleiros F.M., Ernst R.E. 2019. U–Pb baddeleyite ages of key dyke swarms in the Amazonian Craton (Carajás/Rio Maria and Rio Apa areas): Tectonic implications for events at 1880, 1110 Ma, 535 Ma and 200 Ma, *Precambrian Research*, **329**:138–155
- Tilton G.R. & Grünenfelder M.H. 1968. Spheene: uranium–lead ages. *Science*, **159**:1458–1460.

Timmermann H., Parrish R.R., Jamieson R.A., Culshaw N.G. 1997. Time of metamorphism beneath the Central Metasedimentary Belt boundary thrust zone, Grenville Orogen, Ontario: accretion at 1080 Ma? *Can. J. Earth Sci.*, **34**:1023–1029.

van Schmus W.R., Kozuch M., Brito Neves B.B. 2011. Precambrian history of the Zona Transversal of the Borborema Province, NE Brazil: Insights from Sm–Nd and U–Pb geochronology. *Journal of South American Earth Sciences*, **31**:227–252.

van Schmus W.R., Oliveira E.P., Silva Filho A.F., Toteu S.F., Penaye J., Guimarães I.P. 2008. Proterozoic links between the Borborema Province, NE Brazil, and the Central African fold belt. *Geological Society Special Publication*, **294**:69–99.

Vanderhaeghe O., Ledru P., Thiéblemont D., Egal E., Cocherie A., Tegye M., Milési J. P. 1998. Contrasting mechanism of crustal growth. Geodynamic evolution of the Paleoproterozoic granite-greenstone belts of French Guiana. *Precambrian. Res.*, **92**:165–193.

Vianna S.Q., Lafon J.M., Milhomem Neto J.M., Silva D.P.B., Barros, C.E.M. 2020. U–Pb geochronology, Nd–Hf isotopes, and geochemistry of Rhyacian granitoids from the Paleoproterozoic Lourenço domain (Brazil), southeastern Guiana shield. *Journal of South American Earth Sciences*, **104**, e102937.

Walters J.B. & Kohn M.J. 2017. Protracted thrusting followed by late rapid cooling of the Greater Himalayan Sequence, Annapurna Himalaya, Central Nepal: Insights from titanite petrochronology. *Journal of Metamorphic Geology*, **35**(8): 897–917.

Walters J.B., Cruz-Urbe A.M., Song W.J., Gerbi C., Biela K. 2022. Strengths and limitations of in situ U–Pb titanite petrochronology in polymetamorphic rocks: An example from western Maine, USA. *Journal of Metamorphic Geology*, **40**(6): 1043–1066.

Watson E.B. & Liang Y. 1995. A simple model for sector zoning in slowly grown crystals; implications for growth rate and lattice diffusion, with emphasis on accessory minerals in crustal rocks. *Am Mineral*, **80**:1179–1187.

Williams I.S. 1998. Chapter 1. U–Th–Pb geochronology by ion microprobe. In: Mckibben M.A., Shanks III W.C., Ridley W.I. (eds.). *Applications of microanalytical techniques to Understanding mineralizing processes*, Soc. Econom. Geol. Inc., Littleton, CO. (Reviews in Economic Geology).

Wones D.R. 1989. Significance of the assemblage titanite + magnetite + quartz in granitic rocks. *Am. Mineral.*, **74**:744–749.

Zhang L.S. & Schärer U. 1996. Inherited Pb components in magmatic titanite and their consequence for the interpretation of U–Pb ages. *Earth Planet Sci Lett*, **138**:57–65.

APÊNDICE A – MATERIAL SUPLEMENTAR

Figura Suplementar 1 – Fluxograma sintetizando as etapas de redução dos dados U–Pb em titanita, processados em macro Excel adaptada para as análises por LA-Q-ICP-MS.....	86
Tabela Suplementar 1 – Dados isotópicos U–Pb da titanita de referência Tory Hill obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.	87
Tabela Suplementar 2 – Dados isotópicos U–Pb da titanita de referência Khan obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.	90
Tabela Suplementar 3 – Dados isotópicos U–Pb da titanita de referência Mud Tank obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.	92
Tabela Suplementar 4 - Dados isotópicos U–Pb da titanita de referência CKHB obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.	94
Tabela Suplementar 5 – Dados isotópicos U–Pb da titanita de referência Khan obtidos por SHRIMP IIe no CPGEO-USP.	96
Tabela Suplementar 6 – Dados isotópicos U–Pb da titanita de referência CKHB obtidos por SHRIMP IIe no CPGEO-USP.	97
Tabela Suplementar 7 – Dados isotópicos U–Pb de titanitas metamórficas do ortognaisse granodiorítico JAP-02A (Complexo Guianense), obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.	98
Tabela Suplementar 8 – Dados isotópicos U–Pb de titanitas metamórficas do ortognaisse granodiorítico JAP-02A (Complexo Guianense), obtidos por SHRIMP IIe no CPGEO-USP.	100
Tabela Suplementar 9 – Dados isotópicos U–Pb de titanitas metamórficas do paleossoma STG-179B, obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.	101
Tabela Suplementar 10 – Dados isotópicos U–Pb de titanitas metamórficas do paleossoma STG-179B, obtidos por SHRIMP IIe no CPGEO-USP.....	103
Tabela Suplementar 11 – Dados isotópicos U–Pb de titanitas do metatonalito B107 obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.	104
Tabela Suplementar 12 – Dados isotópicos U–Pb de titanitas magmáticas do granito SOS-1257 (Plúton Pedra Furada) obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.	106
Tabela Suplementar 13 – Dados isotópicos U–Pb de titanitas magmáticas do granito SOS-1257 (Plúton Pedra Furada) obtidos por SHRIMP IIe no CPGEO-USP.	108

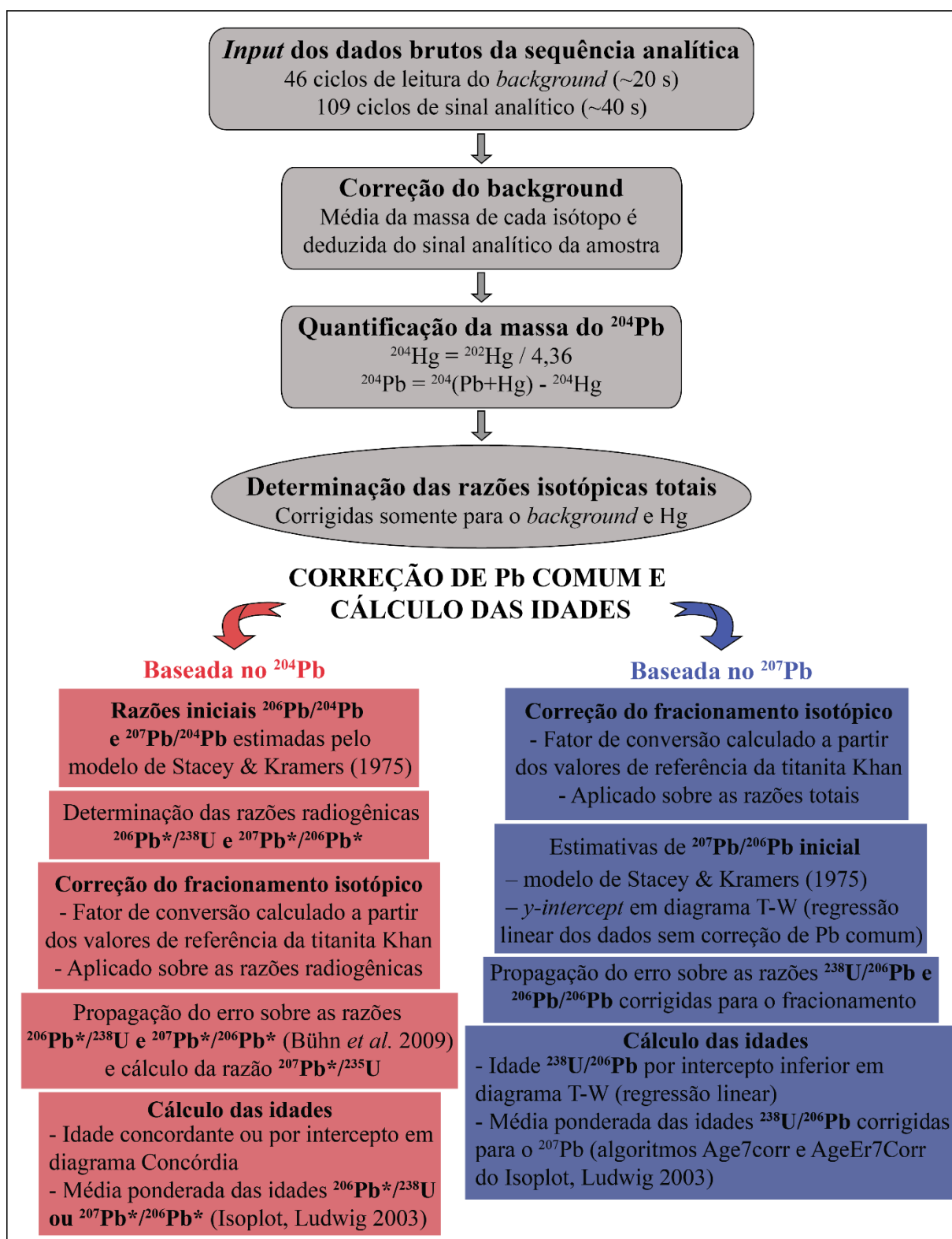


Figura Suplementar 1 – Fluxograma sintetizando as etapas de redução dos dados U–Pb em titanita, processados em macro *Excel* adaptada para as análises por LA-Q-ICP-MS.

Tabela Suplementar 1 – Dados isotópicos U–Pb da titanita de referência Tory Hill obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.

						Isotope ratios ^c						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)						Uncorrected isotopic ratios ^g				²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma) ^h						
Sample	²⁰⁴ f ₂₀₆ ^a (%)	Pb (ppm)	Th (ppm)	U (ppm)	Th/U ^b	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1 σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1 σ	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb* ^e	1 σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1 σ	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1 σ	Conc. ^f (%)	²³⁸ U/ ²⁰⁶ Pb	1 σ	²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb	1 σ	Rho	y-intercept	1 σ	Stacey & Kramers	1 σ			
						(%)	(%)	Rho ^d	(%)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	6/8-7/6	(%)	(%)	(%)	(abs)	(abs)		(abs)					
TH-I 01	6.60	36	249	143	1.76	1.89	4.17	0.19	0.86	0.2	0.07	4.08	1098	9.5	1076	44.8	1032	42.0	106	5.04	0.82	0.14	2.09	0.39	1064	18.6	1079	15.0
TH-I 02	6.56	38	272	161	1.71	1.91	4.09	0.19	0.91	0.2	0.07	3.99	1099	10.0	1085	44.4	1058	42.2	104	5.09	0.85	0.14	2.04	0.42	1048	19.5	1063	15.7
TH-I 03	6.05	43	291	186	1.58	1.86	4.05	0.18	0.87	0.2	0.08	3.96	1062	9.3	1068	43.3	1081	42.8	98	5.20	0.85	0.14	2.03	0.42	1026	19.2	1042	15.5
TH-I 04	6.05	45	302	197	1.55	1.83	4.13	0.18	0.89	0.2	0.07	4.04	1058	9.4	1058	43.7	1058	42.7	100	5.08	0.79	0.14	2.02	0.39	1048	19.3	1064	15.4
TH-I 05	5.83	43	311	188	1.67	1.85	4.13	0.18	0.89	0.2	0.07	4.03	1062	9.5	1062	43.9	1062	42.8	100	5.11	0.81	0.14	2.06	0.39	1047	18.8	1062	15.1
TH-I 06	5.86	38	275	165	1.68	1.87	4.14	0.18	0.87	0.2	0.08	4.04	1065	9.2	1069	44.2	1077	43.6	99	5.12	0.80	0.14	2.05	0.39	1045	18.8	1060	15.1
TH-I 07	6.21	37	243	143	1.72	1.90	4.11	0.18	0.87	0.2	0.07	4.02	1091	9.5	1082	44.5	1065	42.8	102	5.06	0.82	0.14	2.03	0.41	1053	19.5	1069	15.7
TH-I 08	6.14	35	242	152	1.60	1.86	4.12	0.18	0.89	0.2	0.07	4.03	1066	9.5	1066	44.0	1068	43.0	100	5.07	0.82	0.15	2.01	0.41	1048	19.7	1064	15.8
TH-I 09	5.61	44	296	190	1.56	2.03	3.84	0.18	0.87	0.2	0.08	3.74	1081	9.4	1126	43.2	1213	45.3	89	5.09	0.83	0.15	2.02	0.41	1047	19.5	1062	15.7
TH-I 10	5.88	40	272	172	1.59	1.88	4.04	0.18	0.91	0.2	0.08	3.93	1064	9.7	1073	43.3	1091	42.9	98	5.13	0.85	0.14	2.05	0.41	1042	19.2	1057	15.5
TH-I 11	5.59	39	278	168	1.66	1.89	3.99	0.18	0.89	0.2	0.08	3.89	1060	9.5	1078	43.1	1116	43.4	95	5.08	0.80	0.15	2.02	0.40	1048	19.5	1064	15.6
TH-I 12	6.02	31	243	130	1.88	1.85	3.61	0.18	1.03	0.3	0.07	3.46	1063	11.0	1065	38.5	1068	37.0	100	5.22	0.96	0.13	1.97	0.49	1048	16.5	1060	14.0
TH-I 13	5.87	32	252	138	1.84	1.83	3.71	0.18	1.05	0.3	0.07	3.55	1060	11.1	1058	39.2	1053	37.4	101	5.21	0.96	0.13	1.97	0.49	1050	16.6	1062	14.0
TH-I 14	5.90	29	215	119	1.82	1.86	3.68	0.18	1.04	0.3	0.07	3.53	1064	11.1	1066	39.2	1068	37.7	100	5.18	0.95	0.13	1.95	0.49	1053	16.8	1065	14.2
TH-I 15	5.78	31	229	128	1.80	1.86	3.70	0.18	1.04	0.3	0.07	3.55	1067	11.1	1066	39.4	1062	37.7	100	5.19	0.99	0.13	1.96	0.50	1052	16.9	1063	14.3
TH-I 16	6.11	26	188	105	1.80	1.96	3.66	0.19	0.95	0.3	0.07	3.53	1124	10.7	1103	40.4	1063	37.5	106	4.83	0.88	0.13	1.97	0.45	1130	16.8	1142	14.1
TH-I 17	5.80	26	191	105	1.83	1.91	3.72	0.19	0.99	0.3	0.07	3.59	1097	10.9	1084	40.4	1059	38.0	104	5.04	0.93	0.13	1.99	0.47	1085	16.5	1097	14.0
TH-I 18	5.78	28	206	117	1.77	1.87	3.66	0.18	1.05	0.3	0.07	3.51	1073	11.2	1069	39.1	1062	37.3	101	5.12	0.98	0.13	1.99	0.49	1069	16.6	1081	14.2
TH-I 19	5.51	31	235	129	1.84	1.85	3.64	0.18	1.05	0.3	0.07	3.49	1063	11.1	1064	38.7	1066	37.2	100	5.22	0.97	0.13	1.97	0.49	1047	16.6	1058	14.1
TH-I 20	4.86	37	289	171	1.70	1.89	3.51	0.18	1.03	0.3	0.08	3.35	1049	10.8	1077	37.8	1134	38.0	93	5.38	0.99	0.13	2.02	0.49	1022	15.9	1033	13.6
TH-I 21	5.07	41	307	184	1.68	1.85	3.53	0.18	1.04	0.3	0.08	3.37	1052	10.9	1064	37.6	1088	36.7	97	5.38	1.00	0.13	1.99	0.50	1020	16.2	1031	13.8
TH-I 22	5.17	42	339	195	1.75	1.74	3.68	0.17	1.06	0.3	0.07	3.52	1009	10.7	1024	37.7	1058	37.2	95	5.61	1.00	0.13	2.01	0.50	982	15.5	992	13.3
TH-I 23	4.95	36	314	177	1.79	1.79	3.97	0.17	1.01	0.3	0.07	3.84	1034	10.4	1042	41.4	1061	40.8	97	5.45	0.95	0.12	2.40	0.40	1021	14.4	1031	12.5
TH-I 24	4.84	37	312	179	1.76	1.83	3.96	0.18	1.01	0.3	0.07	3.83	1054	10.6	1058	41.9	1065	40.8	99	5.35	0.96	0.12	2.42	0.40	1039	14.6	1049	12.8
TH-I 25	4.78	36	289	168	1.73	1.85	3.96	0.18	1.00	0.3	0.07	3.83	1065	10.7	1064	42.1	1063	40.7	100	5.32	0.96	0.12	2.40	0.40	1046	14.7	1055	12.9
TH-I 26	4.82	36	303	172	1.77	1.84	3.97	0.18	0.99	0.3	0.07	3.84	1058	10.5	1060	42.1	1065	40.9	99	5.35	0.95	0.12	2.39	0.40	1038	14.6	1048	12.8
TH-I 27	4.69	34	284	162	1.76	1.83	4.00	0.18	1.03	0.3	0.07	3.86	1055	10.8	1057	42.2	1061	41.0	99	5.40	0.99	0.12	2.42	0.41	1030	14.7	1039	12.9
TH-I 28	4.73	49	309	179	1.74	1.84	3.99	0.18	1.02	0.3	0.07	3.85	1060	10.8	1060	42.2	1060	40.8	100	5.33	0.98	0.12	2.43	0.40	1045	14.6	1054	12.8
TH-I 29	4.78	37	300	172	1.76	1.84	3.95	0.18	1.00	0.3	0.07	3.82	1061	10.6	1060	41.9	1057	40.4	100	5.31	0.95	0.12	2.41	0.39	1047	14.6	1056	12.7
TH-I 30	5.22	30	239	137	1.75	1.85	3.98	0.18	1.03	0.3	0.07	3.84	1060	11.0	1062	42.2	1066	40.9	99	5.29	0.98	0.12	2.33	0.42	1045	15.4	1055	13.4
TH-I 31	4.75	31	261	151	1.75	1.84	4.01	0.18	1.03	0.3	0.07	3.88	1058	10.9	1060	42.5	1065	41.3	99	5.35	0.99	0.12	2.39	0.41	1038	14.9	1047	13.1
TH-I 32	4.92	33	282	157	1.81	1.85	3.97	0.18	1.02	0.3	0.07	3.83	1062	10.8	1062	42.1	1062	40.7	100	5.31	0.98	0.12	2.41	0.41	1048	14.8	1057	13.0
TH-I 33	4.68	34	283	160	1.78	1.85	3.94	0.18	1.01	0.3	0.08	3.80	1059	10.7	1064	41.9	1073	40.8	99	5.31	0.96	0.12	2.39	0.40	1046	14.7	1056	12.9
TH-II 01	6.59	30	257	145	1.79	1.52	4.73	0.17	1.03	0.2	0.06	4.62	1025	10.6	939	44.4	741	34.2	138	5.38	0.95	0.13	2.30	0.42	1023	15.8	1034	13.5
TH-II 02	6.20	33	289	165	1.77	1.65	4.39	0.18	1.01	0.2	0.07	4.27	1042	10.6	991	43.5	880	37.6	118	5.40	0.96	0.12	2.32	0.42	1020	15.6	1031	13.4
TH-II 03	6.14	31	270	158	1.72	1.68	4.25	0.17	1.02	0.2	0.07	4.13	1022	10.5	999	42.5	949	39.2	108	5.43	0.96	0.13	2.27	0.42	1011	15.9	1022	13.5
TH-II 04	6.05	32	268	155	1.75	1.70	4.38	0.18	1.00	0.2	0.07	4.27	1055	10.6	1007	44.1	904	38.6	117	5.27	0.95	0.12	2.34	0.41	1045	15.6	1056	13.4

						Isotope ratios ^c						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)						Uncorrected isotopic ratios ^g				²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma) ^h						
Sample	²⁰⁴ f ₂₀₆ ^a	Pb	Th	U	Th/U ^b	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ Rho ^d	²⁰⁶ Pb* ^e (%)	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb*	1σ	Conc. ^f (%)	²³⁸ U/ ²⁰⁶ Pb	1σ	²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb	1σ	Rho	y-intercept	1σ	Stacey & Kramers	1σ	
	(%)	(ppm)	(ppm)	(ppm)		(%)	(%)	(%)	(%)	(%)		(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)		
TH-II 05	5.76	31	268	152	1.78	1.85	4.09	0.18	1.01	0.2	0.07	3.96	1064	10.8	1062	43.4	1057	41.9	101	5.26	0.96	0.13	2.28	0.42	1042	16.2	1053	13.8
TH-II 06	5.69	30	257	146	1.77	1.84	4.06	0.18	1.01	0.2	0.08	3.93	1054	10.7	1059	43.0	1069	42.0	99	5.27	0.95	0.13	2.30	0.41	1044	16.0	1055	13.6
TH-II 07	5.78	30	261	148	1.77	1.80	4.07	0.17	1.01	0.2	0.07	3.94	1038	10.5	1047	42.6	1064	41.9	98	5.40	0.96	0.12	2.32	0.42	1021	15.6	1031	13.4
TH-II 08	5.63	31	268	154	1.76	1.82	4.02	0.18	1.01	0.3	0.07	3.89	1050	10.6	1053	42.3	1061	41.3	99	5.29	0.94	0.13	2.30	0.41	1040	15.8	1051	13.5
TH-II 09	5.62	30	250	144	1.74	1.84	4.07	0.18	0.99	0.2	0.07	3.94	1066	10.6	1060	43.1	1047	41.3	102	5.25	0.94	0.12	2.31	0.41	1048	15.7	1058	13.4
TH-II 10	5.60	31	273	156	1.77	1.81	4.09	0.18	1.02	0.2	0.07	3.96	1051	10.7	1049	42.9	1046	41.4	100	5.32	0.96	0.12	2.33	0.41	1036	15.7	1046	13.5
TH-II 11	5.69	30	257	147	1.76	1.81	4.08	0.18	1.02	0.3	0.07	3.95	1055	10.8	1050	42.9	1040	41.1	101	5.29	0.96	0.12	2.34	0.41	1043	15.6	1053	13.4
TH-II 12	5.50	36	289	172	1.69	1.85	3.74	0.18	1.16	0.3	0.07	3.56	1064	12.3	1062	39.7	1059	37.7	100	5.27	1.09	0.12	2.10	0.52	1046	16.4	1056	14.4
TH-II 13	5.66	36	294	176	1.68	1.81	3.77	0.18	1.17	0.3	0.07	3.58	1044	12.2	1051	39.6	1065	38.1	98	5.40	1.11	0.13	2.07	0.54	1019	16.6	1030	14.5
TH-II 14	5.24	38	315	189	1.68	1.82	3.74	0.18	1.18	0.3	0.07	3.55	1049	12.4	1053	39.4	1062	37.7	99	5.35	1.13	0.12	2.10	0.54	1030	16.5	1041	14.5
TH-II 15	5.10	42	354	214	1.66	1.77	3.72	0.17	1.22	0.3	0.08	3.52	1019	12.4	1035	38.5	1069	37.6	95	5.44	1.14	0.12	2.09	0.54	1013	16.5	1023	14.5
TH-II 16	5.22	39	323	194	1.68	1.81	3.71	0.17	1.19	0.3	0.07	3.51	1039	12.3	1048	38.9	1067	37.5	97	5.39	1.12	0.12	2.12	0.53	1024	16.2	1035	14.3
TH-II 17	5.92	36	288	177	1.63	1.84	3.78	0.18	1.17	0.3	0.07	3.60	1061	12.4	1061	40.1	1062	38.2	100	5.26	1.10	0.13	2.08	0.53	1045	16.8	1056	14.7
TH-II 18	5.88	39	308	189	1.64	1.84	3.77	0.18	1.18	0.3	0.07	3.58	1057	12.5	1059	40.0	1063	38.1	99	5.33	1.11	0.12	2.08	0.53	1033	16.6	1043	14.5
TH-II 19	5.27	45	359	222	1.63	1.80	3.74	0.17	1.20	0.3	0.07	3.54	1036	12.4	1044	39.0	1062	37.6	97	5.38	1.13	0.12	2.11	0.53	1027	16.3	1038	14.4
TH-II 20	5.84	41	339	207	1.65	1.77	3.74	0.17	1.20	0.3	0.07	3.55	1020	12.2	1034	38.7	1063	37.7	96	5.47	1.13	0.12	2.08	0.54	1007	16.5	1017	14.4
TH-II 21	5.71	38	296	189	1.58	1.82	3.75	0.18	1.18	0.3	0.08	3.55	1047	12.4	1054	39.5	1070	38.0	98	5.40	1.12	0.13	2.07	0.54	1018	16.6	1029	14.5
TH-II 22	5.77	36	280	174	1.62	1.82	3.72	0.18	1.17	0.3	0.08	3.52	1046	12.3	1054	39.2	1069	37.7	98	5.40	1.12	0.12	2.08	0.54	1021	16.5	1032	14.4
TH-III 01	4.35	35	252	146	1.74	1.83	2.86	0.18	0.99	0.3	0.07	2.69	1054	10.5	1056	30.2	1060	28.5	99	5.40	0.95	0.11	1.73	0.55	1040	13.1	1048	11.7
TH-III 02	4.35	36	267	153	1.76	1.85	2.79	0.18	0.97	0.3	0.08	2.62	1054	10.2	1065	29.7	1089	28.5	97	5.34	0.92	0.11	1.72	0.54	1053	12.9	1061	11.5
TH-III 03	3.89	38	276	159	1.75	1.88	2.76	0.18	0.96	0.3	0.08	2.59	1061	10.2	1074	29.7	1099	28.5	96	5.34	0.91	0.11	1.75	0.52	1057	12.5	1064	11.3
TH-III 04	4.36	31	236	130	1.84	1.85	2.87	0.18	0.96	0.3	0.07	2.71	1072	10.2	1065	30.6	1052	28.5	102	5.30	0.92	0.11	1.74	0.53	1062	12.8	1070	11.5
TH-III 05	3.96	45	300	189	1.59	1.87	2.79	0.18	0.97	0.3	0.08	2.62	1062	10.3	1071	29.9	1089	28.5	98	5.36	0.92	0.11	1.76	0.52	1052	12.5	1059	11.3
TH-III 06	3.84	38	254	158	1.62	2.03	2.70	0.19	0.93	0.3	0.08	2.54	1111	10.4	1124	30.4	1149	29.1	97	5.11	0.90	0.11	1.78	0.50	1105	12.6	1112	11.4
TH-III 07	4.36	39	244	160	1.53	1.87	2.79	0.18	0.94	0.3	0.07	2.63	1073	10.1	1070	29.8	1064	27.9	101	5.23	0.89	0.11	1.71	0.52	1073	12.9	1081	11.5
TH-III 08	4.49	35	232	147	1.59	1.86	2.83	0.18	0.95	0.3	0.07	2.67	1067	10.2	1067	30.2	1067	28.5	100	5.32	0.92	0.11	1.73	0.53	1056	13.0	1064	11.6
TH-III 09	4.18	37	237	153	1.56	1.94	2.73	0.18	0.96	0.4	0.08	2.55	1073	10.3	1094	29.8	1135	29.0	95	5.32	0.93	0.11	1.71	0.54	1056	13.0	1063	11.6
TH-III 10	3.95	50	310	207	1.51	1.84	2.80	0.18	0.95	0.3	0.07	2.64	1063	10.1	1060	29.7	1053	27.8	101	5.35	0.91	0.11	1.78	0.51	1058	12.3	1064	11.1
TH-III 11	4.02	48	295	196	1.51	1.82	2.83	0.18	0.96	0.3	0.07	2.67	1060	10.2	1052	29.8	1034	27.6	103	5.39	0.95	0.11	1.77	0.54	1048	12.6	1054	11.5
TH-III 12	3.89	36	275	152	1.81	1.86	3.24	0.18	1.08	0.3	0.07	3.05	1067	11.5	1065	34.5	1062	32.4	101	5.39	1.05	0.11	2.02	0.52	1045	13.6	1053	12.5
TH-III 13	4.29	39	270	161	1.69	1.85	3.19	0.18	1.11	0.3	0.07	2.99	1064	11.8	1064	33.9	1066	31.9	100	5.34	1.05	0.11	1.95	0.54	1049	14.3	1057	12.9
TH-III 14	4.07	46	344	197	1.76	1.84	3.19	0.18	1.07	0.3	0.07	3.00	1061	11.3	1061	33.8	1063	31.9	100	5.37	1.03	0.11	1.97	0.52	1045	13.9	1053	12.5
TH-III 15	4.36	45	316	187	1.71	1.84	3.24	0.18	1.09	0.3	0.07	3.05	1060	11.6	1059	34.3	1058	32.3	100	5.38	1.05	0.11	1.98	0.53	1045	13.9	1053	12.6
TH-III 16	4.40	38	250	158	1.59	1.85	3.27	0.18	1.11	0.3	0.07	3.07	1065	11.8	1065	34.8	1064	32.7	100	5.36	1.06	0.11	2.00	0.53	1047	14.1	1055	12.8
TH-III 18	4.39	42	297	177	1.69	1.83	3.36	0.18	1.09	0.3	0.07	3.18	1056	11.5	1056	35.5	1057	33.6	100	5.28	1.04	0.11	1.98	0.53	1063	14.1	1071	12.8
TH-III 19	4.23	44	298	185	1.62	1.84	3.22	0.18	1.10	0.3	0.07	3.03	1059	11.6	1059	34.1	1059	32.1	100	5.38	1.05	0.11	2.03	0.52	1048	13.7	1055	12.6
TH-III 20	4.42	40	272	164	1.67	1.84	3.24	0.18	1.08	0.3	0.07	3.05	1060	11.5	1058	34.3	1055	32.2	100	5.33	1.04	0.11	1.96	0.53	1050	14.4	1059	12.9
TH-III 21	4.29	38	256	160	1.62	1.86	3.22	0.18	1.07	0.3	0.07	3.04	1071	11.4	1066	34.3	1057	32.1	101	5.26	1.02	0.11	1.97	0.52	1065	14.1	1073	12.7

						Isotope ratios ^c						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)						Uncorrected isotopic ratios ^g					²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma) ^h					
Sample	²⁰⁴ f ₂₀₆ ^a (%)	Pb (ppm)	Th (ppm)	U (ppm)	Th/U ^b	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1 σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1 σ	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1 σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1 σ	Conc. ^f (%)	²³⁸ U/ ²⁰⁶ Pb	1 σ	²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb	1 σ	Rho	y-intercept	1 σ (abs)	Stacey & Kramers	1 σ (abs)					
						(%)	(%)	Rho ^d	²⁰⁶ Pb* ^e (%)	(abs)	(abs)	²⁰⁶ Pb* (abs)	6/8-7/6	(%)	(%)	(%)												
TH-III 22	3.88	44	311	181	1.72	1.85	3.14	0.18	1.10	0.3	0.08	2.94	1060	11.6	1065	33.5	1074	31.6	99	5.38	1.05	0.11	2.01	0.52	1049	13.7	1056	12.5
TH-III 23	4.26	38	270	154	1.77	1.84	3.25	0.18	1.10	0.3	0.07	3.05	1061	11.6	1060	34.4	1060	32.4	100	5.37	1.05	0.11	1.99	0.52	1047	14.0	1054	12.7
TH-IV 01	4.56	39	297	163	1.83	1.92	2.56	0.19	1.07	0.4	0.07	2.33	1103	11.7	1089	27.9	1060	24.7	104	5.12	1.02	0.11	1.51	0.68	1094	14.3	1102	12.9
TH-IV 02	4.04	36	291	158	1.85	1.86	2.67	0.18	1.11	0.4	0.07	2.43	1067	11.8	1065	28.5	1061	25.8	101	5.41	1.08	0.11	1.57	0.69	1045	13.6	1052	12.5
TH-IV 03	4.50	32	242	137	1.78	1.84	2.64	0.18	1.10	0.4	0.07	2.40	1062	11.7	1061	28.0	1058	25.4	100	5.35	1.05	0.11	1.52	0.69	1049	14.0	1057	12.7
TH-IV 04	4.05	33	254	145	1.77	1.84	2.69	0.18	1.09	0.4	0.08	2.46	1055	11.5	1061	28.5	1074	26.4	98	5.37	1.06	0.11	1.54	0.68	1047	13.9	1055	12.7
TH-IV 05	4.56	35	277	156	1.79	1.83	2.57	0.18	1.11	0.4	0.07	2.32	1055	11.7	1056	27.2	1058	24.6	100	5.34	1.07	0.11	1.52	0.70	1051	14.0	1059	12.8
TH-IV 06	4.51	36	293	159	1.86	1.79	2.64	0.17	1.14	0.4	0.07	2.38	1030	11.8	1041	27.5	1062	25.3	97	5.42	1.08	0.11	1.50	0.72	1037	14.0	1045	12.7
TH-IV 07	4.16	40	331	183	1.83	1.77	2.61	0.17	1.13	0.4	0.07	2.35	1020	11.5	1035	27.0	1066	25.1	96	5.62	1.08	0.11	1.53	0.70	1002	13.6	1010	12.3
TH-IV 08	4.11	39	321	181	1.79	1.83	2.59	0.18	1.09	0.4	0.07	2.36	1051	11.4	1056	27.4	1065	25.1	99	5.49	1.07	0.11	1.57	0.68	1027	13.6	1034	12.4
TH-IV 09	3.93	40	323	183	1.77	1.85	2.60	0.18	1.10	0.4	0.08	2.35	1061	11.6	1063	27.6	1069	25.2	99	5.42	1.07	0.11	1.58	0.68	1042	13.5	1049	12.4
TH-IV 10	4.52	33	461	173	1.77	1.07	3.03	0.10	1.87	0.6	0.07	2.38	640	11.9	741	22.4	1059	25.2	60	8.84	1.78	0.11	1.58	1.12	646	13.1	652	12.4
TH-IV 11	4.46	31	220	134	1.65	1.83	2.56	0.18	1.03	0.4	0.07	2.34	1055	10.9	1058	27.1	1063	24.9	99	5.37	1.00	0.11	1.46	0.69	1046	13.5	1054	12.2
TH-IV 12	4.63	34	244	147	1.67	1.83	2.45	0.18	1.01	0.4	0.07	2.23	1054	10.7	1055	25.9	1057	23.6	100	5.37	0.98	0.11	1.47	0.66	1049	13.1	1057	11.8
TH-IV 13	4.17	36	259	158	1.65	1.84	2.48	0.18	1.00	0.4	0.07	2.27	1056	10.6	1058	26.3	1063	24.1	99	5.41	0.97	0.11	1.43	0.67	1038	13.2	1046	11.8
TH-IV 14	4.38	35	252	157	1.62	1.82	2.40	0.18	1.01	0.4	0.07	2.18	1049	10.6	1053	25.3	1064	23.1	99	5.46	0.99	0.11	1.42	0.70	1027	13.5	1035	12.0
TH-IV 15	4.02	37	271	166	1.65	1.84	2.50	0.18	1.04	0.4	0.07	2.28	1058	11.0	1058	26.5	1058	24.1	100	5.40	1.00	0.11	1.51	0.66	1045	13.0	1052	11.9
TH-IV 16	4.17	38	280	170	1.66	1.80	2.54	0.17	1.06	0.4	0.07	2.31	1039	11.0	1047	26.5	1063	24.5	98	5.48	1.02	0.11	1.45	0.70	1028	13.3	1035	12.0
TH-IV 17	4.28	40	280	176	1.60	1.82	2.43	0.18	1.04	0.4	0.07	2.20	1049	10.9	1052	25.6	1059	23.3	99	5.41	0.99	0.11	1.49	0.66	1044	12.8	1051	11.7
TH-IV 18	4.27	33	233	144	1.63	1.84	2.60	0.18	1.00	0.4	0.07	2.40	1059	10.6	1061	27.6	1063	25.5	100	5.38	0.97	0.11	1.44	0.67	1045	13.1	1053	11.8
TH-IV 19	4.11	34	246	150	1.65	1.84	2.52	0.18	1.04	0.4	0.08	2.30	1047	10.9	1060	26.7	1086	25.0	96	5.45	1.01	0.11	1.45	0.70	1029	13.6	1037	12.2
TH-IV 20	4.35	34	246	150	1.66	1.78	2.64	0.17	1.04	0.4	0.07	2.42	1025	10.6	1038	27.4	1063	25.8	96	5.44	0.99	0.11	1.45	0.68	1034	13.2	1041	11.9
TH-IV 21	4.09	34	242	149	1.63	1.83	2.47	0.18	1.02	0.4	0.07	2.25	1053	10.7	1055	26.0	1059	23.8	99	5.39	0.97	0.11	1.45	0.67	1043	13.1	1051	11.8

^a Fração do ²⁰⁶Pb não-radiogênico da análise pontual em titanita, onde $f_{206} = [^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}]_c / [^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}]_a$ (c=comum; a=amostra);

^b Razões Th/U ratios e conteúdo de Pb, Th e U (em pmm) são calculados em relação à titanita de referência Khan;

^c Corrigidas para o *background*, para o fracionamento interno (*within-run*) Pb/U e normalizadas à titanita de referência Khan (valores ID-TIMS/valores medidos); ²⁰⁷Pb/²³⁵U calculada usando a equação $(^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}) * (^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}) * (137.88)$;

^d Rho é a correlação de erro definido como o quociente dos erros propagados das razões ²⁰⁶Pb*/²³⁸U and the ²⁰⁷Pb/²³⁵U ratio;

^e Corrigida para o fracionamento de massa (*mass-bias*) por normalização à titanita de referência Khan e para Pb comum usando o modelo de evolução de Pb de Stacey & Kramers (1975);

^g Corrigidas somente para o background e fracionamentos instrumentais, não-corrigidas para Pb comum; podem ser utilizadas para estimar a composição de ²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb inicial pelo *y-intercept* em diagrama TW;

^h Idades ²³⁸U/²⁰⁶Pb corrigidas para ²⁰⁷Pb, ancoradas pelo Pb comum usando as composições de ²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb inicial estimadas pelo *y-intercept* ou pelo modelo de evolução de Pb de Stacey & Kramers (1975).

Tabela Suplementar 2 – Dados isotópicos U–Pb da titanita de referência Khan obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.

						Isotope ratios ^c						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)							Uncorrected isotopic ratios ^g					²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma) ^h				
Sample	²⁰⁴ f ₂₀₆ ^a (%)	Pb (ppm)	Th (ppm)	U (ppm)	Th/U ^b	²⁰⁷ Pb*/1σ	1σ	²⁰⁶ Pb*/1σ	1σ	²⁰⁷ Pb*/1σ	1σ	²⁰⁶ Pb*/1σ	1σ	²⁰⁷ Pb*/1σ	1σ	²⁰⁷ Pb*/1σ	1σ	Conc. ^f (%)	²³⁸ U/1σ	1σ	²⁰⁷ Pb/1σ	1σ	Rho	y-intercept	1σ (abs)	Stacey & Kramers	1σ (abs)	
						²³⁵ U (%)	²³⁸ U (%)	Rho ^d	²⁰⁶ Pb* ^e (%)	²³⁸ U (abs)	²³⁵ U (abs)	²⁰⁶ Pb* (abs)	6/8-7/6	²⁰⁶ Pb (%)	²⁰⁷ Pb (%)													
Khan-I 01	2.37	64	518	849	0.61	0.59	6.39	0.08	2.35	0.4	0.05	5.94	520	12.2	473	30.2	250	14.8	208	11.71	2.31	0.07	4.32	0.53	-	-	520	11.9
Khan-I 02	1.43	60	498	824	0.61	0.66	5.77	0.08	2.39	0.4	0.06	5.26	514	12.3	515	29.7	520	27.3	99	11.84	2.34	0.07	4.34	0.54	-	-	515	12.0
Khan-I 03	1.75	63	502	805	0.63	0.68	5.73	0.09	2.30	0.4	0.06	5.25	531	12.2	529	30.3	522	27.4	102	11.54	2.29	0.07	4.12	0.56	-	-	526	12.0
Khan-I 04	4.86	57	754	608	1.25	0.51	7.01	0.08	2.47	0.4	0.05	6.56	496	12.3	420	29.5	22	1.5	2208	11.88	2.36	0.09	3.51	0.67	-	-	501	12.0
Khan-I 05	3.87	53	796	582	1.38	0.50	7.28	0.08	2.39	0.3	0.04	6.87	511	12.2	415	30.2	-92	-6.4	-553	11.63	2.30	0.08	4.00	0.57	-	-	520	11.9
Khan-I 06	7.02	56	762	570	1.35	0.49	7.43	0.08	2.44	0.3	0.04	7.02	504	12.3	405	30.1	-126	-8.8	-400	11.62	2.31	0.11	2.96	0.78	-	-	500	12.1
Khan-I 07	1.13	56	459	763	0.61	0.66	5.76	0.08	2.39	0.4	0.06	5.24	513	12.3	515	29.6	524	27.4	98	11.77	2.33	0.07	4.51	0.52	-	-	520	12.0
Khan-I 08	1.00	56	466	774	0.61	0.66	5.71	0.08	2.40	0.4	0.06	5.18	511	12.3	518	29.6	549	28.4	93	11.96	2.37	0.07	4.47	0.53	-	-	511	12.0
Khan-I 09	1.02	58	481	781	0.62	0.68	5.69	0.08	2.35	0.4	0.06	5.18	520	12.2	526	29.9	551	28.5	94	11.76	2.33	0.07	4.47	0.52	-	-	520	12.0
Khan-I 10	1.17	57	482	795	0.61	0.67	5.68	0.08	2.41	0.4	0.06	5.14	508	12.3	518	29.4	565	29.1	90	11.90	2.35	0.07	4.37	0.54	-	-	513	12.0
Khan-I 11	2.08	54	408	713	0.58	0.67	5.66	0.08	2.42	0.4	0.06	5.11	508	12.3	522	29.5	582	29.7	87	11.61	2.30	0.08	4.04	0.57	-	-	522	11.9
Khan-I 12	4.26	57	474	666	0.72	0.65	5.92	0.08	2.37	0.4	0.06	5.42	518	12.3	507	30.0	455	24.7	114	11.48	2.28	0.09	3.44	0.66	-	-	519	12.0
Khan-I 14	5.43	65	553	819	0.68	0.59	6.38	0.08	3.12	0.5	0.05	5.56	509	15.9	470	30.0	284	15.8	179	11.55	2.97	0.10	2.98	1.00	-	-	510	15.2
Khan-I 15	3.55	59	462	858	0.54	0.67	5.85	0.08	3.07	0.5	0.06	4.98	515	15.8	518	30.3	535	26.6	96	11.75	3.00	0.07	3.87	0.78	-	-	516	15.3
Khan-I 16	1.87	57	377	902	0.42	0.69	5.69	0.08	3.04	0.5	0.06	4.81	519	15.8	534	30.4	596	28.6	87	11.67	2.98	0.08	3.77	0.79	-	-	518	15.3
Khan-I 17	1.91	57	389	903	0.43	0.67	5.79	0.08	3.05	0.5	0.06	4.92	516	15.8	521	30.2	543	26.7	95	11.65	2.96	0.08	3.82	0.78	-	-	520	15.2
Khan-I 18	6.40	70	390	917	0.43	0.69	5.71	0.08	3.03	0.5	0.06	4.84	521	15.8	534	30.5	587	28.4	89	11.16	2.85	0.10	3.06	0.93	-	-	525	15.2
Khan-I 19	3.98	69	396	927	0.43	0.77	5.45	0.09	2.81	0.5	0.06	4.66	559	15.7	579	31.6	661	30.8	85	10.70	2.73	0.09	3.18	0.86	-	-	554	15.1
Khan-I 20	1.21	54	357	860	0.42	0.72	5.56	0.09	3.01	0.5	0.06	4.67	527	15.8	551	30.6	653	30.5	81	11.62	2.98	0.07	3.98	0.75	-	-	523	15.4
Khan-I 21	2.67	71	379	910	0.42	0.72	5.56	0.08	3.08	0.6	0.06	4.63	519	16.0	549	30.6	676	31.3	77	11.75	3.05	0.08	3.52	0.87	-	-	510	15.4
Khan-I 22	2.72	74	381	890	0.43	0.84	5.35	0.10	2.58	0.5	0.06	4.68	607	15.7	617	33.0	653	30.6	93	9.91	2.53	0.08	3.42	0.74	-	-	602	15.1
Khan-I 23	2.31	74	417	920	0.46	0.76	5.55	0.09	2.83	0.5	0.06	4.78	565	16.0	574	31.8	606	29.0	93	10.28	2.65	0.08	3.56	0.75	-	-	583	15.3
Khan-I 24	0.99	58	414	930	0.45	0.69	5.69	0.08	3.02	0.5	0.06	4.83	523	15.8	534	30.4	584	28.2	89	11.56	2.95	0.07	4.18	0.70	-	-	528	15.3
Khan-II 05	1.80	40	282	449	0.63	0.75	3.93	0.09	1.76	0.4	0.06	3.51	583	10.2	570	22.4	520	18.3	112	10.21	1.70	0.07	2.86	0.60	-	-	594	10.0
Khan-II 06	0.68	61	495	835	0.60	0.67	3.98	0.08	1.99	0.5	0.06	3.45	518	10.3	519	20.7	524	18.1	99	11.86	1.97	0.06	3.08	0.64	-	-	518	10.0
Khan-II 07	0.42	62	506	854	0.60	0.67	3.94	0.08	1.98	0.5	0.06	3.41	517	10.2	522	20.6	545	18.6	95	11.89	1.96	0.06	3.20	0.61	-	-	518	10.0
Khan-II 08	0.77	63	504	842	0.60	0.67	3.94	0.08	1.99	0.5	0.06	3.40	516	10.3	523	20.6	552	18.8	94	11.80	1.96	0.07	3.05	0.64	-	-	520	10.1
Khan-II 09	0.51	63	548	863	0.64	0.67	3.93	0.08	1.97	0.5	0.06	3.40	516	10.2	522	20.5	546	18.6	95	11.86	1.96	0.06	3.16	0.62	-	-	519	10.0
Khan-II 10	0.43	63	526	858	0.62	0.68	3.92	0.08	1.95	0.5	0.06	3.40	522	10.2	527	20.7	549	18.6	95	11.83	1.95	0.06	3.19	0.61	-	-	521	10.0
Khan-II 11	0.54	66	546	887	0.62	0.68	3.91	0.08	1.99	0.5	0.06	3.37	518	10.3	527	20.6	566	19.1	91	11.86	1.97	0.06	3.10	0.64	-	-	518	10.1
Khan-II 12	0.64	64	533	843	0.64	0.67	3.94	0.08	1.98	0.5	0.06	3.40	517	10.3	523	20.6	547	18.6	95	11.88	1.97	0.06	3.09	0.64	-	-	517	10.0
Khan-II 13	0.39	61	524	847	0.62	0.68	3.89	0.08	1.97	0.5	0.06	3.36	517	10.2	527	20.5	570	19.1	91	11.90	1.96	0.06	3.18	0.62	-	-	517	10.0
Khan-II 14	0.45	55	497	801	0.62	0.63	4.04	0.08	2.08	0.5	0.06	3.46	491	10.2	496	20.0	516	17.9	95	12.65	2.09	0.06	3.23	0.65	-	-	488	10.0
Khan-III 12	0.66	54	401	728	0.56	0.67	5.52	0.08	2.93	0.5	0.06	4.68	522	15.3	522	28.8	523	24.5	100	11.77	2.91	0.06	4.31	0.67	-	-	522	14.9
Khan-III 13	0.73	54	384	713	0.54	0.68	5.48	0.09	2.91	0.5	0.06	4.64	526	15.3	528	28.9	535	24.8	98	11.44	2.83	0.06	4.22	0.67	-	-	537	15.0
Khan-III 14	0.47	51	448	736	0.61	0.67	5.46	0.08	3.00	0.5	0.06	4.57	509	15.2	518	28.3	560	25.6	91	11.99	2.96	0.06	4.30	0.69	-	-	513	14.9
Khan-III 15	0.72	57	528	797	0.67	0.67	5.46	0.08	3.00	0.6	0.06	4.56	509	15.3	519	28.3	563	25.7	90	11.93	2.94	0.06	4.13	0.71	-	-	515	14.9

						Isotope ratios ^c						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)						Uncorrected isotopic ratios ^g					²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma) ^h					
Sample	²⁰⁴ f ₂₀₆ ^a (%)	Pb (ppm)	Th (ppm)	U (ppm)	Th/U ^b	²⁰⁷ Pb*/1σ		²⁰⁶ Pb*/1σ		²⁰⁷ Pb*/1σ		²⁰⁶ Pb*/1σ		²⁰⁷ Pb*/1σ		Conc. ^f (%)	²³⁸ U/1σ		²⁰⁷ Pb/1σ									
						²³⁵ U (%)	Rho ^d	²³⁸ U (%)	²⁰⁶ Pb* ^e (%)	²³⁸ U (abs)	²³⁵ U (abs)	²⁰⁶ Pb* (abs)	6/8-7/6	²⁰⁶ Pb (%)	Rho		y-intercept	1σ (abs)	Stacey & Kramers	1σ (abs)								
Khan-III 16	0.67	55	530	780	0.68	0.66	5.46	0.08	3.04	0.6	0.06	4.54	502	15.3	515	28.1	573	26.0	88	12.17	3.00	0.06	4.18	0.72	-	-	505	14.9
Khan-III 17	0.72	51	469	722	0.65	0.66	5.44	0.08	3.07	0.6	0.06	4.49	499	15.3	516	28.1	594	26.7	84	12.37	3.05	0.07	4.11	0.74	-	-	496	14.9
Khan-III 18	0.62	54	496	773	0.65	0.65	5.56	0.08	3.02	0.5	0.06	4.67	506	15.3	507	28.2	512	23.9	99	12.21	3.01	0.06	4.30	0.70	-	-	505	14.9
Khan-III 19	0.76	62	582	861	0.68	0.65	5.54	0.08	3.03	0.5	0.06	4.63	504	15.3	508	28.1	526	24.4	96	12.22	3.01	0.06	4.20	0.72	-	-	503	14.9
Khan-III 20	0.46	42	391	565	0.70	0.69	5.43	0.09	2.91	0.5	0.06	4.58	527	15.3	531	28.8	549	25.2	96	11.44	2.84	0.06	4.28	0.66	-	-	538	15.0
Khan-III 21	1.50	62	384	678	0.57	0.73	5.31	0.09	2.76	0.5	0.06	4.54	553	15.3	558	29.6	580	26.3	95	10.90	2.70	0.07	3.88	0.69	-	-	559	14.8
Khan 9.1	1.06	80	647	1046	0.62	0.72	2.98	0.09	1.65	0.6	0.06	2.48	560	9.3	553	16.5	524	13.0	107	10.82	1.64	0.07	2.18	0.75	-	-	565	9.1
Khan 1.1	0.78	74	462	1415	0.33	0.73	5.08	0.09	3.01	0.6	0.06	4.09	537	16.2	558	28.3	644	26.3	83	11.40	2.98	0.07	3.61	0.83	-	-	535	15.7
Khan 3.01	10.26	76	750	819	0.92	0.67	5.40	0.09	3.08	0.6	0.06	4.43	526	16.2	518	28.0	485	21.5	108	10.52	2.77	0.15	1.91	1.45	-	-	524	16.2
Khan 5.1	0.94	60	510	844	0.61	0.67	3.38	0.08	1.55	0.5	0.06	3.01	515	8.0	523	17.7	555	16.7	93	11.92	1.58	0.07	2.68	0.59	-	-	514	8.0
Khan 5.2	2.99	63	506	828	0.62	0.65	3.49	0.08	1.56	0.4	0.06	3.13	512	8.0	508	17.8	492	15.4	104	11.88	1.56	0.08	2.43	0.64	-	-	506	8.0
Khan 7.1	0.90	59	540	835	0.65	0.64	2.89	0.08	1.73	0.6	0.06	2.32	501	8.7	501	14.5	500	11.6	100	12.39	1.75	0.06	2.06	0.85	-	-	496	8.5
Khan 7.02	0.77	33	368	522	0.71	0.60	4.07	0.08	2.27	0.6	0.05	3.38	509	11.5	478	19.4	333	11.2	153	12.48	2.35	0.06	4.21	0.56	-	-	495	11.5

^a Fração do ²⁰⁶Pb não-radiogênico da análise pontual em titanita, onde $f_{206} = [^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}]_c / [^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}]_a$ (c=comum; a=amostra);

^b Razões Th/U ratios e conteúdo de Pb, Th e U (em ppm) são calculados em relação à titanita de referência Khan;

^c Corrigidas para o *background*, para o fracionamento interno (*within-run*) Pb/U e normalizadas à titanita de referência Khan (valores ID-TIMS/valores medidos); ²⁰⁷Pb/²³⁵U calculada usando a equação $(^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}) * (^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}) * (137.88)$;

^d Rho é a correlação de erro definido como o quociente dos erros propagados das razões ²⁰⁶Pb/²³⁸U and the ²⁰⁷Pb/²³⁵U ratio;

^e Corrigida para o fracionamento de massa (*mass-bias*) por normalização à titanita de referência Khan e para Pb comum usando o modelo de evolução de Pb de Stacey & Kramers (1975);

^g Corrigidas somente para o background e fracionamentos instrumentais, não-corrigidas para Pb comum; podem ser utilizadas para estimar a composição de ²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb inicial pelo *y-intercept* em diagrama TW;

^h Idades ²³⁸U/²⁰⁶Pb corrigidas para ²⁰⁷Pb, ancoradas pelo Pb comum usando as composições de ²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb inicial estimadas pelo *y-intercept* ou pelo modelo de evolução de Pb de Stacey & Kramers (1975).

Tabela Suplementar 3 – Dados isotópicos U–Pb da titanita de referência Mud Tank obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.

						Isotope ratios ^c						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)							Uncorrected isotopic ratios ^g					²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma) ^h				
Sample	²⁰⁴ f ₂₀₆ ^a (%)	Pb (ppm)	Th (ppm)	U (ppm)	Th/U ^b	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb* ^e	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb*	1σ	Conc. ^f (%)	²³⁸ U/ ²⁰⁶ Pb	1σ	²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb	1σ	Rho	y-intercept	1σ	Stacey & Kramers	1σ	
						(%)	(%)	Rho ^d	(%)	(abs)	(abs)	(abs)	6/8-7/6	(%)	(%)	(%)	(abs)	(abs)	(abs)									
MT-I 01	4.81	15	21	449	0.05	0.37	7.88	0.05	4.21	0.5	0.05	6.65	319	13.4	318	25.1	312	20.8	102	19.14	2.30	0.07	2.53	0.91	-	-	320	7.3
MT-I 02	5.12	15	21	444	0.05	0.35	7.98	0.05	4.27	0.5	0.05	6.74	314	13.4	304	24.3	229	15.4	137	19.32	1.22	0.07	2.69	0.45	-	-	317	3.9
MT-I 03	5.62	15	20	429	0.05	0.37	7.91	0.05	4.30	0.5	0.05	6.64	312	13.4	318	25.2	359	23.9	87	19.17	2.02	0.07	2.42	0.84	-	-	320	6.4
MT-I 04	5.07	16	21	476	0.04	0.32	8.44	0.05	4.34	0.5	0.05	7.24	309	13.4	279	23.6	34	2.5	914	19.21	1.84	0.07	2.27	0.81	-	-	319	5.8
MT-I 05	5.16	15	17	462	0.04	0.36	7.84	0.05	4.36	0.6	0.05	6.52	308	13.4	309	24.2	311	20.3	99	19.47	2.07	0.07	2.31	0.90	-	-	314	6.5
MT-I 06	5.15	16	17	460	0.04	0.35	7.83	0.05	4.31	0.6	0.05	6.53	311	13.4	307	24.1	280	18.3	111	19.42	2.06	0.07	2.58	0.80	-	-	315	6.4
MT-I 07	4.97	15	21	447	0.05	0.36	7.82	0.05	4.27	0.5	0.05	6.55	315	13.4	311	24.3	281	18.4	112	19.19	2.14	0.07	2.56	0.83	-	-	319	6.8
MT-I 08	5.09	16	22	453	0.05	0.36	8.05	0.05	4.28	0.5	0.05	6.81	313	13.4	314	25.3	320	21.8	98	19.49	2.00	0.07	2.79	0.72	-	-	314	6.2
MT-I 09	5.01	14	20	425	0.05	0.35	8.11	0.05	4.47	0.6	0.05	6.76	301	13.4	304	24.7	331	22.4	91	19.75	2.20	0.07	3.03	0.72	-	-	310	6.8
MT-I 10	5.10	13	14	377	0.04	0.19	8.35	0.05	3.67	0.4	0.03	7.50	312	11.4	174	14.5	-	-	-	19.23	2.43	0.07	3.28	0.74	-	-	320	7.7
MT-I 11	4.92	13	14	376	0.04	0.23	7.17	0.05	3.65	0.5	0.03	6.17	313	11.4	208	14.9	-	-	-	19.30	2.29	0.07	2.52	0.91	-	-	318	7.2
MT-I 12	5.24	14	16	402	0.04	0.19	8.08	0.05	3.63	0.4	0.03	7.21	316	11.5	176	14.2	-	-	-	19.10	2.40	0.07	3.02	0.80	-	-	321	7.7
MT-I 13	5.37	12	16	347	0.05	0.19	8.67	0.05	3.62	0.4	0.03	7.88	316	11.4	174	15.1	-	-	-	19.20	2.78	0.07	3.41	0.82	-	-	320	8.8
MT-I 14	5.39	13	19	369	0.05	0.19	8.16	0.05	3.69	0.5	0.03	7.28	310	11.4	176	14.4	-	-	-	19.51	2.39	0.07	3.85	0.62	-	-	314	7.5
MT-I 15	5.01	13	21	372	0.06	0.20	8.04	0.05	3.70	0.5	0.03	7.14	309	11.5	186	15.0	-	-	-	19.24	2.63	0.07	4.20	0.63	-	-	319	8.3
MT-I 16	5.27	13	22	389	0.06	0.17	8.57	0.05	3.69	0.4	0.03	7.74	310	11.4	161	13.8	-	-	-	19.59	2.14	0.07	2.79	0.77	-	-	313	6.7
MT-I 17	4.49	16	18	454	0.04	0.22	6.86	0.05	3.65	0.5	0.03	5.81	313	11.4	204	14.0	-	-	-	19.42	2.10	0.07	2.83	0.74	-	-	316	6.6
MT-I 18	4.38	15	17	430	0.04	0.24	6.89	0.05	3.69	0.5	0.03	5.82	310	11.4	214	14.8	-	-	-	19.74	2.55	0.07	2.96	0.86	-	-	311	7.9
MT-I 19	4.81	13	13	305	0.04	0.36	5.24	0.05	3.70	0.7	0.05	3.71	310	11.5	309	16.2	307	11.4	101	19.23	2.84	0.07	2.79	1.02	-	-	320	9.0
MT-I 20	4.70	12	14	296	0.05	0.36	5.05	0.05	3.61	0.7	0.05	3.53	317	11.4	312	15.7	273	9.6	116	18.98	2.34	0.07	3.80	0.62	-	-	324	7.5
MT-I 21	5.12	12	14	299	0.05	0.33	5.56	0.05	3.80	0.7	0.05	4.05	301	11.4	288	16.0	182	7.4	166	19.60	2.50	0.07	2.55	0.98	-	-	314	7.8
MT-I 22	5.09	12	13	292	0.05	0.32	5.84	0.05	3.69	0.6	0.05	4.53	310	11.4	280	16.4	39	1.8	791	19.23	2.66	0.07	3.35	0.80	-	-	321	8.5
MT-I 23	4.82	12	13	298	0.04	0.35	5.40	0.05	3.69	0.7	0.05	3.94	310	11.4	302	16.3	242	9.5	128	19.10	2.28	0.07	3.44	0.66	-	-	322	7.3
MT-I 24	4.72	12	12	304	0.04	0.21	7.63	0.05	3.70	0.5	0.03	6.67	309	11.4	193	14.7	-	-	-	19.51	2.30	0.07	3.04	0.76	-	-	316	7.2
MT-I 25	4.66	13	14	320	0.04	0.20	7.86	0.05	3.69	0.5	0.03	6.94	310	11.4	186	14.6	-	-	-	19.52	2.27	0.07	3.09	0.73	-	-	316	7.1
MT-I 26	4.27	13	15	319	0.05	0.23	7.00	0.05	3.69	0.5	0.03	5.95	310	11.4	206	14.4	-	-	-	19.52	2.29	0.07	3.50	0.65	-	-	316	7.2
MT-I 27	4.21	13	15	314	0.05	0.24	6.78	0.05	3.70	0.5	0.04	5.68	310	11.5	218	14.8	-	-	-	19.54	2.86	0.07	3.17	0.90	-	-	315	8.9
MT-II 01	1.06	15	13	376	0.03	0.37	3.28	0.05	2.22	0.7	0.05	2.42	322	7.2	318	10.4	289	7.0	111	19.10	2.71	0.06	3.82	0.71	-	-	325	8.7
MT-II 02	1.19	13	12	335	0.04	0.36	3.47	0.05	2.22	0.6	0.05	2.67	323	7.2	309	10.7	210	5.6	154	19.11	2.77	0.06	3.63	0.76	-	-	324	8.9
MT-II 03	1.48	13	13	326	0.04	0.35	3.44	0.05	2.22	0.6	0.05	2.63	322	7.1	304	10.5	170	4.5	189	19.17	2.06	0.06	3.26	0.63	-	-	323	6.6
MT-II 04	1.17	13	13	327	0.04	0.37	3.57	0.05	2.22	0.6	0.05	2.80	321	7.1	316	11.3	280	7.8	115	19.15	1.56	0.07	3.69	0.42	-	-	323	5.1
MT-II 05	1.61	12	12	314	0.04	0.35	3.61	0.05	2.22	0.6	0.05	2.85	321	7.1	305	11.0	186	5.3	172	19.45	2.21	0.07	3.80	0.58	-	-	318	7.0
MT-II 06	1.18	11	10	270	0.04	0.35	3.54	0.05	2.22	0.6	0.05	2.75	322	7.1	306	10.8	185	5.1	174	19.14	2.54	0.06	3.67	0.69	-	-	324	8.2
MT-II 07	1.40	10	8	241	0.03	0.35	4.11	0.05	2.21	0.5	0.05	3.46	322	7.1	304	12.5	173	6.0	186	19.06	2.16	0.07	4.44	0.49	-	-	324	7.0
MT-II 08	1.05	11	9	288	0.03	0.35	3.75	0.05	2.21	0.6	0.05	3.03	323	7.1	306	11.5	175	5.3	184	19.11	2.09	0.07	4.04	0.52	-	-	324	6.7
MT-II 09	1.25	11	11	264	0.04	0.35	3.90	0.05	2.20	0.6	0.05	3.22	323	7.1	305	11.9	165	5.3	196	19.11	2.14	0.06	4.07	0.53	-	-	324	6.9
MT-III 01	1.00	17	20	435	0.05	0.37	3.91	0.05	2.61	0.7	0.05	2.91	317	8.3	317	12.4	321	9.4	99	19.43	2.55	0.07	2.26	1.13	-	-	319	8.0

						Isotope ratios ^c						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)						Uncorrected isotopic ratios ^g					²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma) ^h					
Sample	²⁰⁴ f ₂₀₆ ^a	Pb	Th	U	Th/U ^b	²⁰⁷ Pb*/1σ	²⁰⁶ Pb*/1σ	²⁰⁷ Pb*/1σ	²⁰⁶ Pb*/1σ	²⁰⁷ Pb*/1σ	²⁰⁶ Pb*/1σ	Conc. ^f (%)	²³⁸ U/1σ	²⁰⁷ Pb/1σ	²⁰⁶ Pb/1σ	Rho	²³⁸ U/1σ	²⁰⁷ Pb/1σ	²⁰⁶ Pb/1σ	Rho	y-intercept	1σ	Stacey &	1σ				
	(%)	(ppm)	(ppm)	(ppm)		²³⁵ U (%)	²³⁸ U (%)	Rho ^d	²⁰⁶ Pb* ^e (%)	²³⁸ U (abs)	²³⁵ U (abs)	²⁰⁶ Pb* (abs)	6/8-7/6	²⁰⁶ Pb (%)	²⁰⁷ Pb (%)	Rho						(abs)	Kramers	(abs)				
MT-III 02	1.16	18	24	466	0.05	0.37	3.89	0.05	2.62	0.7	0.05	2.88	317	8.3	317	12.3	313	9.0	101	19.50	2.56	0.06	2.27	1.13	-	-	318	8.0
MT-III 03	1.24	20	24	506	0.05	0.37	3.87	0.05	2.59	0.7	0.05	2.87	318	8.2	316	12.2	304	8.7	104	19.50	2.56	0.07	2.24	1.14	-	-	317	8.0
MT-III 04	1.01	19	24	498	0.05	0.37	3.83	0.05	2.59	0.7	0.05	2.82	318	8.2	317	12.1	309	8.7	103	19.47	2.55	0.06	2.25	1.13	-	-	318	8.0
MT-III 05	1.18	18	19	491	0.04	0.36	3.85	0.05	2.61	0.7	0.05	2.83	317	8.2	316	12.1	309	8.7	103	19.72	2.59	0.07	2.24	1.16	-	-	314	8.0
MT-III 06	1.24	15	17	439	0.04	0.35	4.00	0.05	2.73	0.7	0.05	2.92	302	8.3	303	12.1	311	9.1	97	20.70	2.72	0.07	2.20	1.23	-	-	299	8.0
MT-III 07	1.37	16	19	507	0.04	0.30	4.23	0.04	3.14	0.7	0.05	2.83	264	8.3	269	11.4	312	8.8	85	23.19	3.05	0.07	2.24	1.36	-	-	267	8.1
MT-III 08	1.21	17	21	713	0.03	0.23	5.07	0.03	4.23	0.8	0.05	2.79	197	8.3	212	10.7	389	10.9	50	31.97	4.18	0.07	2.23	1.87	-	-	195	8.1
MT-III 09	1.12	16	17	766	0.02	0.20	5.58	0.03	4.88	0.9	0.05	2.71	170	8.3	187	10.4	402	10.9	42	36.80	4.81	0.07	2.21	2.17	-	-	169	8.1
MT-IV 01	0.89	19	22	512	0.04	0.41	3.67	0.05	2.65	0.7	0.06	2.53	321	8.5	345	12.7	515	13.1	62	19.39	2.05	0.07	2.57	0.80	-	-	319	6.5
MT-IV 02	1.24	20	26	550	0.05	0.37	3.81	0.05	2.68	0.7	0.05	2.71	319	8.5	321	12.2	340	9.2	94	19.37	2.64	0.07	3.13	0.84	-	-	320	8.3
MT-IV 03	1.17	19	22	506	0.04	0.39	3.75	0.05	2.67	0.7	0.06	2.64	320	8.5	334	12.5	429	11.4	75	19.39	2.21	0.07	3.45	0.64	-	-	319	7.0
MT-IV 04	1.26	20	21	544	0.04	0.37	3.83	0.05	2.73	0.7	0.05	2.69	312	8.5	317	12.1	350	9.4	89	19.85	1.94	0.06	3.52	0.55	-	-	312	6.0
MT-IV 06	1.34	20	19	517	0.04	0.37	3.87	0.05	2.68	0.7	0.05	2.80	319	8.6	322	12.5	341	9.5	94	19.41	2.17	0.06	3.96	0.55	-	-	319	6.9
MT-IV 07	1.19	17	18	449	0.04	0.39	3.82	0.05	2.67	0.7	0.06	2.74	318	8.5	331	12.7	425	11.6	75	19.40	1.60	0.07	3.33	0.48	-	-	319	5.1
MT-IV 08	1.20	19	22	489	0.05	0.38	3.78	0.05	2.67	0.7	0.05	2.67	319	8.5	325	12.3	371	9.9	86	19.45	1.90	0.06	3.27	0.58	-	-	319	6.0
MT-IV 09	1.10	18	22	456	0.05	0.39	3.77	0.05	2.68	0.7	0.06	2.65	321	8.6	333	12.5	415	11.0	77	19.43	4.10	0.06	3.27	1.25	-	-	319	12.9

^a Fração do ²⁰⁶Pb não-radiogênico da análise pontual em titanita, onde $f_{206} = [^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}]c / [^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}]a$ (c=comum; a=amostra);

^b Razões Th/U ratios e conteúdo de Pb, Th e U (em ppm) são calculados em relação à titanita de referência Khan;

^c Corrigidas para o *background*, para o fracionamento interno (*within-run*) Pb/U e normalizadas à titanita de referência Khan (valores ID-TIMS/valores medidos); ²⁰⁷Pb/²³⁵U calculada usando a equação (²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb)*(²⁰⁶Pb/²³⁸U)*(137.88);

^d Rho é a correlação de erro definido como o quociente dos erros propagados das razões ²⁰⁶Pb/²³⁸U and the ²⁰⁷Pb/²³⁵U ratio;

^e Corrigida para o fracionamento de massa (*mass-bias*) por normalização à titanita de referência Khan e para Pb comum usando o modelo de evolução de Pb de Stacey & Kramers (1975);

^g Corrigidas somente para o background e fracionamentos instrumentais, não-corrigidas para Pb comum; podem ser utilizadas para estimar a composição de ²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb inicial pelo *y-intercept* em diagrama TW;

^h Idades ²³⁸U/²⁰⁶Pb corrigidas para ²⁰⁷Pb, ancoradas pelo Pb comum usando as composições de ²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb inicial estimadas pelo *y-intercept* ou pelo modelo de evolução de Pb de Stacey & Kramers (1975).

Tabela Suplementar 4 - Dados isotópicos U–Pb da titanita de referência CKHB obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.

						Isotope ratios ^c						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)						Uncorrected isotopic ratios ^g					²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma) ^h					
Sample	²⁰⁴ f ₂₀₆ ^a	Pb	Th	U	Th/U ^b	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb* ^e	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb* ²³⁵ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb*	1σ	Conc. ^f (%)	²³⁸ U/ ²⁰⁶ Pb	1σ	²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb	1σ	Rho	y-intercept	1σ	Stacey & Kramers	1σ	
	(%)	(ppm)	(ppm)	(ppm)		(%)	(%)	(%)	(%)	Rho ^d	(%)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(%)	6/8-7/6	(%)	(%)		(abs)	(abs)		(abs)	(abs)		
CKHB-I 01	24.84	4	212	143	1.49	0.09	13.38	0.01	8.77	0.7	0.05	10.10	88	7.8	91	12.1	153	15.5	58	59.15	2.10	0.15	3.91	0.54	89	7.0	94	2.8
CKHB-I 02	20.75	3	201	141	1.43	0.09	14.04	0.01	8.86	0.6	0.05	10.88	88	7.8	88	12.4	111	12.1	79	59.57	2.18	0.15	5.15	0.42	89	6.9	94	2.9
CKHB-I 03	26.18	3	187	124	1.52	0.09	15.27	0.01	8.75	0.6	0.05	12.52	89	7.8	90	13.8	132	16.5	67	56.54	2.25	0.16	4.53	0.50	93	7.7	98	3.1
CKHB-I 04	19.05	4	213	145	1.48	0.09	12.64	0.01	8.61	0.7	0.05	9.26	90	7.8	90	11.4	95	8.8	95	59.07	2.22	0.15	4.51	0.49	90	6.7	95	2.8
CKHB-I 05	18.34	4	229	150	1.54	0.10	10.88	0.01	8.43	0.8	0.05	6.88	92	7.8	94	10.2	139	9.5	66	59.78	1.80	0.14	4.34	0.41	90	6.4	94	2.5
CKHB-I 06	19.19	3	220	138	1.60	0.09	12.42	0.01	8.61	0.7	0.05	8.95	90	7.8	91	11.3	114	10.2	79	59.45	2.08	0.15	3.84	0.54	89	6.8	94	2.7
CKHB-I 07	18.20	4	211	140	1.51	0.10	10.83	0.01	8.36	0.8	0.05	6.88	93	7.8	93	10.0	92	6.4	100	59.03	2.41	0.15	3.88	0.62	89	7.2	94	3.0
CKHB-I 08	18.28	3	210	134	1.58	0.10	10.82	0.01	8.29	0.8	0.05	6.95	94	7.8	94	10.2	107	7.5	87	58.67	2.16	0.16	4.83	0.45	89	7.5	94	2.9
CKHB-I 09	14.42	4	184	162	1.15	0.10	9.96	0.01	8.36	0.8	0.05	5.42	93	7.8	93	9.2	95	5.2	97	59.89	2.30	0.15	3.26	0.71	89	6.7	94	2.8
CKHB-I 10	21.32	4	201	137	1.47	0.09	11.74	0.01	8.52	0.7	0.05	8.07	91	7.8	92	10.8	118	9.5	77	58.12	3.06	0.16	3.87	0.79	89	8.0	94	3.6
CKHB-I 11	17.02	6	339	202	1.69	0.10	10.71	0.01	9.20	0.9	0.05	5.48	93	8.6	94	10.0	103	5.6	91	57.83	2.27	0.17	3.70	0.61	89	8.1	94	3.1
CKHB-I 12	16.96	6	349	208	1.69	0.10	11.55	0.01	9.11	0.8	0.05	7.11	94	8.6	94	10.8	85	6.0	111	56.04	2.23	0.17	3.88	0.57	91	8.6	97	3.2
CKHB-I 13	17.16	6	369	204	1.83	0.10	10.94	0.01	9.17	0.8	0.05	5.97	94	8.6	94	10.3	103	6.2	91	58.38	1.88	0.16	3.48	0.54	89	7.7	94	2.7
CKHB-I 15	16.84	4	232	158	1.49	0.10	12.05	0.01	9.13	0.8	0.05	7.86	94	8.6	95	11.4	116	9.1	81	57.12	1.89	0.14	3.68	0.51	94	6.8	98	2.6
CKHB-I 16	14.19	6	457	242	1.90	0.10	10.90	0.01	9.26	0.8	0.05	5.74	93	8.6	94	10.2	124	7.1	75	60.14	2.41	0.13	3.14	0.77	92	5.7	95	2.7
CKHB-I 17	15.33	5	309	188	1.65	0.10	10.58	0.01	9.21	0.9	0.05	5.21	93	8.6	93	9.9	99	5.2	94	59.24	2.29	0.14	3.47	0.66	91	6.5	95	2.8
CKHB-I 18	14.80	5	306	179	1.72	0.10	10.87	0.01	9.05	0.8	0.05	6.01	95	8.6	96	10.4	119	7.2	79	57.86	2.00	0.14	3.36	0.59	94	6.3	98	2.6
CKHB-I 19	18.28	3	196	141	1.40	0.09	12.40	0.01	9.28	0.7	0.05	8.22	93	8.6	92	11.4	77	6.4	120	58.53	2.50	0.14	3.94	0.63	92	6.7	96	3.0
CKHB-I 20	15.80	4	210	149	1.42	0.09	11.84	0.01	9.28	0.8	0.05	7.35	92	8.6	92	10.9	82	6.1	112	60.14	2.76	0.15	3.46	0.80	88	7.0	93	3.1
CKHB-II 01	15.75	3	166	132	1.27	0.11	14.91	0.02	11.98	0.8	0.05	8.87	107	12.8	107	16.0	119	10.5	90	52.68	2.79	0.16	5.91	0.47	99	8.4	105	3.8
CKHB-II 02	11.18	5	385	237	1.64	0.10	15.57	0.01	13.40	0.9	0.05	7.92	95	12.8	97	15.1	131	10.4	73	59.20	1.53	0.13	5.63	0.27	94	5.4	97	2.2
CKHB-II 03	10.37	6	461	290	1.60	0.10	15.80	0.01	13.59	0.9	0.05	8.06	94	12.8	95	14.9	103	8.3	91	60.15	1.78	0.12	4.87	0.37	93	5.1	96	2.3
CKHB-II 04	14.29	7	409	273	1.51	0.10	15.78	0.01	13.48	0.9	0.05	8.21	95	12.8	96	15.1	122	10.0	78	56.73	1.49	0.16	4.94	0.30	91	7.9	97	2.7
CKHB-II 05	8.77	7	548	327	1.69	0.10	15.15	0.01	13.54	0.9	0.05	6.82	95	12.8	96	14.5	124	8.4	76	61.56	1.78	0.12	3.85	0.46	92	4.6	95	2.1
CKHB-II 06	10.45	5	412	231	1.80	0.10	15.42	0.01	13.39	0.9	0.05	7.65	96	12.8	96	14.8	107	8.1	90	60.41	1.93	0.13	5.18	0.37	90	5.9	94	2.5
CKHB-II 07	14.50	4	220	146	1.51	0.10	15.80	0.02	13.23	0.8	0.05	8.64	97	12.8	100	15.8	176	15.2	55	57.12	2.48	0.14	5.68	0.44	94	6.9	99	3.2
CKHB-II 08	14.46	3	156	124	1.26	0.10	15.71	0.02	12.85	0.8	0.05	9.04	100	12.8	101	15.9	140	12.6	71	52.74	1.93	0.15	5.01	0.39	100	8.0	105	3.1
CKHB-II 09	11.12	5	435	204	2.15	0.10	15.95	0.01	13.56	0.8	0.05	8.40	95	12.8	95	15.2	115	9.6	82	59.41	2.96	0.13	6.23	0.47	94	5.9	97	3.3
CKHB-III 01	11.66	3	189	115	1.65	0.10	14.37	0.01	11.41	0.8	0.05	8.73	94	10.7	94	13.5	96	8.3	98	59.85	1.96	0.14	6.01	0.33	90	6.5	94	2.7
CKHB-III 02	17.57	3	180	112	1.62	0.10	13.60	0.01	11.55	0.8	0.05	7.17	93	10.7	94	12.7	107	7.7	87	59.22	4.82	0.15	6.49	0.74	90	7.8	95	5.0
CKHB-III 03	10.79	5	382	193	1.99	0.10	13.09	0.01	11.36	0.9	0.05	6.51	95	10.7	95	12.4	98	6.4	96	61.09	2.41	0.13	4.85	0.50	90	5.8	94	2.8
CKHB-III 04	14.71	3	208	125	1.68	0.10	13.83	0.01	11.56	0.8	0.05	7.59	93	10.7	93	12.9	96	7.3	96	59.94	2.18	0.15	6.98	0.31	89	6.8	94	2.9
CKHB-III 05	9.97	6	525	214	2.47	0.10	12.82	0.01	11.34	0.9	0.05	5.99	95	10.7	95	12.2	104	6.2	91	62.40	2.63	0.12	4.89	0.54	90	5.0	94	2.8
CKHB-III 06	8.01	6	496	214	2.34	0.10	12.19	0.01	11.18	0.9	0.05	4.84	96	10.7	97	11.8	113	5.5	85	61.19	2.67	0.12	4.67	0.57	92	5.3	95	2.9
CKHB-III 07	8.76	4	286	149	1.93	0.10	12.54	0.02	11.12	0.9	0.05	5.80	97	10.7	100	12.5	177	10.3	55	61.24	2.78	0.13	5.70	0.49	90	6.0	93	3.1
CKHB-III 08	11.02	5	498	200	2.51	0.10	12.98	0.01	11.63	0.9	0.05	5.77	92	10.7	93	12.0	99	5.7	93	62.19	2.22	0.13	4.97	0.45	89	5.4	93	2.6
CKHB-III 09	13.31	3	208	120	1.75	0.10	13.41	0.01	11.67	0.9	0.05	6.60	92	10.7	92	12.4	102	6.7	90	59.11	2.43	0.14	4.95	0.49	91	6.7	95	3.0
CKHB-IV 01	9.18	5	440	190	2.34	0.10	9.56	0.01	8.18	0.9	0.05	4.95	94	7.7	94	9.0	98	4.9	96	62.16	3.00	0.12	5.66	0.53	91	5.2	94	3.1

						Isotope ratios ^c						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)								Uncorrected isotopic ratios ^g					²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma) ^h				
Sample	²⁰⁴ f ₂₀₆ ^a	Pb	Th	U	Th/U ^b	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb* ^e	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb* (abs)	1σ	Conc. ^f (%)	6/8-7/6	²³⁸ U/ ²⁰⁶ Pb	1σ	²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb	1σ	Rho	y-intercept	1σ	Stacey & Kramers	1σ	
	(%)	(ppm)	(ppm)	(ppm)		(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)		
CKHB-IV 02	11.14	3	204	125	1.64	0.10	11.17	0.02	7.96	0.7	0.05	7.83	97	7.7	98	10.9	125	9.8	77		60.46	2.65	0.14	4.55	0.58	90	6.1	94	3.0
CKHB-IV 03	5.11	8	304	515	0.59	0.10	8.96	0.01	8.33	0.9	0.05	3.31	92	7.7	93	8.3	106	3.5	87		65.95	2.42	0.08	4.96	0.49	91	3.1	93	2.4
CKHB-IV 04	14.27	3	180	111	1.63	0.11	9.16	0.01	8.29	0.9	0.05	3.90	93	7.7	103	9.5	344	13.4	27		61.52	2.79	0.14	6.90	0.40	88	6.4	92	3.2
CKHB-IV 05	11.59	3	174	113	1.55	0.10	10.56	0.01	8.24	0.8	0.05	6.60	94	7.7	96	10.1	149	9.8	63		59.88	3.26	0.14	6.88	0.47	90	6.8	95	3.7
CKHB-IV 06	11.99	3	191	128	1.50	0.10	11.77	0.01	8.39	0.7	0.05	8.26	92	7.7	94	11.1	145	12.0	63		61.10	2.60	0.14	4.94	0.53	89	6.1	93	3.0
CKHB-IV 07	7.59	6	524	230	2.29	0.10	9.70	0.01	8.22	0.8	0.05	5.14	94	7.7	95	9.2	122	6.3	77		62.74	1.75	0.11	5.72	0.31	91	4.3	94	2.1
CKHB-IV 08	10.49	3	162	108	1.51	0.10	10.56	0.01	8.21	0.8	0.05	6.65	94	7.7	96	10.2	160	10.7	59		60.52	3.19	0.14	4.45	0.72	90	6.3	94	3.4
CKHB-IV 09	13.65	3	143	98	1.47	0.10	11.41	0.01	8.18	0.7	0.05	7.95	94	7.7	96	10.9	137	10.9	69		58.79	2.31	0.15	6.36	0.36	91	7.0	95	3.1
CKHB 1.1	18.48	4	290	179	1.63	0.07	14.41	0.01	8.77	0.6	0.04	11.43	92	8.1	73	10.6	-	-	-		58.37	7.39	0.14	1.36	5.45	92	9.2	97	7.3
CKHB 1.2	13.51	4	156	253	0.62	0.07	12.27	0.01	8.76	0.7	0.04	8.60	93	8.1	70	8.6	-	-	-		61.37	7.77	0.13	1.60	4.85	90	8.6	94	7.4
CKHB 6.1	9.24	6	257	406	0.64	0.06	12.68	0.01	8.63	0.7	0.03	9.29	94	8.1	59	7.5	-	-	-		63.07	7.99	0.10	1.96	4.08	93	8.0	95	7.6
CKHB 5.1	21.32	4	386	172	2.26	0.04	17.73	0.01	9.55	0.5	0.02	14.94	85	8.1	37	6.6	-	-	-		60.71	7.69	0.14	1.37	5.62	89	9.0	93	7.3
CKHB 2.1	23.07	3	267	144	1.87	0.04	22.63	0.01	9.34	0.4	0.02	20.61	87	8.1	36	8.1	-	-	-		57.44	7.27	0.15	1.28	5.69	92	9.6	97	7.3
CKHB 2.2	24.86	4	245	137	1.80	0.07	15.42	0.01	9.58	0.6	0.04	12.08	85	8.1	66	10.2	-	-	-		57.75	7.32	0.17	1.27	5.78	87	10.5	93	7.1
CKHB 3.1	16.66	5	462	227	2.05	0.08	15.00	0.01	9.15	0.6	0.04	11.88	89	8.1	77	11.6	-	-	-		60.95	7.72	0.14	1.47	5.23	90	8.8	93	7.3
CKHB 4.1	21.65	4	359	169	2.14	0.05	22.25	0.01	9.54	0.4	0.03	20.11	85	8.1	54	11.9	-	-	-		59.80	7.57	0.15	1.31	5.77	89	9.2	94	7.3
CKHB 4.2	20.71	4	295	169	1.75	0.06	15.30	0.01	10.28	0.7	0.03	11.34	87	8.9	61	9.4	-	-	-		58.44	8.12	0.15	1.09	7.46	91	9.8	96	7.9
CKHB 7.1	15.73	5	283	227	1.26	0.06	14.19	0.01	9.57	0.7	0.03	10.48	93	8.9	55	7.8	-	-	-		58.21	8.08	0.13	1.25	6.46	94	9.4	98	8.0
CKHB 8.1	21.12	4	283	179	1.59	0.04	25.59	0.01	10.32	0.4	0.02	23.42	86	8.9	40	10.3	-	-	-		58.84	8.17	0.14	1.07	7.60	92	9.6	96	8.0
CKHB 15.1	23.69	3	218	140	1.57	0.05	36.39	0.01	10.34	0.3	0.03	34.89	86	8.9	53	19.3	-	-	-		57.86	8.03	0.15	1.35	5.94	91	10.1	96	7.9
CKHB 14.1	24.87	3	185	130	1.44	0.07	15.35	0.01	10.90	0.7	0.04	10.80	82	8.9	64	9.9	-	-	-		58.87	8.17	0.16	1.01	8.10	89	10.1	94	7.9
CKHB 13.1	25.17	3	188	131	1.45	0.04	23.67	0.01	10.88	0.5	0.03	21.02	82	8.9	44	10.5	-	-	-		59.21	8.22	0.15	1.07	7.67	89	9.9	94	7.9
CKHB 9.1	17.65	5	407	221	1.86	0.05	14.71	0.01	10.36	0.7	0.03	10.44	86	8.9	53	7.8	-	-	-		61.35	8.51	0.13	1.12	7.63	90	9.2	93	8.0
CKHB 11.1	22.80	4	258	164	1.59	0.06	15.63	0.01	10.79	0.7	0.03	11.30	82	8.9	58	9.1	-	-	-		58.92	8.18	0.15	1.19	6.87	90	9.8	95	7.9

^a Fração do ²⁰⁶Pb não-radiogênico da análise pontual em titanita, onde $f_{206} = [^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}]_c / [^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}]_a$ (c=comum; a=amostra);

^b Razões Th/U ratios e conteúdo de Pb, Th e U (em ppm) são calculados em relação à titanita de referência Khan;

^c Corrigidas para o *background*, para o fracionamento interno (*within-run*) Pb/U e normalizadas à titanita de referência Khan (valores ID-TIMS/valores medidos); ²⁰⁷Pb/²³⁵U calculada usando a equação $(^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}) * (^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}) * (137.88)$;

^d Rho é a correlação de erro definido como o quociente dos erros propagados das razões ²⁰⁶Pb/²³⁸U and the ²⁰⁷Pb/²³⁵U ratio;

^e Corrigida para o fracionamento de massa (*mass-bias*) por normalização à titanita de referência Khan e para Pb comum usando o modelo de evolução de Pb de Stacey & Kramers (1975);

^g Corrigidas somente para o background e fracionamentos instrumentais, não-corrigidas para Pb comum; podem ser utilizadas para estimar a composição de ²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb inicial pelo *y-intercept* em diagrama TW;

^h Idades ²³⁸U/²⁰⁶Pb corrigidas para ²⁰⁷Pb, ancoradas pelo Pb comum usando as composições de ²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb inicial estimadas pelo *y-intercept* ou pelo modelo de evolução de Pb de Stacey & Kramers (1975).

Tabela Suplementar 5 – Dados isotópicos U–Pb da titanita de referência Khan obtidos por SHRIMP IIe no CPGEO-USP.

Sample						Isotope ratios							²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)						
	²⁰⁴ f ₂₀₆	²⁰⁶ Pb*	Th	U	²³² Th/ ²³⁸ U	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	Rho	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb*	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb*	1σ	Conc.(%) 6/8-7/6
	(%)	(ppm)	(ppm)	(ppm)			(%)		(%)			(%)		(abs)		(abs)		(abs)	
Khan-1.1	0.98	1	610	566	1.11	0.65	1.92	0.08	0.63	0.3	0.06	1.82	514	3.2	507	9.8	474	40.2	109
Khan-1.2	0.90	1	595	552	1.11	0.67	1.82	0.08	0.64	0.4	0.06	1.70	524	3.4	524	9.5	521	37.3	101
Khan-3.1	2.17	2	564	414	1.41	0.67	6.31	0.08	0.80	0.1	0.06	6.26	516	4.1	520	32.8	539	137.0	96
Khan-4.1	1.12	1	693	664	1.08	0.66	2.07	0.08	0.63	0.3	0.06	1.97	519	3.3	515	10.7	499	43.5	104
Khan-5.1	1.11	1	579	546	1.10	0.68	3.36	0.08	0.66	0.2	0.06	3.29	524	3.4	527	17.7	542	71.9	97
Khan-6.1	1.54	2	693	525	1.36	0.69	5.67	0.08	0.73	0.1	0.06	5.62	515	3.7	531	30.1	596	121.7	86
Khan-8.1	1.76	2	499	478	1.08	0.70	7.44	0.09	0.85	0.1	0.06	7.40	527	4.5	538	40.0	585	160.5	90
Khan-9.1	2.13	2	498	464	1.11	0.70	9.71	0.08	0.87	0.1	0.06	9.67	525	4.6	538	52.2	593	209.7	89
Khan-10.1	1.29	1	498	482	1.07	0.68	3.82	0.08	0.76	0.2	0.06	3.75	523	3.9	524	20.0	530	82.1	99
Khan-10.2	1.14	1	550	533	1.07	0.68	2.90	0.08	0.70	0.2	0.06	2.82	520	3.7	527	15.3	557	61.4	93
Khan-5.2	1.06	1	601	567	1.09	0.69	3.50	0.09	0.67	0.2	0.06	3.44	526	3.5	530	18.6	548	75.1	96
Khan-11.1	2.03	2	917	313	3.02	0.66	3.30	0.08	0.85	0.3	0.06	3.19	512	4.3	516	17.0	534	69.8	96
Khan-3.2	1.50	1	884	656	1.39	0.68	3.31	0.08	0.67	0.2	0.06	3.24	514	3.5	526	17.4	576	70.5	89
Khan-12.1	1.93	2	958	353	2.80	0.68	3.37	0.08	0.80	0.2	0.06	3.27	521	4.2	527	17.8	552	71.4	94
Khan-13.1	0.99	1	610	528	1.19	0.67	1.91	0.08	0.66	0.3	0.06	1.79	514	3.4	523	10.0	565	38.9	91
Khan-8.2	1.44	1	516	503	1.06	0.68	4.34	0.08	0.74	0.2	0.06	4.28	518	3.9	527	22.9	564	93.1	92
Khan-8.3	1.37	1	528	507	1.08	0.70	4.05	0.09	0.78	0.2	0.06	3.97	528	4.1	536	21.7	567	86.5	93
Khan-13.2	1.59	2	457	357	1.32	0.69	4.61	0.08	0.84	0.2	0.06	4.53	521	4.4	531	24.4	573	98.5	91

Tabela Suplementar 6 – Dados isotópicos U–Pb da titanita de referência CKHB obtidos por SHRIMP IIe no CPGEO-USP.

Sample						Isotope ratios							²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)							Uncorrected isotopic ratios				²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma)						
	²⁰⁴ f ₂₀₆	²⁰⁶ Pb*	Th	U	²³² Th/ ²³⁸ U	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	Rho	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb*	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb*	1σ	Conc.(%)	6/8-7/6	²³⁸ U/ ²⁰⁶ Pb	1σ	²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb	1σ	Rho	y-intercept	1σ	Stacey & Kramers	1σ	
	(%)	(ppm)	(ppm)	(ppm)		(%)	(%)	(%)	(%)		(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(%)	(%)	(%)		(%)	(%)		(abs)	(abs)	(abs)	(abs)		
CKHB-15.1	30.89	1	278	84	3.41	0.09	173.36	0.01	9.66	0.1	0.05	173.09	92	8.8	91	157.8	78	4111.8	118			48.33	4.72	0.29	11.32	0.42	-	-	92	7.0
CKHB-12.1	21.61	1	319	91	3.61	0.11	62.11	0.01	4.37	0.1	0.05	61.95	92	4.0	105	65.3	407	1386.4	23			54.39	2.86	0.22	7.64	0.38	-	-	91	3.6
CKHB-9.1	21.69	1	234	72	3.38	0.11	73.44	0.01	4.66	0.1	0.05	73.29	92	4.3	104	76.4	382	1647.5	24			54.32	3.16	0.23	10.15	0.31	-	-	92	4.4
CKHB-4.1	24.86	1	334	97	3.58	0.10	110.06	0.01	4.35	0.0	0.05	109.97	92	4.0	95	104.7	165	2570.5	56			52.06	1.80	0.25	13.50	0.13	-	-	92	5.4
CKHB-2.2	26.02	1	263	82	3.32	0.10	146.31	0.01	8.11	0.1	0.05	146.08	93	7.5	94	137.0	108	3450.3	86			50.88	2.00	0.25	9.50	0.21	-	-	93	4.2
CKHB-1.2	8.09	5	499	369	1.40	0.09	25.71	0.01	1.57	0.1	0.05	25.66	93	1.5	91	23.4	45	613.3	205			63.29	1.24	0.11	7.67	0.16	-	-	93	1.6
CKHB-5.1	36.69	1	346	87	4.08	0.11	114.60	0.01	8.48	0.1	0.05	114.28	94	7.9	106	121.5	390	2565.2	24			43.20	6.88	0.34	8.94	0.77	-	-	93	8.5
CKHB-7.1	9.25	5	310	365	0.88	0.11	45.72	0.01	2.70	0.1	0.05	45.64	94	2.5	102	46.6	302	1040.6	31			62.09	1.26	0.13	10.61	0.12	-	-	93	2.1
CKHB-8.1	25.19	1	247	80	3.19	0.11	77.23	0.01	4.34	0.1	0.05	77.11	94	4.0	105	80.9	360	1739.9	26			51.00	1.85	0.25	8.19	0.23	-	-	93	3.7
CKHB-6.1	18.72	2	178	182	1.01	0.11	71.51	0.01	4.38	0.1	0.05	71.38	94	4.1	102	72.9	287	1631.7	33			55.21	3.85	0.20	13.53	0.28	-	-	94	5.3
CKHB-10.1	5.65	5	344	391	0.91	0.11	12.73	0.01	1.38	0.1	0.05	12.65	94	1.3	102	12.9	282	289.5	33			64.11	1.19	0.10	3.45	0.35	-	-	94	1.2
CKHB-2.1	26.05	1	274	87	3.27	0.11	93.97	0.01	5.41	0.1	0.05	93.81	95	5.1	102	95.8	279	2147.5	34			50.04	3.51	0.26	10.39	0.34	-	-	94	5.4
CKHB-3.1	17.10	2	515	140	3.81	0.10	54.92	0.01	3.53	0.1	0.05	54.81	95	3.3	97	53.2	155	1283.3	61			56.10	2.72	0.18	9.06	0.30	-	-	94	3.5
CKHB-13.1	22.52	1	244	80	3.17	0.10	72.46	0.01	5.26	0.1	0.05	72.27	95	5.0	101	72.9	226	1670.3	42			51.94	3.81	0.23	7.71	0.49	-	-	95	4.5
CKHB-14.1	26.54	1	246	83	3.07	0.10	130.51	0.01	8.05	0.1	0.05	130.27	96	7.7	95	124.4	80	3093.0	120			49.01	4.56	0.26	9.31	0.49	-	-	96	5.9
CKHB-11.1	21.91	1	249	92	2.79	0.10	81.64	0.01	6.21	0.1	0.05	81.40	96	5.9	94	76.8	48	1944.3	198			52.13	5.11	0.22	9.18	0.56	-	-	96	5.8
CKHB-4.2	26.18	1	310	90	3.56	0.10	129.99	0.02	5.41	0.0	0.05	129.88	96	5.2	93	121.1	21	3118.3	463			49.17	3.52	0.25	14.70	0.24	-	-	96	7.0
CKHB-1.1	20.17	1	388	109	3.67	0.12	57.11	0.02	4.71	0.1	0.06	56.91	96	4.5	111	63.2	440	1266.3	22			53.20	3.66	0.21	8.01	0.46	-	-	95	4.3

Tabela Suplementar 7 – Dados isotópicos U–Pb de titanitas metamórficas do ortogneisse granodiorítico JAP-02A (Complexo Guianense), obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.

Sample	²⁰⁴ f ₂₀₆ ^a (%)	Pb (ppm)	Th (ppm)	U (ppm)	Th/U ^b	Isotope ratios ^c						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)						Uncorrected isotopic ratios ^g					²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma) ^h						
						²⁰⁷ Pb*/1σ ²³⁵ U		²⁰⁶ Pb*/1σ ²³⁸ U		²⁰⁷ Pb*/1σ ²⁰⁶ Pb**e		²⁰⁶ Pb*/1σ ²³⁸ U		²⁰⁷ Pb*/1σ ²³⁵ U		²⁰⁷ Pb*/1σ ²⁰⁶ Pb*		Conc. ^f (%)		²³⁸ U/1σ ²⁰⁶ Pb		²⁰⁷ Pb/1σ ²⁰⁶ Pb		Rho		y-intercept	1σ (abs)	Stacey & Kramers	1σ (abs)
						(%)	(%)	Rho ^d	(%)	(%)	(%)	(abs)	(abs)	(abs)	6/8-7/6	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)						
JAP-02A-01 A4	1.42	59	258	194	1.34	6.77	1.38	0.37	0.57	0.4	0.13	1.26	2041	11.7	2081	28.8	2122	26.7	96	2.61	0.57	0.15	1.12	0.51	2049	20.9	2050	13.3	
JAP-02A-01 A5	5.83	79	177	231	0.77	7.69	1.63	0.44	0.66	0.4	0.13	1.49	2370	15.7	2195	35.8	2036	30.4	116	2.05	0.73	0.17	1.11	0.66	2563	21.9	2564	21.7	
JAP-02A-01 A6	3.36	94	260	299	0.88	7.32	1.57	0.42	0.60	0.4	0.13	1.45	2271	13.6	2152	33.9	2040	29.7	111	2.22	0.66	0.15	1.14	0.58	2398	17.9	2397	17.6	
JAP-02A-01 A8	1.06	63	186	249	0.75	6.64	1.49	0.39	0.52	0.4	0.12	1.39	2126	11.1	2064	30.7	2003	27.9	106	2.53	0.53	0.13	1.33	0.40	2152	12.8	2152	12.3	
JAP-02A-01 B2	1.45	65	196	236	0.83	7.64	1.52	0.45	0.59	0.4	0.12	1.40	2394	14.1	2190	33.2	2004	28.0	119	2.19	0.58	0.14	1.30	0.45	2492	37.6	2490	19.6	
JAP-02A-01 B3	1.48	57	277	189	1.48	6.54	1.39	0.37	0.56	0.4	0.13	1.28	2030	11.3	2051	28.6	2073	26.5	98	2.61	0.56	0.15	1.10	0.52	2051	20.6	2052	13.2	
JAP-02A-01 B6	12.24	116	257	215	1.20	8.74	1.76	0.53	0.74	0.4	0.12	1.60	2740	20.2	2311	40.7	1952	31.2	140	1.63	0.74	0.23	1.31	0.56	3076	39.1	3076	38.1	
JAP-02A-01 C5	1.24	60	257	207	1.25	6.56	1.41	0.37	0.54	0.4	0.13	1.30	2052	11.2	2054	29.0	2055	26.8	100	2.62	0.51	0.14	1.14	0.44	2054	17.3	2055	11.8	
JAP-02A-01 C7	1.10	59	235	211	1.12	6.52	1.45	0.37	0.54	0.4	0.13	1.35	2041	10.9	2049	29.7	2056	27.7	99	2.64	0.53	0.14	1.20	0.45	2042	17.2	2043	12.2	
JAP-02A-01 B7	1.55	44	226	148	1.54	6.38	1.27	0.36	0.41	0.3	0.13	1.21	2001	8.3	2030	25.9	2060	24.8	97	2.69	0.40	0.14	1.07	0.37	1994	20.1	1995	10.3	
JAP-02A-01 D2	0.99	106	389	265	1.48	6.40	1.68	0.37	0.56	0.3	0.12	1.58	2047	11.6	2032	34.1	2017	31.9	102	2.66	0.57	0.13	1.59	0.36	2049	13.1	2049	12.7	
JAP-02A-01 D4	0.90	105	267	302	0.89	6.25	1.76	0.38	0.59	0.3	0.12	1.66	2056	12.2	2012	35.5	1966	32.7	105	2.68	0.55	0.12	1.75	0.32	2049	12.6	2049	12.4	
JAP-02A-01 E4	2.71	111	257	272	0.95	6.29	1.90	0.38	0.64	0.3	0.12	1.79	2089	13.4	2017	38.4	1945	34.8	107	2.62	0.61	0.14	1.57	0.39	2059	18.1	2059	14.1	
JAP-02A-01 E6	1.11	89	328	223	1.49	6.25	1.64	0.37	0.56	0.3	0.12	1.55	2008	11.2	2012	33.1	2016	31.2	100	2.71	0.56	0.13	1.46	0.38	2007	14.4	2007	12.2	
JAP-02A-01 E8	1.08	77	218	215	1.02	6.33	1.65	0.37	0.52	0.3	0.13	1.57	2016	10.4	2023	33.4	2031	31.8	99	2.66	0.53	0.13	1.52	0.35	2048	12.6	2048	11.9	
JAP-02A-01 F6	5.77	127	450	207	2.18	6.37	1.71	0.36	0.68	0.4	0.13	1.57	1987	13.5	2029	34.6	2072	32.4	96	2.57	0.63	0.18	1.15	0.55	1995	53.2	1998	20.8	
JAP-02A-01 F8	1.16	80	273	200	1.37	6.32	1.63	0.37	0.51	0.3	0.13	1.55	2010	10.2	2021	33.0	2031	31.5	99	2.66	0.52	0.13	1.50	0.35	2044	12.7	2044	11.7	
JAP-02A-01 G4	1.01	95	316	257	1.24	6.26	1.62	0.36	0.50	0.3	0.12	1.54	2000	10.1	2013	32.6	2025	31.2	99	2.66	0.47	0.13	1.50	0.31	2050	11.5	2051	10.8	
JAP-02A-01 G8	1.29	66	269	215	1.26	6.13	2.67	0.37	0.82	0.3	0.12	2.54	2049	16.9	1995	53.2	1939	49.2	106	2.67	0.71	0.12	2.47	0.29	2054	16.4	2054	16.2	
JAP-02A-01 H1	1.89	87	335	272	1.24	6.50	2.40	0.37	0.59	0.2	0.13	2.32	2051	12.0	2046	49.1	2042	47.5	100	2.64	0.60	0.14	2.18	0.27	2050	16.5	2051	14.3	
JAP-02A-01 H4	1.24	83	389	265	1.48	5.86	2.40	0.34	0.52	0.2	0.12	2.34	1894	9.8	1955	46.9	2021	47.4	94	2.80	0.55	0.13	2.23	0.25	1941	16.2	1942	12.8	
JAP-02A-01 H7	1.17	81	332	295	1.13	6.03	2.43	0.35	0.61	0.3	0.12	2.35	1945	11.8	1981	48.0	2017	47.4	96	2.78	0.60	0.13	2.20	0.27	1952	17.1	1952	13.6	
JAP-02A-01 I3	1.26	82	408	247	1.66	5.79	2.47	0.34	0.60	0.2	0.12	2.40	1905	11.4	1945	48.1	1987	47.7	96	2.85	0.56	0.13	2.27	0.25	1910	16.8	1911	12.9	
JAP-02A-01 I7	4.00	88	394	263	1.51	5.92	2.41	0.35	0.50	0.2	0.12	2.36	1917	9.5	1964	47.4	2013	47.5	95	2.71	0.49	0.15	2.28	0.22	1955	30.5	1957	15.1	
JAP-02A-01 J2	1.00	97	302	353	0.86	5.83	2.94	0.37	0.81	0.3	0.11	2.83	2045	16.6	1951	57.4	1852	52.3	110	2.70	0.78	0.12	2.83	0.27	2052	19.5	2051	17.8	
JAP-02A-01 J3	1.15	84	573	407	1.42	3.84	2.54	0.23	0.84	0.3	0.12	2.40	1327	11.1	1602	40.7	1985	47.7	67	4.42	0.83	0.13	2.20	0.38	1247	26.7	1248	13.1	
JAP-02A-01 J8	1.10	79	328	274	1.20	5.86	2.44	0.34	0.67	0.3	0.12	2.35	1898	12.6	1955	47.7	2016	47.4	94	2.86	0.67	0.13	2.24	0.30	1907	18.3	1907	14.5	
JAP-02A(S) 1.1	0.97	124	387	342	1.14	6.35	1.30	0.37	0.53	0.4	0.12	1.19	2034	10.8	2025	26.4	2016	24.0	101	2.66	0.52	0.13	1.11	0.47	2048	12.1	2049	11.2	
JAP-02A(S) 2.1	0.98	115	481	274	1.77	6.39	1.29	0.37	0.51	0.4	0.12	1.19	2044	10.3	2031	26.2	2019	23.9	101	2.65	0.51	0.13	1.12	0.45	2050	11.9	2050	11.0	
JAP-02A(S) 3.1	1.06	128	276	372	0.75	6.39	1.30	0.37	0.51	0.4	0.12	1.19	2044	10.4	2031	26.4	2018	24.1	101	2.65	0.50	0.13	1.14	0.44	2055	11.8	2056	11.0	
JAP-02A(S) 4.1	1.83	144	500	304	1.66	6.41	1.26	0.37	0.47	0.4	0.12	1.17	2041	9.6	2034	25.7	2028	23.8	101	2.63	0.46	0.14	1.07	0.43	2049	15.0	2050	10.5	
JAP-02A(S) 5.1	1.40	125	520	290	1.80	6.39	1.30	0.37	0.51	0.4	0.12	1.19	2041	10.5	2031	26.4	2021	24.1	101	2.66	0.51	0.13	1.11	0.46	2040	13.4	2040	11.3	
JAP-02A(S) 6.1	0.97	130	517	325	1.60	6.32	1.30	0.37	0.54	0.4	0.12	1.18	2027	10.9	2022	26.3	2016	23.8	101	2.68	0.53	0.13	1.12	0.48	2030	12.4	2030	11.4	
JAP-02A(S) 7.1	2.49	153	470	377	1.26	6.46	1.27	0.38	0.49	0.4	0.12	1.17	2055	10.0	2041	25.8	2027	23.7	101	2.57	0.48	0.14	1.29	0.37	2091	16.4	2092	11.6	
JAP-02A(S) 8.1	1.08	124	503	303	1.67	6.34	1.31	0.37	0.50	0.4	0.12	1.21	2035	10.2	2024	26.4	2012	24.3	101	2.68	0.51	0.13	1.11	0.46	2032	12.3	2033	11.1	
JAP-02A(S) 10.1	0.75	142	378	411	0.93	6.28	1.30	0.37	0.57	0.4	0.12	1.17	2020	11.4	2016	26.2	2011	23.5	100	2.71	0.52	0.13	1.12	0.46	2011	11.9	2011	11.0	
JAP-02A(S) D2	0.80	194	481	546	0.89	6.39	1.61	0.37	0.45	0.3	0.12	1.55	2035	9.1	2031	32.7	2027	31.3	100	2.66	0.43	0.13	1.47	0.30	2050	10.7	2050	10.0	

						Isotope ratios ^c						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)							Uncorrected isotopic ratios ^g					²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma) ^h																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																			
Sample	²⁰⁴ f ₂₀₆ ^a	Pb	Th	U	Th/U ^b	²⁰⁷ Pb*/1σ	²⁰⁶ Pb*/1σ	²⁰⁷ Pb*/1σ	²⁰⁶ Pb*/1σ	²⁰⁷ Pb*/1σ	²⁰⁶ Pb*/1σ	²⁰⁷ Pb*/1σ	²⁰⁶ Pb*/1σ	²⁰⁷ Pb*/1σ	²⁰⁶ Pb*/1σ	Conc. ^f (%)	²³⁸ U/1σ	²⁰⁷ Pb/1σ																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																									</

^a Fração do ²⁰⁶Pb não-radiogênico da análise pontual em titanita, onde $f_{206} = [^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}]_c / [^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}]_a$ (c=comum; a=amostra);

^b Razões Th/U ratios e conteúdo de Pb, Th e U (em ppm) são calculados em relação à titanita de referência Khan;

^c Corrigidas para o *background*, para o fracionamento interno (*within-run*) Pb/U e normalizadas à titanita de referência Khan (valores ID-TIMS/valores medidos); ²⁰⁷Pb/²³⁵U calculada usando a equação $(^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}) * (^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}) * (137.88)$;

^d Rho é a correlação de erro definido como o quociente dos erros propagados das razões ²⁰⁶Pb/²³⁸U and the ²⁰⁷Pb/²³⁵U ratio;

^e Corrigida para o fracionamento de massa (*mass-bias*) por normalização à titanita de referência Khan e para Pb comum usando o modelo de evolução de Pb de Stacey & Kramers (1975);

^g Corrigidas somente para o background e fracionamentos instrumentais, não-corrigidas para Pb comum; podem ser utilizadas para estimar a composição de ²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb inicial pelo *y-intercept* em diagrama TW;

^h Idades ²³⁸U/²⁰⁶Pb corrigidas para ²⁰⁷Pb, ancoradas pelo Pb comum usando as composições de ²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb inicial estimadas pelo *y-intercept* ou pelo modelo de evolução de Pb de Stacey & Kramers (1975).

Tabela Suplementar 8 – Dados isotópicos U–Pb de titanitas metamórficas do ortognaisse granodiorítico JAP-02A (Complexo Guianense), obtidos por SHRIMP IIe no CPGEO-USP.

Sample						Isotope ratios ^c							²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)						Uncorrected isotopic ratios			²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma)						
	²⁰⁴ f ₂₀₆	²⁰⁶ Pb*	Th	U	²³² Th/ ²³⁸ U	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb*	1σ		²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb*	1σ	Conc.(%)	²³⁸ U/ ²⁰⁶ Pb	1σ	²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb	1σ		y-intercept	1σ	Stacey & Kramers	1σ
	(%)	(ppm)	(ppm)	(ppm)		(%)	(%)	(%)	(%)	Rho	(%)		(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	6/8-7/6	(%)	(%)	Rho		(abs)	(abs)					
JAP-02A-13.2	1.47	39	527	126	4.34	6.36	2.38	0.36	1.82	0.8	0.13	1.53	1996	31.3	2027	48.2	1987	35.9	100	2.71	1.81	0.14	1.02	1.79	-	-	1987	35.9
JAP-02A-12.1	0.77	51	226	163	1.44	6.33	2.07	0.36	1.67	0.8	0.13	1.22	1994	28.6	2023	41.8	1985	33.0	100	2.74	1.67	0.13	1.00	1.66	-	-	1985	33.0
JAP-02A-12.2	1.20	36	233	114	2.11	6.30	2.46	0.36	1.75	0.7	0.13	1.73	2004	30.1	2018	49.6	1999	34.9	100	2.71	1.74	0.14	1.35	1.29	-	-	1999	34.9
JAP-02A-11.2	0.92	41	123	130	0.98	6.32	2.04	0.37	1.76	0.9	0.13	1.03	2007	30.3	2021	41.2	2003	35.0	100	2.71	1.75	0.13	0.58	3.02	-	-	2003	35.0
JAP-02A-4.1	1.82	26	222	83	2.77	6.54	4.92	0.37	1.90	0.4	0.13	4.54	2029	33.1	2051	101.0	2021	38.9	100	2.65	1.86	0.14	3.13	0.59	-	-	2021	38.9
JAP-02A-3.1	0.95	39	178	123	1.49	6.43	1.96	0.37	1.72	0.9	0.13	0.94	2043	30.1	2037	39.9	2045	35.1	100	2.66	1.72	0.13	0.53	3.27	-	-	2045	35.1
JAP-02A-5.1	0.98	33	250	102	2.54	6.62	2.18	0.38	1.83	0.8	0.13	1.19	2054	32.1	2062	44.9	2051	37.5	100	2.64	1.82	0.14	0.80	2.27	-	-	2051	37.5
JAP-02A-8.1	1.22	31	365	96	3.94	6.62	2.61	0.38	1.93	0.7	0.13	1.75	2057	34.0	2063	53.8	2054	39.8	100	2.63	1.93	0.14	1.30	1.48	-	-	2054	39.8
JAP-02A-14.1	0.78	50	200	156	1.32	6.47	2.20	0.38	1.61	0.7	0.12	1.49	2055	28.4	2041	44.9	2059	33.4	100	2.64	1.61	0.13	1.26	1.28	-	-	2059	33.4
JAP-02A-2.1	1.48	40	265	124	2.20	6.60	2.10	0.38	1.77	0.8	0.13	1.12	2061	31.3	2059	43.2	2062	36.5	100	2.61	1.77	0.14	0.49	3.57	-	-	2062	36.5
JAP-02A-11.1	1.51	33	404	101	4.12	6.66	2.74	0.38	1.89	0.7	0.13	1.99	2063	33.3	2067	56.7	2062	39.1	100	2.61	1.88	0.14	1.48	1.27	-	-	2062	39.1
JAP-02A-1.1	0.88	43	243	133	1.89	6.60	1.80	0.38	1.61	0.9	0.13	0.80	2062	28.5	2059	37.1	2062	33.3	100	2.63	1.61	0.13	0.43	3.71	-	-	2062	33.3
JAP-02A-16.1	0.87	43	223	133	1.73	6.56	1.75	0.38	1.56	0.9	0.13	0.78	2064	27.6	2054	35.9	2067	32.3	100	2.63	1.56	0.13	0.45	3.48	-	-	2067	32.3
JAP-02A-7.1	0.94	49	358	150	2.47	6.61	1.93	0.38	1.71	0.9	0.13	0.90	2066	30.2	2060	39.8	2067	35.4	100	2.62	1.71	0.14	0.47	3.66	-	-	2067	35.4
JAP-02A-9.1	1.12	37	306	115	2.76	6.69	2.35	0.38	1.78	0.8	0.13	1.53	2068	31.5	2071	48.6	2067	36.9	100	2.61	1.77	0.14	1.17	1.52	-	-	2067	36.9
JAP-02A-6.1	1.41	45	375	137	2.83	6.56	2.14	0.38	1.79	0.8	0.13	1.17	2072	31.8	2054	44.0	2078	37.3	100	2.60	1.79	0.14	0.57	3.13	-	-	2078	37.3
JAP-02A-10.1	0.82	47	246	144	1.76	6.65	2.34	0.38	1.67	0.7	0.13	1.64	2072	29.7	2066	48.4	2074	35.0	100	2.62	1.67	0.13	1.39	1.20	-	-	2074	35.0
JAP-02A-15.1	1.90	41	215	125	1.77	6.79	2.21	0.39	1.61	0.7	0.13	1.51	2101	28.9	2085	46.1	2107	34.3	100	2.55	1.61	0.14	1.02	1.57	-	-	2107	34.3

Tabela Suplementar 9 – Dados isotópicos U–Pb de titanitas metamórficas do paleossoma STG-179B, obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.

Sample	²⁰⁴ f ₂₀₆ ^a (%)	Pb (ppm)	Th (ppm)	U (ppm)	Th/U ^b	Isotope ratios ^c						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)						Uncorrected isotopic ratios ^g					²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma) ^h					
						²⁰⁷ Pb*/1σ		²⁰⁶ Pb*/1σ		²⁰⁷ Pb*/1σ		²⁰⁶ Pb*/1σ		²⁰⁷ Pb*/1σ		²⁰⁶ Pb*/1σ		Conc. ^f (%)		²³⁸ U/1σ		²⁰⁷ Pb/1σ		y-intercept	1σ (abs)	Stacey & Kramers	1σ (abs)	
						²³⁵ U	(%)	²³⁸ U	(%)	Rho ^d	²⁰⁶ Pb** ^e	(%)	²³⁸ U	(abs)	²³⁵ U	(abs)	²⁰⁶ Pb*	(abs)	6/8-7/6	²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb	1σ					
STG-179B A1	1.68	22	25	43	0.60	6.27	2.30	0.35	2.04	0.9	0.13	1.05	1935	39.5	2015	46.2	2097	22.0	92	2.75	2.00	0.14	0.95	2.10	1955	42.4	1955	39.3
STG-179B A3	2.67	98	114	226	0.51	6.92	1.36	0.41	0.59	0.4	0.12	1.23	2229	13.2	2101	28.6	1978	24.3	113	2.30	0.43	0.13	1.17	0.37	2373	21.5	2373	13.3
STG-179B A9	4.10	31	49	75	0.67	6.98	1.21	0.39	0.41	0.3	0.13	1.14	2109	8.5	2109	25.5	2110	24.0	100	2.48	0.39	0.17	0.95	0.41	2109	29.0	2109	13.3
STG-179B B3	3.52	68	55	175	0.32	6.03	1.43	0.34	0.69	0.5	0.13	1.25	1878	12.9	1980	28.3	2089	26.2	90	2.62	0.63	0.16	1.04	0.61	2024	26.6	2024	15.6
STG-179B C1	7.35	39	60	82	0.74	6.68	1.30	0.37	0.64	0.5	0.13	1.13	2029	13.0	2071	26.9	2112	23.9	96	2.47	0.58	0.17	1.02	0.57	2098	37.4	2098	18.0
STG-179B C5	1.53	66	32	209	0.16	6.89	1.22	0.39	0.48	0.4	0.13	1.12	2104	10.0	2098	25.6	2092	23.5	101	2.57	0.47	0.14	1.19	0.40	2106	11.5	2106	10.9
STG-179B C10	6.04	19	43	44	1.00	6.01	1.54	0.35	0.80	0.5	0.13	1.32	1915	15.3	1977	30.5	2042	26.9	94	2.64	0.74	0.18	1.14	0.65	1959	44.0	1959	21.1
STG-179B D10-1	4.65	40	89	77	1.17	6.78	1.49	0.38	0.96	0.6	0.13	1.13	2058	19.8	2083	31.0	2108	23.9	98	2.54	1.03	0.17	0.88	1.17	2046	40.3	2047	24.6
STG-179B D10-2	5.80	39	71	91	0.78	6.31	1.27	0.35	0.47	0.4	0.13	1.18	1930	9.1	2020	25.6	2113	24.9	91	2.73	0.45	0.18	1.05	0.42	1882	46.7	1882	18.7
STG-179B E1	2.42	49	130	151	0.87	4.79	1.28	0.26	0.76	0.6	0.13	1.04	1515	11.5	1783	22.9	2112	21.9	72	3.67	0.72	0.15	0.89	0.81	1463	31.5	1463	14.8
STG-179B E4	2.30	37	54	92	0.59	7.00	1.07	0.39	0.41	0.4	0.13	0.98	2111	8.7	2111	22.5	2111	20.8	100	2.53	0.41	0.15	0.85	0.48	2111	17.5	2111	10.7
STG-179B E8	4.59	43	78	129	0.61	6.03	1.32	0.33	0.73	0.6	0.13	1.10	1858	13.6	1981	26.2	2111	23.2	88	2.81	0.67	0.18	0.83	0.80	1844	44.2	1844	19.5
STG-179B F1-1	2.85	38	81	113	0.72	5.12	1.21	0.28	0.65	0.5	0.13	1.01	1608	10.5	1839	22.2	2112	21.4	76	3.30	0.56	0.15	0.94	0.59	1615	31.9	1615	14.2
STG-179B F1-2	3.20	30	79	58	1.36	6.78	1.37	0.38	0.80	0.6	0.13	1.11	2060	16.6	2083	28.6	2107	23.4	98	2.54	0.74	0.16	0.83	0.89	2078	28.8	2079	17.9
STG-179B F6	3.31	77	90	190	0.48	6.56	1.28	0.38	0.58	0.5	0.13	1.14	2076	12.1	2054	26.3	2032	23.1	102	2.52	0.54	0.15	0.99	0.54	2113	20.4	2113	13.4
STG-179B F10	4.96	24	76	51	1.48	5.69	1.35	0.31	0.66	0.5	0.13	1.17	1750	11.6	1929	26.0	2129	25.0	82	3.07	0.66	0.17	0.78	0.84	1696	43.8	1696	18.7
STG-179B G1	3.13	24	54	50	1.10	6.98	1.16	0.39	0.56	0.5	0.13	1.01	2111	11.9	2109	24.5	2107	21.3	100	2.49	0.48	0.16	0.81	0.60	2120	23.0	2120	13.0
STG-179B G3	2.62	54	65	129	0.51	7.06	1.22	0.39	0.53	0.4	0.13	1.09	2126	11.3	2119	25.8	2112	23.1	101	2.49	0.54	0.16	0.91	0.59	2126	23.2	2126	14.0
STG-179B G7	2.54	50	84	122	0.70	7.01	1.15	0.39	0.50	0.4	0.13	1.04	2112	10.6	2113	24.3	2115	21.9	100	2.51	0.50	0.15	0.86	0.58	2110	21.5	2110	12.9
STG-179B G10-1	3.70	27	47	79	0.59	5.11	1.53	0.28	1.09	0.7	0.13	1.07	1599	17.5	1837	28.1	2119	22.7	75	3.34	1.02	0.17	0.81	1.26	1572	41.4	1573	20.8
STG-179B G10-2	3.31	48	134	116	1.17	6.05	1.10	0.33	0.60	0.5	0.13	0.93	1846	11.0	1983	21.8	2129	19.7	87	2.88	0.56	0.16	0.78	0.72	1829	34.5	1830	15.6
STG-179B H3	14.88	107	37	157	0.24	6.72	1.64	0.37	0.94	0.6	0.13	1.35	2043	19.3	2075	34.1	2107	28.4	97	2.16	0.98	0.30	0.83	1.18	2035	160.7	2037	60.4
STG-179B H5	5.24	79	87	185	0.47	6.33	1.31	0.35	0.75	0.6	0.13	1.07	1931	14.5	2022	26.4	2116	22.7	91	2.72	0.78	0.18	0.84	0.93	1903	44.9	1904	21.2
STG-179B I2	10.11	79	66	142	0.47	6.18	1.48	0.33	0.83	0.6	0.13	1.22	1851	15.4	2002	29.6	2161	26.4	86	2.77	0.87	0.23	1.07	0.82	1751	85.1	1751	33.6
STG-179B I3	3.18	49	89	114	0.78	7.10	1.05	0.39	0.40	0.4	0.13	0.97	2122	8.4	2124	22.3	2125	20.6	100	2.50	0.42	0.15	0.87	0.48	2121	19.9	2121	11.3
STG-179B I7	5.47	118	263	248	1.07	6.85	1.23	0.40	0.48	0.4	0.12	1.14	2163	10.4	2092	25.8	2022	23.0	107	2.36	0.68	0.20	1.40	0.48	2119	62.4	2120	26.9
STG179B(S) 1.1	23.68	282	208	373	0.56	3.99	2.62	0.25	1.62	0.6	0.12	2.07	1436	23.2	1632	42.8	1893	39.1	76	2.98	1.38	0.33	1.25	1.10	1429	149.4	1430	56.5
STG179B(S) 2.1	9.57	115	147	209	0.71	5.11	1.72	0.30	0.86	0.5	0.12	1.49	1690	14.6	1838	31.7	2010	30.0	84	3.09	0.82	0.21	1.14	0.72	1607	69.4	1608	27.7
STG179B(S) 3.1	1.98	286	290	636	0.46	7.46	1.31	0.51	0.48	0.4	0.11	1.22	2641	12.6	2169	28.3	1747	21.3	151	1.96	0.44	0.12	1.19	0.37	2880	121.6	2878	45.9
STG179B(S) 7.1	3.56	46	48	125	0.39	6.96	1.12	0.38	0.43	0.4	0.13	1.03	2096	9.1	2106	23.5	2117	21.8	99	2.51	0.41	0.16	0.83	0.50	2092	27.7	2092	13.1
STG179B(S) 12.1	8.13	47	121	85	1.43	6.15	1.33	0.34	0.60	0.5	0.13	1.18	1881	11.3	1997	26.5	2119	25.0	89	2.72	0.55	0.20	0.80	0.68	1840	65.0	1840	25.1
STG179B(S) 13.1	1.98	36	50	96	0.53	7.08	1.08	0.39	0.41	0.4	0.13	1.00	2115	8.7	2121	22.9	2127	21.2	99	2.52	0.40	0.15	0.90	0.45	2113	17.7	2113	10.6
STG179B(S) 4.1	2.64	41	79	98	0.81	7.03	1.11	0.39	0.38	0.3	0.13	1.04	2118	8.1	2115	23.5	2112	22.0	100	2.50	0.38	0.16	0.89	0.43	2119	22.1	2119	11.3

						Isotope ratios ^c						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)						Uncorrected isotopic ratios ^g					²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma) ^h					
Sample	²⁰⁴ f ₂₀₆ ^a	Pb	Th	U	Th/U ^b	²⁰⁷ Pb*/ 1σ	²⁰⁶ Pb*/ 1σ	²⁰⁷ Pb*/ 1σ	²⁰⁶ Pb*/ 1σ	²⁰⁷ Pb*/ 1σ	²⁰⁷ Pb*/ 1σ	Conc. ^f (%)	²³⁸ U/ 1σ	²⁰⁷ Pb/ 1σ	²⁰⁶ Pb/ 1σ	²³⁸ U/ 1σ	²⁰⁷ Pb/ 1σ	²⁰⁶ Pb/ 1σ	²³⁸ U/ 1σ	²⁰⁷ Pb/ 1σ	²⁰⁶ Pb/ 1σ	y-intercept	1σ	Stacey &	1σ			
	(%)	(ppm)	(ppm)	(ppm)		²³⁵ U (%)	²³⁸ U (%)	Rho ^d	²⁰⁶ Pb* ^e (%)	²³⁸ U (abs)	²³⁵ U (abs)	²⁰⁶ Pb* (abs)	6/8-7/6	²⁰⁶ Pb (%)	²⁰⁶ Pb (%)	Rho		(abs)	Kramers	(abs)		(abs)		(abs)				
STG179B(S) 5.1	3.83	26	47	50	0.95	7.00	1.23	0.39	0.45	0.4	0.13	1.14	2119	9.6	2111	25.9	2103	24.0	101	2.48	0.45	0.17	0.83	0.54	2111	29.2	2112	14.0
STG179B(S) 6.1	19.59	225	205	310	0.67	4.13	2.75	0.26	1.58	0.6	0.11	2.24	1495	23.6	1660	45.6	1875	42.1	80	3.08	1.57	0.30	0.91	1.72	1450	123.4	1452	48.6
STG179B(S) 9.1	9.11	153	99	504	0.20	2.63	3.35	0.16	2.69	0.8	0.12	1.99	930	25.0	1309	43.8	1999	39.9	47	5.56	2.26	0.20	1.69	1.34	926	48.3	927	25.7
STG179B(S) 10.1	9.61	142	149	277	0.54	5.05	2.22	0.28	1.06	0.5	0.13	1.95	1602	17.0	1828	40.5	2096	40.8	76	3.19	0.96	0.21	1.47	0.65	1572	65.1	1573	27.3
STG179B(S) 14.1	12.91	153	105	429	0.25	3.53	2.22	0.20	0.94	0.4	0.13	2.02	1168	10.9	1533	34.1	2082	42.0	56	4.37	0.86	0.24	1.04	0.83	1111	70.3	1112	26.6
STG179B(S) 15.1	5.54	21	56	33	1.69	6.94	1.95	0.39	1.00	0.5	0.13	1.67	2110	21.2	2104	41.0	2098	35.1	101	2.45	0.96	0.18	1.15	0.83	2116	41.4	2117	24.5
STG179B(S) 16.1	3.03	36	67	86	0.78	6.98	1.60	0.39	0.51	0.3	0.13	1.51	2100	10.8	2109	33.7	2118	32.0	99	2.52	0.57	0.16	1.30	0.44	2094	26.4	2094	15.3
STG179B(S) E2	8.36	72	41	172	0.24	6.52	1.82	0.36	0.66	0.4	0.13	1.69	1980	13.1	2049	37.2	2118	35.9	93	2.83	0.80	0.20	1.30	0.62	1771	64.6	1772	26.8
STG179B(S) F4	3.24	31	86	62	1.41	6.98	1.71	0.39	0.77	0.4	0.13	1.53	2106	16.2	2109	36.1	2113	32.3	100	2.51	0.81	0.16	1.27	0.64	2107	28.2	2107	19.5
STG179B(S) F5	2.90	37	69	87	0.79	6.96	1.72	0.38	0.66	0.4	0.13	1.59	2099	13.8	2107	36.3	2115	33.7	99	2.59	0.72	0.16	1.33	0.54	2035	29.1	2035	17.7

^a Fração do ²⁰⁶Pb não-radiogênico da análise pontual em titanita, onde $f_{206} = [^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}]_c / [^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}]_a$ (c=comum; a=amostra);

^b Razões Th/U ratios e conteúdo de Pb, Th e U (em ppm) são calculados em relação à titanita de referência Khan;

^c Corrigidas para o *background*, para o fracionamento interno (*within-run*) Pb/U e normalizadas à titanita de referência Khan (valores ID-TIMS/valores medidos); ²⁰⁷Pb/²³⁵U calculada usando a equação $(^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}) * (^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}) * (137.88)$;

^d Rho é a correlação de erro definido como o quociente dos erros propagados das razões ²⁰⁶Pb/²³⁸U and the ²⁰⁷Pb/²³⁵U ratio;

^e Corrigida para o fracionamento de massa (*mass-bias*) por normalização à titanita de referência Khan e para Pb comum usando o modelo de evolução de Pb de Stacey & Kramers (1975);

^g Corrigidas somente para o background e fracionamentos instrumentais, não-corrigidas para Pb comum; podem ser utilizadas para estimar a composição de ²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb inicial pelo *y-intercept* em diagrama TW;

^h Idades ²³⁸U/²⁰⁶Pb corrigidas para ²⁰⁷Pb, ancoradas pelo Pb comum usando as composições de ²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb inicial estimadas pelo *y-intercept* ou pelo modelo de evolução de Pb de Stacey & Kramers (1975).

Tabela Suplementar 10 – Dados isotópicos U–Pb de titanitas metamórficas do paleossoma STG-179B, obtidos por SHRIMP IIe no CPGEO-USP.

Sample						Isotope ratios						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)						Uncorrected isotopic ratios					²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma)						
	²⁰⁴ f ₂₀₆	²⁰⁶ Pb*	Th	U	²³² Th/ ²³⁸ U	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	Rho	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb*	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb*	1σ	Conc.(%)	²³⁸ U/ ²⁰⁶ Pb	1σ	²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb	1σ	Rho	y-intercept	1σ	Stacey & Kramers	1σ	
	(%)	(ppm)	(ppm)	(ppm)		(%)	(%)	(%)	(%)		(%)	(%)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)		
CKHB-15.1	30.89	1	278	84	3.41	0.09	173.36	0.01	9.66	0.1	0.05	173.09	92	8.8	91	157.8	78	4111.8	118		48.33	4.72	0.29	11.32	0.42	-	-	92	7.0
CKHB-12.1	21.61	1	319	91	3.61	0.11	62.11	0.01	4.37	0.1	0.05	61.95	92	4.0	105	65.3	407	1386.4	23		54.39	2.86	0.22	7.64	0.38	-	-	91	3.6
CKHB-9.1	21.69	1	234	72	3.38	0.11	73.44	0.01	4.66	0.1	0.05	73.29	92	4.3	104	76.4	382	1647.5	24		54.32	3.16	0.23	10.15	0.31	-	-	92	4.4
CKHB-4.1	24.86	1	334	97	3.58	0.10	110.06	0.01	4.35	0.0	0.05	109.97	92	4.0	95	104.7	165	2570.5	56		52.06	1.80	0.25	13.50	0.13	-	-	92	5.4
CKHB-2.2	26.02	1	263	82	3.32	0.10	146.31	0.01	8.11	0.1	0.05	146.08	93	7.5	94	137.0	108	3450.3	86		50.88	2.00	0.25	9.50	0.21	-	-	93	4.2
CKHB-1.2	8.09	5	499	369	1.40	0.09	25.71	0.01	1.57	0.1	0.05	25.66	93	1.5	91	23.4	45	613.3	205		63.29	1.24	0.11	7.67	0.16	-	-	93	1.6
CKHB-5.1	36.69	1	346	87	4.08	0.11	114.60	0.01	8.48	0.1	0.05	114.28	94	7.9	106	121.5	390	2565.2	24		43.20	6.88	0.34	8.94	0.77	-	-	93	8.5
CKHB-7.1	9.25	5	310	365	0.88	0.11	45.72	0.01	2.70	0.1	0.05	45.64	94	2.5	102	46.6	302	1040.6	31		62.09	1.26	0.13	10.61	0.12	-	-	93	2.1
CKHB-8.1	25.19	1	247	80	3.19	0.11	77.23	0.01	4.34	0.1	0.05	77.11	94	4.0	105	80.9	360	1739.9	26		51.00	1.85	0.25	8.19	0.23	-	-	93	3.7
CKHB-6.1	18.72	2	178	182	1.01	0.11	71.51	0.01	4.38	0.1	0.05	71.38	94	4.1	102	72.9	287	1631.7	33		55.21	3.85	0.20	13.53	0.28	-	-	94	5.3
CKHB-10.1	5.65	5	344	391	0.91	0.11	12.73	0.01	1.38	0.1	0.05	12.65	94	1.3	102	12.9	282	289.5	33		64.11	1.19	0.10	3.45	0.35	-	-	94	1.2
CKHB-2.1	26.05	1	274	87	3.27	0.11	93.97	0.01	5.41	0.1	0.05	93.81	95	5.1	102	95.8	279	2147.5	34		50.04	3.51	0.26	10.39	0.34	-	-	94	5.4
CKHB-3.1	17.10	2	515	140	3.81	0.10	54.92	0.01	3.53	0.1	0.05	54.81	95	3.3	97	53.2	155	1283.3	61		56.10	2.72	0.18	9.06	0.30	-	-	94	3.5
CKHB-13.1	22.52	1	244	80	3.17	0.10	72.46	0.01	5.26	0.1	0.05	72.27	95	5.0	101	72.9	226	1670.3	42		51.94	3.81	0.23	7.71	0.49	-	-	95	4.5
CKHB-14.1	26.54	1	246	83	3.07	0.10	130.51	0.01	8.05	0.1	0.05	130.27	96	7.7	95	124.4	80	3093.0	120		49.01	4.56	0.26	9.31	0.49	-	-	96	5.9
CKHB-11.1	21.91	1	249	92	2.79	0.10	81.64	0.01	6.21	0.1	0.05	81.40	96	5.9	94	76.8	48	1944.3	198		52.13	5.11	0.22	9.18	0.56	-	-	96	5.8
CKHB-4.2	26.18	1	310	90	3.56	0.10	129.99	0.02	5.41	0.0	0.05	129.88	96	5.2	93	121.1	21	3118.3	463		49.17	3.52	0.25	14.70	0.24	-	-	96	7.0
CKHB-1.1	20.17	1	388	109	3.67	0.12	57.11	0.02	4.71	0.1	0.06	56.91	96	4.5	111	63.2	440	1266.3	22		53.20	3.66	0.21	8.01	0.46	-	-	95	4.3

Tabela Suplementar 11 – Dados isotópicos U–Pb de titanitas do metatonalito B107 obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.

						Isotope ratios ^c						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)						Uncorrected isotopic ratios ^g					²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma) ^h					
Sample	²⁰⁴ f ₂₀₆ ^a (%)	Pb (ppm)	Th (ppm)	U (ppm)	Th/U ^b	²⁰⁷ Pb*/1σ		²⁰⁶ Pb*/1σ		²⁰⁷ Pb*/1σ		²⁰⁶ Pb*/1σ		²⁰⁷ Pb*/1σ		Conc. ^f (%)	²³⁸ U/1σ		²⁰⁷ Pb/1σ		²⁰⁶ Pb/1σ		y-intercept	1σ		Stacey & Kramers		1σ
						²³⁵ U (%)	Rho ^d	²³⁸ U (%)	Rho ^d	²³⁵ U (abs)	²³⁸ U (abs)	²³⁵ U (abs)	²³⁸ U (abs)	²³⁵ U (abs)	²³⁸ U (abs)		²⁰⁶ Pb (%)	²⁰⁷ Pb (%)	Rho	6/8-7/6								
B107-1 A4	0.04	34	43	133	0.32	6.13	2.42	0.35	0.59	0.2	0.13	2.35	1929	11.4	1994	48.2	2062	48.4	94	2.71	0.54	0.16	1.94	0.28	1853	71.4	1950	15.7
B107-1 A5	0.03	43	22	202	0.11	6.08	2.30	0.34	0.58	0.2	0.13	2.23	1879	10.8	1988	45.8	2103	46.9	89	2.84	0.55	0.15	1.91	0.29	1774	68.9	1870	15.3
B107-1 B7	0.01	48	6	230	0.03	6.67	2.26	0.37	0.55	0.2	0.13	2.19	2012	11.1	2069	46.8	2126	46.6	95	2.69	0.54	0.14	2.12	0.26	1970	35.1	2009	13.3
B107-1 B9	0.01	45	13	321	0.04	6.60	2.28	0.37	0.61	0.3	0.13	2.20	2016	12.3	2059	47.0	2103	46.3	96	2.69	0.60	0.14	2.13	0.28	1978	33.3	2013	14.2
B107-1 B10	0.03	19	9	85	0.11	6.50	2.36	0.36	0.80	0.3	0.13	2.22	1969	15.8	2046	48.3	2124	47.1	93	2.69	0.76	0.15	1.94	0.39	1896	62.1	1977	18.1
B107-1 C8	0.02	26	25	108	0.23	6.44	2.28	0.36	0.57	0.2	0.13	2.21	1965	11.1	2038	46.4	2113	46.6	93	2.71	0.58	0.15	1.95	0.30	1896	56.5	1970	14.9
B107-1 C9	0.02	27	19	115	0.17	6.55	2.28	0.36	0.60	0.3	0.13	2.20	1974	11.8	2053	46.8	2134	47.0	93	2.74	0.60	0.15	1.95	0.31	1876	55.8	1949	15.1
B107-1 C10	0.11	10	56	22	2.59	7.38	2.94	0.41	0.64	0.2	0.13	2.87	2197	14.2	2159	63.4	2123	60.8	103	2.22	0.57	0.22	1.50	0.38	1926	201.7	2206	30.7
B107-1 E1	0.01	79	9	362	0.03	6.48	2.61	0.39	0.67	0.3	0.12	2.53	2129	14.3	2043	53.4	1957	49.4	109	2.59	0.65	0.12	2.46	0.26	2148	33.0	2121	15.8
B107-1 E7	0.03	23	18	100	0.18	6.64	2.30	0.36	0.69	0.3	0.13	2.20	2001	13.7	2064	47.5	2129	46.8	94	2.61	0.68	0.15	1.95	0.35	1976	53.3	2042	16.7
B107-1 E10	0.02	24	33	90	0.37	6.80	1.83	0.38	0.57	0.3	0.13	1.74	2068	11.8	2085	38.2	2102	36.6	98	2.50	0.59	0.15	1.53	0.39	2090	42.3	2139	14.6
B107-1 F10	0.02	26	38	92	0.41	6.63	1.84	0.37	0.54	0.3	0.13	1.76	2045	11.1	2064	37.9	2083	36.6	98	2.55	0.51	0.14	1.57	0.33	2064	37.2	2106	12.8
B107-1 E5	0.01	34	5	131	0.04	6.78	1.79	0.37	0.53	0.3	0.13	1.71	2043	10.8	2083	37.2	2122	36.2	96	2.61	0.53	0.14	1.63	0.32	2032	31.6	2066	12.5
B107-1 F8	0.03	21	11	72	0.16	6.56	1.87	0.37	0.62	0.3	0.13	1.76	2032	12.6	2054	38.4	2075	36.6	98	2.59	0.64	0.15	1.53	0.42	2005	47.3	2063	15.2
B107-1 H4	0.02	37	29	129	0.23	6.84	1.80	0.38	0.52	0.3	0.13	1.73	2089	10.8	2091	37.7	2092	36.1	100	2.54	0.49	0.14	1.58	0.31	2085	31.7	2119	12.2
B107-1 H9	0.02	22	24	65	0.37	7.05	1.93	0.39	0.74	0.4	0.13	1.78	2128	15.8	2117	40.9	2107	37.5	101	2.52	0.75	0.14	1.58	0.48	2090	37.9	2128	17.5
B107-1 H10	0.01	41	26	152	0.17	6.67	1.82	0.37	0.59	0.3	0.13	1.72	2023	11.9	2069	37.6	2114	36.4	96	2.65	0.57	0.14	1.63	0.35	1998	33.4	2036	13.3
B107-1 I1	0.03	24	19	81	0.24	6.42	1.83	0.36	0.54	0.3	0.13	1.75	1996	10.8	2035	37.3	2075	36.4	96	2.65	0.50	0.15	1.54	0.32	1948	50.5	2014	12.9
B107-1 J4	0.01	75	10	297	0.03	6.38	2.19	0.40	0.53	0.2	0.11	2.12	2191	11.7	2030	44.4	1870	39.7	117	2.36	0.56	0.12	2.01	0.28	2422	96.9	2326	16.9
B107-2 A1	0.01	80	30	310	0.10	4.88	2.79	0.27	1.09	0.4	0.13	2.56	1553	17.0	1799	50.2	2097	53.8	74	3.67	1.28	0.14	2.41	0.53	1410	53.6	1485	20.8
B107-2 A4.1	0.01	78	21	339	0.06	2.97	5.41	0.16	4.76	0.9	0.13	2.57	982	46.8	1401	75.8	2112	54.3	46	5.82	4.30	0.14	2.41	1.78	888	55.8	954	40.3
B107-2 A4.2	0.01	80	20	294	0.07	6.85	2.96	0.38	1.47	0.5	0.13	2.57	2087	30.8	2092	61.9	2097	53.9	99	2.60	1.48	0.14	2.44	0.61	2064	44.9	2086	32.1
B107-2 A8.1	0.01	52	67	126	0.54	7.58	2.64	0.42	0.59	0.2	0.13	2.58	2255	13.2	2183	57.7	2116	54.5	107	2.38	0.58	0.14	2.36	0.24	2260	29.7	2259	16.2
B107-2 05.2	0.01	64	72	158	0.46	7.27	2.67	0.40	0.70	0.3	0.13	2.58	2192	15.3	2145	57.4	2100	54.2	104	2.50	0.71	0.14	2.41	0.30	2144	30.5	2158	17.7
B107(B2	0.01	60	14	171	0.08	7.02	2.69	0.39	0.81	0.3	0.13	2.56	2123	17.2	2114	56.8	2105	54.0	101	2.56	0.84	0.14	2.41	0.35	2083	35.0	2108	19.7
B107(B4	0.02	77	27	219	0.12	6.90	2.72	0.38	0.92	0.3	0.13	2.56	2090	19.2	2099	57.2	2108	54.0	99	2.57	0.89	0.15	2.27	0.39	2037	47.3	2086	20.9
B107(B5	0.01	89	14	293	0.05	6.46	2.65	0.36	0.67	0.3	0.13	2.57	1993	13.3	2040	54.2	2088	53.6	95	2.73	0.69	0.14	2.43	0.28	1940	37.0	1980	16.0
B107(B8	0.01	109	18	403	0.04	6.95	2.65	0.39	0.71	0.3	0.13	2.55	2106	15.0	2105	55.8	2104	53.7	100	2.58	0.71	0.14	2.46	0.29	2090	29.0	2104	17.1
B107-2 C3	0.01	50	11	210	0.05	6.51	2.64	0.36	0.48	0.2	0.13	2.59	2006	9.7	2048	54.1	2090	54.2	96	2.73	0.50	0.13	2.54	0.20	1971	28.1	1996	12.7
B107-2 C4	0.02	27	29	84	0.35	7.38	2.63	0.41	0.55	0.2	0.13	2.58	2210	12.1	2158	56.8	2110	54.4	105	2.43	0.57	0.14	2.37	0.24	2204	28.9	2214	15.5
B107-2 C6	0.01	52	21	208	0.10	6.48	2.66	0.36	0.66	0.2	0.13	2.58	1988	13.1	2043	54.3	2099	54.1	95	2.75	0.66	0.13	2.51	0.26	1942	32.7	1974	15.2
B107-2 C7	0.01	40	7	175	0.04	6.79	2.65	0.38	0.59	0.2	0.13	2.58	2069	12.2	2084	55.2	2100	54.2	99	2.64	0.60	0.13	2.49	0.24	2030	29.0	2052	14.7
B107-2 C8	0.01	21	11	71	0.15	7.84	2.63	0.43	0.42	0.2	0.13	2.60	2323	9.8	2212	58.2	2111	54.8	110	2.32	0.44	0.14	2.42	0.18	2374	47.5	2335	14.6
B107-2 D2	0.01	55	5	235	0.02	6.50	2.64	0.37	0.48	0.2	0.13	2.59	2007	9.7	2046	54.0	2087	54.1	96	2.74	0.48	0.13	2.52	0.19	1956	29.8	1985	12.5
B107-2 D5	0.01	44	6	180	0.03	6.60	2.69	0.37	0.59	0.2	0.13	2.62	2046	12.2	2059	55.4	2073	54.4	99	2.64	0.56	0.13	2.51	0.22	2038	27.6	2057	14.1
B107-2 D7	0.01	30	11	112	0.10	6.87	2.68	0.39	0.68	0.3	0.13	2.60	2100	14.2	2095	56.2	2090	54.3	100	2.57	0.68	0.14	2.46	0.28	2090	29.7	2108	16.7

						Isotope ratios ^c						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)						Uncorrected isotopic ratios ^g					²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma) ^h					
Sample	²⁰⁴ f ₂₀₆ ^a	Pb	Th	U	Th/U ^b	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ Rho ^d	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb*	1σ	Conc. ^f (%)	²³⁸ U/ ²⁰⁶ Pb	1σ	²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb	1σ	Rho	y-intercept	1σ	Stacey & Kramers	1σ	
	(%)	(ppm)	(ppm)	(ppm)		(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(abs)	(abs)	(abs)	
B107-2 D4	0.01	43	52	845	0.06	6.38	2.72	0.37	0.55	0.2	0.13	2.66	2009	11.1	2029	55.1	2050	54.5	98	2.71	0.56	0.13	2.51	0.22	1976	30.5	2005	13.7
B107-2 C2	0.01	56	28	185	0.15	6.68	2.59	0.37	0.67	0.3	0.13	2.51	2052	13.8	2070	53.7	2087	52.3	98	2.64	0.65	0.14	2.39	0.27	2029	29.9	2053	15.4
B107-2 E4	0.01	47	14	146	0.10	6.72	2.63	0.38	0.79	0.3	0.13	2.51	2068	16.2	2075	54.7	2083	52.4	99	2.60	0.65	0.13	2.39	0.27	2072	27.8	2088	15.6
B107-2 E7	0.01	38	13	113	0.11	7.18	2.60	0.40	0.67	0.3	0.13	2.51	2181	14.6	2134	55.5	2089	52.5	104	2.48	0.66	0.14	2.35	0.28	2174	28.1	2180	16.7
B107-2 F3	0.01	57	5	188	0.03	6.92	2.58	0.39	0.62	0.2	0.13	2.51	2108	13.0	2101	54.2	2093	52.5	101	2.57	0.61	0.14	2.39	0.26	2093	27.3	2108	15.2
B107-2 F4	0.01	69	10	279	0.03	6.90	2.57	0.39	0.61	0.2	0.13	2.49	2107	12.9	2099	53.8	2091	52.1	101	2.58	0.62	0.13	2.44	0.25	2106	25.3	2110	15.3
B107-2 F5	0.01	56	14	188	0.08	6.87	2.58	0.38	0.59	0.2	0.13	2.51	2097	12.4	2094	54.0	2091	52.5	100	2.57	0.58	0.14	2.38	0.24	2086	27.7	2104	14.6
B107-2 G1	0.01	35	16	79	0.21	6.93	3.05	0.39	1.68	0.6	0.13	2.54	2135	35.8	2103	64.0	2071	52.7	103	2.52	1.71	0.14	2.36	0.72	2134	50.5	2146	37.9
B107-2 G8	0.01	57	10	188	0.06	7.01	2.58	0.39	0.62	0.2	0.13	2.51	2123	13.3	2112	54.6	2102	52.7	101	2.55	0.63	0.13	2.41	0.26	2117	26.3	2125	15.7
B107-2 H2	0.01	45	41	125	0.33	6.63	2.79	0.37	1.22	0.4	0.13	2.51	2033	24.8	2063	57.6	2094	52.5	97	2.68	1.24	0.14	2.40	0.52	1989	40.9	2020	26.2
B107-2 H4	0.01	77	23	265	0.09	6.87	2.56	0.38	0.57	0.2	0.13	2.49	2098	12.0	2095	53.5	2091	52.1	100	2.59	0.58	0.13	2.43	0.24	2089	24.9	2098	14.5
B107-2 I2	0.01	36	21	100	0.21	7.90	1.48	0.44	0.46	0.3	0.13	1.41	2341	10.7	2220	32.8	2110	29.6	111	2.30	0.47	0.14	1.30	0.36	2381	41.1	2344	13.0
B107-2 I5	0.01	51	12	172	0.07	6.95	1.52	0.39	0.57	0.4	0.13	1.40	2102	12.1	2105	31.9	2109	29.6	100	2.58	0.54	0.14	1.32	0.41	2076	24.1	2098	12.3
B107-2 I7	0.01	55	13	184	0.07	6.98	1.45	0.39	0.40	0.3	0.13	1.39	2102	8.5	2108	30.6	2115	29.4	99	2.57	0.42	0.14	1.33	0.32	2079	23.8	2103	10.2
B107-2 I8.1	0.01	34	14	94	0.15	8.04	1.50	0.45	0.46	0.3	0.13	1.43	2385	10.9	2235	33.5	2100	30.0	114	2.24	0.49	0.14	1.29	0.38	2486	76.7	2414	14.7
B107-2 I8.2	0.01	30	22	77	0.28	8.33	1.49	0.46	0.38	0.3	0.13	1.44	2435	9.2	2268	33.8	2121	30.5	115	2.16	0.35	0.14	1.28	0.28	2615	140.5	2500	13.5
B107-2 J3	0.01	36	5	108	0.05	7.19	1.58	0.40	0.66	0.4	0.13	1.44	2151	14.2	2135	33.8	2120	30.5	101	2.48	0.64	0.14	1.30	0.49	2150	26.4	2170	15.0
B107-2 J5	0.01	47	67	123	0.55	7.02	1.54	0.39	0.62	0.4	0.13	1.41	2126	13.3	2114	32.6	2102	29.6	101	2.53	0.68	0.14	1.30	0.52	2114	25.7	2134	15.3
B107-2 J6	0.01	38	14	112	0.13	7.84	1.57	0.44	0.59	0.4	0.13	1.45	2330	13.8	2213	34.7	2107	30.5	111	2.32	0.60	0.14	1.33	0.45	2372	44.7	2332	15.8
B107-2 J8	0.01	42	20	125	0.16	7.06	1.61	0.39	0.70	0.4	0.13	1.45	2122	14.8	2119	34.1	2115	30.7	100	2.54	0.70	0.14	1.31	0.53	2100	29.0	2126	15.9

^a Fração do ²⁰⁶Pb não-radiogênico da análise pontual em titanita, onde $f_{206} = [^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}]_c / [^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}]_a$ (c=comum; a=amostra);

^b Razões Th/U ratios e conteúdo de Pb, Th e U (em ppm) são calculados em relação à titanita de referência Khan;

^c Corrigidas para o *background*, para o fracionamento interno (*within-run*) Pb/U e normalizadas à titanita de referência Khan (valores ID-TIMS/valores medidos); ²⁰⁷Pb/²³⁵U calculada usando a equação $(^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}) * (^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}) * (137.88)$;

^d Rho é a correlação de erro definido como o quociente dos erros propagados das razões ²⁰⁶Pb/²³⁸U and the ²⁰⁷Pb/²³⁵U ratio;

^e Corrigida para o fracionamento de massa (*mass-bias*) por normalização à titanita de referência Khan e para Pb comum usando o modelo de evolução de Pb de Stacey & Kramers (1975);

^g Corrigidas somente para o background e fracionamentos instrumentais, não-corrigidas para Pb comum; podem ser utilizadas para estimar a composição de ²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb inicial pelo *y-intercept* em diagrama TW;

^h Idades ²³⁸U/²⁰⁶Pb corrigidas para ²⁰⁷Pb, ancoradas pelo Pb comum usando as composições de ²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb inicial estimadas pelo *y-intercept* ou pelo modelo de evolução de Pb de Stacey & Kramers (1975).

Tabela Suplementar 12 – Dados isotópicos U–Pb de titanitas magmáticas do granito SOS-1257 (Plúton Pedra Furada) obtidos por LA-Q-ICP-MS no Laboratório Pará-Iso.

Sample						Isotope ratios ^c						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)								Uncorrected isotopic ratios ^g					²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma) ^h			
	²⁰⁴ f ₂₀₆ ^a (%)	Pb (ppm)	Th (ppm)	U (ppm)	Th/U ^b	²⁰⁷ Pb*/1σ		²⁰⁶ Pb*/1σ		²⁰⁷ Pb*/1σ		²⁰⁶ Pb*/1σ		²⁰⁷ Pb*/1σ		Conc. ^f (%)	²³⁸ U/1σ		²⁰⁷ Pb/1σ		Rho	y-intercept	1σ (abs)	Stacey & Kramers	1σ (abs)			
						²³⁵ U (%)	Rho ^d	²³⁸ U (%)	²⁰⁶ Pb** (%)	²³⁸ U (abs)	²³⁵ U (abs)	²⁰⁶ Pb* (abs)	6/8-7/6	²³⁸ Pb (%)	²⁰⁶ Pb (%)													
SOS-1257 A1	8.27	20	57	188	0.31	0.89	3.37	0.10	1.44	0.4	0.06	3.05	623	8.9	646	21.8	729	22.2	85	8.99	1.34	0.12	1.44	0.93	635	15.5	630	10.4
SOS-1257 A3	4.16	21	82	230	0.36	0.88	3.29	0.10	1.47	0.4	0.06	2.95	626	9.2	643	21.2	704	20.7	89	9.31	1.39	0.10	1.82	0.77	634	11.1	631	9.3
SOS-1257 A5	6.43	22	67	210	0.32	0.88	3.40	0.11	1.41	0.4	0.06	3.10	647	9.1	643	21.9	629	19.5	103	9.08	1.36	0.11	1.90	0.72	637	13.6	633	9.9
SOS-1257 A7	11.22	35	78	241	0.32	0.95	3.29	0.11	1.40	0.4	0.06	2.98	651	9.1	678	22.3	767	22.8	85	8.26	1.23	0.16	1.38	0.89	661	23.6	652	13.3
SOS-1257 A9	5.09	13	44	134	0.33	0.86	3.51	0.10	1.47	0.4	0.06	3.19	630	9.3	629	22.1	626	20.0	101	9.23	1.39	0.10	1.76	0.79	634	12.1	631	9.5
SOS-1257 B3	4.74	21	99	211	0.47	0.86	3.28	0.10	1.41	0.4	0.06	2.96	633	9.0	633	20.7	632	18.7	100	9.26	1.36	0.10	1.72	0.79	635	11.4	632	9.2
SOS-1257 B4	7.72	11	50	98	0.52	0.88	3.93	0.10	1.45	0.4	0.06	3.65	637	9.2	639	25.1	647	23.6	98	9.01	1.38	0.12	1.54	0.90	633	15.8	628	10.7
SOS-1257 C3	5.59	19	61	190	0.33	0.86	3.49	0.10	1.44	0.4	0.06	3.18	633	9.1	632	22.1	629	20.0	101	9.17	1.37	0.11	1.77	0.77	635	12.5	632	9.6
SOS-1257 C6	6.53	14	48	143	0.34	0.89	3.55	0.10	1.48	0.4	0.06	3.23	628	9.3	645	22.9	705	22.7	89	9.09	1.40	0.11	1.53	0.92	635	14.1	630	10.2
SOS-1257 D2	4.71	17	55	166	0.33	0.93	2.71	0.11	1.16	0.4	0.06	2.45	668	7.7	666	18.0	659	16.1	101	8.85	1.12	0.10	1.33	0.84	665	10.5	662	8.1
SOS-1257 D4	12.60	24	86	122	0.71	0.95	2.87	0.11	1.25	0.4	0.06	2.58	668	8.4	678	19.5	710	18.4	94	8.48	1.22	0.17	2.00	0.61	634	26.2	624	14.3
SOS-1257 D9	6.26	9	33	41	0.82	0.94	3.20	0.10	1.89	0.6	0.07	2.59	630	11.9	671	21.5	811	21.0	78	9.00	2.13	0.12	1.16	1.85	638	17.9	634	14.4
SOS-1257 E2	4.56	16	53	150	0.36	0.92	2.53	0.11	1.19	0.5	0.06	2.24	647	7.7	661	16.8	710	15.9	91	8.86	1.12	0.10	1.26	0.89	662	10.8	659	8.2
SOS-1257 E3	4.16	15	58	149	0.39	0.88	2.82	0.10	1.34	0.5	0.06	2.48	642	8.6	641	18.1	636	15.8	101	9.29	1.30	0.09	1.30	1.00	637	10.4	634	8.6
SOS-1257 E6	4.60	14	47	141	0.33	0.88	2.82	0.11	1.17	0.4	0.06	2.56	646	7.5	642	18.1	631	16.2	102	9.04	1.11	0.10	1.32	0.84	650	10.4	647	7.9
SOS-1257 E9	4.67	21	76	201	0.38	0.90	2.48	0.11	1.22	0.5	0.06	2.16	645	7.8	650	16.1	666	14.4	97	9.18	1.15	0.10	1.25	0.92	639	10.8	636	8.2
SOS-1257 F3	13.07	7	23	57	0.42	0.81	4.95	0.09	1.51	0.3	0.06	4.71	584	8.8	601	29.8	668	31.5	87	9.37	1.29	0.15	1.47	0.88	591	19.7	584	11.5
SOS-1257 F4	11.91	41	83	308	0.27	0.78	3.43	0.09	1.39	0.4	0.06	3.13	574	8.0	588	20.1	641	20.1	90	9.50	1.22	0.14	1.59	0.77	588	18.1	582	10.7
SOS-1257 F7	5.07	15	45	132	0.34	0.86	2.92	0.10	1.69	0.6	0.06	2.38	632	10.7	630	18.4	624	14.8	101	8.97	1.44	0.10	1.51	0.95	653	12.4	650	10.0
SOS-1257 F9	6.61	14	45	216	0.21	0.56	3.28	0.06	1.95	0.6	0.06	2.64	404	7.9	449	14.7	683	18.0	59	14.35	1.80	0.12	1.12	1.61	406	10.9	403	8.1
SOS-1257 G4	7.34	16	58	133	0.44	0.54	3.75	0.06	2.27	0.6	0.06	2.99	395	8.9	436	16.4	661	19.8	60	15.31	2.31	0.13	1.67	1.38	374	12.9	371	9.6
SOS-1257 H6	7.36	11	36	133	0.27	0.70	3.56	0.08	1.60	0.5	0.06	3.18	515	8.3	539	19.2	640	20.3	80	10.49	1.39	0.12	1.07	1.30	548	13.6	544	9.2
SOS-1257 H7	7.19	19	49	148	0.33	0.87	3.65	0.10	2.62	0.7	0.06	2.54	637	16.7	635	23.2	627	15.9	102	8.87	2.49	0.13	1.67	1.49	641	20.8	636	16.8
SOS-1257 I5	5.36	15	42	167	0.25	0.80	2.96	0.10	1.36	0.5	0.06	2.63	589	8.0	599	17.7	641	16.8	92	9.69	1.27	0.10	1.25	1.02	604	11.4	600	8.5
SOS1257(S) 2.1	5.97	23	60	368	0.17	0.80	5.03	0.10	2.60	0.5	0.06	4.30	612	15.9	600	30.1	554	23.9	110	9.70	2.51	0.11	2.34	1.08	601	17.4	598	15.4
SOS1257(S) 3.1	5.50	27	89	402	0.22	0.86	4.87	0.10	2.51	0.5	0.06	4.17	631	15.9	632	30.8	635	26.5	99	9.14	2.36	0.11	2.31	1.02	636	17.6	632	15.4
SOS1257(S) 4.1	12.58	37	101	400	0.26	0.79	5.19	0.09	2.74	0.5	0.06	4.41	580	15.9	592	30.7	639	28.2	91	9.38	2.44	0.17	2.01	1.21	580	25.4	572	17.1
SOS1257(S) 5.1	7.15	35	123	536	0.23	0.77	5.14	0.09	2.80	0.5	0.06	4.30	570	16.0	581	29.8	623	26.8	91	10.02	2.60	0.12	2.06	1.26	571	19.1	566	15.6
SOS1257(S) 8.1	5.78	29	91	428	0.21	0.82	4.99	0.10	2.55	0.5	0.06	4.29	622	15.8	608	30.4	559	24.0	111	9.26	2.39	0.11	2.26	1.06	627	17.8	623	15.4
SOS1257(S) 7.1	6.96	28	106	391	0.27	0.83	4.97	0.10	2.60	0.5	0.06	4.23	609	15.9	613	30.4	626	26.5	97	9.44	2.44	0.12	2.08	1.17	608	18.8	603	15.5
SOS1257(S) 9.1	5.02	34	171	463	0.37	0.85	4.89	0.10	2.54	0.5	0.06	4.18	624	15.8	624	30.5	622	26.0	100	9.35	2.41	0.10	2.39	1.01	625	17.2	622	15.3
SOS1257(S) 10.1	6.44	31	101	428	0.24	0.85	4.93	0.10	2.55	0.5	0.06	4.23	622	15.8	624	30.8	628	26.5	99	9.15	2.37	0.12	2.14	1.11	629	18.6	625	15.5
SOS1257(S) 11.1	5.99	29	99	428	0.23	0.84	4.92	0.10	2.61	0.5	0.06	4.17	610	15.9	618	30.4	649	27.1	94	9.53	2.47	0.11	2.23	1.11	607	18.1	603	15.5

						Isotope ratios ^c						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)						Uncorrected isotopic ratios ^g				²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma) ^h							
Sample	²⁰⁴ f ₂₀₆ ^a	Pb	Th	U	Th/U ^b	²⁰⁷ Pb*/1σ	1σ	²⁰⁶ Pb*/1σ	1σ	²⁰⁷ Pb*/1σ	1σ	²⁰⁶ Pb*/1σ	1σ	²⁰⁷ Pb*/1σ	1σ	²⁰⁷ Pb*/1σ	1σ	Conc. ^f (%)		²³⁸ U/1σ	1σ	²⁰⁷ Pb/1σ	1σ						
	(%)	(ppm)	(ppm)	(ppm)		²³⁵ U	(%)	²³⁸ U	(%)	Rho ^d	²⁰⁶ Pb* ^e	(%)	²³⁸ U	(abs)	²³⁵ U	(abs)	²⁰⁶ Pb*	(abs)	6/8-7/6		²⁰⁶ Pb	(%)	²⁰⁶ Pb	(%)	Rho	y-intercept	1σ	Stacey & Kramers	1σ
SOS1257(S) 13.1	12.11	45	129	365	0.36	0.83	4.64	0.09	1.99	0.4	0.06	4.20	584	11.6	614	28.5	727	30.5	80		9.52	1.81	0.18	1.67	1.08	564	25.3	555	14.9
SOS1257(S) 12.1	6.29	27	93	273	0.34	0.85	4.63	0.10	1.84	0.4	0.06	4.25	627	11.5	626	29.0	624	26.5	101		9.17	1.73	0.11	2.33	0.74	634	14.6	630	11.7
SOS1257(S) 14.1	13.90	67	137	477	0.29	0.84	4.74	0.10	2.01	0.4	0.06	4.29	617	12.4	621	29.4	638	27.4	97		9.67	1.84	0.11	2.42	0.76	603	14.3	599	11.8
SOS1257(S) 17.1	10.15	33	96	279	0.35	0.86	4.79	0.10	1.84	0.4	0.06	4.42	628	11.6	630	30.1	634	28.0	99		8.93	1.68	0.13	2.34	0.72	634	18.1	628	12.7
SOS1257(S) 18.1	8.11	35	137	337	0.41	0.78	4.83	0.10	1.92	0.4	0.06	4.43	602	11.6	585	28.2	519	23.0	116		9.55	1.80	0.13	2.08	0.86	597	16.9	592	12.3
SOS1257(S) 15.1	9.62	35	267	251	1.07	0.87	4.81	0.10	1.82	0.4	0.06	4.45	635	11.6	633	30.5	629	28.0	101		8.82	1.66	0.13	2.01	0.83	641	18.3	635	12.7
SOS1257(S) 16.1	9.47	46	192	409	0.47	0.82	4.63	0.10	1.92	0.4	0.06	4.21	602	11.5	610	28.3	641	27.0	94		9.44	1.78	0.15	1.92	0.93	591	19.9	584	13.1
SOS1257(S) 16.02	6.91	33	108	330	0.33	0.80	4.77	0.10	1.92	0.4	0.06	4.37	604	11.6	595	28.4	562	24.5	107		9.53	1.80	0.12	2.13	0.85	604	15.8	599	12.0
SOS1257(S) E4-5	6.04	28	94	308	0.31	0.85	4.64	0.10	1.86	0.4	0.06	4.25	620	11.5	622	28.9	630	26.8	98		9.29	1.75	0.10	2.46	0.71	630	13.7	627	11.6

^a Fração do ^{206}Pb não-radiogênico da análise pontual em titanita, onde $f_{206} = [^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}]_c / [^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}]_a$ (c=comum; a=amostra);

^b Razões Th/U ratios e conteúdo de Pb, Th e U (em ppm) são calculados em relação à titanita de referência Khan;

^c Corrigidas para o *background*, para o fracionamento interno (*within-run*) Pb/U e normalizadas à titanita de referência Khan (valores ID-TIMS/valores medidos); $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ calculada usando a equação $(^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}) * (^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}) * (137.88)$;

^d Rho é a correlação de erro definido como o quociente dos erros propagados das razões $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ and the $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ ratio;

^e Corrigida para o fracionamento de massa (*mass-bias*) por normalização à titanita de referência Khan e para Pb comum usando o modelo de evolução de Pb de Stacey & Kramers (1975);

^g Corrigidas somente para o background e fracionamentos instrumentais, não-corrigidas para Pb comum; podem ser utilizadas para estimar a composição de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial pelo *y-intercept* em diagrama TW;

^h Idades $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ corrigidas para ^{207}Pb , ancoradas pelo Pb comum usando as composições de $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ inicial estimadas pelo *y-intercept* ou pelo modelo de evolução de Pb de Stacey & Kramers (1975).

Tabela Suplementar 13 – Dados isotópicos U–Pb de titanitas magmáticas do granito SOS-1257 (Plúton Pedra Furada) obtidos por SHRIMP IIe no CPGEO-USP.

Sample						Isotope ratios						²⁰⁴ Pb-corrected ages (Ma)							Uncorrected isotopic ratios ^g					²⁰⁷ Pb-corrected ages (Ma)				
	²⁰⁴ f ₂₀₆	²⁰⁶ Pb*	Th	U	²³² Th/ ²³⁸ U	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb*	1σ	²⁰⁶ Pb*/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁷ Pb*/ ²⁰⁶ Pb*	1σ	Conc.(%)	6/8-7/6	²³⁸ U/ ²⁰⁶ Pb	1σ	²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb	1σ	Rho	y-intercept	1σ	Stacey & Kramers	1σ
	(%)	(ppm)	(ppm)	(ppm)		(%)	(%)	(%)	(%)	Rho	(%)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(abs)	(%)		(%)	(%)	(%)	Rho		(abs)	(abs)	(abs)	
SOS-1257-2.1	17.28	11	109	128	0.88	0.87	28.36	0.10	2.40	0.1	0.06	28.26	614	14.0	638	180.8	721	599.7	85	8.27	1.97	0.20	5.67	0.35	-	-	612	15.6
SOS-1257-14.1	9.21	12	103	136	0.78	0.83	14.22	0.10	2.07	0.1	0.06	14.07	612	12.1	616	87.5	630	303.1	97	9.12	1.84	0.14	2.57	0.72	-	-	611	11.3
SOS-1257-4.1	6.39	19	174	221	0.82	0.84	11.30	0.10	1.65	0.1	0.06	11.17	614	9.7	621	70.2	648	240.0	95	9.37	1.56	0.11	4.22	0.37	-	-	613	10.0
SOS-1257-12.1	7.36	15	138	169	0.84	0.85	9.94	0.10	1.83	0.2	0.06	9.77	618	10.8	623	61.9	639	210.1	97	9.20	1.69	0.12	1.03	1.64	-	-	618	10.2
SOS-1257-8.1	5.71	25	230	292	0.81	0.86	10.41	0.10	1.55	0.1	0.06	10.30	625	9.2	632	65.8	657	220.8	95	9.27	1.47	0.11	4.28	0.34	-	-	624	9.6
SOS-1257-11.1	6.70	20	195	234	0.86	0.88	11.81	0.10	1.64	0.1	0.06	11.69	625	9.8	640	75.6	693	249.3	90	9.16	1.53	0.12	4.35	0.35	-	-	624	10.1
SOS-1257-7.1	12.26	9	104	106	1.01	0.90	17.15	0.10	2.33	0.1	0.06	16.99	630	14.0	649	111.3	718	360.7	88	8.55	2.00	0.16	2.43	0.82	-	-	628	12.7
SOS-1257-5.1	5.46	22	318	245	1.34	0.81	7.18	0.10	1.57	0.2	0.06	7.01	629	9.4	603	43.3	506	154.2	124	9.22	1.49	0.10	0.96	1.55	-	-	632	9.2
SOS-1257-10.1	4.20	27	196	307	0.66	0.90	6.92	0.10	1.50	0.2	0.06	6.76	632	9.0	651	45.1	720	143.5	88	9.31	1.45	0.10	2.63	0.55	-	-	630	9.1
SOS-1257-13.1	4.63	27	205	303	0.70	0.87	6.28	0.10	1.48	0.2	0.06	6.10	632	8.9	635	39.8	644	131.1	98	9.26	1.43	0.10	1.60	0.89	-	-	632	8.9
SOS-1257-1.1	7.54	15	173	174	1.03	0.89	11.81	0.10	1.92	0.2	0.06	11.65	633	11.6	648	76.5	699	248.1	91	8.96	1.77	0.12	2.88	0.61	-	-	632	11.2
SOS-1257-9.1	4.29	27	205	304	0.70	0.87	6.73	0.10	1.47	0.2	0.06	6.57	632	8.8	638	42.9	657	140.9	96	9.29	1.42	0.10	2.51	0.56	-	-	631	8.9
SOS-1257-15.1	4.82	30	458	335	1.41	0.87	7.60	0.10	1.60	0.2	0.06	7.43	634	9.6	636	48.3	641	159.7	99	9.21	1.52	0.10	2.16	0.70	-	-	634	9.5
SOS-1257-3.1	10.23	13	130	144	0.93	0.95	23.81	0.10	2.60	0.1	0.07	23.67	638	15.8	677	161.2	808	495.3	79	8.63	1.99	0.15	4.62	0.43	-	-	634	13.6
SOS-1257-6.1	4.86	25	173	283	0.63	0.89	10.82	0.10	1.69	0.2	0.06	10.69	636	10.2	648	70.1	687	228.1	93	9.17	1.49	0.10	1.00	1.48	-	-	635	9.2
SOS-1257-17.1	5.30	21	149	238	0.65	0.89	7.84	0.10	1.65	0.2	0.06	7.66	637	10.0	644	50.5	670	164.0	95	9.12	1.57	0.11	2.00	0.78	-	-	636	9.8
SOS-1257-16.1	5.48	23	178	257	0.72	0.89	7.86	0.11	1.63	0.2	0.06	7.69	646	10.0	645	50.8	642	165.4	101	8.96	1.54	0.11	1.83	0.84	-	-	647	9.8
SOS-1257-18.1	5.19	22	228	245	0.96	0.91	7.77	0.11	1.59	0.2	0.06	7.61	649	9.8	655	50.9	678	162.6	96	8.96	1.52	0.10	2.49	0.61	-	-	648	9.8