

# Datação U-Pb de zircões detríticos: bases para estudos de proveniência de materiais quaternários no território português

Pedro Dinis<sup>1</sup>, Maria Rosário Azevedo<sup>2</sup> e Colombo Tassinari<sup>3</sup>

**Resumo:** Durante os últimos anos foram publicados numerosos trabalhos sobre as idades U-Pb de diferentes unidades geológicas, tendo esta metodologia adquirido uma enorme popularidade em estudos de proveniência. A generalidade da investigação desenvolveu-se sobre unidades geológicas paleozóicas ou anteriores (> 250 Ma), mas ela pode e tenderá a estender-se a materiais recentes. Presentemente, com a quantidade de resultados publicados sobre diferentes unidades (que se mantêm em crescendo) a forma mais imediata de proceder à análise proveniência baseia-se na comparação entre a assinatura cronológica dos materiais em estudo com a de possíveis áreas de alimentação. Neste trabalho apresentam-se alguns conceitos teóricos necessários à compreensão do sistema U-Pb seguidos duma análise de procedimentos para preparação, análise e interpretação de resultados e um breve levantamento de resultados de idades publicadas para o território português, com a identificação das grandes fases de geração de zircão.

**Palavras-chave:** Proveniência, Zircão, Sistema U-Pb, Portugal

**Abstract:** During recent years numerous studies on the U-Pb ages from different geological units have been published, and this methodology acquired a huge popularity in provenance studies. The majority of the research has been focused on Paleozoic or earlier geological units (> 250 Ma), but it can and will tend to spread to newer materials. Presently, with the quantity of published results on different units (which remains on growing) the most immediate way to establish provenance is based on a comparison between the chronological signature of the material under study and the possible source areas. In this chapter we present some ground concepts necessary for the understanding of the U-Pb system followed by an analysis of procedures for preparation, analysis and interpretation of results, and a brief inventory of age results published for the Portuguese territory, identifying the major phases of zircon generation.

**Keywords:** Provenance, Zircon, U-Pb system, Portugal

---

<sup>1</sup>IMAR-CMA (MARE), Departamento de Ciências da Terra, Universidade de Coimbra, Portugal. E-mail: pdinis@dct.uc.pt

<sup>2</sup>Geobiotec (PEst-C-CTE/UI4035/2014), Departamento de Geociências, Universidade de Aveiro, Portugal

<sup>3</sup>Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo/CPGeo, Rua do Lago 562, SP CEP 05508-080, São Paulo, Brasil

## 1. Introdução

A composição isotópica de grãos detríticos que incorporam elementos radioactivos tem sido amplamente usada nos últimos anos em estudos de proveniência de rochas sedimentares. A principal informação que se pode obter resulta de estes minerais funcionarem como geocronómetros. A partir do momento em que se consegue identificar populações cronológicas num sedimento será também possível avaliar se uma unidade de que se conhece a distribuição de idades poderá ter contribuída para a sua alimentação. De entre os processos de datação usados em estudos de proveniência tem sido dada grande atenção aos que envolvem a determinação de diferentes isótopos do sistema U-Pb. É presentemente possível obter um elevado número de idades de cristalização U-Pb, bastante precisas, em elementos detríticos num curto espaço de tempo e que podem ser facilmente processados e interpretados com definição de diferentes populações.

Os grãos detríticos de zircão merecem particular atenção (ver síntese de Fedo *et al.* 2003). Em primeiro lugar, a sua frequência e capacidade de resistir a diversos processos geológicos, endógenos e exógenos, faz com que eles sejam facilmente encontrados e que possam encerrar em si informação relevante sobre a história geológica dos materiais. O zircão tanto pode estar associado a processos magmáticos como metamórficos, mas, como é muito resistente à alteração química e aos processos erosivos, é encontrado frequentemente como um mineral acessório em unidades sedimentares. Ele também é refratário, subsistindo em condições de metamorfismo de alta temperatura ou mesmo de anatexia. Por outro lado, o zircão incorpora quantidades significativas de elementos radioactivos cujo decaimento permite conhecer a sua idade de formação. Para além da presença dos isótopos do sistema U-Th-Pb, o zircão contém proporções importantes de elementos dos sistemas isotópicos Lu-Hf e Sm-Nd, podendo assim fornecer informações adicionais sobre a história da rocha mãe original ou do magma a que está associado (Kinny e Mass 2003). A datação de zircões detríticos para definir a proveniência de unidades sedimentares tem adquirido grande popularidade desde meados da década de 1990. Mais recentemente, também começou a ser aplicada, tendo como base os mesmos princípios, para estabelecer a origem de materiais produzidos pelo Homem (Tochilin *et al.* 2012).

Apresenta-se aqui um enquadramento geral para o sistema isotópico U-Pb, alguns dos resultados que se podem obter e a sua aplicação em estudos de proveniência sedimentar no território português, com particular enfoque na investigação sobre o Quaternário. Daremos especial atenção às idades U-Pb de grãos de zircão por este mineral ser muito comum em sedimentos, mesmo naqueles que resultam de processos de reciclagem, e por já ter sido publicado um número significativo de trabalhos com datações de grãos detríticos presentes em corpos geológicos de Portugal e Espanha. Há outros campos de investigação, baseados na textura, relações isotópicas e outros aspectos composicionais do zircão e de outros minerais que integram elementos radioactivos, que podem ser muito úteis em estudos de proveniência. Estes campos de investigação, contudo, ficam fora do âmbito do presente capítulo.

## 2. Conceitos fundamentais

Chamam-se isótopos de um elemento aos átomos desse elemento com o mesmo número atómico (Z) e diferente número de massa (A). A estabilidade de qualquer núcleo é determi-

nada pela diferença entre as forças de repulsão e de atracção que nele se fazem sentir. Se a repulsão se sobrepõe à atracção, o núcleo desintegra-se emitindo partículas e/ou radiação. Caso prevaleça a atracção o núcleo é estável. Os nuclidos instáveis tendem a decompor-se espontaneamente até atingirem uma configuração nuclear estável. São chamados nuclidos radioactivos ou radionuclidos e as transformações espontâneas que ocorrem no seu núcleo dão origem ao fenómeno da radioactividade. Em geologia isotópica, o pequeno grupo de isótopos radioactivos que ocorre naturalmente é o que se reveste de maior interesse. Estes nuclidos estão presentes na natureza por várias razões: (a) ainda não terem completado o decaimento porque as suas taxas de desintegração são muito lentas ( $^{238}\text{U}$ ,  $^{235}\text{U}$ ,  $^{232}\text{Th}$ ,  $^{147}\text{Sm}$ ,  $^{87}\text{Rb}$ ,  $^{40}\text{K}$  e outros); (b) serem resultantes do decaimento de átomos radioactivos parentais com longas meias-vidas; (c) serem produzidos por reacções nucleares que ocorrem naturalmente ( $^{14}\text{C}$ ,  $^{10}\text{Be}$ ,  $^{32}\text{Si}$ , e outros) (Faure 1986).

Os átomos dos isótopos radioactivos ou isótopos-pai podem desintegrar-se de várias maneiras, transformando-se em átomos de menor energia, designados por isótopos radiogénicos ou isótopos-filhos. De acordo com a teoria de Rutherford e Soddy, a taxa de decaimento de um nuclido parental instável é proporcional ao número de átomos ( $N$ ) presentes ao fim do tempo  $t$  (Faure 1986). A lei fundamental do decaimento radioactivo estabelece que:

$$D = D_0 + N(e^{\lambda t} - 1)$$

em que:

$D$  – o número de isótopos-filho presentes no sistema ao fim do tempo  $t$

$D_0$  – número de isótopos-filho existentes inicialmente no sistema

$N$  – a quantidade de isótopos-pai remanescentes no sistema ao fim de um tempo  $t$

$\lambda$  – constante de decaimento

O decaimento radioactivo é um processo cuja velocidade não é afectada por quaisquer alterações no ambiente físico e químico, ocorrendo a um ritmo constante e exponencial (Alonso e Finn 1968). Como as taxas de decaimento radioactivo são constantes e não são afectadas nem pelas condições de temperatura e pressão nem pelas reacções químicas em que os isótopos parentais são envolvidos, é possível usar a razão entre o número de átomos do isótopo-pai e do isótopo-filho para determinar a idade absoluta de rochas e/ou minerais, desde que a taxa de decaimento radioactivo do elemento parental ( $\lambda$ ) seja conhecida.

Define-se tempo de meia-vida ( $t_{1/2}$ ) de um nuclido radioactivo, como o intervalo de tempo fixo, ao fim do qual o número de nuclidos parentais instáveis se reduz a metade (Figura 1). Assim, se existirem inicialmente  $N$  átomos do isótopo-pai, após uma meia-vida subsistirão apenas  $N/2$ , após duas meias-vida restarão  $N/4$  e, assim, sucessivamente. O tempo de meia-vida é constante e característico de cada par isotópico, podendo variar desde fracções de segundo a biliões de anos.

São vários os sistemas isotópicos utilizados na datação e caracterização de materiais geológicos. Entre estes, merecem especial referência os sistemas K-Ar,  $^{40}\text{Ar}$ - $^{39}\text{Ar}$ , Rb-Sr, Sm-Nd; Lu-Hf, Re-Os, K-Ca, U-Th-Pb, os isótopos cosmogénicos ( $^{14}\text{C}$  e trítio) e os isótopos estáveis de O, H, C, N e S. Na Tabela 1, apresentam-se os principais pares isotópicos aplicados em Geocronologia.

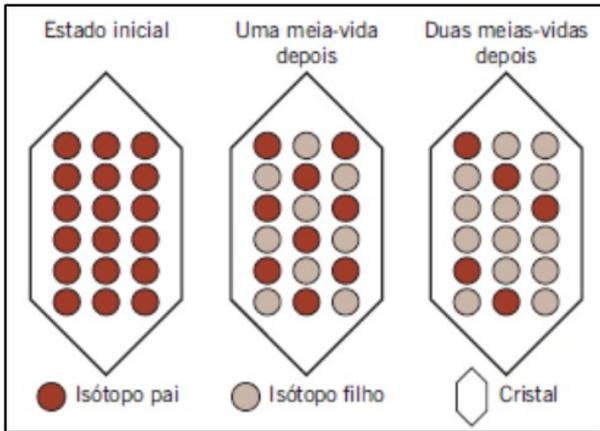


Figura 1. Conceito de tempo de meia vida.  
Figure 1. Concept of half-life.

A escolha do sistema isotópico mais adequado para datar um determinado conjunto de rochas e/ou minerais depende da sua idade, da sua mineralogia e da história geológica da rocha. Para que os valores de  $t$  correspondam à idade de cristalização ou de recristalização da rocha ou do mineral, é preciso que sejam satisfeitas as seguintes condições: (1) não ter havido perdas ou ganhos do isótopo-filho e do isótopo-pai por outros processos que não sejam o decaimento radioactivo, ou seja, o sistema deve ter-se mantido fechado a trocas com o exterior; (2) conhecer com exactidão o tempo de meia-vida do isótopo-pai; (3) ter decorrido um intervalo de tempo suficiente para que se dê a desintegração radioactiva do isótopo-pai no isótopo-filho; (4) haver nos minerais e/ou nas rochas, concentrações suficientes dos isótopos pai e filho para permitir a sua determinação; e (5) conhecer a quantidade inicial do isótopo radiogénico na época de formação da rocha ou mineral ou essa quantidade ser igual a zero (p. ex. Faure 1986, Rollinson 1993, Dickin 1995).

**Tabela 1.** Principais sistemas isotópicos utilizados em geocronologia  
**Table 1.** Main isotopic systems used in geochronology

Isótopo-Pai	Isótopo-Filho	Meia-vida (Ga)
(Sm) Samário 147	(Nd) Neodímio 143	106,0
(Rb) Rubídio 87	(Sr) Estrôncio 87	48,8
(Th) Tório 232	(Pb) Chumbo 208	14,0
(U) Urânio 238	(Pb) Chumbo 206	4,5
(U) Urânio 235	(Pb) Chumbo 207	0,70
(C) Carbono 14	(N) Nitrogénio 14	0 – 50000 a

### 3. Sistema isotópico U-Pb

O urânio (U) é um elemento metálico da família dos actinídeos, que ocorre maioritariamente em minerais acessórios, como a uraninite, zircão, alanite, monazite, apatite, xenotimo, esfena. O zircão, para além de conter U como componente principal e estar presente numa grande variedade de rochas, apresenta elevadas temperaturas de fecho para o sistema isotópico U-Pb (> 800°C) e não incorpora Pb comum na sua estrutura, o que torna este mineral particularmente indicado para efeitos de datação pelo método U-Pb.

O urânio tem três isótopos naturais:  $^{238}\text{U}$ ,  $^{235}\text{U}$  e  $^{234}\text{U}$ , todos eles radioactivos. O decaimento do  $^{238}\text{U}$  e do  $^{235}\text{U}$  é complexo, originando cadeias de isótopos intermédios, também radioactivos, que se desintegram para isótopos estáveis de chumbo ( $^{206}\text{Pb}$  e  $^{207}\text{Pb}$ ). Já o chumbo (Pb) tem quatro isótopos naturais:  $^{208}\text{Pb}$ ,  $^{207}\text{Pb}$ ,  $^{206}\text{Pb}$  e  $^{204}\text{Pb}$ . Os três primeiros são produtos do decaimento de isótopos de urânio e tório, enquanto o quarto, também referido como "Pb comum", não é radiogénico nem radioactivo (p. ex. Faure 1986, Dickin 1995).

O método de datação isotópica U-Pb baseia-se na combinação das cadeias de decaimento do  $^{238}\text{U} \rightarrow ^{206}\text{Pb}$  (com uma meia vida de 4.47 Ga) e do  $^{235}\text{U} \rightarrow ^{207}\text{Pb}$  (com uma meia vida de 0.70 Ga). A desintegração dos isótopos-pai de cada um destes pares pode ser expressa pelas seguintes equações, usando o  $^{204}\text{Pb}$  não radiogénico como isótopo estável de referência:

$$(^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}) = (^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb})_0 + (^{238}\text{U}/^{204}\text{Pb}) \times (e^{\lambda_1 t} - 1) \quad \text{equação 1}$$

$$(^{207}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}) = (^{207}\text{Pb}/^{204}\text{Pb})_0 + (^{235}\text{U}/^{204}\text{Pb}) \times (e^{\lambda_2 t} - 1) \quad \text{equação 2}$$

em que  $^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$  e  $^{207}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$  são as razões isotópicas de chumbo actuais,  $(^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb})_0$  e  $(^{207}\text{Pb}/^{204}\text{Pb})_0$  as suas razões iniciais,  $^{238}\text{U}/^{204}\text{Pb}$ ,  $^{235}\text{U}/^{204}\text{Pb}$  as razões isotópicas do urânio actuais e  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  as constantes de decaimento do  $^{238}\text{U}$  e do  $^{235}\text{U}$ , respectivamente.

$$t = \frac{1}{\lambda_1} \times \ln \left( \frac{(^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}) - (^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb})_0}{(^{238}\text{U}/^{204}\text{Pb})} + 1 \right) \quad t = \frac{1}{\lambda_2} \times \ln \left( \frac{(^{207}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}) - (^{207}\text{Pb}/^{204}\text{Pb})_0}{(^{235}\text{U}/^{204}\text{Pb})} + 1 \right)$$

Assumindo que  $^{206}\text{Pb}^*$  representa o  $^{206}\text{Pb}$  de origem radiogénica ( $^{206}\text{Pb}^* = ^{206}\text{Pb} - ^{206}\text{Pb}_0$ ) e que  $^{207}\text{Pb}^*$  representa o  $^{207}\text{Pb}$  de origem radiogénica ( $^{207}\text{Pb}^* = ^{207}\text{Pb} - ^{207}\text{Pb}_0$ ), as equações de decaimento do  $^{238}\text{U}$  e do  $^{235}\text{U}$  podem ser rescritas sob a seguinte forma:

$$^{206}\text{Pb}^* = ^{238}\text{U} (e^{\lambda_1 t} - 1) \quad ^{207}\text{Pb}^* = ^{235}\text{U} (e^{\lambda_2 t} - 1) \quad \text{equações 3 e 4}$$

Resolvendo em ordem ao tempo, obtém-se:

$$t = \frac{1}{\lambda_1} \times \ln \frac{^{206}\text{Pb}^*}{^{238}\text{U}} + 1 \quad t = \frac{1}{\lambda_2} \times \ln \frac{^{207}\text{Pb}^*}{^{235}\text{U}} + 1$$

Se o mineral se comportar como um sistema fechado, as idades  $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$  e  $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$  serão concordantes e permitirão datar a sua cristalização.

Tendo em conta que a razão  $^{238}\text{U}/^{235}\text{U}$  tem um valor constante de 137.82 em quase todas as rochas crustais (Hiess *et al.* 2012), é possível calcular ainda a idade  $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$  através da medição das razões  $^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$ , o que constitui uma das características importantes do sistema isotópico U-Pb:

$$\left(\frac{^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}}{^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}}\right) = \left(\frac{^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*}{^{238}\text{U}/^{235}\text{U}}\right) = \left(\frac{^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*}{137,82}\right) \quad \text{equação 5}$$

$$^{207}\text{Pb}^*/^{206}\text{Pb}^* = \frac{1}{137,82} \times \ln \frac{e^{\lambda_{1t}} - 1}{e^{\lambda_{2t}} - 1} \quad \text{equação 6}$$

Em condições ideais, a idade  $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$  deverá coincidir com as idades  $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$  e  $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$

As análises isotópicas obtidas pelo método U-Pb são geralmente apresentadas em diagramas  $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$  versus  $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ , nos quais se projecta uma curva, designada por *Concórdia* (Figura 2). A *Concórdia* representa a curva de evolução isotópica ao longo do tempo geológico de um sistema ideal que tenha permanecido fechado. Quando as idades  $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$ ,  $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$  e  $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$  são concordantes, a amostra projecta-se num ponto sobre a *Concórdia* que representa a sua idade. Como os resultados analíticos envolvem algum erro variável de ponto para ponto, é normal apresentar as relações isotópicas sob as formas de elipses de dimensões proporcionais aos erros.

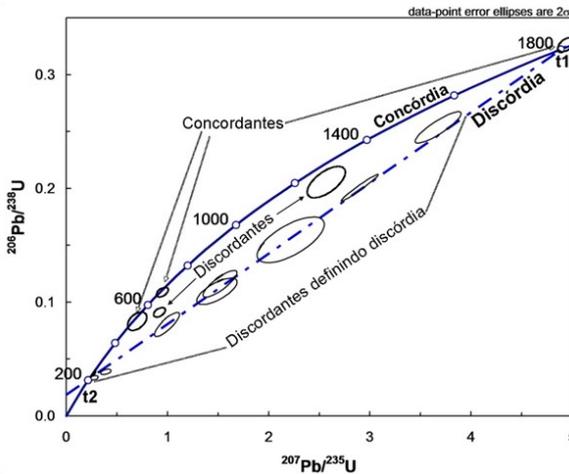


Figura 2. Exemplo de um diagrama Concórdia ( $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$ - $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ ).

Figure 2. Example of a Concordia diagram ( $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$ - $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$ ).

Na prática, a datação de zircões pelo método U-Pb envolve a determinação das seguintes razões isotópicas:  $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ ,  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ ,  $^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$  e  $^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$ . A razão  $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$  é normalmente obtida por cálculo a partir das razões  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  e  $^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$ , usando a equação 5. Por outro lado, as razões  $^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$  e  $^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$  podem ser medidas com facilidade por espectrometria de massa porque os isótopos de Pb não sofrem fraccionamento de massa durante a análise. De notar que o valor da razão  $^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$  é fundamental para corrigir as

razões  $^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$  e  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  para o Pb incorporado na altura da cristalização (Pb inicial). A medição da razão  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  é bastante mais complexa pois o U e o Pb comportam-se de forma distinta no decurso da análise, dando origem a processos de fraccionamento de massa.

Uma das questões críticas na geocronologia U-Pb de zircões é a escolha das idades que fornecem uma melhor estimativa da sua verdadeira idade de cristalização. A precisão analítica associada a cada uma das idades determinadas constitui obviamente o critério fundamental de selecção. As idades  $^{207}\text{Pb}^*/^{235}\text{U}$  são menos precisas e raramente se utilizam como base de datação. Em contrapartida, as idades  $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$  são as mais precisas, pois não são tão sensíveis aos efeitos da herança e/ou perda de chumbo, embora possam subestimar fortemente a verdadeira idade de cristalização. Por fim, as idades  $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$  são geralmente preferidas para inferir as idades de zircões em que a componente herdada e/ou as perdas de chumbo têm pouca expressão. É comum optar pelos resultados  $^{206}\text{Pb}^*/^{207}\text{Pb}^*$  quando as idades de cristalização são mais antigas (superiores a 600 ou 1300 Ma, consoante os autores) e  $^{206}\text{Pb}^*/^{238}\text{U}$  para idades mais recentes.

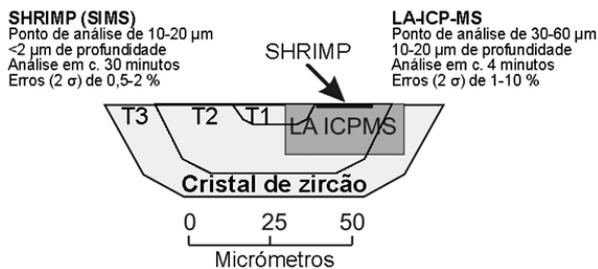
Recorrendo a técnicas de purificação e análise de imagem de grãos simples ou de populações de cristais por cátodo-luminiscência (CL) e microscopia electrónica de varrimento (BSE), é possível identificar as fracções e/ou os domínios mais adequados para análise, minimizando assim o grau de discordância dos dados adquiridos. No entanto, nem sempre se conseguem obter idades concordantes, particularmente quando se estão a tratar zircões detríticos e, nessa altura, a interpretação das idades torna-se um excitante desafio.

#### **4. Obtenção, selecção e representação de dados**

Os concentrados de zircão são obtidos facilmente por técnicas de separação baseadas na densidade (por exemplo, com recurso a mesas de separação e líquidos densos) e susceptibilidade magnética (através de separadores magnéticos Frantz). O zircão concentra-se na fase mais densa e com menor susceptibilidade magnética. Há, contudo, que ter algum cuidado com a definição da intensidade do campo magnético usado uma vez que variações neste parâmetro podem reflectir-se na distribuição de idades obtidas (Sircombe e Stern 2002). Posteriormente, procede-se a uma selecção de grãos dos concentrados de zircão para análise. Regra geral, tenta-se evitar partículas muito fracturadas ou com sinais de alteração intensa pois nestas há um maior risco do sistema não ter permanecido fechado e, conseqüentemente, os resultados terem pior qualidade. É comum reunir grãos de diferentes cores e morfologias, numa tentativa de melhor garantir que as várias população presentes na amostra sejam analisadas. A selecção manual de determinados grãos (por exemplo, apenas os maiores) poderá introduzir um enviesamento nos resultados de idades U-Pb (p. ex. Moecher e Samson 2006).

Um aspecto fundamental a ter em conta num estudo de proveniência é se o número obtido de idades de zircões é representativo. Alguns autores estimam que é necessário garantir mais de cem análises para se ter a segurança de que as populações menores são individualizadas (Vermeesch 2004, Andersen 2005). Contudo, é frequente encontrar trabalhos, sobretudo do início da década de 2000, com um número de idades por amostra muito inferiores. Em alguns casos, a amostra fornece quantidades tão reduzidas de zircão que o investigador tem de se contentar com números mais reduzidos. Presentemente, atendendo ao tempo necessário para obter as concentrações dos diferentes isótopos relevantes do sistema U-Pb,

os métodos de análise *in-situ*, por ablação laser em espectrometria de massa com plasma indutivo (LA-ICP-MS), são os mais populares em estudos de proveniência. Através desta metodologia consegue-se, de forma rotinada, obter cerca de 100 idades U-Pb em poucas horas. Há contudo um lado negativo: a resolução espacial e o rigor da análise é inferior ao que se pode obter com outras técnicas, como a microsonda iónica de alta resolução (SHRIMP), que contudo são mais demoradas e dispendiosas. A Figura 3 ilustra as implicações do problema da resolução espacial ao mostrar que a análise por LA-ICP-MS resultaria na medição de relações isotópicas com diferentes idades, algo que não se verificaria ao aplicar a SHRIMP no mesmo ponto de análise.



**Figura 3.** Comparação dos resultados da datação "in-situ" por LA-ICP-MS e SIMS (SHRIMP) (modificado de Košler e Sylvester 2003). O grão esquematizado integra material com três idades distintas (T1, T2 e T3). Para o ponto em que se faz incidir o feixe de laser, uma análise por LA-ICP-MS poderá fornecer resultados discordantes por haver ablação de material de três idades, algo que não se verificará com o SHRIMP.

**Figure 3.** Comparison of "in-situ" dating results by LA-ICP-MS and SIMS (SHRIMP) (modified from Košler and Sylvester 2003). The sketched grain contains zircon with three different ages (T1, T2 and T3). For the selected laser beam point of analysis, LA-ICP-MS may provide discordant results due to ablation of zircon with three ages, something that will not occur with the SHRIMP.

As composições isotópicas podem ser processadas através de aplicações informáticas produzidas para o efeito. O programa Isoplot (Ludwig 2003) foi criado para tratamento de dados isotópicos radiogénicos de diferentes sistemas (U-Pb, Rb, -Sr, Sm-Nd, etc), sendo frequentemente adoptado para a projecção de gráficos de concordia e isócrona, para além duma série de outras utilizações. Uma das aplicações do programa Isoplot mais usada em estudos de proveniência é o traçado de projecções da densidade de probabilidade (PDP), que, em termos simples, constituem curvas de distribuição das idades determinadas para uma amostra ou conjunto de amostras. Sircombe (2004) disponibilizou a aplicação informática AgeDisplay dedicada à criação de histogramas e curvas de distribuições de densidade de probabilidade (com o mesmo significado dos PDP, mas designadas por PDD, Probability Density Distribution). Esta aplicação tem, entre outras, a vantagem de permitir facilmente uma manipulação de parâmetros da projecção e avaliar se a largura das classes do histograma é adequada, poder diferenciar no PDP dados cronológicos concordantes e discordantes para um limiar escolhido pelo operador, apresentar automaticamente picos de frequência. Os programas Isoplot e AgeDisplay correm como "Add in" das folhas de cál-

culo Excel, sendo disponibilizados, sem quaisquer encargos, pelo autores. Uma limitação destes programas, agora que se tornou possível obter muitas análises rigorosas em pouco tempo e com custos relativamente baixos, é o número de idades que eles conseguem processar.

No seguimento de algum criticismo aos PDP (ou PDD), por se entender que não têm um suporte teórico adequado, Vermeesch (2012) demonstra que estes revelam picos de frequência exagerados para idades muito rigorosas e anormalmente suaves quando se tem idades pouco rigorosas ou um número elevado de resultados. Este autor propõe, em alternativa, a adoção de funções de Kernel e apresentou o programa DensityPlotter para traçar estas funções. O DensityPlotter é uma aplicação Java que pode ser instalada livremente.

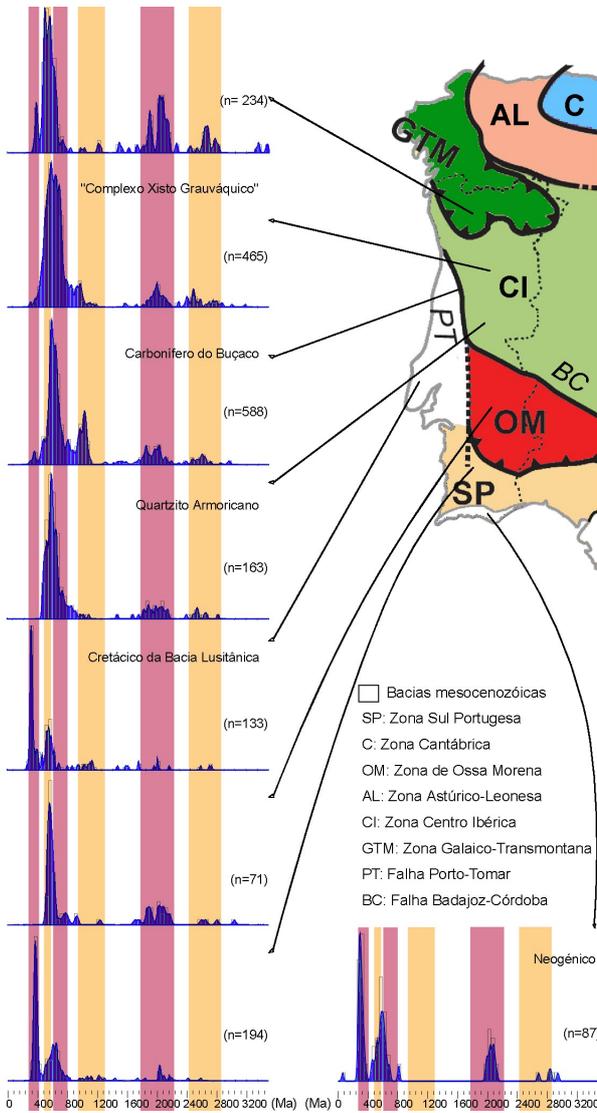
## **5. Principais fases de geração de zircão**

Durante a última década foram publicados numerosos trabalhos em que se apresentam idades U-Pb de zircões detríticos de diferentes unidades geológicas aflorantes no território português. A maioria dos resultados diz respeito a unidades metamórficas do Maciço Varisco, mas também se tem dado atenção a unidades sedimentares alimentadas diretamente deste maciço ou que envolveram processos de retoma de sedimentos anteriores. Destacam-se, pelo número de grãos analisados, os trabalhos de Veiga-Pires *et al.* (2007), Martínez Catalán *et al.* (2008), Linnemann *et al.* (2008), Rosa *et al.* (2009), Pereira *et al.* (2010, 2011, 2012a, 2012b, 2013), Dinis *et al.* (2012), Talavera *et al.* (2012), Shaw *et al.* (2014). As grandes fases de geração (Figura 4) referidas abaixo baseiam-se em alguns dos dados apresentados nestes trabalhos e noutros que ainda aguardam publicação. Para além destas fases, é possível encontrar zircões de outras idades, mas geralmente em proporções mais diminutas.

### **5.1. Idades do Arcaico a Neoproterozóico inferior (>750 Ma)**

Os zircões do Arcaico, Paleoproterozóico, Mesoproterozóico e parte inferior no Neoproterozóico são encontrados em sedimentos de diferentes idades, do Precâmbrico ao Quaternário. Tratam-se de grãos herdados de ciclos tectónicos antigos que foram retomados durante ciclos sedimentares subsequentes ou resistiram a novas fases de geração, constituindo assim aquilo que frequentemente se designa de “restitos”. O facto de estes grãos estarem associados a processos de reciclagem justifica que eles sejam muitas vezes particularmente bem rolados. Também não é estranho encontrá-los sob a forma de núcleos envoltos por zircão mais recente. É importante notar que muitos estão ligados a ciclos de formação de supercontinentes e, desde que a idade dos sedimentos o permita, surgem bem representadas em inúmeras unidades espalhadas pelo Globo (Rino *et al.* 2004 e 2008, Hawkesworth *et al.* 2010, Condie *et al.* 2011, Nance *et al.* 2014).

De entre as principais fases de geração deste grupo de zircões destacam-se os (1) arcaicos com cerca de 2450 a 2750 Ma, provavelmente associados à formação do super-continente Arcaico, (2) paleoproterozóicos com 1750 Ma a 2200 Ma, tidos como resultantes do ciclo Eburniano e (3) do Mesoproterozóico superior a Neoproterozóico inferior, com idades da ordem de 900 a 1300 Ma, que têm sido relacionados com a orogenia “Grenvilliana” e a formação do super-continente Rodinia. Quando se tem um número significativo de zircões analisados é provável que estas idades se individualizem numa forma clara. Contudo as suas proporções são muito variáveis e, com a excepção de algumas unidades atribuídas ao Precâmbrico ou de sedimentos alimentados fundamentalmente por elas, tendem a ser relativamente baixas.



**Figura 4.** Idades U-Pb de zircão numa seleção de unidades geológicas de Portugal. Dados extraídos de Veiga-Pires *et al.* (2007), para o Neogénico do Algarve, Linnemann *et al.* (2008), para a Zona de Ossa Morena, Martínez-Catalán *et al.* (2008), para a Zona Galaico-Transmontana, Dinis *et al.* (2012) para bacias carboníferas associadas à falha Porto-Tomar, Pereira *et al.* (2012a), para a Zona Sul Portuguesa, Pereira *et al.* (2012b), para o Quartzito Armoricano, Talavera *et al.* (2012), para o Complexo Xisto-Grauváquico (inclui dados de unidades que têm sido entendidas como pertencendo ao Complexo Xisto-Grauváquico por serem litologicamente semelhantes, mas que são muito mais recentes). Faixas coloridas identificam as principais fases descritas no texto. Idades em milhões de anos. Diagramas de Kernel para largura de banda da ordem de 15 Ma e histogramas com intervalos de classes de 50 Ma.

**Figure 4.** U-Pb ages of zircon in selected geological units of Portugal. Data extracted from Veiga-Pires *et al.* (2007) for the Neogene of Algarve, Linnemann *et al.* (2008) for the Ossa Morena Zone, Martínez-Catalán *et al.* (2008), for Zone-Galicia Trás-os-Montes Zone, Dinis *et al.* (2012) for Carboniferous associated with the Porto-Tomar Fault, Pereira *et al.* (2012a) for the South Portuguese Zone, Pereira *et al.* (2012b) for Armorican Quartzite, Talavera *et al.* (2012) for the Schist-Graywacke Complex (includes data from units that have been included in the Schist-Graywacke Complex due to lithological resemblance, but that are much younger). Colored bands identify the main phases described in the text. Ages in millions of years. Kernel diagrams for bandwidth of 15 Ma and histograms bins of 50 Ma.

## **5.2. Pan-Africano e Cadomiano (cerca de 750-550 Ma)**

Zircões datados do Neoproterozóico superior ao Câmbrio inferior podem ser atribuídos às orogenias Pan-Africana e Cadomiana. Nem sempre é fácil associar os zircões de 750 Ma a 550 Ma a estas duas orogenias com base nas suas idades. O Pan-Africano está ligado ao amalgamento de diferentes blocos crustais (cratões) que constituem o continente africano, num contexto de colisão continente-continente que contribui para a formação da grande massa continental do Gondwana. Zircões magmáticos com idades entre os 750 Ma e 600 Ma podem estar relacionados com esta orogenia. O Cadomiano, por sua vez, relaciona-se com processos de convergência com formação de arcos magmáticos em posições relativamente próximas da margem norte, para coordenadas actuais, do continente Gondwana. Ele seria responsável pela geração de zircões com aproximadamente 550-650 Ma.

A população (ou populações) atribuível ao Pan-Africano e/ou Cadomiano é frequentemente a mais bem representada em rochas metamórficas do Precâmbrico e Paleozóico inferior português, sendo muitas vezes largamente dominante (Figura 4). Importa referir que nas unidades da Zona de Ossa Morena encontram-se quantidades reduzidas de zircão com idades superiores a 700 Ma (Linnemann *et al.* 2008, Pereira *et al.* 2011), que, por sua vez, são comuns em rochas do Paleozóico inferior e Precâmbrico superior da Zona Centro ibérica (Pereira *et al.* 2012b, Talavera *et al.* 2012). As populações Pan-Africana e Cadomiana surgem também em sedimentos e metassedimentos do Paleozóico superior de diversas unidades tectonoestratigráficas da Península Ibérica e em unidades mesocenozóicas.

## **5.3. Extensão cambro-ordovícica (cerca de 520-470 Ma)**

Parte dos zircões do Paleozóico inferior foi gerada durante uma fase de “rift” ou “drift” na margem do Gondwana responsável pela abertura do oceano Rheic. Estas idades têm sido encontrados em quantidades significativas em metassedimentos do Maciço Varisco e estão identificadas rochas ígneas que os podem ter fornecido originalmente. Algumas situam-se no seio da Zona de Ossa Morena (Chichorro *et al.* 2008), outras na transição da Zona de Ossa Morena para a Zona Centro Ibérica (Solá *et al.* 2008). Outro exemplo do magmatismo do Câmbrio superior a Ordovícico inferior é a formação vulcano-sedimentar de “Ollo de Sapo” aflorante no região noroeste da Península Ibérica (Díez Montes *et al.* 2010, Talavera *et al.* 2013).

## **5.4. Varisco (cerca de 390 a 280 Ma)**

A orogenia Varisca é geralmente entendida como resultante da colisão continental entre o Gondwana, próximo do qual se encontrava a Iberia, e as grandes massas continentais posicionadas mais a norte (Laurentia e Baltica). Em última análise, está associada à formação da Pangeia. As características do magmatismo e do metamorfismo de elevada temperatura durante a colisão Varisca e posterior delaminação crustal, com idades compreendidas entre o Carbonífero superior e o Pérmico inferior, são adequadas à formação de grandes quantidades de zircão (p. ex. Fernández-Suárez *et al.* 2000, Pastor Galán *et al.* 2012). Adoptando uma aceção cronologicamente mais alargada para o termo “Varisco”, podemos também incluir aqui fases de geração anteriores, do Devónico médio a superior (360 a 390 Ma). Parte destas idades estarão associadas ao desenvolvimento dum arco magmático no seio do oceano Rheic (Pereira *et al.* 2012a).

Devido às elevadas taxas de denudação durante a orogenia Varisca, já é possível encontrar zircões com estas idades em sucessões sedimentares do Carbonífero (Martínez Catalán *et al.* 2008, Pastor Galán *et al.* 2012, Pereira *et al.* 2013). Dada a frequência e volumetria das unidades ígneas e metamórficas de elevada temperatura associadas à orogenia Varisca, é de prever que as proporções de zircões destas idades aumentem progressivamente em sedimentos mais recentes à medida que as rochas produtoras vão sendo exumadas e os zircões retomados em ciclos sedimentares sucessivos.

## 5.5. Idades pós variscas

As proporção de zircões do pós-Varisco são, na generalidade dos locais, extremamente baixas. Idades  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  inferiores a 200 Ma estão referidas em algumas rochas da Península Ibérica (Veiga-Pires *et al.* 2007, Miranda *et al.* 2009, Puga *et al.* 2011). Dadas as características composicionais e volumétricas dos vários corpos magmáticos mesozóicos aflorantes em Portugal continental, é de prever que os maiores fornecedores de zircões pós-variscos sejam os maciços ígneos alcalinos do Cretácico superior. Estes comportam sobretudo zircões com idades da ordem de 75-80 Ma (Miranda *et al.* 2009).

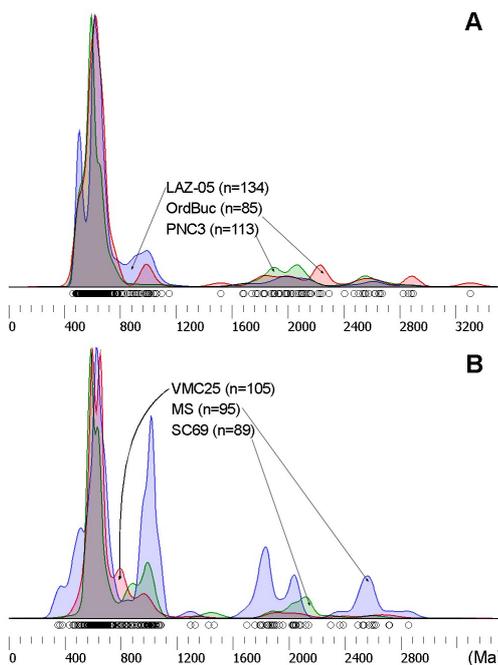
## 5.6. Variabilidade regional e temporal

Os estudos realizados sobre as unidades geológicas aflorantes nos domínios tectonoestratigráficos apresentados na Figura 4 revelam diferenças significativas entre amostras tanto ao nível das proporções das várias populações como da posição dos picos de frequência (Figura 5). Como se discutirá frente, é precisamente com base nesta variabilidade que muitas vezes se pode estabelecer melhor a proveniência sedimentar.

Algumas diferenças encontram justificação nas fácies sedimentares que, por sua vez, podem reflectir a extensão dos sistemas de transporte de sedimento. É o caso da Bacia Carbonífera do Buçaco, onde os materiais associados a transporte mais longo integram quantidades significativas de zircão Paleozóico e associado ao ciclo Grenviliano (Dinis *et al.* 2012). Em ambientes marinhos é de prever uma maior homogeneidade na assinatura cronológica e alguma diluição das contribuições locais (Figura 5). Shaw *et al.* (2014) apresentam um número significativo de datações U-Pb obtidas em amostras dos Quartzitos Armorianos (Ordovícico inferior). Depois de se proceder ao desdobraimento e projecção geográfica, a série de amostras analisada é representativa de deposição em ambientes costeiros ou marinhos de reduzida profundidade ao longo de uma linha no bordo do continente Gondwana que se estenderá por cerca de 1500 km de comprimento. As idades U-Pb em zircões detríticos destes materiais revelam grande homogeneidade, apesar de naturais oscilações nas proporções das populações dominantes.

Um outro aspecto que deve ser tido em consideração são as tendências de evolução temporal. Considerem-se dois exemplos opostos como ponto de partida. (1) No enchimento de uma bacia sedimentar a partir de uma área específica é de prever que os níveis mais recentes da bacia incorporem uma maior proporção de zircão das unidades de alimentação mais antigas, que foram exumadas posteriormente; nestas condições tem-se uma inversão vertical das tendências de sinal cronológico entre a área fonte e a área deposicional. (2) Se na

área de alimentação se encontram rochas plutônicas que ainda não estão expostas no início das fases de enchimento da bacia é de prever que o sinal cronológico reflita apenas aquilo que se observa nas formações mais antigas e que a proporção de idades recentes aumente progressivamente à medida que o processo de denudação avança. Depois, podemos considerar inúmeras complicações promovidas por diferentes processos endógenos ou exógenos que podem favorecer ou atenuar a proporção dos vários grupos de idades.



**Figura 5.** Exemplo de diferentes níveis de variabilidade intra-unidade geológica na assinatura cronológica de zircões detríticos. (A) Quartzito Armoricano (Ordoviciano), sendo PNC3 (Pereira *et al.* 2012b) e OrdBuc (não publicado) da região do Buçaco e LAZ-05 (Shaw *et al.* 2014) a cerca de 400 km para ESE. (B) Sedimentos com diferentes fácies da Bacia Carbonífera do Buçaco que se distribuem por uma faixa alongada com menos de 15 km de comprimento (Dinis *et al.* 2012).

**Figure 5.** Example of different levels of zircon age fingerprint variability within a geological unit. (A) Armorician Quartzite (Ordovician), being PNC3 (Pereira *et al.* 2012b) and OrdBuc (unpublished) of Buçaco region and LAZ-05 (Shaw *et al.* 2014) about 400 km ESE. (B) Sediments with different facies from the Carboniferous Buçaco Basin that spread over an area of less than 15 km long (Dinis *et al.* 2012).

## 6. Definição de fontes detríticas e vectores de distribuição

Como se disse acima, em virtude da resistência do zircão a ciclos deposicionais e magmáticos, a presença duma população com uma determinada idade só poderá apontar para abastecimento por um corpo magmático ou metamórfico de idade correspondente se não estiverem envolvidos processos de reciclagem. Isto porque a datação de um zircão detrítico permite apenas obter informação directa sobre a fonte original (magmática ou metamórfica de elevada temperatura) em que este se formou. Se o sedimento resultar, parcial ou totalmente, da reciclagem duma unidade sedimentar a assinatura cronológica de zircões detríticos fornecerá informação sobre as fontes de alimentação desta unidade mais antiga. Assim, para uma conveniente interpretação dos resultados isotópicos U-Pb estes são muitas vezes conjugados com informação adicional e independente relativa à composição e às condições de transporte e deposição dos materiais.

Em determinadas situações, em que os sedimentos se apresentam enriquecidos em

zircão (por exemplo, devido à destruição de fases minerais menos resistentes à abrasão e à alteração química), a identificação de populações com diferentes idades pode constituir o melhor meio para conhecer a proveniência sedimentar e a sua evolução. Por outro lado, mesmo em materiais com uma mineralogia heterogénea e que envolveram processos de reciclagem, a assinatura cronológica dos seus elementos detríticos pode suscitar novas leituras sobre as possíveis fontes sedimentares. As populações cronológicas, por exemplo, podem revelar a presença de uma unidade sedimentar ou metamórfica anterior que entretanto se esgotou ou a não contribuição de outra por ainda não ter sido exumada ou ter estado separada numa bacia sedimentar por uma qualquer barreira fisiográfica. Por vezes, as populações de idade de zircão detrítico num conjunto de amostras são muito semelhantes, mas uma análise detalhada das posições dos picos de frequência nas várias amostras e as proporções das várias populações é suficiente para diferenciar contribuições de diferentes áreas de alimentação. Olivarius *et al.* (2014), por exemplo, conjugaram datações U-Pb, dando particular atenção a picos de frequência, com outros dados mineralógicos e granulométricos para definir vectores de transporte fluvial, áreas de alimentação mais prováveis e a influência de correntes marinhas em unidades sedimentares do Miocénico.

A definição de vectores de distribuição sedimentar é tendencialmente mais difícil em sistemas sedimentares sob influência da circulação atmosférica ou de correntes costeiras ou marinhas profundas em que pode haver alguma inversão de rumos em função, por exemplo, de condições climáticas ou de agitação marítima. Diversos autores têm recorrido a idades U-Pb de zircões detríticos colhidos em sedimentos de praias actuais para definir a proveniência sedimentar associada a transporte por deriva litoral (Sircombe 1999, Be'ri-Shlevin *et al.* 2014). Os padrões de circulação atmosférica e suas alterações no decurso do Quaternário também têm sido avaliados em diferentes partes do globo com base na assinatura cronológica de zircões detríticos de sedimentos eólicos e das rochas que afloram nas possíveis áreas de alimentação (Aleinikoff *et al.* 1999, Gatehouse *et al.* 2001, Stevens *et al.* 2010, Újvári *et al.* 2012).

Podemos ser tentados a julgar que em sistemas associados a uma drenagem fluvial, onde os problemas do sentido e direcção de transporte são menores, bastará conhecer a distribuição de idades de zircão das unidades aflorantes a montante para perceber em que medida estas podem ter contribuído para alimentar um corpo sedimentar. Alguns trabalhos, contudo, têm demonstrado que a variação nas fontes locais ao longo dos cursos de água podem ser responsáveis por padrões de distribuição de idades muito diversas (Cawood *et al.* 2003, Hieptas *et al.* 2011). É de prever que ao longo do curso de água se observe uma progressiva diluição das populações características das regiões de cabeceira dos rios por partículas provenientes de áreas mais a jusante. A reciclagem de sedimentos fluviais anteriores (por exemplo, terraços), em particular se estiverem enriquecidos em zircão, pode introduzir bruscas oscilação na distribuição de idades observada.

De qualquer maneira, a contribuição de diferentes áreas dependerá muito das características fisiográficas, da resistência à erosão das unidades aflorantes e da composição dos materiais drenados. Este último factor pode ser decisivo na medida em que as proporções de zircão dependem muito da natureza das rochas; elas são tendencialmente maiores em rochas magmáticas ácidas do que em magmáticas básicas e em rochas sedimentares relacionadas com a alteração química muito intensa (em virtude das características climáticas e orográficas favorecerem a meteorização na área de alimentação ou por serem o produto de múltiplos

ciclos sedimentares). Assim, num local de amostragem tanto podem dominar idades de zircão justificadas pela presença de sedimento debitado por troncos de drenagem mais extensos como por uma alimentação local, de curta distância. Sircombe (1999) e Sircombe e Freeman (1999), em estudos sobre areias de praia actuais, também demonstram a importância de fornecimentos locais a partir de corpos associados a contextos geológicos distintos, designadamente ao nível da proveniência, dos actuais.

Independentemente do meio de transporte, um aspecto adicional que deve ser tido em consideração relaciona-se com a selecção sedimentar de partículas em movimento. Partículas com diferentes dimensões, formas e densidades têm diferentes comportamentos hidrodinâmicos e aerodinâmicos (Matthews 1991). Estas propriedades podem ser muito variáveis em grãos de zircão. No que respeita à forma, por exemplo, ela depende muito do meio em que o zircão se gerou (Corfu *et al.* 2003), mas também se pode alterar em consequência da abrasão mecânica. Dada a variabilidade morfológica dos grãos de zircão, um estudo da proveniência deve ter em consideração a possibilidade das distribuições de idade serem condicionadas por alguma selecção granulométrica (Lawrence *et al.* 2011).

## **7. Considerações finais**

A aplicação de idades U-Pb de grãos detríticos, em particular de zircão, tornou-se, durante as últimas décadas, uma das ferramentas mais populares em estudos de proveniência. Uma vez que o zircão é muito resistente aos processos exógenos, este mineral é frequentemente encontrado em quantidades significativas em sedimentos, estando presentemente publicados numerosos dados sobre a composição isotópica de zircões de diferentes unidades do território português e de grande parte do Globo. Os conceitos teóricos, princípios fundamentais usados em exercícios de definição de áreas de alimentação e as questões metodológicas no processamento de resultados são muito simples.

A forma mais óbvia de estabelecer a proveniência assenta na comparação entre a assinatura cronológica dos materiais em estudo e de possíveis áreas de alimentação. As mesmas populações de idades podem ser encontradas em unidades muito diferentes, mas geralmente em proporções distintas. Por outro lado, algumas particularidades de detalhe, designadamente ao nível da posição dos picos de maior frequência, podem ser decisivas da definição das áreas de alimentação. Para se ser bem sucedido, é fundamental garantir que o número e qualidade das idades obtidas sejam suficientes para se identificarem as várias populações envolvidas e assegurar que não se descurem os factores (produtividade na área de alimentação, processos de selecção sedimentar, etc.) que podem ter condicionado a distribuição de idades. As determinações da proveniência de sedimentos são mais efectivas quando aliadas às análises U-Pb em zircão são feitos também estudos de outros sistemas isotópicos, como os de Hf neste mineral e de Sm-Nd em rocha total.

## **Referências**

- Aleinikoff J.N., Muhs D., Sauer, R.R. Fanning, C.M. 1999. Late Quaternary loess in northeastern Colorado: II. Pb isotopic evidence for the variability of loess sources. *Geol. Soc. Am. Bull.* 111: 1876–1883.
- Alonso M., Finn E.J. 1968. *Fundamental University Physics III: Quantum and Statistical Physics*. Addison-Wesley Publishing Company, Reading.

- Andersen T. 2005. Detrital zircons as tracers of sedimentary provenance: limiting conditions from statistics and numerical simulation. *Chemical Geology* 216: 249–270.
- Be’ri-Shlevin Y., Avigad D., Gerdes A., Zlatkin O. 2014. Detrital zircon U–Pb–Hf systematics of Israeli coastal sands: new perspectives on the provenance of Nile sediments. *Journal of the Geological Society* 171: 107–116.
- Cawood P.A., Nemchin A.A., Freeman M., Sircombe K. 2003. Linking source and sedimentary basin: Detrital zircon record of sediment flux along a modern river system and implications for provenance studies. *Earth and Planetary Science Letters* 210: 259–268.
- Chichorro M., Pereira M.F., Díaz-Azpiroz M., Williams I.S., Fernández C., Pin C., Silva J.B. 2008. Cambrian ensialic rift-related magmatism in the Ossa-Morena Zone (Évora–Aracena metamorphic belt, SW Iberian Massif): Sm–Nd isotopes and SHRIMP zircon U–Th–Pb geochronology. *Tectonophysics* 461: 91–113.
- Condie K.C., Bickford M.E., Aster R.C., Belousova E., Scholl D.W. 2011. Episodic zircon ages, Hf isotopic composition, and the preservation rate of continental crust. *Geol. Soc. Am. Bull.* 123: 951–957.
- Corfu F., Hanchar J.M., Hoskin P.W.O., Kinny P. 2003. Atlas of zircon textures. In: Hanchar, J.M., Hoskin, P.W.O. (Eds.), *Zircon. Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 53: 469–500.
- Dickin A.P. 1995. *Radiogenic Isotope Geology*. Cambridge University Press, Cambridge.
- Díez Montes A., Martínez Catalan J.R., Bellido Mulas E. 2010. Role of the Olla de Sapo massive felsic volcanism of NW Iberia in the Early Ordovician dynamics of northern Gondwana. *Gondwana Research* 17: 363–376.
- Dinis P.A., Andersen T., Machado G., Guimarães F. 2012. Detrital zircon U–Pb ages of a syn-Variscan Carboniferous succession associated with the Porto-Tomar shear zone (West Portugal): Provenance implications. *Sedimentary Geology* 273–274: 19–29.
- Fernández-Suárez J., Dunning G.R., Jenner G.A., Gutiérrez-Alonso G. 2000. Variscan collisional magmatism and deformation in NW Iberia: constraints from U–Pb geochronology of granitoids. *Journal of the Geological Society* 157: 565–576.
- Faure G. 1986. *Principles of Isotope Geology*. John Wiley & Sons.
- Fedo C.M., Sircombe K.N., Rainbird R.H. 2003. Detrital zircon analysis of the sedimentary record. In: Hanchar, J.M., Hoskin, P.W.O. (Eds.), *Zircon. Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 53: 277–303.
- Gatehouse R.D., Williams I.S., Pillans B.J. 2001. Finger-printing windblown dust in southeastern Australia soils by uranium-lead dating of detrital zircon. *Austral J. Soil Res.* 39: 7–12.
- Hawkesworth C.J., Dhuime B., Pietranik A.B., Cawood P.A., Kemp A.I.S., Storey C.D. 2010. The generation and evolution of the continental crust. *J. Geol. Soc.* 167: 229–248.
- Hieptas J., Samson S., Moecher D., Chakraborty S. 2011. Enhancing tectonic and provenance information from detrital zircon studies: assessing terrane-scale sampling and grain-scale characterization. *Journal of the Geological Society* 168: 309–318.
- Hiess J., Condon D.J., McLean N., Noble S.R. 2012.  $^{238}\text{U}/^{235}\text{U}$  systematics in terrestrial Uranium-bearing minerals. *Science* 235: 1610–14
- Kinny P.D., Mass R. 2003. Lu–Hf and Sm–Nd isotope systems in zircon. In: Hanchar, J.M., Hoskin, P.W.O. (Eds.), *Zircon. Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 53: 327–341.
- Košler J., Sylvester P. 2003. Present trends and the Future of Zircon in Geochronology: Laser Ablation ICPMS. In: Hanchar, J.M., Hoskin, P.W.O. (Eds.), *Zircon. Reviews in Mineralogy and Geochemistry* 53: 243–275.
- Lawrence R.L., Cox R., Mapes R.W., Coleman D.S. 2011. Hydrodynamic fractionation of zircon age populations. *Geological Society of America Bulletin* 123: 295–305.
- Linnemann U., Pereira F., Jeffries T.E., Drost K., Gerdes A. 2008. The Cadomian Orogeny and the opening of the Rheic Ocean: The diachrony of geotectonic processes constrained by LA-ICP-MS U–Pb zircon dating (Ossa-Morena and Saxo-Thuringian Zones, Iberian and Bohemian Massifs). *Tectonophysics* 461: 21–43.
- Ludwig K.R. 2003. *Isoplot 3.00, a geochronological toolkit for Microsoft Excel*. Berkeley Geochronology Center Special Publication No. 4, Berkeley.

- Martínez Catalán J.R., Fernández-Suárez J., Meireles C., Clavijo E.G., Belousova E., Saeed A., 2008. U-Pb detrital zircon ages in synorogenic deposits of the NW Iberian Massif, Variscan belt: interplay of Devonian-Carboniferous sedimentation and thrust tectonics. *Journal of the Geological Society of London* 165: 697–698.
- Matthews M.D. 1991. The effect of grain shape and density on size measurement. Syvitski, P.M. (Ed.), *Principles, Methods and Application of Particle Size Analysis*. Cambridge, U.K., Cambridge University Press, Cambridge: 22-42.
- Miranda R., Valadares V., Terrinha P., Mata J., Azevedo M.R., Gaspar M., Kullberg J.C., Ribeiro C. 2009. Age constraints on the Late Cretaceous alkaline magmatism on the West Iberian Margin. *Cretaceous Research* 30: 575–586.
- Moecher D.P., Samson S.D. 2006. Differential zircon fertility of source terranes and natural bias in the detrital zircon record: implications for sedimentary provenance analysis. *Earth Planet. Sci. Lett.* 247: 252–266.
- Nance R.D., Murphy J.B., Santosh M. 2014. The supercontinent cycle: a retrospective essay. *Gondwana Research* 25: 4-29.
- Olivarius M., Rasmussen E.S., Siersma V. Knudsen C., Kokfelt T.F., Keulen N. 2014. Provenance signal variations caused by facies and tectonics: Zircon age and heavy mineral evidence from Miocene sand in the north-eastern North Sea Basin. *Marine and Petroleum Geology* 49: 1-14.
- Pastor-Galán D., Gutiérrez-Alonso G., Murphy J.B., Fernández-Suárez J., Hofmann M., Linnemann U. 2012. Provenance analysis of the Paleozoic sequences of the northern Gondwana margin in NW Iberia: passive margin to Variscan collision and orocline development. *Gondwana Res.* 23: 1089–1103.
- Pereira M., Chichorro M., Johnston S., Guitierrez-Alonso G., Silva J., Linnemann U., Hofmann M., Drost K. 2012a. The missing Rheic Ocean magmatic arcs: provenance analysis of Late Paleozoic sedimentary clastic rocks of SW Iberia. *Gondwana Research* 22: 882–891.
- Pereira M., Ribeiro C., Vilallonga F., Chichorro M., Drost K., Silva J.B., Albardeiro L., Hofmann M., Linnemann U. 2013. Variability over time in the sources of South Portuguese Zone turbidites: evidence of denudation of different crustal blocks during the assembly of Pangaea. *Int J Earth Sci.* doi: 10.1007/s00531-013-0902-8.
- Pereira M.F., Chichorro M., Solá A.R., Silva J.B., Sanchez-Garcia T., Bellido F. 2011. Tracing the Cadomian magmatism with detrital/inherited zircon ages by in-situ U–Pb SHRIMP geochronology (Ossa-Morena Zone, SW Iberian Massif). *Lithos* 123: 204–217.
- Pereira M.F., Linnemann U., Hofmann M., Chichorro M., Solá A.R., Medina J., Silva J.B. 2012b. The provenance of Late Ediacaran and Early Ordovician siliciclastic rocks in the Southwest Central Iberian Zone: Constraints from detrital zircon data on northern Gondwana margin evolution during the late Neoproterozoic. *Precambrian Research* 192–195: 166–189.
- Pereira M.F., Silva J.B., Drost K., Chichorro M., Apraiz A. 2010a. Relative timing of transcurrent displacements in northern Gondwana: U–Pb laser ablation ICP-MS zircon and monazite geochronology of gneisses and sheared granites from the western Iberian Massif (Portugal). *Gondwana Research* 17: 461–481.
- Puga E., Fanning M., Díaz de Federico A., Nieto J. M., Beccaluva L., Bianchini G., Díaz Puga M.A. 2011. Petrology, geochemistry and U-Pb geochronology of the Betic Ophiolites: Inferences for Pangaea break-up and birth of the westernmost Tethys Ocean. *Lithos* 124: 255-272.
- Rino S., Komiya T., Windley B.F., Katayama I., Motoki A., Hiratsu T. 2004. Major episodic increases of continental crustal growth determined from zircon ages of river sands: Implications for mantle overturns in the Early Precambrian. *Physics of Earth and Planetary Interiors* 146: 369–394.
- Rino S., Kon Y., Sato W., Maruyama S., Santosh M., Zhao D. 2008. The Grenvillian and Pan-African orogens: World's largest orogenies through geologic time, and their implications on the origin of superplume. *Gondwana Research* 14: 51–72.
- Rosa D.R.N., Finch A.A., Andersen T., Inverno C.M.C. 2009. U–Pb geochronology and Hf isotope ratios of magmatic zircons from the Iberian Pyrite Belt. *Mineralogy and Petrology* 95: 47–69.

- Rollinson H. 1993. *Using Geochemical Data: Evaluation, Presentation, Interpretation*. Longman Group UK Limited.
- Shaw J., Gutiérrez-Alonso G., Johnston S.T., Pastor Galán D. 2014. Provenance variability along the early Ordovician north Gondwana margin: Paleogeographic and tectonic implications of U-Pb detrital zircon ages from the Armorican Quartzite of the Iberian Variscan belt. *Geological Society of America Bulletin* doi: 10.1130/B30935.1.
- Sircombe K.N., Freeman M.J. 1999. Provenance of detrital zircons on the Western Australian coastline: implications for the geologic history of the Perth basin and denudation of the Yilgan craton. *Geology* 27: 879-882.
- Sircombe K.N. 1999. Tracing provenance through the isotope ages of littoral and sedimentary detrital zircon, eastern Australia. *Sedimentary Geology* 124: 47-67.
- Sircombe K.N. 2004. AGEDISPLAY: an EXCEL workbook to evaluate and display univariate geochronological data using binned frequency histograms and probability density distributions. *Computers and Geosciences* 30: 21-31.
- Sircombe K.N., Stern R.A. 2002. An investigation of artificial biasing in detrital zircon U-Pb geochronology due to magnetic separation in sample preparation. *Geochim Cosmochim Acta* 66: 2379-2397.
- Solá A.R., Pereira M.F., William, I.S., Ribeiro M.L., Neiva A.M.R., Montero P., Bea F., Zinger T. 2008. New insights from U-Pb zircon dating of Early Ordovician magmatism on the northern Gondwana margin: the Urro Formation (SW Iberian Massif, Portugal). *Tectonophysics* 461: 114-129.
- Stevens T., Palk C., Carter A., Lu H. 2010. Assessing the provenance of loess and desert sediments in northern China using U-Pb dating and morphology of detrital zircons. *Geological Society of America Bulletin* 122: 1331-1344.
- Talavera C., Montero P., Bea F., González Lodeiro F., Whitehouse. M. 2013. U-Pb Zircon geochronology of the Cambro-Ordovician metagranites and metavolcanic rocks of Central NW Iberia. *International Journal of Earth Sciences* 120: 1-23.
- Talavera C., Montero P., Martínez Poyatos D., Williams I.S. 2012. Ediacaran to Lower Ordovician age for rocks ascribed to the Schist-Graywacke Complex (Iberian Massif, Spain): Evidence from detrital zircon SHRIMP U-Pb. *Gondwana Research* 22: 928-942.
- Tochilin C., Dickinson W.R., Felgate M.W., Pecha M., Sheppard P., Damon F.H., Bickler S., Gehrels G.E. 2012. Sourcing temper sands in ancient ceramics with U-Pb ages of detrital zircons: a southwest Pacific test case. *Journal of Archaeological Science* 39: 2583-2591.
- Újvári G., Varga A., Ramos F. C., Kovács J., Németh T., Stevens T. 2012. Evaluating the use of clay mineralogy, Sr-Nd isotopes and zircon U-Pb ages in tracking dust provenance: An example from loess of the Carpathian Basin. *Chem. Geol.* 304-305: 83-9.
- Veiga-Pires C., Moura D., Machado N., Campo L., Simonetti A., Rodrigues B. 2007. Provenance of Quaternary sands in Algarve (Portugal) revealed by U-Pb ages of detrital zircon. In: Nichols, G., Williams, E., Paola, C. (Eds.) *Sedimentary Processes, Environments and Basins: a Tribute to Peter Friend*. Special Publication International Association of Sedimentologists 38, Blackwell: 327-340.
- Vermeesch P. 2004. How many grains are needed for a provenance study? *Earth and Planetary Science Letters* 224: 441-451.
- Vermeesch P. 2012. On the visualisation of detrital age distributions. *Chemical Geology* 312-313: 190-194.