



Larissa de Santana do Nascimento

**ARGILOMINERAIS E VIDRO VULCÂNICO COMO MARCADORES DE
CICLOS PALEOCLIMÁTICOS PLEISTOCÊNICOS DO REAR ARC DE
IZU-BONIN-MARIANA
(EXPEDIÇÃO 350 DO IODP)**

**Trabalho de Conclusão de Curso
(Geologia)**

UFRJ
Rio de Janeiro
2018



Larissa de Santana do Nascimento

**ARGILOMINERAIS E VIDRO VULCÂNICO COMO MARCADORES DE CICLOS
PALEOCLIMÁTICOS PLEISTOCÊNICOS DO *REAR ARC* DE IZU-BONIN-
MARIANA
(EXPEDIÇÃO 350 DO IODP)**

Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação em Geologia do Instituto de Geociências, Universidade Federal do Rio de Janeiro – UFRJ, apresentado como requisito necessário para obtenção do grau de geólogo(a)

Orientador: Prof. Dr. Everton Marques Bongiolo

Co-orientador: Dr. Reiner Neumann

Rio de Janeiro

Junho de 2018

NASCIMENTO, Larissa de Santana do

Argilominerais e vidro vulcânico como marcadores de ciclos paleoclimáticos pleistocênicos do *rear arc* de Izu-Bonin-Mariana (Expedição 350 do IODP)/ Larissa de Santana do Nascimento -- Rio de Janeiro: UFRJ / IGeo, 2018.

82 p.: il.; 30cm

Trabalho Final de Curso (Geologia) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Instituto de Geociências, Departamento de Geologia, 2018.

Orientador: Prof. Dr. Everton Marques Bongioiolo

1. Geologia. 2. IGEO – Trabalho de Conclusão de Curso. I. Prof. Dr. Everton Marques Bongioiolo. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Instituto de Geociências, Departamento de Geologia. III. Título.

Larissa de Santana do Nascimento

ARGILOMINERAIS E VIDRO VULCÂNICO COMO MARCADORES DE CICLOS
PALEOCLIMÁTICOS PLEISTOCÊNICOS DO *REAR ARC* DE IZU-BONIN-MARIANA
(EXPEDIÇÃO 350 DO IODP)

Trabalho de Conclusão de Curso de
Graduação em Geologia do Instituto de
Geociências, Universidade Federal do Rio de
Janeiro – UFRJ, apresentado como requisito
necessário para obtenção do grau de
geólogo(a)

Orientador: Prof. Dr. Everton Marques Bongiolo

Co-orientador: Dr. Reiner Neumann

Aprovada em: 28.06.2018

Por:

Orientador: Prof. Dr. Everton Marques Bongiolo (UFRJ)

Prof. Dr. Renato Rodriguez Cabral Ramos (Museu Nacional/UFRJ)

Dr. Gustavo Luiz Campos Pires (UFRJ)

UFRJ
Rio de Janeiro
2018

Dedico este trabalho de conclusão de curso ao meu pai, pois do céu ele tem me dado forças para que eu sempre dê o melhor de mim em toda e qualquer situação. Dedico também ao meu avô, João, por todo o sacrifício que ele fez e continua fazendo para que eu possa realizar meus sonhos e trilhar os caminhos que escolhi.

Agradecimentos

Agradeço o apoio da minha família, pois foram eles que me deram a base e a educação necessárias para que eu pudesse crescer academicamente e profissionalmente.

Ao professor Everton Bongiolo pela orientação e ajuda indispensáveis para a realização deste trabalho. Todo o conhecimento compartilhado e incentivo me fizeram aprender muito e descobrir novos horizontes na área de pesquisa científica.

Ao Centro de Tecnologia Mineral (CETEM) pela infraestrutura disponibilizada, ao Dr. Reiner Neumann por estar sempre disposto a ajudar e tirar dúvidas e aos técnicos por todo o auxílio com os equipamentos.

Agradeço aos meus amigos da turma de Geologia que ingressou na UFRJ em 2013, junto comigo. Todos são parte importante da minha vida, pois estamos há cinco anos em parceria, dividindo conhecimento e boas histórias pra contar. Minha graduação não teria sido a mesma sem eles. Agora posso dizer que eles são a minha segunda família.

Aos alunos de graduação e pós-graduação da sala J2-036 pela ajuda e conversas construtivas.

Agradeço a UFRJ e a California State University, Sacramento por juntas contribuírem para o meu crescimento e serem responsáveis pelo que sou hoje. Desde que entrei no ensino superior, sou uma pessoa mais madura e consciente. As incontáveis experiências vividas nessas duas instituições jamais serão esquecidas.

*“Não sou nada.
Nunca serei nada.
Não posso querer ser nada.
À parte isso, tenho em mim todos os sonhos do mundo.”*

Fernando Pessoa

Resumo

NASCIMENTO, Larissa de Santana do. **Argilominerais e vidro vulcânico como marcadores de ciclos paleoclimáticos pleistocênicos do rear arc de Izu-Bonin-Mariana (Expedição 350 do IODP)**. 2018. 82 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Geologia) – Departamento de Geologia, Instituto de Geociências, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro.

A expedição 350 do IODP (*International Ocean Discovery Program*) realizou um furo de sondagem (sítio U1437) na região de *rear arc* do arco Izu-Bonin-Mariana (IBM). Trabalhos recentes em áreas adjacentes ao arco têm demonstrado a importância do uso de argilominerais, em conjunto com outros fatores, para a identificação de áreas fonte de sedimentos submarinos e reconstruções paleoclimáticas. Estudos geoquímicos mostram que componentes externos ao arco constituem boa parte do volume da sedimentação fina, sendo ricos em Nb, Th e elementos terras raras leves (ETRL). Este trabalho teve como objetivo identificar possíveis área(s) fonte(s) para sedimentos vulcanoclásticos externos ao arco IBM de até 1 Ma através de argilominerais a fim de entender como eles estão distribuídos em diferentes períodos climáticos. Também utilizou-se a quantificação de vidro vulcânico para correlacionar produtos de erupção submarina com esses períodos. Foram realizadas análises por difratometria de raios X (DRX) pelo método do pó e na forma orientada para partículas finas (<2 μm). As quantificações em análises de pó utilizaram refinamento de Rietveld, enquanto argilominerais de análises orientadas foram quantificados pelo método de Biscaye. Os resultados obtidos por Rietveld foram comparados com análises litogeoquímicas previamente realizadas por pesquisadores da expedição a fim de validar as quantificações por DRX. Os dados obtidos mostram que os argilominerais representam cerca de 20% do volume total das amostras. Pelo método de Biscaye (fração <2 μm), illita é o argilomineral mais abundante, enquanto caulinita e clorita aparecem em menores proporções. Os resultados sugerem a região de Taiwan, em conjunto com depósitos de *loess* da China, como áreas fonte mais prováveis para os sedimentos vulcanoclásticos estudados, principalmente pela abundância de illita. A variação mineralógica de argilominerais presentes nos sedimentos vulcanoclásticos do *rear arc* e de áreas continentais adjacentes, juntamente com a variação da quantidade de vidro vulcânico nos períodos glaciais e interglaciais, evidenciam a influência da variabilidade de fenômenos climáticos como o regime de monções do Sudeste Asiático (*East Asian Monsoon*) no paleoclima e na ação de agentes transportadores no arco, como a corrente Kuroshio.

Palavras-Chave: IODP, Izu-Bonin-Mariana, corrente Kuroshio

Abstract

NASCIMENTO, Larissa de Santana do. **Clay minerals and volcanic glass as markers of Pleistocene paleoclimatic cycles from Izu-Bonin-Mariana rear arc (IODP Expedition 350)**. 2018. 82 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Geologia) – Departamento de Geologia, Instituto de Geociências, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro.

Expedition 350 of the IODP (International Ocean Discovery Program) conducted a drilling hole (site U1437) in the rear arc region of Izu-Bonin-Mariana (IBM) arc. Recent works in the study area have demonstrated the importance of the use of clay minerals, together with other factors, for the identification of source areas of submarine sediments and paleoclimatic reconstructions. Geochemical studies show that external components to the arc were a good part of the volume of fine sedimentation, being rich in Nb, Th and light rare earth elements (LREE). The purpose of this study was to identify possible source area(s) for volcanoclastic sediments external to the IBM arc with age up to 1 Ma through clay minerals in order to understand how they are distributed in different climatic periods. Quantifications of volcanic glass were also used to correlate products of submarine eruption with these periods. X-ray diffraction (XRD) analyzes were performed by the powder method of bulk, and oriented mounts for the fine (<2 μm) fraction. Quantifications in powder analyzes used Rietveld's refinement, while clay minerals from oriented analyzes were quantified by the method of Biscaye. The results obtained by Rietveld were successfully compared to litho-geochemical analyzes previously performed by researchers of the expedition in order to validate the quantifications by XRD. The data obtained shows that the clay minerals represent about 20% of the total volume of the samples. By the method of Biscaye (fraction <2 μm), illite is the most abundant clay mineral, while kaolinite and chlorite appear in smaller proportions. The results suggest Taiwan, along with China loess deposits, as the most probable source areas for the studied volcanoclastic sediments, mainly by the abundance of illite. The mineralogical variation of clay minerals present in the volcanoclastic sediments of the rear arc and adjacent continental areas, together with the variation of the amount of volcanic glass in the glacial and interglacial periods, shows the influence of the variability of climatic phenomena such as the regime of East Asian Monsoon in the paleoclimate and in the action of transport agents in the arc, like the Kuroshio current.

Key-Words: IODP, Izu-Bonin-Mariana, Kuroshio current

Sumário

Agradecimentos	vi
Epígrafe	vii
Resumo	viii
<i>Abstract</i>	ix
Lista de apêndices	xii
Lista de figuras	xiii
Lista de tabelas	xvii
Lista de abreviaturas e siglas	xviii
1 INTRODUÇÃO	19
1.1 Sítio U1437	20
1.2 Períodos glaciais e interglaciais	21
1.3 Justificativa e objetivos	22
2 CONTEXTO GEOLÓGICO	23
2.1 Geologia Regional	23
2.1.1 Evolução do arco Izu-Bonin-Mariana	23
2.1.2 <i>Rear arc</i> do arco Izu-Bonin-Mariana	25
2.2 Litoestratigrafia do sítio U1437	26
2.2.1 Unidade litoestratigráfica I	28
3 METODOLOGIA	30
3.1 Metodologias utilizadas na expedição 350 do IODP	30
3.1.1 Classificação das unidades litoestratigráficas	31
3.2 Metodologias utilizadas nesta monografia	32
3.2.1 Etapas de laboratório	33
3.2.1.1 Preparação das amostras	33
3.2.1.2 Difractometria de Raios X (DRX)	37
3.2.1.2.1 Método do pó	38
3.2.1.2.2 Análises orientadas	38
3.2.2 Etapas de escritório	39
3.2.2.1 Refinamento de Rietveld	40
3.2.2.2 Quantificação de vidro vulcânico	41
3.2.2.3 Método de Biscaye	41

4 RESULTADOS	42
4.1 Método do pó	42
4.1.1 Refinamento de Rietveld	45
4.1.1.1 Quantificação de vidro vulcânico	46
4.2 Análises orientadas	47
4.2.1 Método de Biscaye	49
5 DISCUSSÕES	51
5.1 Proveniência de componentes externos ao arco	51
5.2 Marcadores paleoclimáticos pleistocênicos	55
5.2.1 Argilominerais	55
5.2.2 Vidro vulcânico	55
6 CONCLUSÕES.....	56
6.1 Trabalhos futuros	56
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	57

Lista de apêndices

Apêndice A – Difratomogramas (método do pó) interpretados de amostras adicionais não descritas na seção 4.1. As interpretações foram feitas após extração do <i>background</i> . Amostras identificadas em vermelho correspondem a períodos interglaciais e as em azul a períodos glaciais	61
Apêndice B – Tabela de cálculos de distribuição dos óxidos feitas a partir de porcentagens de peso molecular obtidos por análises ICP-AES em rocha total feitas com as amostras da Unidade I. Esses cálculos foram utilizados para comparação entre a composição mineralógica encontrada pelo refinamento do Rietveld e os dados litogeoquímicos	66
Apêndice C – Difratomogramas sem extração de <i>background</i> obtidos para a quantificação de vidro vulcânico de amostras adicionais não descritas na parte da subseção 4.1.1.1. Amostras identificadas em vermelho correspondem a períodos interglaciais e as em azul a períodos glaciais	69
Apêndice D – Difratomogramas de análises orientadas (formas natural, glicolada e calcinada) interpretados de amostras adicionais não descritas na seção 4.2. As interpretações foram feitas após extração do <i>background</i> . Amostras identificadas em vermelho correspondem a períodos interglaciais e as em azul a períodos glaciais. Não foram feitas lâminas para calcinação das amostras B2H5W 123-126 cm, B2H6W 113-116 cm, B5H2W e B11F4W por conta de massa insuficiente de amostra para confecção.....	75
Apêndice E – Tabela de cálculos para análise semiquantitativa de 15 amostras pelo método de Biscaye (1965). As áreas basais dos picos foram medidas através do <i>software</i> DIFFRAC.SUITE TOPAS e posteriormente multiplicadas pelos fatores de ponderação de Biscaye	80

Lista de figuras

- Figura 1.** Imagem (obtida com o *software* GeoMapApp) indicando a localização do sítio U1437 (31°47.39' N, 139°01.58' E), sudeste do Japão, a cerca de 330 km a oeste da trincheira Izu-Bonin 20
- Figura 2.** Modelo de idades do sítio U1437 feito com dados isotópicos de oxigênio $\delta^{18}\text{O}$ medidos em conchas de foraminíferos por Mleneck-Vautravers (2018). A curva laranja foi ajustada através da curva referência LR04 estabelecida por Lisiecki e Raymo (2005). A taxa de sedimentação linear (LSR) está expressada em m/Myr pela curva azul. Estágios glaciais estão representados em cinza, enquanto estágio interglaciais estão em branco. Os 30 estágios isotópicos marinhos (MIS) relacionados são mostrados e abrangem aproximadamente 1,05 Ma. VPDB: *Vienna Pee Dee Belemnite*, padrão internacional utilizado para isótopos de carbono. Modificado de Kars *et al.*, 2017..... 21
- Figura 3.** Modelo de evolução do arco Izu-Bonin-Mariana (*cf.* Ishizuka *et al.*, 2011). (A) Surgimento do arco Kyushu-Palau a partir da subducção da Placa do Pacífico, a qual também gerou a bacia do oeste das Filipinas e magmatismo de pluma mantélica (Oki-Daito) ao sul. (B) o magmatismo no arco Kyushu-Palau continua e a área da influência da pluma mantélica se estende no arco, enquanto a abertura da bacia do oeste da Filipinas continua em virtude do espalhamento de assoalho oceânico. (C) início do rifteamento do arco Kyushu-Palau e de abertura das bacias de *back arc* Shikoku e Parece Vela, as quais separam o *front* do *rear arc* de Kyushu-Palau, gerando um arco remanescente. (D) continuação da abertura das bacias Shikoku e Parece-Vela por espalhamento de assoalho oceânico. (E) Início da formação do arco Izu-Bonin-Mariana, cujo *front* vulcânico vai coincidir com o *front* do extinto Kyushu-Palau e seu *rear arc* será ativo na região traseira do arco. Modificado de Tamura *et al.* (2015a) 24
- Figura 4.** Domínios vulcano-tectônicos do arco de Izu. O sítio de perfuração U1437, destacado pelo quadrado e representado pela estrela branca, encontra-se sobre a porção conhecida como *rear arc*. Essa porção é dividida em três zonas tectônicas, de oeste para leste: as cadeias vulcânicas, com aproximadamente 100 km de comprimento e composições basálticas a riolíticas; a zona extensional com largura aproximada de 100 km, caracterizada por pequenos vulcões de composição bimodal e falhas normais N-S; e o *rift* ativo que corresponde a uma zona extensional mais estreita, também composta por vulcões bimodais, que possui bacias de *rift* de orientação N-S. O *front* vulcânico é bem definido pelos vulcões cujos nomes estão representados no mapa, e a oeste do *rear arc* as principais cadeias vulcânicas também encontram-se representadas pelos seus nomes. Modificado de Tamura *et al.* (2015a) 25
- Figura 5.** Unidades litoestratigráficas do sítio U1437 e suas principais profundidades e idades. Modificado de Tamura *et al.* (2015b) 27
- Figura 6.** Intervalo vulcanoclástico félsico que mostra cinza evoluídas (félsicas) gradando em direção ao topo para lama tufácea. É possível observar características como a base rica em cristaloclastos, alteração de glauconita (tons esverdeados) e bioturbação. Modificado de Tamura *et al.* (2015b) 28

- Figura 7. Esquema de classificação proposto e utilizado durante a expedição 350 para sedimentos e rochas, vulcânicas ou não vulcânicas, de acordo com a abundância relativa de grãos e clastos vulcânicos presentes. Para mais detalhes com relação a prefixos e sufixos, ver Tamura *et al.* (2015c) 31**
- Figura 8. Diagrama de classificação de rochas vulcânicas piroclásticas com base nas proporções de blocos/bombas, lapilli e cinza. Modificado de Fisher (1966)..... 32**
- Figura 9. Esquema do furo U1437B mostrando a localização das amostras coletadas da unidade litoestratigráficas I. São mostradas ainda as profundidades em metros abaixo fundo oceânico (m.a.f.o), recuperação do material, bem como suas idades e descrições litológicas. Amostras sinalizadas nas cores vermelho e azul são correspondentes a períodos interglaciais e glaciais, respectivamente. Modificado de Tamura *et al.*, (2015b)..... 33**
- Figura 10. Amostras coletadas pela expedição 350 do IODP utilizadas para análises. (A) amostras da unidade I, com idade <1 Ma, previamente lixiviadas com HCl. (B) amostras puras da unidade I, com idade acima de 1 Ma, e de outras unidades..... 34**
- Figura 11. Preparação inicial das amostras para a subsequente retirada de carbonatos. (A) utilização de gral e pistilo de ágata. (B) moinho planetário Pulverisette 6 utilizado para desagregar amostras mais compactas 34**
- Figura 12. Pesagem das amostras. (A) balança com função tara utilizada para a pesagem. (B) amostras já em frações mais finas separadas para a dissolução de carbonatos..... 35**
- Figura 13. Capela onde foi realizado o procedimento para a dissolução de carbonatos com ácido acético 0,5 mol/L. As amostras encontram-se em tubos de ensaio apropriados para a subsequente centrifugação..... 35**
- Figura 14. Procedimentos para remoção do ácido através da centrifugação. (A) agitador vortex de tubos AP 56 Phoenix sendo utilizado para homogeneização da solução. (B) centrífuga CT-6000 Cientec utilizada para decantar as amostras e separá-las da solução de ácido acético após a dissolução de carbonatos 36**
- Figura 15. Processo de decantação das amostras em água deionizada em béqueres de 500 mL. Após 4 horas do início do processo, as partículas de tamanho argila (<2 μm) encontram-se em suspensão e serão retirados 5 cm (50 mL) para análises posteriores.. 37**
- Figura 16. Equipamento Bruker-AXS D8 Advance Eco. Todas as análises feitas por difratometria de raios X (DRX) foram realizadas nele, com as condições padrão..... 37**
- Figura 17. Preparação das amostras para análise de pó por DRX. (A) amostra colocada em porta amostra de acrílico com o auxílio de uma espátula. (B) leve compactação da amostra utilizando uma placa de vidro e um pedaço de papel. (C) amostras com suas superfícies devidamente planas no porta amostra, prontas para serem levadas ao equipamento..... 38**

Figura 18. Preparação das amostras para análises orientadas. (A) amostras colocadas em finas lâminas de vidro secando em temperatura ambiente para serem analisadas pela forma natural. (B) amostra saturada em etileno-glicol secando em um dessecador à vácuo por 12 horas para ser analisada pela forma glicolada..... 39

Figura 19. Difrátogramas sem *background* interpretados de duas amostras representativas de intervalos interglaciais. As fases minerais encontradas são as mesmas em todas as amostras, variando apenas na presença ou ausência de augita 43

Figura 20. Difrátogramas sem *background* interpretados de duas amostras representativas de intervalos glaciais. A presença de picos de hornblenda em alguns difratogramas é a principal diferença das amostras desses intervalos quando comparadas com amostras de intervalos interglaciais 44

Figura 21. Difrátogramas sem extração de *background* obtidos para a quantificação de fase amorfa. Duas amostras representativas de intervalos glaciais, em azul, não mostram variação no padrão dos difratogramas. As amostras de intervalos interglaciais, em vermelho, mostram os saltos no *background* no intervalo entre 15° e 40° 2 θ 46

Figura 22. Difrátogramas sem *background* obtidos para análises orientadas nas formas natural, glicolada e calcinada. Uma amostra representativa de intervalo glacial, em azul, e uma amostra representativa de intervalo interglacial, em vermelho, evidenciam principalmente a falta de minerais do grupo da esmectita e como estão variando os picos de clorita, ilita e caulinita 48

Figura 23. Esquema dos resultados obtidos pelo método do pó e pelas análises orientadas, juntamente com os resultados de quantificação das fases cristalinas e amorfas das amostras 50

Figura 24. Dados geoquímicos mostram os elementos incompatíveis Th *versus* (A) La e (B) Nb. A base do triângulo representa uma assinatura geoquímica mais semelhante com sedimentos provenientes do próprio arco. Nota-se então que a maioria das amostras são ricas em Nb, Th e La, principalmente as amostras de períodos glaciais, e se aproximam cada vez mais de uma composição mais semelhante com sedimentos de *Loess*. Linhas tracejadas representam uma estimativa de porcentagem de componentes externos ao arco presentes. Modificado de Gill *et al.* (2018) 51

Figura 25. Mapa (obtido com o *software* GeoMapApp) contendo as áreas próximas ao arco que já foram estudadas por outros autores através da importante relação entre mineralogia e sedimentação em fundos oceânicos marinhos. Nele, estão reunidos os dados compilados de Kalm *et al.* (1996), Liu *et al.* (2010); Shiming *et al.* (2008), Wan *et al.* (2007), Xu *et al.* (2012), e Zheng *et al.* (2014). As diferentes proporções de esmectita, caulinita, clorita e ilita são um dos principais fatores utilizados para caracterização dessas áreas 52

Figura 26. Diagrama ternário de esmectita-caulinita-(ilita + clorita) modificado de Zheng *et al.* (2014). Todas as 15 amostras plotadas no diagrama caem no campo equivalente a composição de amostras de Taiwan..... 53

Figura 27. Proporções de caulinita/clorita *versus* esmectita/ilita modificado de Zheng *et al.* (2014). As 15 amostras plotadas caem em campos equivalentes a composição de amostras de Taiwan e do *Loess* 54

Figura 28. Mapa regional modificado de Gill *et al.* (2018) mostrando o caminho atual da corrente Kuroshio segundo Nagano *et al.* (2013) e seus meandros. SM: pequenos meandros; LM: grandes meandros. A linha preta representa o *front* vulcânico de Izu (VF) e a linha púrpura limita a área oeste da região de *back arc* de Knolls (BAK). A estrela e o triângulo amarelo representam, respectivamente, os sítios U1437 e U1436 Expedição 350 do IODP. Outros sítios como 1149 e C011, de outras expedições, também encontram-se assinalados no mapa. A região do Mar do Leste da China (ECS) encontra-se muito próxima da corrente, bem como as montanhas que formam as cadeias vulcânicas oceânicas assinaladas por pentágonos em destaque dentro do retângulo amarelo 54

Lista de tabelas

Tabela 1. Tabela de valores obtidos através da quantificação de 12 amostras de sedimentos vulcanoclásticos, a qual foi realizada com o *software* DIFFRAC.SUITE TOPAS. O refinamento de Rietveld permitiu identificar minerais como montmorillonita (esmectita), caulinita e cristobalita. Wt%: peso 45

Tabela 2. Tabela de valores obtidos através da quantificação realizada com o *software* DIFFRAC.SUITE TOPAS. Assim como os difratogramas já evidenciaram, as amostras de intervalos interglaciais analisadas possuem as maiores porcentagens de fase amorfa (vidro vulcânico). Wt%: peso 47

Tabela 3. Tabela de porcentagens obtidas através da quantificação das 15 amostras analisadas pela forma orientada glicolada pelo método de Biscaye 49

Lista de abreviaturas e siglas

Ka	Mil anos
La	Lantânio
M.a.f.o	Metros abaixo do fundo oceânico
M.a.n.m	Metros abaixo do nível do mar
Ma	Milhões de anos
m/Myr	metros/Milhões de anos
Nb	Nióbio
Th	Tório

1 INTRODUÇÃO

O *Internacional Ocean Discovery Program* (IODP) é um programa internacional de pesquisas marinhas, cujas atividades começaram na década de 1960. Hoje, diversos cientistas fazem parte de uma rede de colaboração científica para estudar cada vez mais a fundo a dinâmica da Terra e os processos atuantes nela.

O programa coordena expedições em diversos pontos do planeta que, através de avançada tecnologia de perfuração oceânica, conseguem amostrar rochas, sedimentos e organismos vivos em águas profundas e abaixo do assoalho oceânico. As amostras coletadas por essas expedições dão origem à pesquisas em diversas áreas da ciência como mudanças climáticas, dinâmica dos oceanos e da tectônica terrestre, a biosfera em ambientes marinhos profundos etc.

Muitos dados importantes estão sendo descobertos ao mesmo passo que muitas questões continuam sem respostas, fazendo com que as expedições sejam planejadas a fim de tentar compreender melhor os processos que estão acontecendo agora e aqueles que estão representados no registro geológico.

Em relação aos processos mais recentes, uma das temáticas mais abordadas e de caráter prioritário para o IODP são as mudanças climáticas. Os pesquisadores das expedições investigam a influência que elas exercem na circulação de correntes marinhas, na deposição de sedimentos, e até mesmo como elas se relacionam com a história tectônica e vulcânica de uma área específica.

Algumas dessas expedições foram realizadas no arco Izu-Bonin-Mariana, localizado a Sudeste do Japão, por ser um dos arcos mais completos do mundo em termos tectono-magmáticos. Por exemplo, a expedição 126 do *Ocean Drilling Program* (ODP) realizou nove furos em três sítios de perfuração (787, 792 e 793) na região de *forearc* do arco para entender sua evolução vulcânica e tectônica (Taylor, 1992; Tazaki e Fyfe, 1992) e a expedição 352 do IODP, também realizada em região de *forearc*, fez perfurações mais próximas de onde se inicia a subducção na área (Pearce *et al.*, 2013). Já a expedição 350 do IODP realizou perfurações em dois sítios, U1436 e U1437, e foi a única a ter um deles localizado em região de *rear arc* com o objetivo de entender de forma mais clara e completa como ocorre a subducção intraoceânica na área (Busby *et al.*, 2017; Tamura *et al.*, 2013).

Este trabalho visa analisar de forma qualitativa e quantitativa os argilominerais e vidro vulcânico presentes em sedimentos vulcanoclásticos (<1 Ma) amostrados durante a expedição 350 do IODP, provenientes do *rear arc* do arco Izu-Bonin-Mariana (sítio U1437), a fim de

correlacioná-los com a influência de fatores e fenômenos climáticos na sedimentação da área, de acordo com os intervalos paleoclimáticos (glaciais ou interglaciais) aos quais eles pertencem.

1.1 Sítio U1437

As amostras recuperadas pela expedição 350 do IODP, que estão sendo utilizadas neste trabalho, são provenientes do sítio U1437 (Fig. 1), localizado na região de *rear arc*, uma porção sobre crosta continental, atrás do arco, que possui assinatura química mais semelhante a uma crosta continental do que outras porções do arco (Tamura *et al.*, 2013).

O furo foi feito a uma profundidade de 1.776 até 1.806,5 m.a.n.m. De acordo com Busby *et al.* (2017), todo o material amostrado representa uma sucessão vulcanoclástica que se acumulou ao longo de 14 Ma.

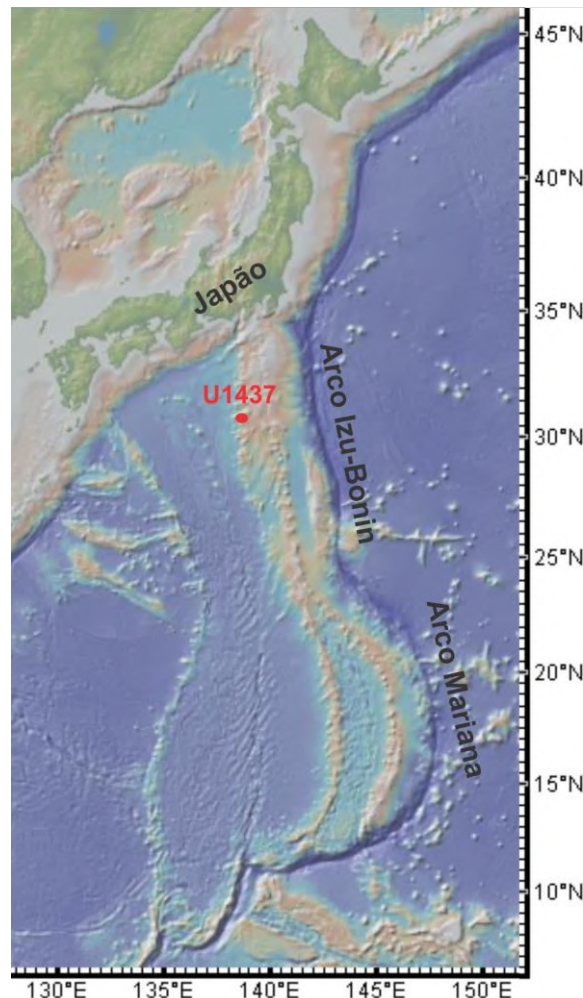


Figura 1. Imagem (obtida com o *software* GeoMapApp) indicando a localização do sítio U1437 (31°47.39' N, 139°01.58' E), sudeste do Japão, a cerca de 330 km a oeste da trincheira Izu-Bonin.

1.2 Períodos glaciais e interglaciais

Os períodos glaciais e interglaciais são ciclos registrados durante o Quaternário que representam a mudança na quantidade de radiação solar que a Terra recebe, o que acontece como consequência direta das variações da órbita do planeta.

Esses ciclos tiveram uma frequência de aproximadamente 100.000 anos e foram definidos através de razões de isótopos de oxigênio em foraminíferos bentônicos (Lisiecki e Raymo, 2005). Os períodos glaciais são reconhecidamente mais frios e secos, enquanto períodos interglaciais eram mais quentes e úmidos.

Através de foraminíferos presentes em sedimentos vulcanoclásticos coletados no sítio de perfuração U1437, foram identificados 15 períodos glaciais e 15 períodos interglaciais associados à 30 estágios isotópicos marinhos (MIS) (Kars *et al.*, 2017; Mleneck-Vautravers, 2018) que podem ser vistos na figura 2. Os estágios isotópicos marinhos funcionam como escalas de tempo medidas por variações nas proporções de $\delta^{18}\text{O}$ e $\delta^{16}\text{O}$ em sedimentos marinhos. Essas variações marcam mudanças de temperatura, uma vez que altos valores de $\delta^{18}\text{O}$ indicam períodos glaciais e baixos valores de $\delta^{18}\text{O}$ indicam períodos interglaciais.

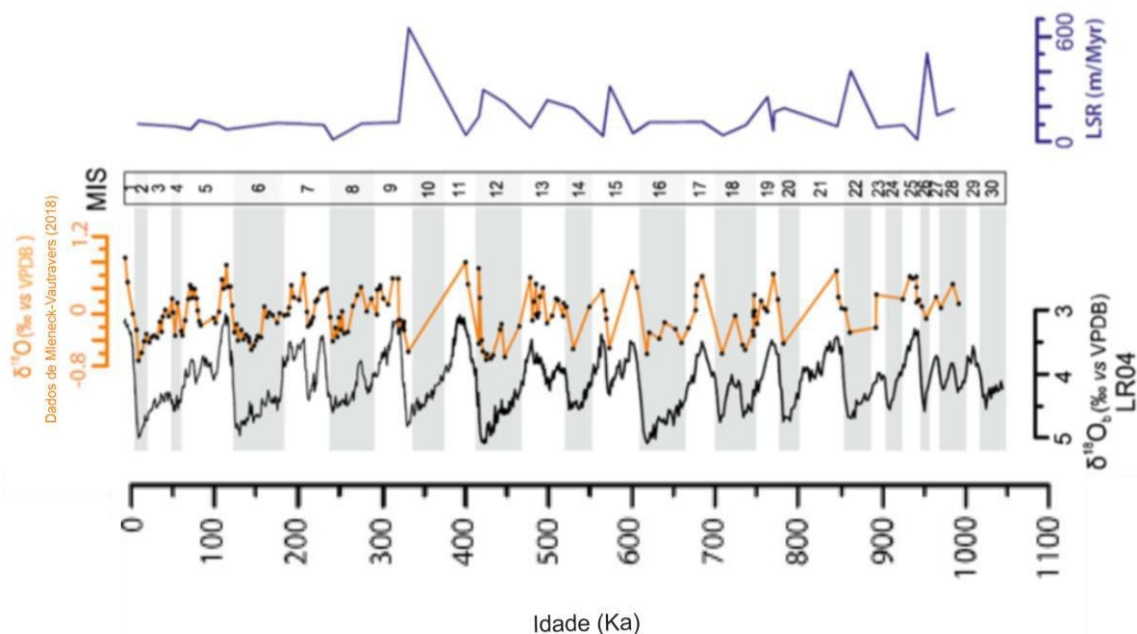


Figura 2. Modelo de idades do sítio U1437 feito com dados isotópicos de oxigênio $\delta^{18}\text{O}$ medidos em conchas de foraminíferos por Mleneck-Vautravers (2018). A curva laranja foi ajustada através da curva referência LR04 estabelecida por Lisiecki e Raymo (2005). A taxa de sedimentação linear (LSR) está expressa em m/Myr pela curva azul. Estágios glaciais estão representados em cinza, enquanto estágio interglaciais estão em branco. Os 30 estágios isotópicos marinhos (MIS) relacionados são mostrados e abrangem aproximadamente 1,05 Ma. VPDB: Vienna Pee Dee Belemnite, padrão internacional utilizado para isótopos de carbono. Modificado de Kars *et al.*, 2017.

1.3 Justificativa e objetivos

O arco Izu-Bonin-Mariana atrai muitos pesquisadores por ser uma região com vulcanismo ativo, com alternância de vulcões quaternários de composições riolíticas e basálticas, e pela subducção de alto ângulo da Placa do Pacífico sob a Placa das Filipinas. Os resultados da expedição 350 do IODP para a região de *rear arc* registraram uma alta taxa de sedimentação (aproximadamente 12-20 cm em mil anos) na unidade com sedimentos vulcanoclásticos com idade até 4,3 Ma (unidade I), uma das sete unidades descritas para as sucessões vulcanoclásticas amostradas (Tamura *et al.*, 2013). Essa taxa é maior do que a taxa previamente encontrada na região de *forearc* descrita por Taylor (1992) e permite que estudos paleoclimáticos de alta resolução sejam realizados.

Para entender melhor o vulcanismo submarino, pesquisadores da expedição realizaram análises de tamanho de partículas desses sedimentos e constataram que os clastos de origem vulcânica possuem tamanho $<100 \mu\text{m}$ (Gill *et al.*, 2018). Na classificação de Fisher (1966) de rochas vulcânicas piroclásticas, o tamanho cinza ($< 2 \text{ mm}$) corresponde ao tamanho areia muito grossa (2-1 mm) na escala de Wentworth (1922) e, por conta disso, muitos sedimentos finos de origem vulcânica eram contabilizados como siliciclásticos, “mascarando” assim o significado vulcânico deles e o quão fino podem ser os produtos de uma erupção submarina.

O principal objetivo deste trabalho é fornecer dados que possam: (i) identificar possível(is) área(s) fonte para os componentes externos ao arco Izu-Bonin-Mariana presentes nos sedimentos vulcanoclásticos a partir de comparação bibliográfica; (ii) verificar de que forma os argilominerais e o vidro vulcânico se distribuem em períodos glaciais e interglaciais documentados ao longo dos últimos 1 Ma, e também a participação de correntes marinhas na sedimentação durante esses períodos. Esses dados serão importantes para entender quaisquer relações entre a deposição de sedimentos na área e os ciclos paleoclimáticos pleistocênicos.

2 CONTEXTO GEOLÓGICO

2.1 Geologia Regional

O arco de ilhas intraoceânicas Izu-Bonin-Mariana marca um limite convergente de placas, *i.e.* a Placa do Pacífico sendo subductada sob a Placa das Filipinas. A evolução do arco começou há aproximadamente 52 Ma, no Eoceno (Stern *et al.*, 2003), quando uma crosta densa e velha se afunda no Oeste do Pacífico.

2.1.1 Evolução do arco Izu-Bonin-Mariana

No estágio inicial de subducção e de evolução do arco (~52-47 Ma), o magmatismo inicial produziu sucessivamente magmas toleíticos, boniníticos e riolíticos (baixo K). Isso indica que logo após o início da subducção, houve *melting* astenosférico induzido por fluidos liberados pela placa. Com o prosseguimento da subducção, o *melting* do manto hidratado sobrepôs a descompressão do manto, estabelecendo o primeiro arco denominado Kyushu-Palau, mostrado nas figuras 3A e 3B, que aparece entre o Eoceno e o Oligoceno, de acordo com Taylor (1992), juntamente com o magmatismo de pluma mantélica (Oki-Daito) e a abertura da bacia oeste do Mar da Filipinas.

Há ~25 Ma, começou o rifteamento do arco Kyushu-Palau, propiciando a abertura das bacias de *back arc* Shikoku e Parece-Vela (Figs. 3C e 3D), que isolaram os vulcões do *rear arc* de vulcões do *front* e acabou por gerar um arco remanescente de Kyushu-Palau. O espalhamento do assoalho oceânico das bacias Shikoku e Parece-Vela (~25-17 Ma), impulsionado pelo movimento da Placa das Filipinas e representado na figura 3E, foi acompanhado por um hiato de magmatismo no arco. Os registros sedimentares do *forearc* sugerem que o magmatismo do *front* foi retomado há ~17 Ma, mas já estava ligado a um arco do Neógeno que extinguiu o arco remanescente de Kyushu-Palau, hoje denominado Izu-Bonin-Mariana (IBM).

O segmento Mariana do arco IBM foi gerado em um novo episódio de rifteamento que começou há ~7 Ma e resultou na abertura de mais uma bacia de *back arc* por espalhamento de assoalho oceânico há ~4-3 Ma (Yamazaki e Stern, 1997). Já o rifteamento do segmento Izu começou há ~3 Ma atrás do *front* do arco.

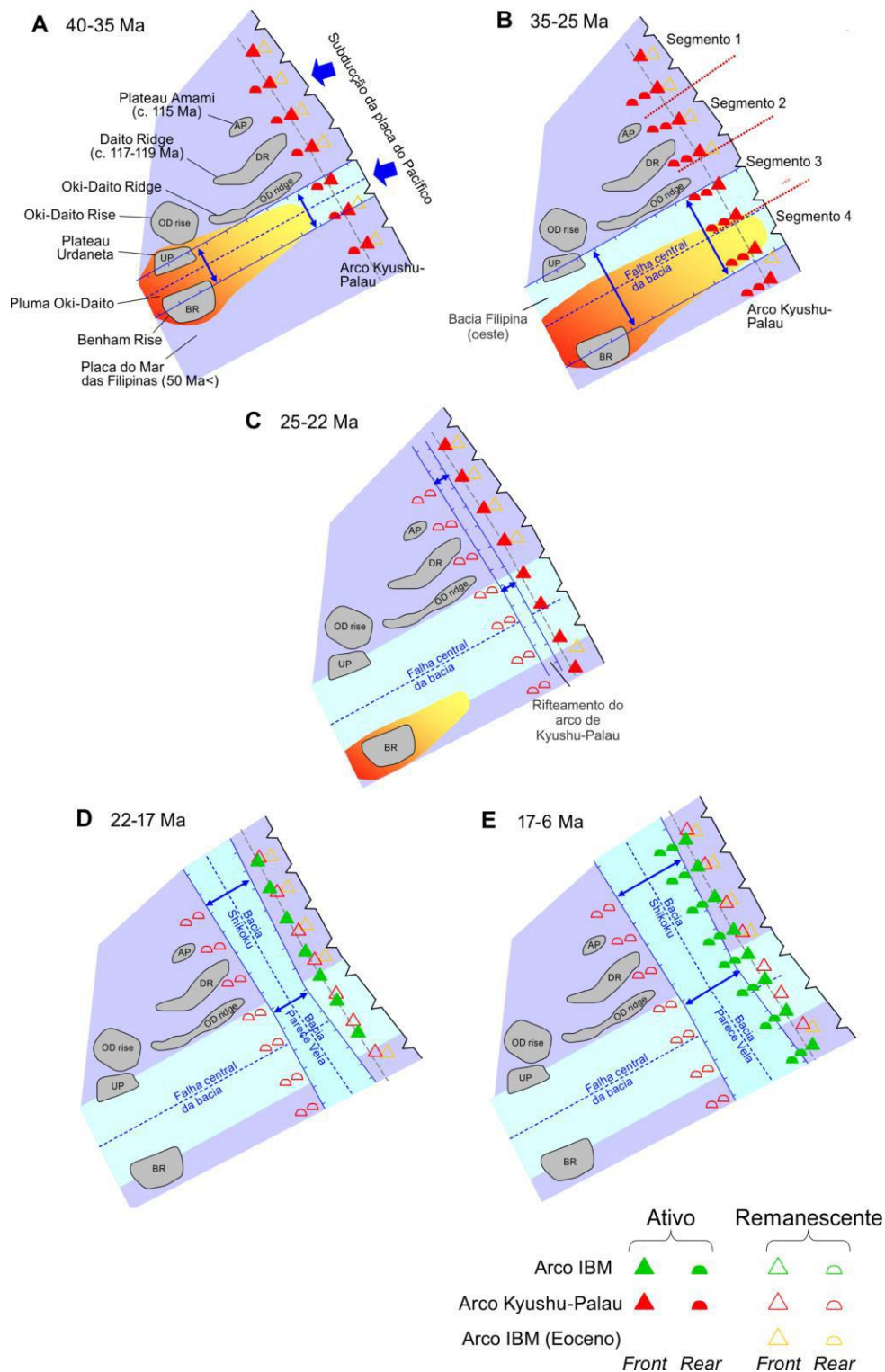


Figura 3. Modelo de evolução do arco Izu-Bonin-Mariana (*cf.* Ishizuka *et al.*, 2011). (A) Surgimento do arco Kyushu-Palau a partir da subducção da Placa do Pacífico, a qual também gerou a bacia do oeste das Filipinas e magmatismo de pluma mantélica (Oki-Daito) ao sul. (B) o magmatismo no arco Kyushu-Palau continua e a área da influência da pluma mantélica se estende no arco, enquanto a abertura da bacia do oeste da Filipinas continua em virtude do espalhamento de assoalho oceânico. (C) início do rifteamento do arco Kyushu-Palau e de abertura das bacias de *back arc* Shikoku e Parece Vela, as quais separam o *front* do *rear arc* de Kyushu-Palau, gerando um arco remanescente. (D) continuação da abertura das bacias Shikoku e Parece-Vela por espalhamento de assoalho oceânico. (E) Início da formação do arco Izu-Bonin-Mariana, cujo *front* vulcânico vai coincidir com o *front* do extinto Kyushu-Palau e seu *rear arc* será ativo na região traseira do arco. Modificado de Tamura *et al.* (2015a).

2.1.2 Rear arc do arco Izu-Bonin-Mariana

O *rear arc* é uma porção sobre crosta continental atrás do arco, com assinatura geoquímica e geofísica mais semelhante a uma crosta continental do que outras porções do arco, segundo Tamura *et al.* (2013). Ele está dividido em três zonas tectônicas: cadeias de montanhas vulcânicas submarinas, zonas extensionais, e o *rift* ativo (Fig. 4). Vale ressaltar que o segmento Mariana difere-se do Izu por não possuir as cadeias de montanhas vulcânicas submarinas.

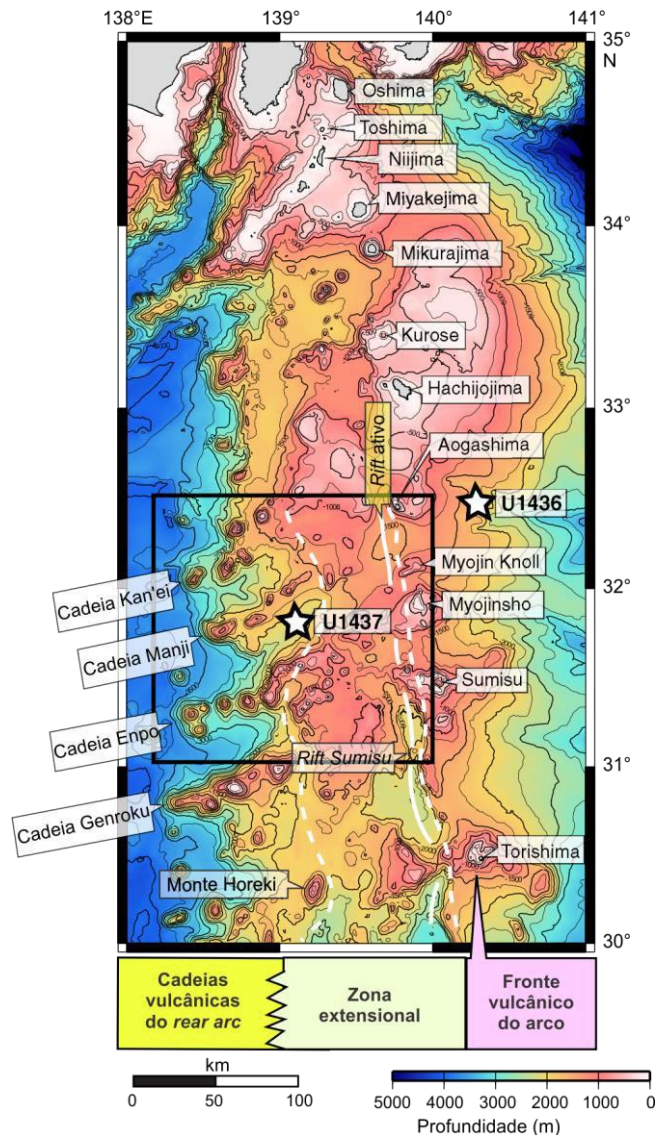


Figura 4. Domínios vulcano-tectônicos do arco de Izu. O sítio de perfuração U1437, destacado pelo quadrado e representado pela estrela branca, encontra-se sobre a porção conhecida como *rear arc*. Essa porção é dividida em três zonas tectônicas, de oeste para leste: as cadeias vulcânicas, com aproximadamente 100 km de comprimento e composições basálticas a riolíticas; a zona extensional com largura aproximada de 100 km, caracterizada por pequenos vulcões de composição bimodal e falhas normais N-S; e o *rift* ativo que corresponde a uma zona extensional mais estreita, também composta por vulcões bimodais, que possui bacias de *rift* de orientação N-S. O *fronto* vulcânico é bem definido pelos vulcões cujos nomes estão representados no mapa, e a oeste do *rear arc* as principais cadeias vulcânicas também encontram-se representadas pelos seus nomes. Modificado de Tamura *et al.* (2015a).

Rochas vulcânicas do *rear arc* encontram-se bem preservadas e podem ser divididas em três grupos: basaltos e riolitos com idade entre 17-3 Ma que constituem as cadeias de montanhas submarinas; rochas de composição bimodal com idade <3 Ma das zonas extensivas geradas pelo magmatismo associado ao *rift* ativo na área; rochas ainda mais novas, com idade <1,5 Ma, de composição bimodal e também associadas ao *rift*, porém encontram-se atrás do *front* vulcânico.

Diante disso, é possível colocar essas rochas em duas suítes magmáticas: magmas bimodais de *rift* com idade <3 Ma, e basaltos e riolitos de idade ~17-3 Ma dos montes submarinos.

2.2 Litoestratigrafia do sítio U1437

As litologias do sítio U1437 estão divididas em oito unidades litoestratigráficas (I, II, III, IV, V, VI e VII, incluindo uma unidade ígnea I) que podem ser vistas na figura 5. As litologias foram divididas com base na proporção de intervalos vulcanoclásticos em relação a lama/lamitos tufáceos (Tamura *et al.*, 2015b).

Os primeiros 1300 m do sítio incluem três unidades que são dominadas por lama/lamitos tufáceos com intervalos vulcanoclásticos intercalados (unidades I, III e V) e duas unidades nas quais os intervalos vulcanoclásticos dominam sobre os lamitos tufáceos (unidades II e IV). As camadas vulcanoclásticas tornam-se mais dominantes e os clastos tornam-se mais grossos nos 500 m subsequentes (unidades VI e VII). A unidade VI é intrudida por uma intrusão pouco espessa de riolito-dacito de 1,2 m de espessura denotada como unidade ígnea 1.

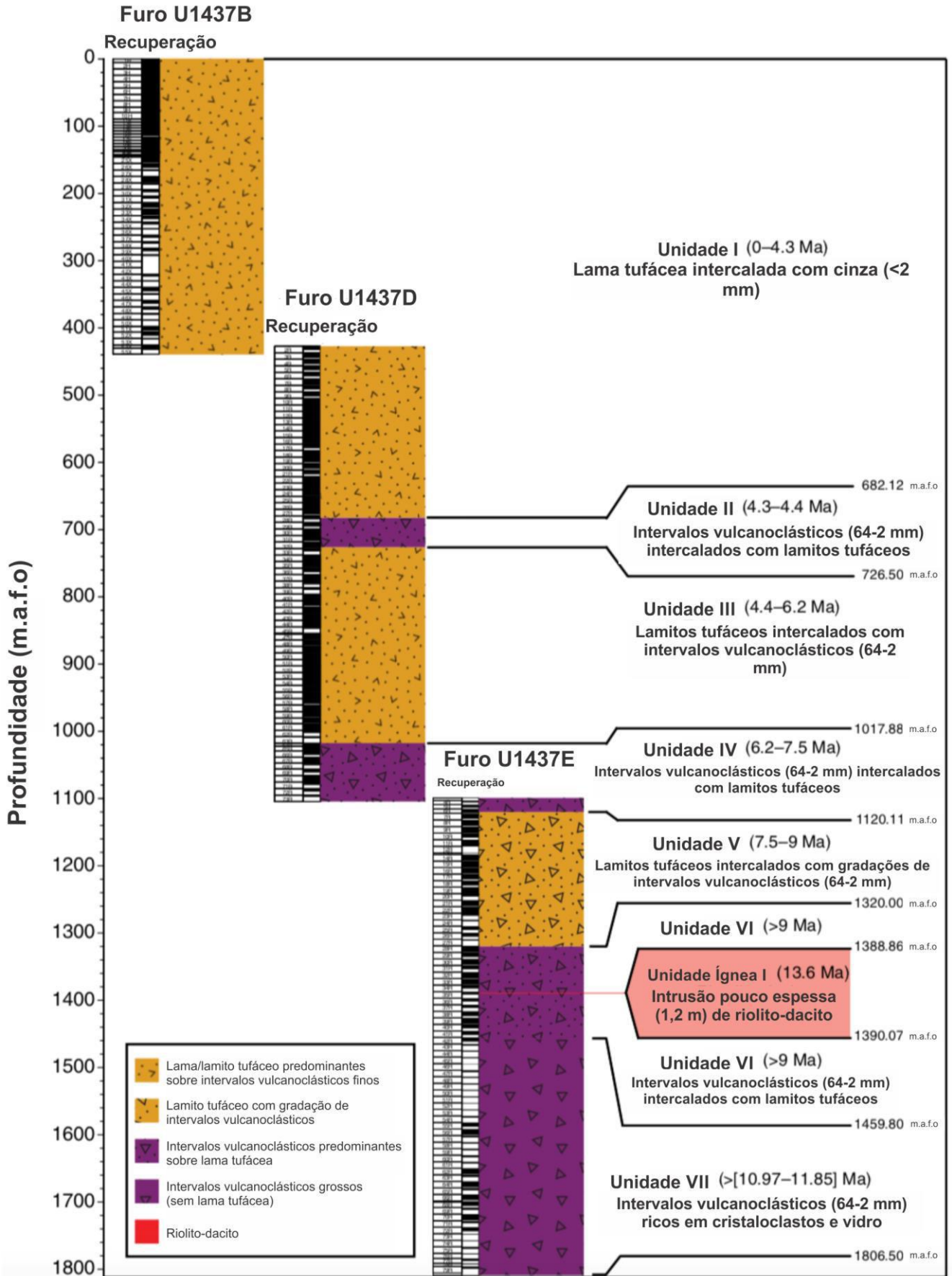


Figura 5. Unidades litoestratigráficas do sítio U1437 e suas principais profundidades e idades. Modificado de Tamura *et al.* (2015b).

2.2.1 Unidade litoestratigráfica I

A unidade litoestratigráfica I, da qual vieram as amostras utilizadas neste trabalho, vai de 0 a 682,12 m.a.f.o e abrange idades entre 0 a ~4.3 Ma. Ela é composta por lama/lamitos tufáceos intercalados com intervalos de cinza, tufo, *lapilli*-cinza e *lapilli*-tufo de acordo com Tamura *et al.*, (2015b). É possível encontrar bioturbações e até mesmo pirita nessas litofácies. A pirita pode ser relacionada com atividade biogênica ou com processos autigênicos, a depender da profundidade em que as amostras se encontram.

Dentro da unidade, a litofácies mais comum é a lama tufácea que constitui cerca de 88% da mesma. Ela cobre uma espessura média de 381,9 m e contém argila, com mais de 25% de *shards* vulcânicos tamanho cinza (comumente incolores e vesiculares), cristaloclastos e carbonatos.

Macroscopicamente, o lamito tufáceo e a lama tufácea apresentam colorações que vão de cinza claro a cinza escuro/marrom, podendo aparecer ou não com tons esverdeados que estão ligados à presença de glauconita. A principal diferença entre lama tufácea e lamitos tufáceos é o grau de consolidação que pode ser observado entre eles.

O intervalo vulcanoclástico félsicos da unidade I é composto por material muito fino (tamanho silte a areia muito fina), de coloração branca a cinza escuro, que pode apresentar ou não graduação normal. As bases desses intervalos são caracterizados por serem ricos em cristaloclastos e por terem partes superiores difusas que podem gradar para lama tufácea (Fig. 6).



Figura 6. Intervalo vulcanoclástico félsico que mostra cinza evoluídas (félsicas) gradando em direção ao topo para lama tufácea. É possível observar características como a base rica em cristaloclastos, alteração de glauconita (tons esverdeados) e bioturbação. Modificado de Tamura *et al.* (2015b).

Já os intervalos vulcanoclástico máficos são menos comuns. Eles possuem coloração escura que pode representar o contraste entre vidro marrom e camadas lamosas que se intercalam entre si. Suas bases também apresentam graduação normal de areia grossa a fina e são ricas em cristais, os quais podem ser de piroxênio ou plagioclásio.

Os intervalos vulcanoclásticos bimodais possuem mais de 25% de vidro incolor predominante. Estes intervalos são de tamanho areia média a grossa, não possuem graduação graduados e apresentam proporções consideráveis de feldspato.

Por fim, os intervalos com sedimentos mais grossos da unidade I contém *lapilli* de *scoria* ou púmice evoluída (mais félsica). A espessura total de cinzas de *lapilli*, *lapilli-tufo* e *lapilito* na unidade I é de apenas 8 cm e as camadas têm uma espessura média de 6 cm. A maior parte da *lapilli* é púmice ou *scoria* associada a clastos líticos subordinados.

3 METODOLOGIA

Neste capítulo será feita uma breve descrição dos métodos e técnicas utilizados na expedição 350 do IODP para coleta de amostras e classificação de rochas vulcanoclásticas. Esta descrição é necessária como *background* para entendimento do material utilizado neste trabalho. Posteriormente são descritas as metodologias utilizadas especificamente nesta monografia.

3.1 Metodologias utilizadas na expedição 350 do IODP

A expedição 350 do IODP, que contou com a participação de vários cientistas, foi feita no navio de pesquisa *JOIDES Resolution* (JR), que é capaz de adquirir dados sísmicos, e perfurar e coletar amostras do fundo oceânico para diversos tipos de estudos.

Três furos foram realizados no sítio U1437: U1437B, U1437D e U1437E. Aqueles posteriores ao furo U1437B foram feitos para melhorar a recuperação de testemunhos quando o antecedente apresentava problemas, assim eles estão localizados a algumas dezenas de metros de distância uns dos outros (Busby *et al.*, 2017; Tamura *et al.*, 2015b). Diferentes técnicas foram utilizadas em cada furo: amostras mais próximas do topo e menos consolidadas do furo U1437B foram perfuradas com o *Advanced Piston Coring* (APC), o *Half-Length Advanced Piston Corer* (HLAPC) e o *Extended Core Barrel* (XCB), sendo todos ferramentas utilizadas para recuperar testemunhos com alta qualidade; já os furos U1437D e U1437E, mais profundos e com material mais consolidado foram perfurados com o *Rotary Core Barrel* (RCB), que é uma ferramenta utilizada quando se trata de materiais mais resistentes (i.e., litificados).

As taxas de recuperação de testemunhos foram de 55% para o furo U1437B, 74% para o furo U1437D e 55% para o furo U1437E. Enquanto o furo U1437B apresenta uma estratigrafia bem preservada e com boa continuidade, os furos U1437D e U1437E apresentam mais perturbações visíveis. Por conta disso, perfilagens geofísicas também são realizadas para garantir que se tenham mais informações sobre os furos ao longo de toda sua seção, obtendo dados como radioatividade natural, densidade, porosidade, resistividade elétrica, temperatura, pressão, velocidade acústica, etc., antes que eles fossem revestidos.

3.1.1 Classificação das unidades litoestratigráficas

Foram descritas sete unidades litoestratigráficas no sítio U1437 a partir de um novo esquema de classificação de rochas e sedimentos sugerido por Tamura *et al.* (2015c; Fig. 7), o qual buscou uma avaliação mais quantitativa do material vulcânico e “não vulcânico”, sem considerar suas características genéticas. Nem o conceito de material vulcanoclástico de Fisher (1961), ou seja, “*material de origem vulcânica misturado em qualquer proporção com fragmentos não vulcanogênicos, dispersos por qualquer agente transportador e depositados em qualquer tipo de ambiente*”, nem a classificação introduzida por Fisher (1966) foram utilizadas no esquema. Vale salientar que até hoje, não há uma classificação consolidada para rochas vulcanoclásticas sin-eruptivas ressedimentadas ou não, de acordo com McPhie *et al.* (1993).

Na nova classificação, o nome principal é obrigatório (divisão de primeira ordem) e os prefixos e sufixos são opcionais, estes dados de acordo com a abundância relativa de grãos e clastos vulcânicos presentes e sua granulometria.

Classes litológicas

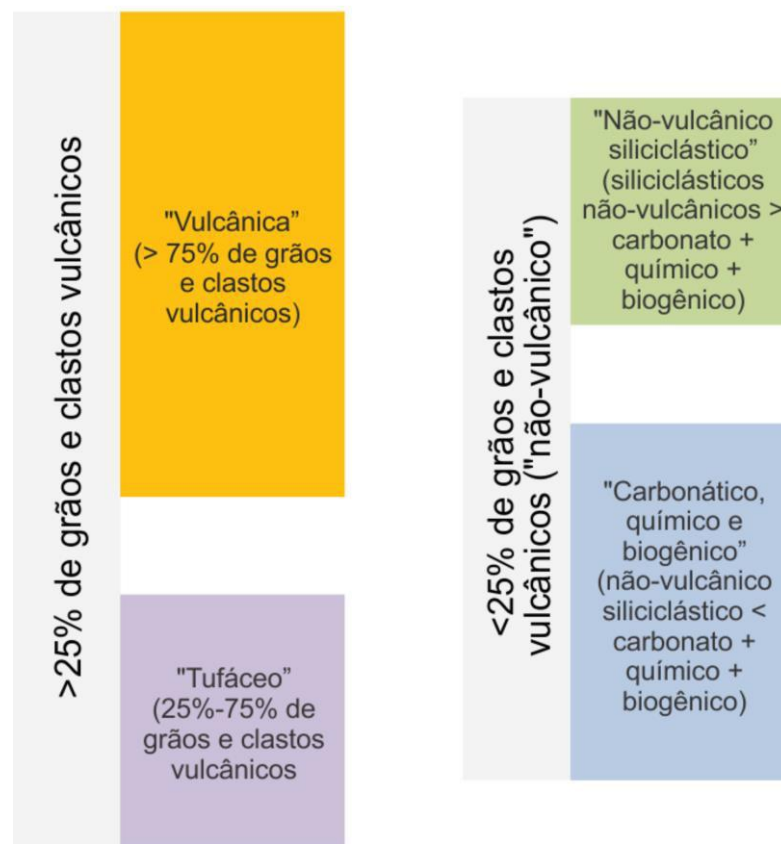


Figura 7. Esquema de classificação proposto e utilizado durante a expedição 350 para sedimentos e rochas, vulcânicas ou não vulcânicas, de acordo com a abundância relativa de grãos e clastos vulcânicos presentes. Para mais detalhes com relação a prefixos e sufixos, ver Tamura *et al.* (2015c).

Após a divisão de primeira ordem, grãos e clastos vulcânicos eram nomeados a partir da classificação granulométrica de rochas piroclásticas de Fisher (1966) (Fig. 8). Quando grãos e clastos “não vulcânicos” eram predominantes, utilizou-se a classificação granulométrica de Wentworth (1922).

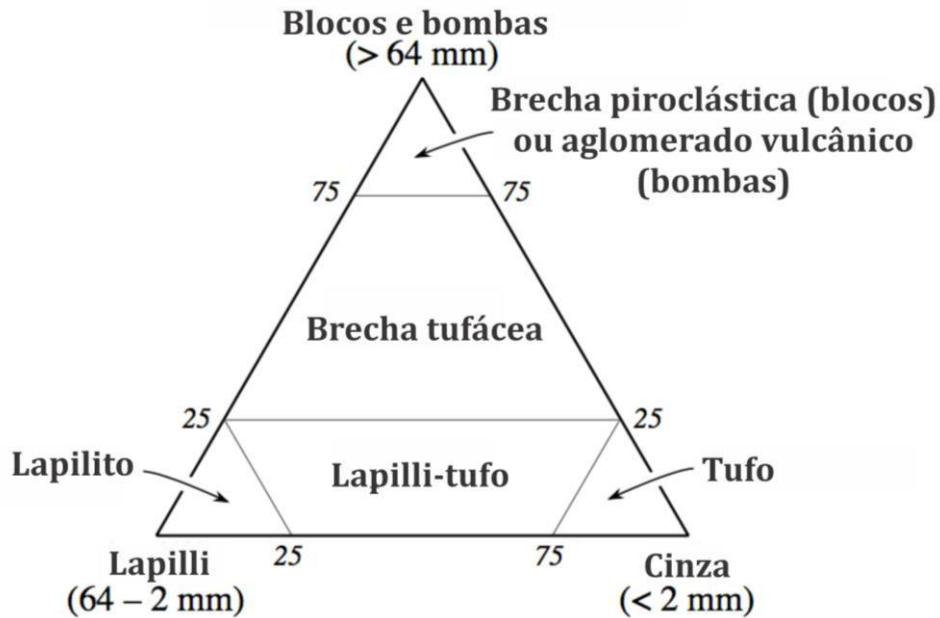


Figura 8. Diagrama de classificação de rochas vulcânicas piroclásticas com base nas proporções de blocos/bombas, lapilli e cinza. Modificado de Fisher (1966).

3.2 Metodologias utilizadas nesta monografia

Para este trabalho, foram utilizadas 16 amostras provenientes da unidade litoestratigráfica I (Fig. 9; *cf.* Tamura *et al.*, 2015b). Todas as amostras têm idade < 1 Ma, conforme dados prévios de magnetoestratigrafia, bioestratigrafia de nanofósseis calcários e estratigrafia por isótopos estáveis de oxigênio (Tamura *et al.*, 2015b). As amostras foram preparadas para análises posteriores nas instalações do Departamento de Geologia da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ) e do Centro de Tecnologia Mineral (CETEM).

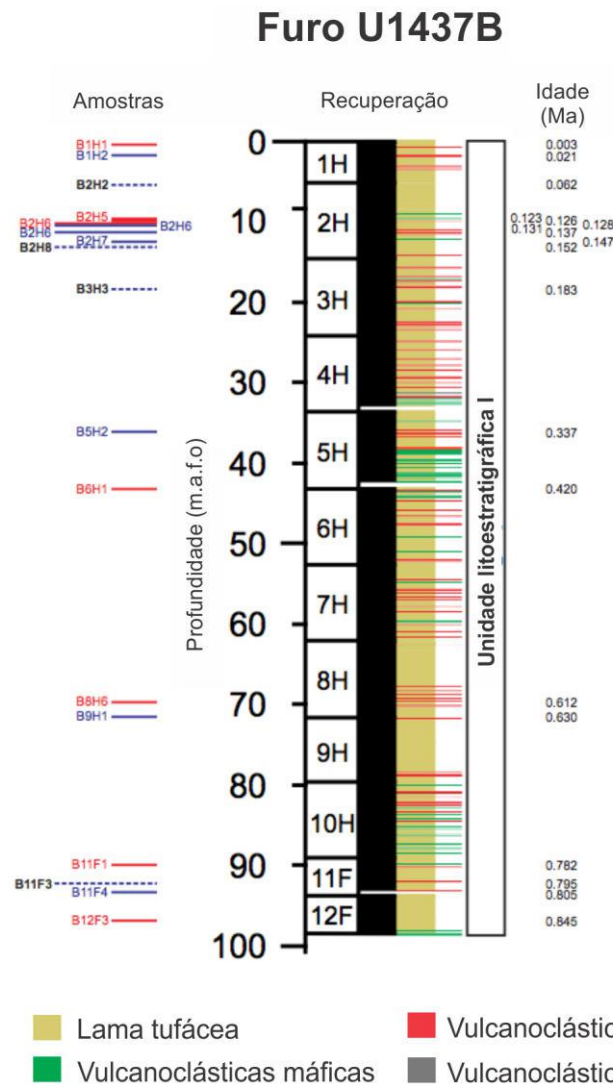


Figura 9. Esquema do furo U1437B mostrando a localização das amostras coletadas da unidade litoestratigráfica I. São mostradas ainda as profundidades em metros abaixo fundo oceânico (m.a.f.o), recuperação do material, bem como suas idades e descrições litológicas. Amostras sinalizadas nas cores vermelho e azul são correspondentes a períodos interglaciais e glaciais, respectivamente. Modificado de Tamura *et al.*, (2015b).

3.2.1 Etapas de laboratório

3.2.1.1 Preparação das amostras

As amostras utilizadas neste trabalho vieram de duas formas: previamente lixiviadas com HCl (Fig. 10A), ou puras, sem passar por nenhum tipo de tratamento (Fig. 10B).

As amostras foram inicialmente desagregadas, pulverizadas e homogeneizadas com o auxílio de gral e pistilo de ágata (Fig. 11A) ou com o moinho planetário Pulverisette 6 (Fig. 11B), em amostras mais litificadas e difíceis de desagregar. Esse procedimento foi realizado até que todas elas estivessem em uma fração mais fina (<106 µm).



Figura 10. Amostras coletadas pela expedição 350 do IODP utilizadas para análises. (A) amostras da unidade I, com idade <1 Ma, previamente lixiviadas com HCl. (B) amostras puras da unidade I, com idade acima de 1 Ma, e de outras unidades.

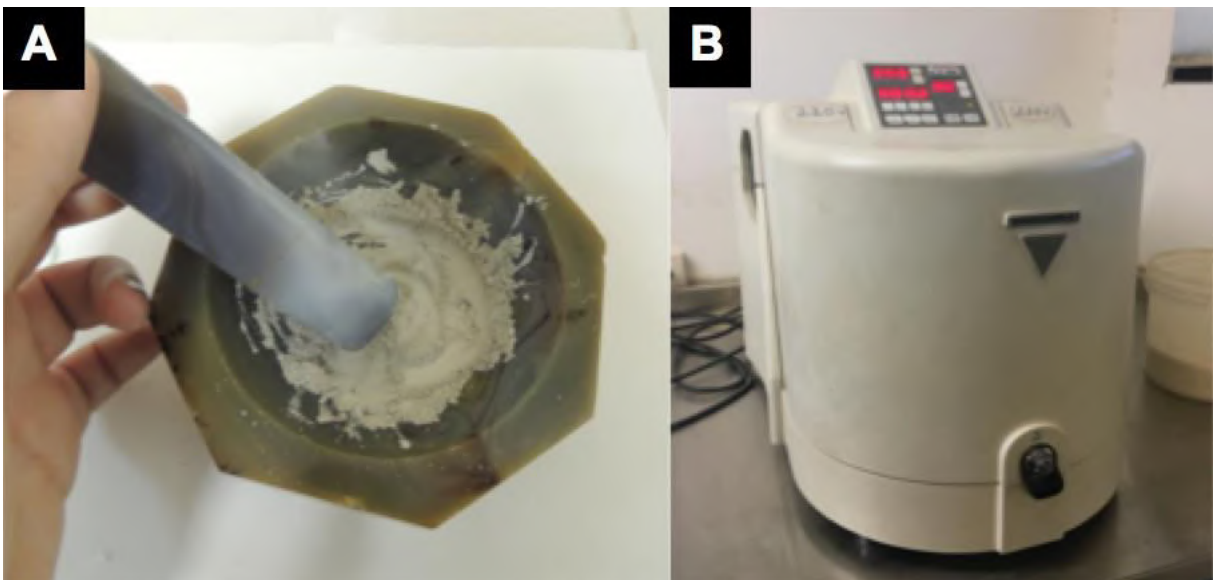


Figura 11. Preparação inicial das amostras para a subsequente retirada de carbonatos. (A) utilização de gral e pistilo de ágata. (B) moinho planetário Pulverisette 6 utilizado para desagregar amostras mais compactas.

Em amostras puras foi realizada a retirada de carbonatos, majoritariamente provenientes de microfósseis calcários, que são considerados contaminantes para análises posteriores (ver a seguir). Inicialmente foi utilizada uma balança com função tara (Fig. 12A) e separados 5g de cada amostra (Fig. 12B) para colocá-las em tubos de ensaio apropriados para centrifugação.

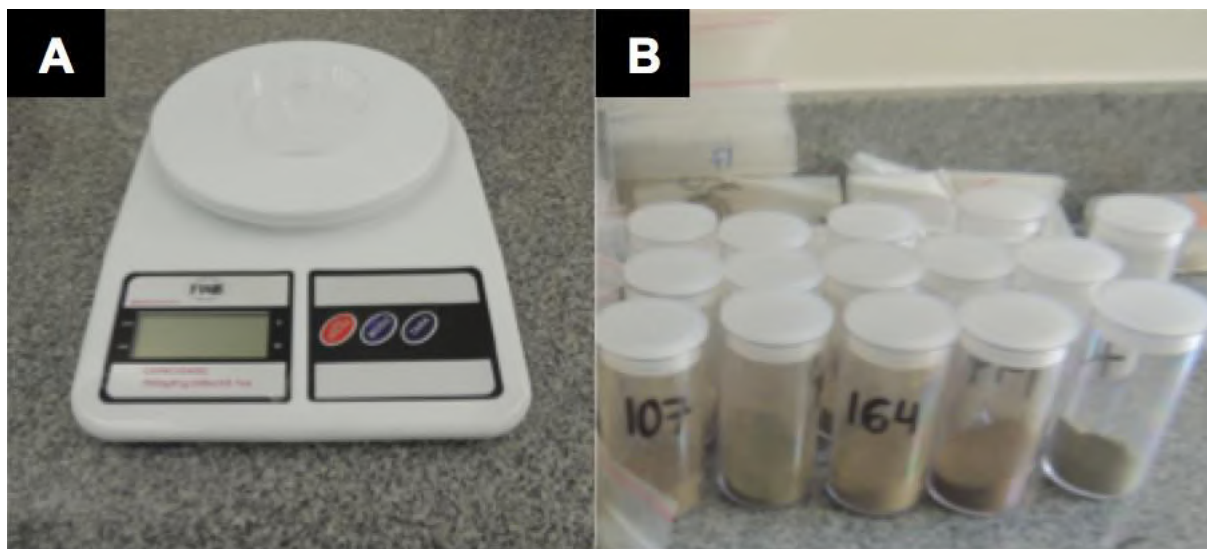


Figura 12. Pesagem das amostras. (A) balança com função tara utilizada para a pesagem. (B) amostras já em frações mais finas separadas para a dissolução de carbonatos.

Foi adicionado ácido acético (CH_3COOH) 0,5 mol/L (Fig. 13) nos tubos de ensaio contendo as amostras. Esta concentração é mais forte do que a de 0,3 mol/L utilizada no trabalho clássico de Ostrom (1961) para a dissolução de carbonatos, segundo recomendações de Silva (2015). As reações foram realizadas em uma capela, com duração de 10 a 15 minutos, e durante o processo as amostras foram homogeneizadas com um bastão de vidro.



Figura 13. Capela onde foi realizado o procedimento para a dissolução de carbonatos com ácido acético 0,5 mol/L. As amostras encontram-se em tubos de ensaio apropriados para a subsequente centrifugação.

Assim que a reação era concluída, as amostras eram levadas para um agitador vortex de tubos AP 56 Phoenix (Fig. 14A) para que fossem homogêneas antes da retirada do ácido acético. Para remover esse ácido, as amostras foram submetidas à centrifugação durante 15 minutos, a 5500 rpm, em uma centrífuga CT-6000 Cientec (Fig. 14B) para decantar as partículas. Ao fim do processo, o excesso de solução de ácido acético era descartado e os tubos preenchidos com água deionizada e levados novamente para o agitador. Todo o procedimento foi repetido três vezes para que qualquer resíduo de ácido fosse removido das amostras.

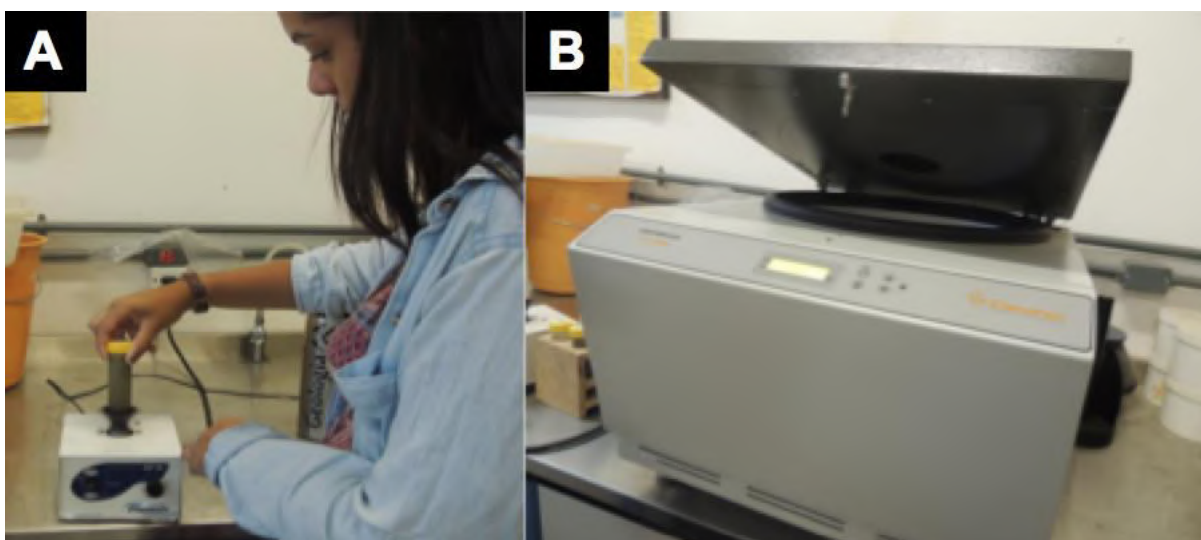


Figura 14. Procedimentos para remoção do ácido através da centrifugação. (A) agitador vortex de tubos AP 56 Phoenix sendo utilizado para homogeneização da solução. (B) centrífuga CT-6000 Cientec utilizada para decantar as amostras e separá-las da solução de ácido acético após a dissolução de carbonatos.

Depois de todos esses processos, era preciso separar as partículas de tamanho argila ($<2 \mu\text{m}$) das outras com o intuito de concentrar os argilominerais presentes nas amostras. A separação de partículas foi feita por decantação em água deionizada (Fig. 15), baseada na lei de Stokes, adotando o tempo de 4 horas para a retirada de 5 cm do material (equivalente a 50 mL) com o auxílio de uma pipeta.

O material retirado ($<2 \mu\text{m}$) no processo é reservado para análises orientadas por difratometria de raios x (DRX), já o material restante é levado para secagem em uma estufa a 40°C , e quando seco será analisado pelo método do pó, que também é feito por DRX.



Figura 15. Processo de decantação das amostras em água deionizada em béqueres de 500 mL. Após 4 horas do início do processo, as partículas de tamanho argila ($<2 \mu\text{m}$) encontram-se em suspensão e serão retirados 5 cm (50 mL) para análises posteriores.

3.2.1.2 Difratometria de Raios X (DRX)

Foram realizadas análises por difratometria de raios X (DRX) através do equipamento Bruker-AXS D8 Advance Eco (Fig. 16), com radiação $\text{CuK}\alpha$ (40 kV/25 mA) de 2 a $40^\circ 2\theta$ com passo de $0,02^\circ 2\theta$, tempo de contagem de 96 segundos por passo com detector linear sensível à posição do tipo *silicon drift* de última geração (com discriminação de energia) LynxEye XE, e em geometria θ - θ do goniômetro. As condições descritas são utilizadas como padrão para análises de argilominerais no Centro de Tecnologia Mineral (CETEM).



Figura 16. Equipamento Bruker-AXS D8 Advance Eco. Todas as análises feitas por difratometria de raios X (DRX) foram realizadas nele, com as condições padrão.

3.2.1.2.1 Método do pó

Para o método do pó, foram utilizadas 12 amostras de um total de 16. As análises foram feitas sem separação granulométrica após a secagem na estufa, pulverizamos e homogeneizamos novamente as amostras tratadas com ácido acético utilizando o gral de ágata e o pistilo e as colocamos com uma espátula em porta amostras adequados para o equipamento (Fig. 17A). Por último, realizamos uma leve compactação com o auxílio de uma placa de vidro e um pedaço de papel (Fig. 17B) para obter uma superfície plana que favoreça as análises (Fig. 17C).

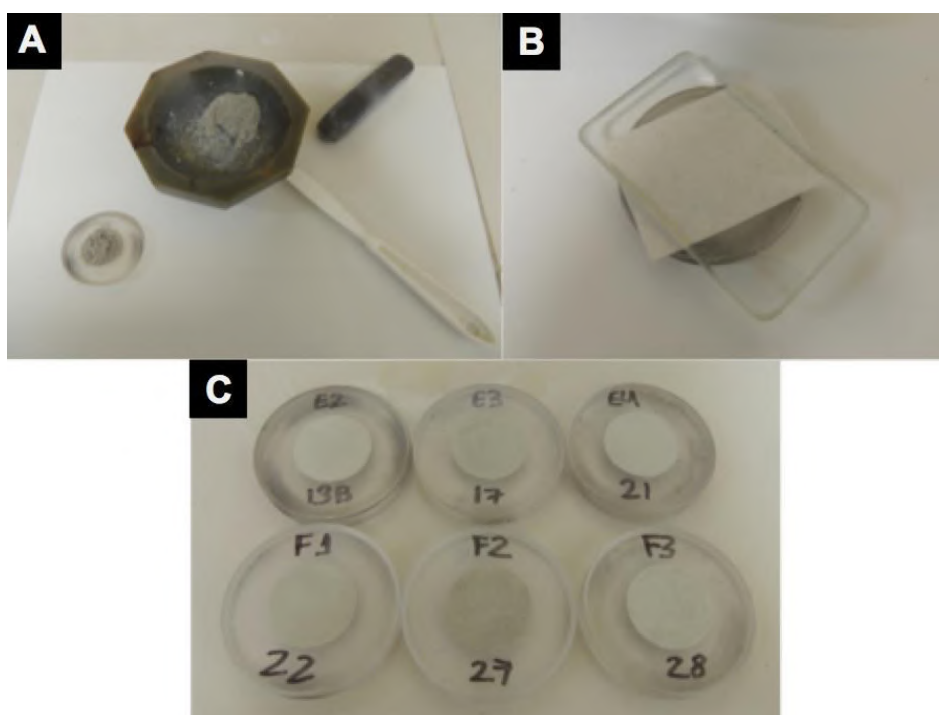


Figura 17. Preparação das amostras para análise de pó por DRX. (A) amostra colocada em porta amostra de acrílico com o auxílio de uma espátula. (B) leve compactação da amostra utilizando uma placa de vidro e um pedaço de papel. (C) amostras com suas superfícies devidamente planas no porta amostra, prontas para serem levadas ao equipamento.

3.2.1.2.2 Análises orientadas

Para as análises orientadas, 15 amostras foram utilizadas de um total de 16. Com o material retirado por decantação (partículas $<2 \mu\text{m}$), são montadas lâminas orientadas que privilegiam o plano basal dos argilominerais, fazendo com que os difratogramas produzidos tenham seus picos com posições e intensidades mais precisas para a identificação desses minerais.

As análises orientadas foram realizadas de três formas diferentes: naturais, glicoladas e calcinadas. Tais formas são ferramentas importantes para a identificação dos argilominerais, pois cada um deles possuem picos próprios que podem ser visualizados mais facilmente

através da interpretação conjunta dos difratogramas obtidos por cada uma dessas modalidades.

Pela forma natural, as amostras colocadas nas finas lâminas de vidro (Fig. 18A) com o auxílio de um conta-gotas secam em temperatura ambiente e são analisadas logo em seguida. Para a forma glicolada, as amostras são saturadas com etileno-glicol e colocadas em um dessecador à vácuo (Fig. 18B) por 24h. O etileno-glicol é utilizado para aumentar as distâncias intraplanares de argilominerais expansíveis. Por fim, para a forma calcinada, as amostras são submetidas à temperatura de 550 °C para desidratação em um forno especial.

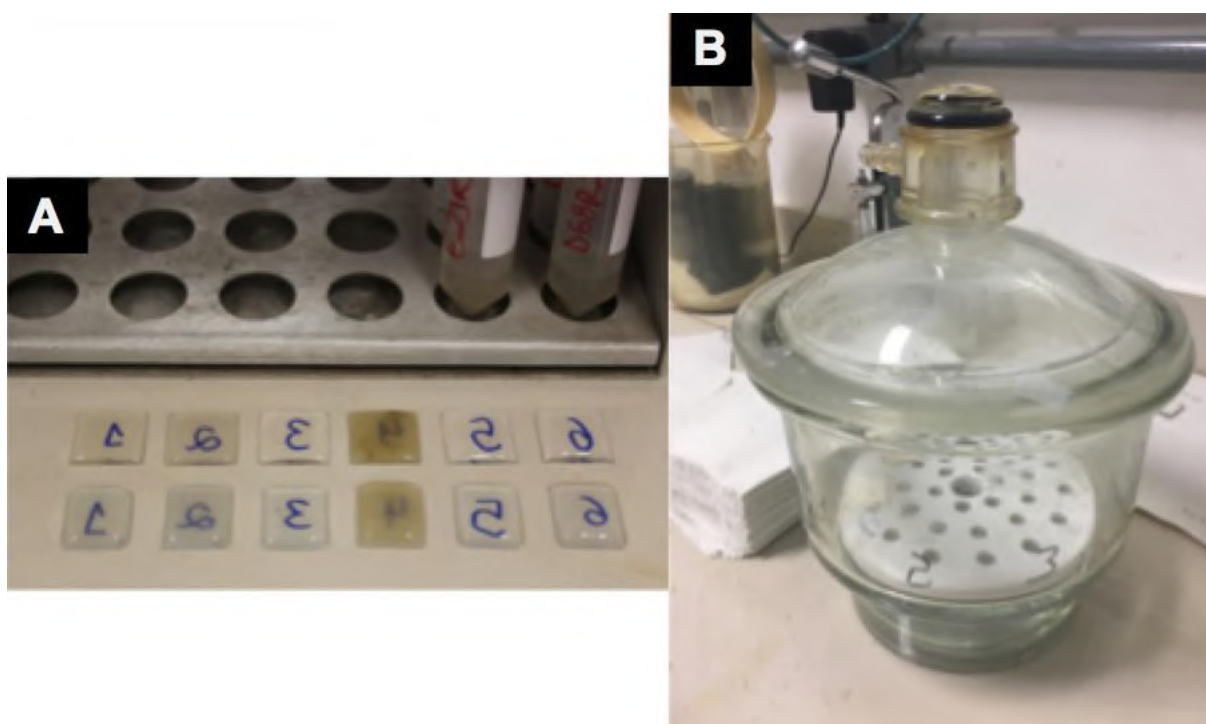


Figura 18. Preparação das amostras para análises orientadas. (A) amostras colocadas em finas lâminas de vidro secando em temperatura ambiente para serem analisadas pela forma natural. (B) amostra saturada em etileno-glicol secando em um dessecador à vácuo por 12 horas para ser analisada pela forma glicolada.

3.2.2 Etapas de escritório

As etapas de escritório consistiram em interpretar qualitativamente e quantitativamente os difratogramas, identificando as fases minerais presentes nas amostras através do *software* DIFFRAC.SUITE EVA e quantificando-as com base no refinamento de Rietveld (1969). Também foi possível identificar fases amorfas e quantificá-las.

Vale destacar que, antes das interpretações serem realizadas, os difratogramas foram corrigidos por uma ferramenta de *offset* disponível no *software* DIFFRAC.SUITE EVA, utilizando os picos de 4,26Å e 3,34Å do quartzo. Isso foi feito para compensar qualquer deslocamento na posição dos picos que possa ter ocorrido por conta da altura das amostras.

3.2.2.1 Refinamento de Rietveld

O refinamento de Rietveld (1969) é uma técnica conhecida para quantificação de fases minerais em análises feitas por DRX (método do pó), sendo utilizada neste trabalho para quantificar 12 amostras. Esse método utiliza uma série de formulações matemáticas de mínimos quadrados para refinar de forma teórica os picos de difração até que eles fiquem parecidos com os picos obtidos pelas análises do pó. É importante que o material esteja na forma de cristalitos bem pequenos para que os resultados sejam mais confiáveis. A quantificação foi realizada através do *software* DIFFRAC.SUITE TOPAS.

Os resultados obtidos pela quantificação de Rietveld foram validados a partir de comparações com análises litogeoquímicas. Neste caso, foram utilizadas análises ICP-AES em rocha total da Expedição 350 do IODP (Tamura *et al.*, 2015c). As porcentagens dos óxidos presentes foram distribuídos para cada mineral nas seguintes proporções em peso molecular:

- (a) quartzo: 100% SiO₂;
- (b) montmorillonita: 43,77% SiO₂ + 18,57% Al₂O₃ + 1,02% CaO + 1,13% Na₂O (36,09% restante de H₂O na estrutura);
- (c) illita: 54,01% SiO₂ + 17,02% Al₂O₃ + 3,11% MgO + 7,26% K₂O (12,03% H₂O e 1,85% FeO restantes na estrutura);
- (d) chamosita: 27,14% SiO₂ + 15,35% Al₂O₃ + 38,46% Fe₂O₃ + 9,10% MgO (8,14% restante de H₂O na estrutura);
- (e) caulinita: 46,55% SiO₂ + 39,50% Al₂O₃ (13,95% restante de H₂O na estrutura);
- (f) anortita: 44,40% SiO₂ + 35,84% Al₂O₃ + 19,20% CaO + 0,56% Na₂O;
- (g) augita: 48,30% SiO₂ + 3,38% TiO₂ + 8,63% Al₂O₃ + 6,08% Fe₂O₃ + 15,35% MgO + 21,35% CaO + 1,31% Na₂O;
- (h) bytownita: 48,07% SiO₂ + 33,37% Al₂O₃ + 16,31% CaO + 2,25% Na₂O;
- (i) cristobalita: 100% SiO₂;
- (j) muscovita: 41,25% SiO₂ + 38,36% Al₂O₃ + 11,81% K₂O (4,07% H₂O e 0,95% F restantes na estrutura);
- (k) hornblenda: 51,22% SiO₂ + 10,86% Al₂O₃ + 2,43 Fe₂O₃ + 19,63% MgO + 13,66% CaO (2,19% restante de H₂O na estrutura);

Depois que os cálculos foram realizados, a soma total de cada óxido obtida pela análise litogeoquímicas foi comparada com a soma total obtida através do refinamento.

3.2.2.2 Quantificação de vidro vulcânico

A quantificação de vidro vulcânico presente em 15 amostras de um total de 16 foi feita também através do refinamento de Rietveld (1969). Materiais amorfos não apresentam reflexões visíveis nos difratogramas, entretanto eles produzem um notável aumento de *background* nos mesmos (Madsen *et al.*, 2011). Portanto, sabendo a mineralogia das amostras e utilizando um material cristalino padrão para o refinamento dos picos, é possível quantificar a fase amorfa. As amostras de sedimentos vulcanoclásticos da unidade I previamente pulverizadas foram acrescidas de aproximadamente 20% da sua massa em fluoreto de cálcio (CaF_2), que funciona como um padrão cristalino interno para o cálculo de teor da fase amorfa (Walenta e Füllman, 2004; Madsen *et al.*, 2011). Posteriormente, foram analisadas através de DRX e os difratogramas obtidos foram encaminhados para a quantificação.

3.2.2.3 Método de Biscaye

O método de Biscaye (1965) é empregado para analisar de forma semiquantitativa argilominerais como esmectita, illita, caulinita e clorita, identificados em difratogramas obtidos através de análises pela forma glicolada. Utiliza-se a área basal dos picos e fatores de ponderação, calculados estatisticamente para tornar as comparações entre as áreas mais plausíveis. Os fatores de ponderação e os picos são: (1x) 17Å que corresponde ao pico da esmectita (montmorillonita), (4x) 10Å que corresponde ao pico da illita e (2x) 7Å que corresponde ao pico compartilhado por clorita e caulinita. Estes últimos podem ser posteriormente diferenciados por uma média ponderada das áreas basais em $3,56\text{Å}$ para a caulinita e $3,54\text{Å}$ para a clorita.

Segundo Biscaye (1965), a melhor forma de estimar a abundância dos argilominerais é expressá-la em relação à composição total, i.e. recalculando a composição da amostra para 100% utilizando apenas os argilominerais citados anteriormente, pois é razoável pensar que a fração $<2\ \mu\text{m}$ seja composta apenas por eles. O método foi aplicado para obter estimativas semiquantitativas das 15 amostras analisadas pela forma orientada glicolada.

4 RESULTADOS

Este capítulo destina-se a expor os resultados obtidos através da interpretação dos dados de difratometria de raios X (DRX) e de quantificação pelo refinamento de Rietveld.

4.1 Método do pó

A interpretação dos difratogramas pelo método do pó mostra uma mineralogia principal composta por: quartzo, plagioclásio, clorita, ilita/muscovita, \pm augita e \pm hornblenda.

Em geral, os resultados obtidos em 12 amostras analisadas são bem parecidos, independentemente dos períodos climáticos aos quais as amostras pertencem. Difratogramas representativos dessas características são mostrados nas figuras 19 e 20, e o restante das amostras encontram-se no Apêndice A. O quartzo é facilmente identificado no pico 3.34\AA em todos os difratogramas, enquanto o plagioclásio foi identificado no intervalo $3.67\text{\AA} - 3.62\text{\AA}$. A clorita tem seus picos principais em 14\AA e 7\AA , sendo o primeiro mais fraco que o segundo, o que mostra que ela é uma espécie ferrosa.

Outros minerais como augita e hornblenda, que ocorrem em poucas amostras, apresentam picos em $3.25\text{\AA} - 3.15\text{\AA}$ e 8.2\AA , respectivamente. É importante notar que a hornblenda foi detectada apenas em amostras de intervalos glaciais. Já ilita e muscovita dividem o mesmo pico principal, $10.1\text{\AA} - 9.9\text{\AA}$, e não há características adicionais para individualizá-las por esta técnica. Por fim, nenhum carbonato foi identificado, mostrando que o processo de remoção deste mineral realizado foi bem sucedido.

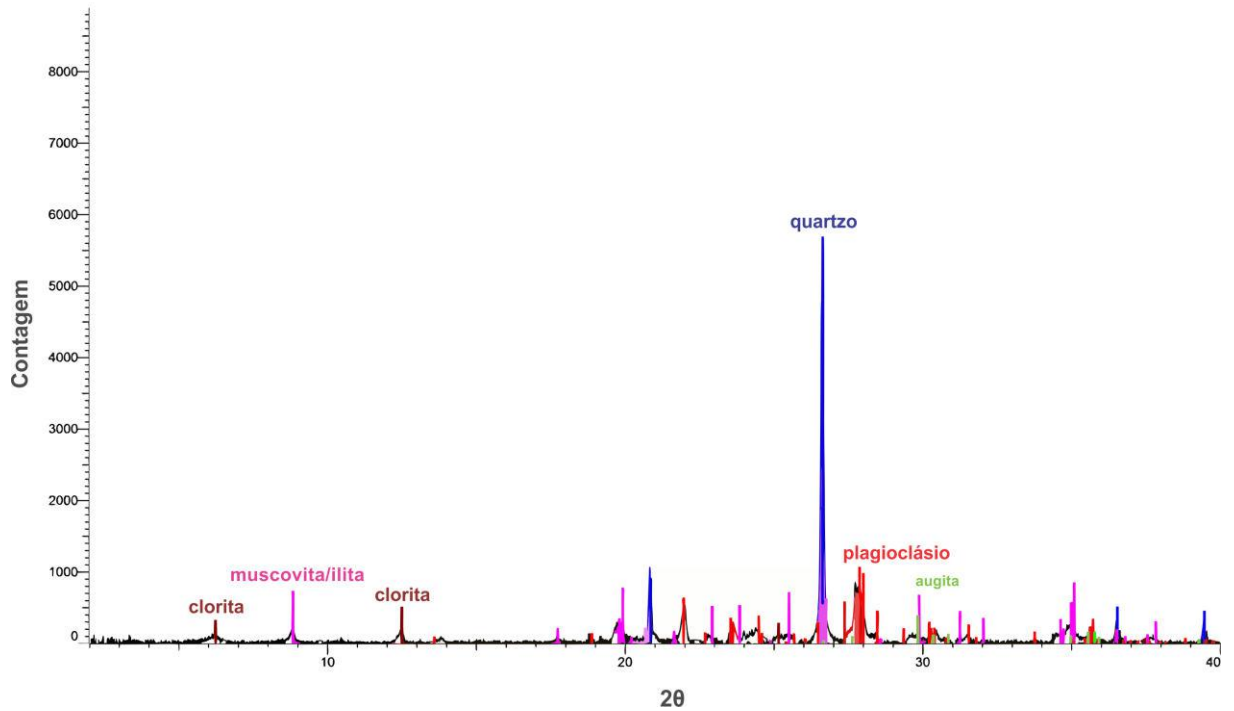
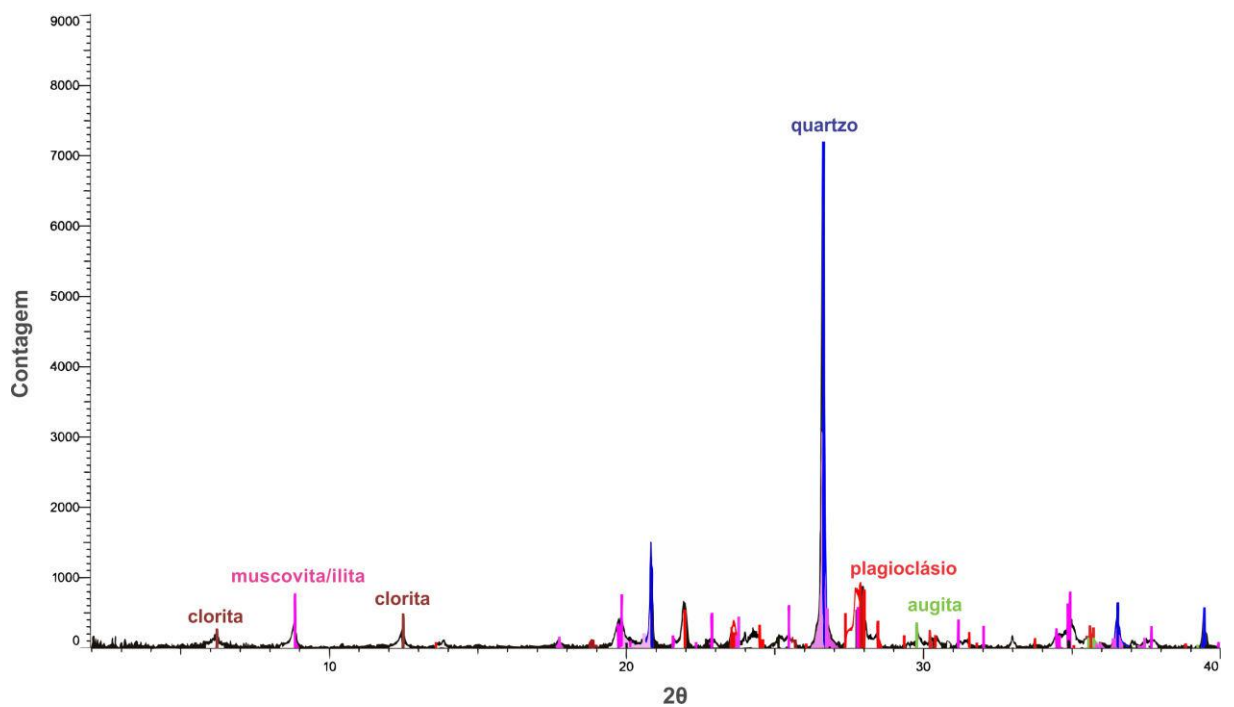
B2H6W 11-14 cm**B8H6W**

Figura 19. Difratomogramas sem *background* interpretados de duas amostras representativas de intervalos interglaciais. As fases minerais encontradas são as mesmas em todas as amostras, variando apenas na presença ou ausência de augita.

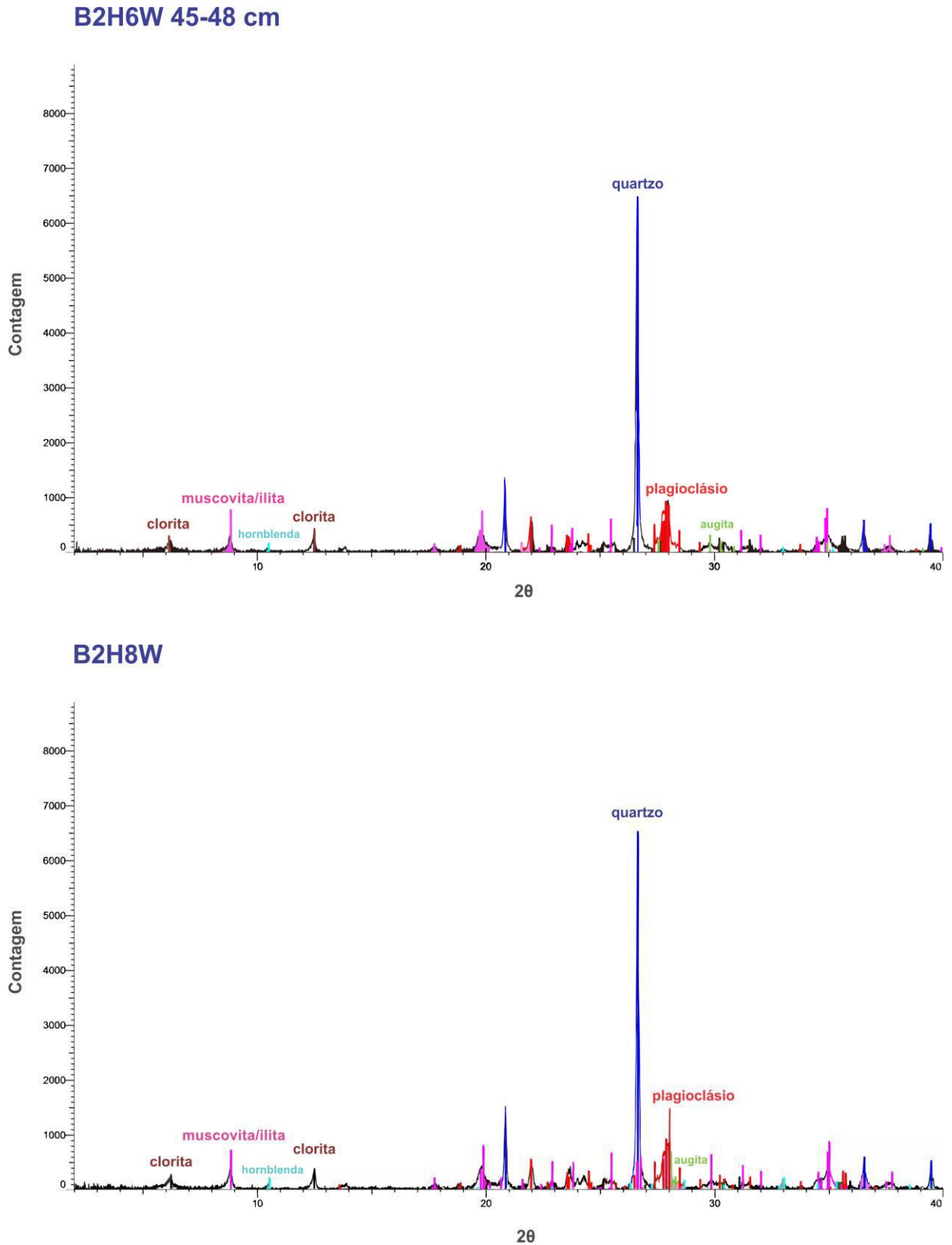


Figura 20. Difratoogramas sem *background* interpretados de duas amostras representativas de intervalos glaciais. A presença de picos de hornblenda em alguns difratoogramas é a principal diferença das amostras desses intervalos quando comparadas com amostras de intervalos interglaciais.

4.1.1 Refinamento de Rietveld

O refinamento de Rietveld (1969) permitiu a identificação de fases minerais que ocorrem em pequenas proporções nas amostras (Tab. 1).

	B1H1W	B2H5W	B2H6W 11-14 cm	B2H6W 45-48 cm	B2H6W 113-116 cm	B2H7W
Fase mineral	Wt% Rietveld	Wt% Rietveld	Wt% Rietveld	Wt% Rietveld	Wt% Rietveld	Wt% Rietveld
Quartzo	27,5	23,0	26,4	29,1	29,8	28,6
Montmorillonita	0,4	0,6	0,6	0,6	0,8	0,7
Ilita	2,4	3,1	0,8	6,5	3,1	1,2
Chamosita	3,0	1,6	3,6	0,6	0,2	1,3
Caulinita	0,2	7,9	0,3	6,1	7,5	0,5
Anortita	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Augita	4,8	5,3	4,1	3,8	2,6	5,1
Bytownita	28,1	36,4	33,7	29,3	29,2	35,4
Cristobalita	4,8	3,2	3,9	3,0	2,8	2,3
Muscovita	27,8	19,0	25,1	20,0	22,9	23,6
Hornblenda	1,1	0,0	1,6	1,0	1,1	1,5
	B2H8W	B8H6W	B9H1W	B11F1W	B11F4W	B12F3W
Fase mineral	Wt% Rietveld	Wt% Rietveld	Wt% Rietveld	Wt% Rietveld	Wt% Rietveld	Wt% Rietveld
Quartzo	27,3	26,1	31,7	25,5	32,5	11,6
Montmorillonita	0,7	0,7	0,6	0,6	0,8	0,6
Ilita	5,0	6,9	7,1	6,0	5,4	10,9
Chamosita	0,6	0,1	1,0	0,2	0,8	0,2
Caulinita	7,1	7,8	5,3	10,2	0,4	18,4
Anortita	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Augita	0,5	1,7	1,1	1,3	1,7	1,3
Bytownita	27,5	32,5	23,8	26,3	27,8	21,6
Cristobalita	2,6	3,1	1,6	2,5	1,5	14,1
Muscovita	26,0	19,8	26,1	26,3	27,4	17,9
Hornblenda	2,8	1,3	1,7	1,1	1,6	3,5

Tabela 1. Tabela de valores obtidos através da quantificação de 12 amostras de sedimentos vulcanoclásticos, a qual foi realizada com o *software* DIFFRAC.SUITE TOPAS. O refinamento de Rietveld permitiu identificar minerais como montmorillonita (esmectita), caulinita e cristobalita. Wt%: peso.

O quartzo e o plagioclásio, juntos, representam cerca de 55% em peso das amostras, com exceção da amostra B12F3W onde apresentam porcentagens bem menores (Tab. 1). A proporção de muscovita vem em seguida, com uma média de aproximadamente 23% em peso, enquanto os outros minerais aparecem com porcentagens menores que 20%. A comparação de proporções mineralógicas obtidas pelo refinamento de Rietveld e as de cálculos com base no peso molecular dos óxidos (Apêndice B) mostrou que os valores obtidos pelas duas técnicas estão dentro de uma faixa de erro admitida e, portanto, podem ser utilizados como base para futuras interpretações.

4.1.1.1 Quantificação de vidro vulcânico

Os difratogramas obtidos para quantificação de vidro vulcânico pelo refinamento de Rietveld foram separados e interpretados de acordo com seus respectivos períodos climáticos. Amostras representativas são mostradas na figura 21 e as demais encontram-se no Apêndice C.

As amostras de intervalos glaciais não apresentam modificações no *background* que indicassem variação no padrão dos difratogramas (Fig. 21). Por outro lado, as amostras pertencentes aos intervalos interglaciais mostram um salto no *background* muito bem marcado no intervalo entre 15° e 40° 2θ (radiação $\text{CuK}\alpha$) quando comparadas com as amostras de intervalos glaciais (Fig. 21). A tabela 2 mostra todas as porcentagens obtidas através da quantificação realizada com o *software* DIFFRAC.SUITE TOPAS, tanto da fase cristalina quanto da fase amorfa, calculadas para 100%.

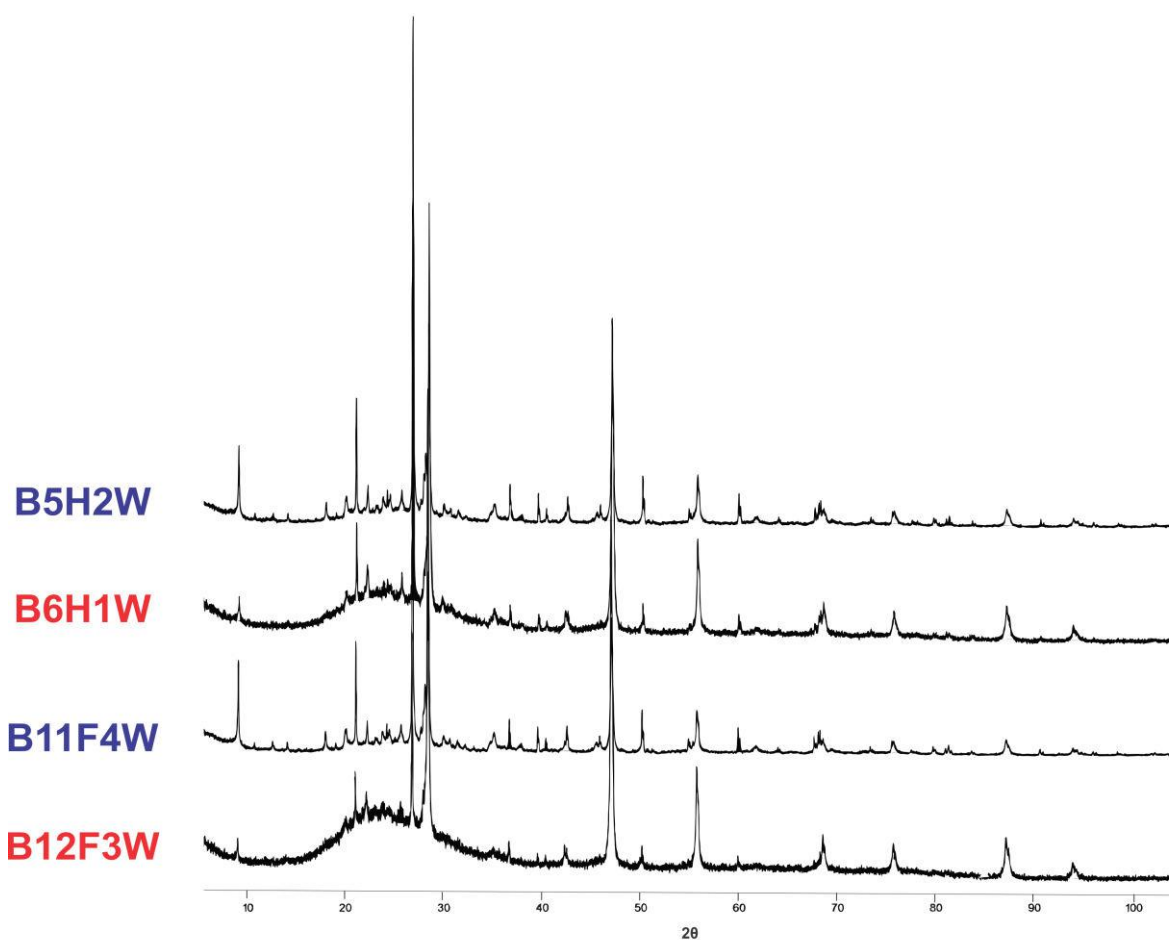


Figura 21. Difratogramas sem extração de *background* obtidos para a quantificação de fase amorfa. Duas amostras representativas de intervalos glaciais, em azul, não mostram variação no padrão dos difratogramas. As amostras de intervalos interglaciais, em vermelho, mostram os saltos no *background* no intervalo entre 15° e 40° 2θ .

	B1H1W	B1H2W	B2H5W 123-126 cm	B2H5W 139-142 cm	B2H6W 11-14 cm	B2H6W 45-48 cm	B2H6W 113-116 cm	B2H7W
Fase mineral	Wt% na amostra original	Wt% na amostra original	Wt% na amostra original	Wt% na amostra original	Wt% na amostra original	Wt% na amostra original	Wt% na amostra original	Wt% na amostra original
Ilita	20,0	30,5	16,0	15,1	18,0	26,4	23,1	21,4
Chamosita	0,5	0,3	0,0	0,0	0,0	0,4	0,0	0,1
Quartzo	15,2	26,5	12,9	10,3	11,7	20,6	18,2	16,6
Augita	2,0	1,9	5,0	2,8	2,6	3,1	2,0	3,8
Albita	10,5	16,1	18,3	12,9	13,2	16,7	13,3	11,7
Hornblenda	1,3	0,8	1,3	1,0	0,7	0,7	0,7	0,7
Caulinita	1,0	2,0	2,7	1,5	1,9	2,6	2,2	1,4
Fluorita	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fase amorfa	49,4	21,7	43,7	56,5	51,9	29,5	40,5	44,3
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
	B5H2W	B6H1W	B8H6W	B9H1W	B11F1W	B11F4W	B12F3W	
Fase mineral	Wt% na amostra original	Wt% na amostra original	Wt% na amostra original	Wt% na amostra original	Wt% na amostra original	Wt% na amostra original	Wt% na amostra original	
Ilita	28,7	9,2	24,6	17,4	17,9	32,6	6,7	
Chamosita	1,1	0,1	0,3	0,5	0,0	0,6	0,0	
Quartzo	22,1	6,3	16,2	14,9	12,8	23,5	3,4	
Augita	1,5	3,6	1,7	0,9	1,4	1,6	1,8	
Albita	13,1	6,0	16,5	7,7	9,6	15,6	4,4	
Hornblenda	0,9	1,0	1,3	0,6	0,4	0,8	1,0	
Caulinita	2,5	0,8	2,5	1,4	1,9	3,8	1,1	
Fluorita	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	
Fase amorfa	30,1	73,1	36,9	56,6	56,0	21,5	81,6	
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	

Tabela 2. Tabela de valores obtidos através da quantificação realizada com o *software* DIFFRAC.SUITE TOPAS. Assim como os difratogramas já evidenciaram, as amostras de intervalos interglaciais analisadas possuem as maiores porcentagens de fase amorfa (vidro vulcânico). Wt%: peso.

4.2 Análises orientadas

A partir das lâminas orientadas nas formas naturais, glicoladas e calcinadas foi possível identificar os argilominerais presentes na fração <2 μm . Difratogramas representativos dessas características são mostrados na figura 22, enquanto as demais amostras encontram-se no Apêndice D.

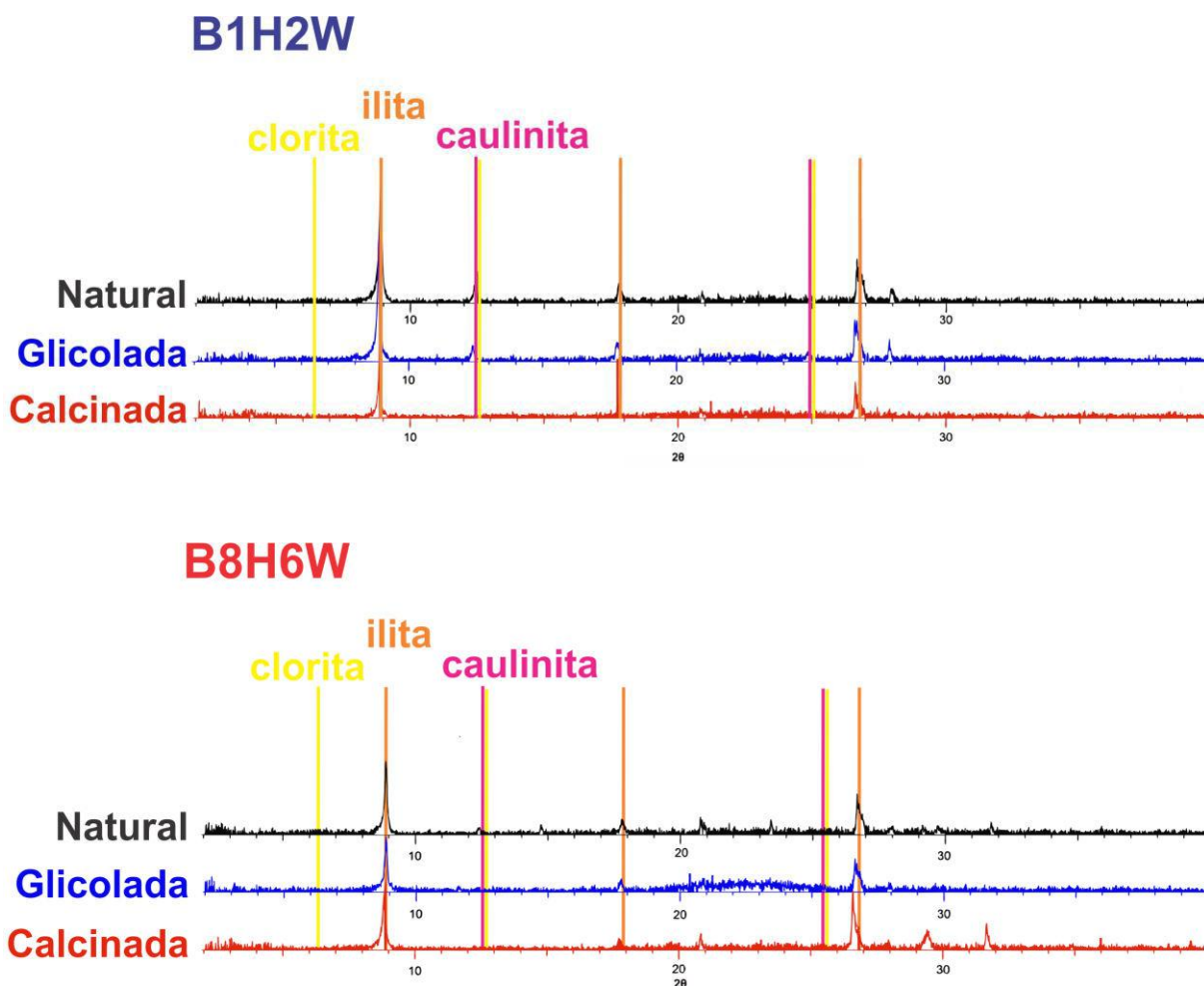


Figura 22. Difratogramas sem *background* obtidos para análises orientadas nas formas natural, glicolada e calcinada. Uma amostra representativa de intervalo glacial, em azul, e uma amostra representativa de intervalo interglacial, em vermelho, evidenciam principalmente a falta de minerais do grupo da esmectita e como estão variando os picos de clorita, illita e caulinita.

Na forma natural, a illita aparece no pico 10\AA , enquanto caulinita e clorita aparecem juntos no pico 7\AA , mesmo que ele seja muito pequeno, o que representa uma baixa quantidade desses minerais. Além disso, o pico 14\AA da clorita diminui de intensidade quando comparado com as análises feitas pelo método do pó. Argilominerais do grupo da esmectita, que costumam aparecer com picos em 15\AA , não foram identificados.

Nas análises glicoladas, não foram observadas variações em relação aos picos obtidos na forma natural. Se observou apenas a diminuição de intensidade de picos, o que ratifica a presença dos três argilominerais citados, pois todos possuem picos que não se alteram pela glicolagem.

Já nas formas calcinadas, o pico de 10\AA da illita permanece pois é invariável ao aquecimento. O pico em 7\AA correspondente a clorita e caulinita somem ou diminuem quase totalmente sua intensidade, o que pode representar a destruição da estrutura da caulinita. Esta

situação é válida quando os picos em 7Å e 3,56Å da caulinita somem simultaneamente do difratograma, enquanto o pico da clorita em 3,54Å se mantém.

4.2.1 Método de Biscaye

As análises semiquantitativas de 15 amostras obtidas pelo método de Biscaye (1965) foram feitas com todos os argilominerais identificados. O valor da área basal de cada um dos picos foi multiplicado pelos fatores de ponderação estabelecidos para cada um deles (Apêndice E) e a soma posterior dos resultados foi normalizada a 100%.

Pode-se observar que a illita é o argilomineral mais abundante, com porcentagens acima de 90%. (Tab. 3) A proporção de caulinita é inversa à de clorita e de illita.

	B1H1W	B1H2W	B2H5W 123-126 cm	B2H5W 139-142 cm	B2H6W 11-14 cm	B2H6W 45-48 cm	B2H6W 113-116 cm	B2H7W
Esmeclita	0,0 %	0,0 %	0,0 %	0,0 %	0,0 %	0,0 %	0,0 %	0,0 %
Illita	95,0 %	99,6 %	97,5 %	97,0 %	94,3 %	96,3 %	96,2 %	93,5 %
Clorita	0,9 %	0,1 %	1,2 %	1,0 %	0,0 %	0,0 %	1,8 %	5,5 %
Caulinita	4,1 %	0,3 %	1,3 %	2,0 %	5,7 %	3,7 %	2,0 %	1,0 %
Total	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %
	B5H2W	B6H1W	B8H6W	B9H1W	B11F1W	B11F4W	B12F3W	
Esmeclita	0,0 %	0,0 %	0,0 %	0,0 %	0,0 %	0,0 %	0,0 %	
Illita	97,2 %	99,7 %	100,0 %	95,0 %	97,3 %	97,9 %	96,0 %	
Clorita	2,3 %	0,0 %	0,0 %	2,1 %	2,1 %	2,1 %	1,4 %	
Caulinita	0,5 %	0,3 %	0,0 %	2,9 %	0,6 %	0,0 %	2,6 %	
Total	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	

Tabela 3. Tabela de porcentagens obtidas através da quantificação das 15 amostras analisadas pela forma orientada glicolada pelo método de Biscaye.

Após a realização de todas análises qualitativas e quantitativas, os resultados foram compilados em uma ilustração esquemática (Fig. 23) para que posteriormente pudessem ser compreendidos e interpretados em conjunto.

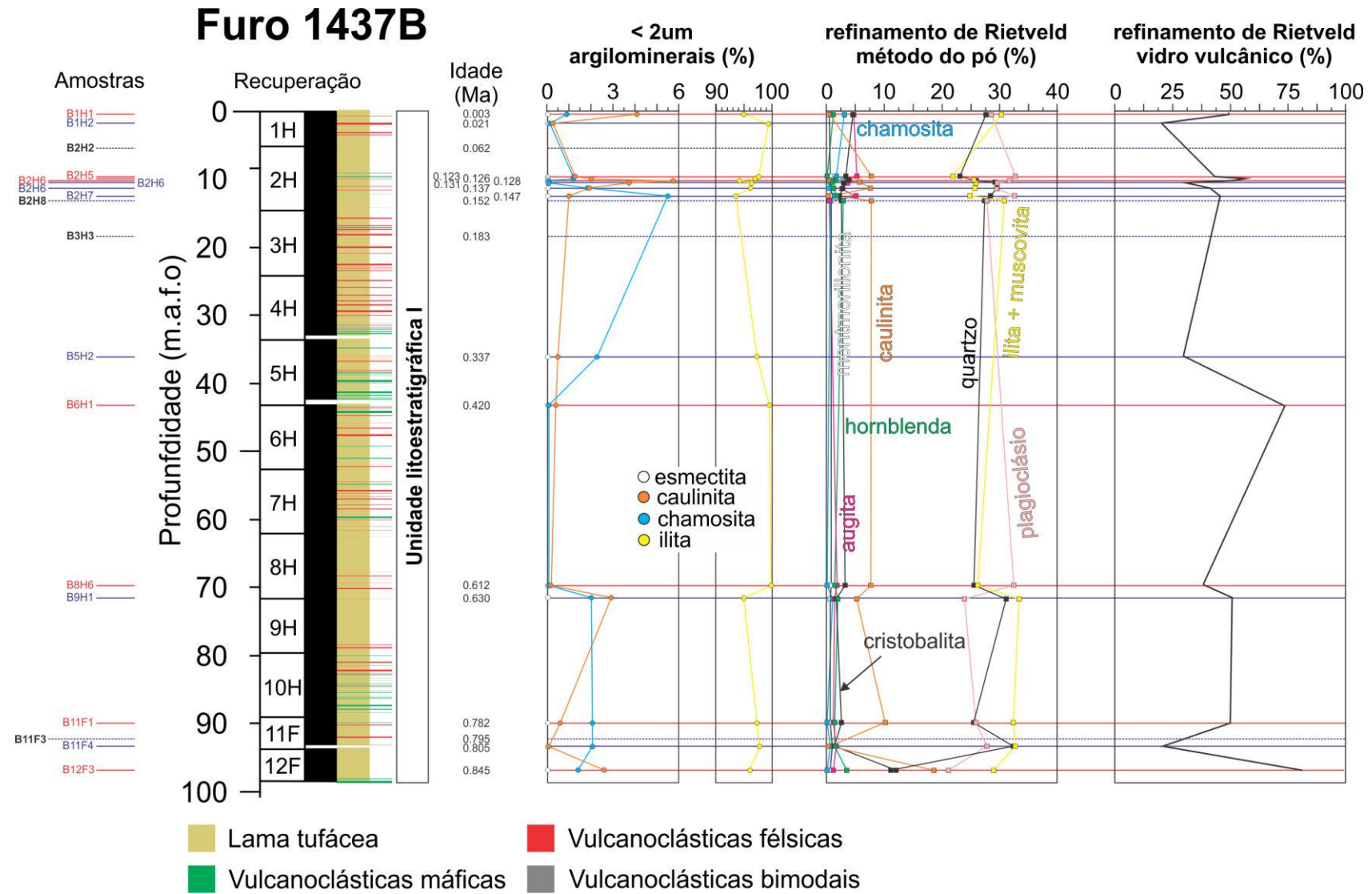


Figura 23. Esquema dos resultados obtidos pelo método do pó e pelas análises orientadas, juntamente com os resultados de quantificação das fases cristalinas e amorfas das amostras.

5 DISCUSSÕES

5.1 Proveniência de componentes externos ao arco

Argilominerais como ilita, clorita e caulinita, por terem sido encontrados em amostras com idades inferiores a 1 Ma e em menores profundidades, são considerados detríticos e suas origens são atribuídas a áreas continentais. Vale lembrar que dados geoquímicos complementares mostram que muitos componentes da fração fina (<2 μm) das amostras analisadas são ricos em Nb, Th e ETRL (elementos terras raras leves) (Fig. 24), constatando que eles não possuem uma assinatura geoquímica análoga ao arco Izu-Bonin-Mariana (Gill *et al.*, 2018).

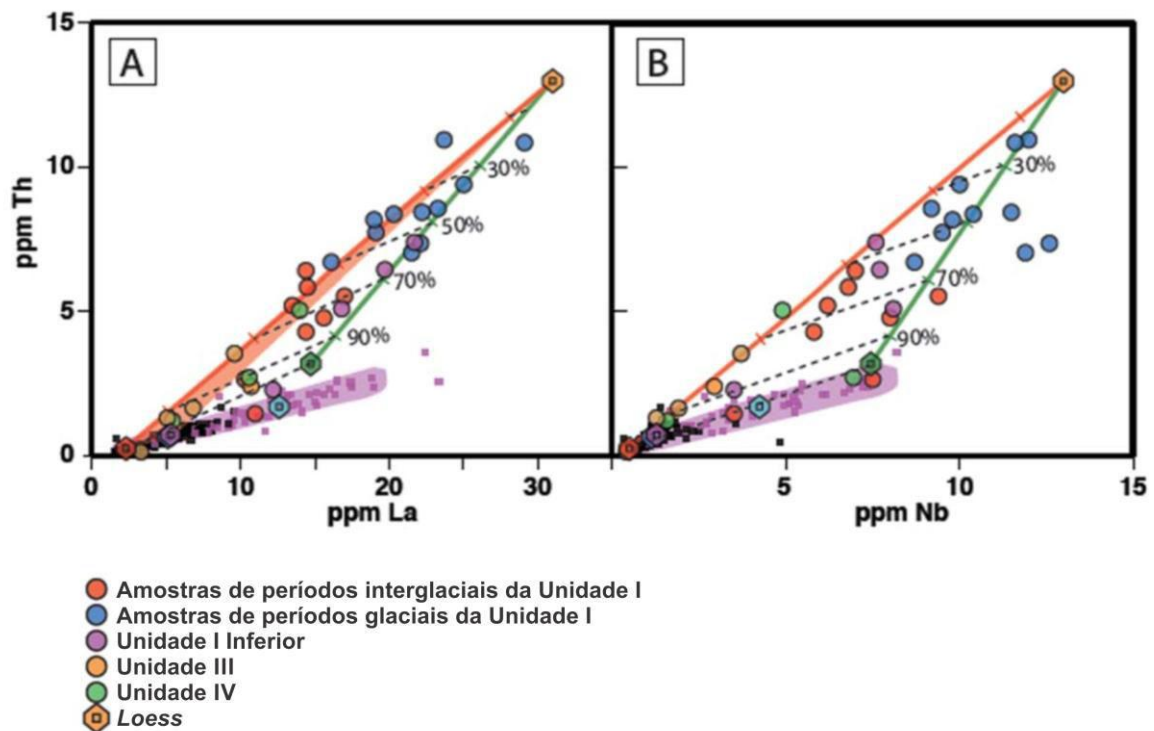


Figura 24. Dados geoquímicos mostram os elementos incompatíveis Th versus (A) La e (B) Nb. A base do triângulo representa uma assinatura geoquímica mais semelhante com sedimentos provenientes do próprio arco. Nota-se então que a maioria das amostras são ricas em Nb, Th e La, principalmente as amostras de períodos glaciais, e se aproximam cada vez mais de uma composição mais semelhante com sedimentos de *Loess*. Linhas tracejadas representam uma estimativa de porcentagem de componentes externos ao arco presentes. Modificado de Gill *et al.* (2018).

Os valores obtidos pelas análises semiquantitativas de argilominerais são aqui utilizados a fim de determinar possível(is) área(s) fonte para sedimentos de origem externa ao arco. Para isso, foram feitas comparações com diversos trabalhos realizados em regiões adjacentes ao Mar das Filipinas, os quais utilizaram argilominerais e o método de Biscaye (1965) para identificar áreas fonte de sedimentos marinhos e elaborar reconstruções

paleoclimáticas (Kalm *et al.*, 1996; Liu *et al.*, 2010; Shiming *et al.*, 2008; Wan *et al.*, 2007; Xu *et al.*, 2012; Zheng *et al.*, 2014). Essas comparações podem ser vistas na figura 25.

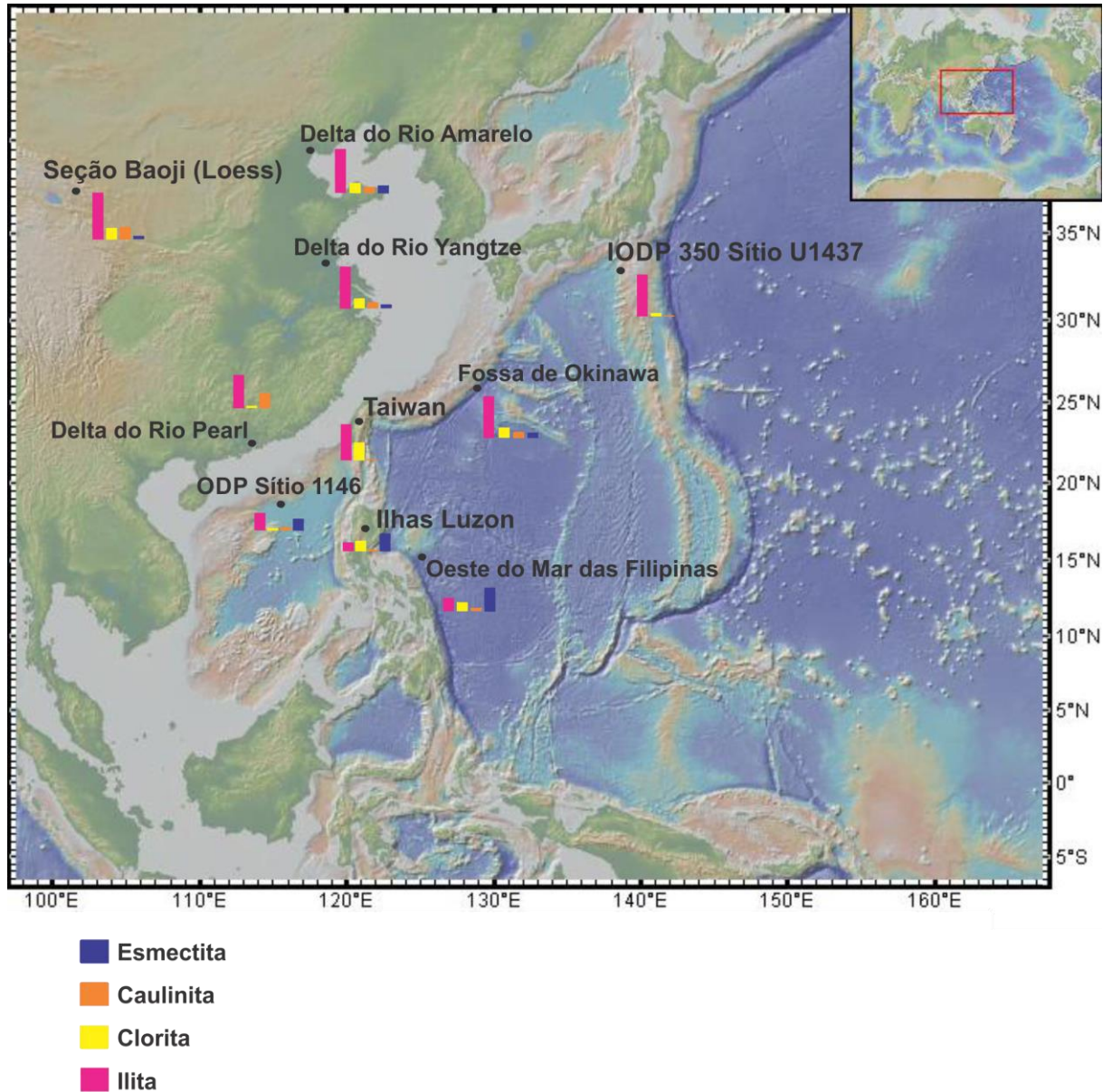


Figura 25. Mapa (obtido com o *software* GeoMapApp) contendo as áreas próximas ao arco que já foram estudadas por outros autores através da importante relação entre mineralogia e sedimentação em fundos oceânicos marinhos. Nele, estão reunidos os dados compilados de Kalm *et al.* (1996), Liu *et al.* (2010); Shiming *et al.* (2008), Wan *et al.* (2007), Xu *et al.* (2012), e Zheng *et al.* (2014). As diferentes proporções de esmectita, caulinita, clorita e ilita são um dos principais fatores utilizados para caracterização dessas áreas.

As porcentagens encontradas para ilita (93,5% a 100%), caulinita (0,3% a 5,7%) e clorita (0,1% a 5,5%) sugerem a região de Taiwan, em conjunto com depósitos de *loess* (formados e remobilizados pelos ventos) da China, como áreas fonte mais prováveis para os sedimentos vulcanoclásticos estudados. Os depósitos de *loess* consistem principalmente de material tamanho silte que é originado em regiões montanhosas nas quais as taxas de

intemperismo físico e químico são altas, como por exemplo a região central da Ásia e o Tibete (Pye, 1995).

Essa atribuição de áreas fonte se deve principalmente pela abundância de ilita nessas áreas, um argilomineral muito abundante em solos e rochas por ser originado principalmente a partir do intemperismo químico de minerais do grupo das micas (Meunier e Velde, 2004).

Na figura 26 podemos ver como as amostras estudadas neste trabalho estão dispostas em um diagrama ternário que compara diferentes áreas a partir da quantidade de ilita + clorita, esmectita e caulinita. Já na figura 27, as porcentagens foram plotadas um diagrama com a mesma finalidade, mas que utiliza as razões de caulinita/clorita e esmectita/ilita. Ambos os diagramas mostram que os dados são semelhantes com composições mineralógicas descritas em áreas como Taiwan e o *loess* chinês.

Tendo em vista que essas áreas fonte e o arco Izu-Bonin-Mariana encontram-se próximas ao curso da corrente Kuroshio (Fig. 28), também conhecida como corrente do Japão, acredita-se que ela seja um dos principais agentes transportadores de sedimentos das áreas adjacentes para o arco. Além disso, altas taxas de sedimentação registradas na unidade litoestratigráfica I (Gill *et al.*, 2018) também colocam a corrente e seus meandros como um dos responsáveis pelo grande volume de sedimentos trazidos, além de destacar que ela pode ter se intensificado em diversos momentos ao longo dos últimos 1 Ma.

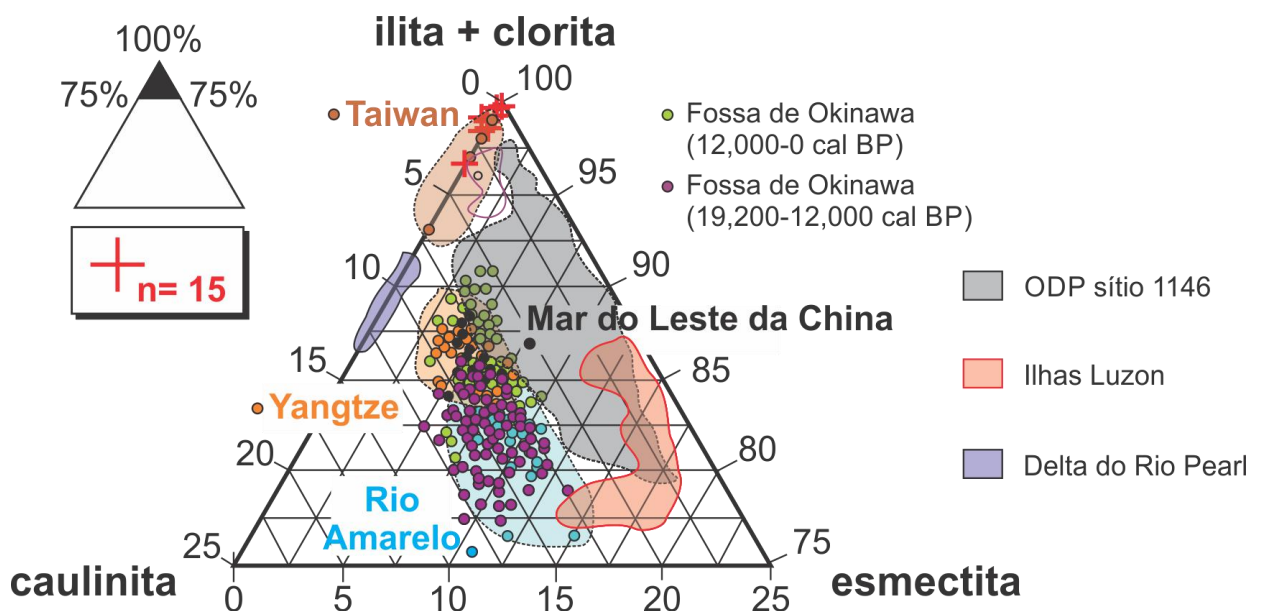


Figura 26. Diagrama ternário de esmectita-caulinita-(ilita + clorita) modificado de Zheng *et al.* (2014). Todas as 15 amostras plotadas no diagrama caem no campo equivalente a composição de amostras de Taiwan.

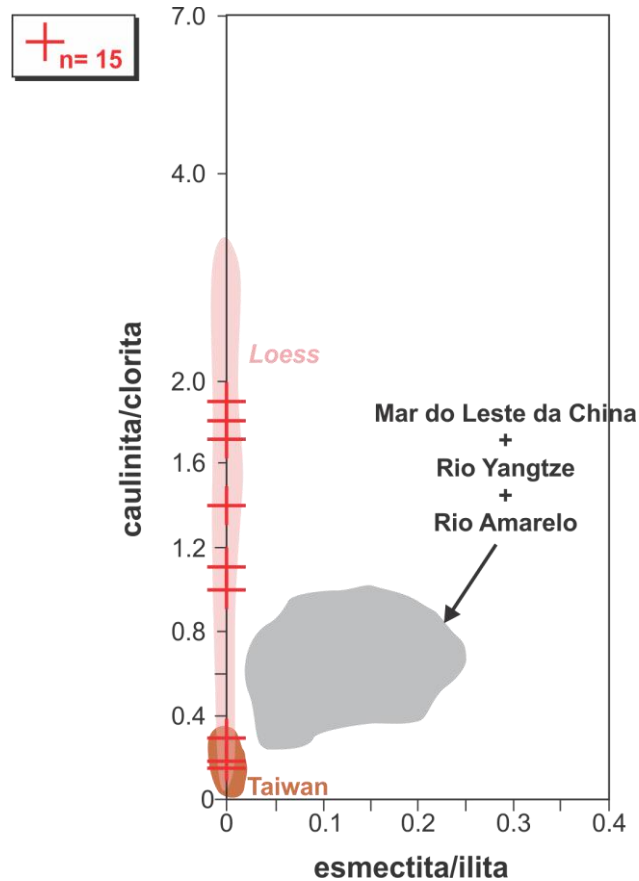


Figura 27. Proporções de caulinita/clorita *versus* esmectita/ilita modificado de Zheng *et al.* (2014). As 15 amostras plotadas caem em campos equivalentes a composição de amostras de Taiwan e do *Loess*.

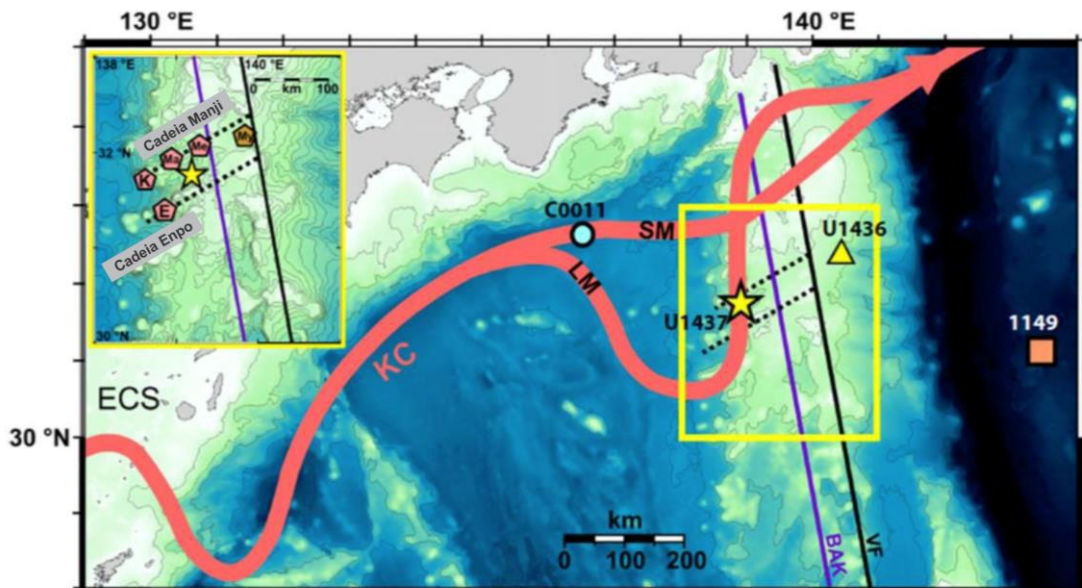


Figura 28. Mapa regional modificado de Gill *et al.* (2018) mostrando o caminho atual da corrente Kuroshio segundo Nagano *et al.* (2013) e seus meandros. SM: pequenos meandros; LM: grandes meandros. A linha preta representa a *front* vulcânica de Izu (VF) e a linha púrpura limita a área oeste da região de *back arc* de Knolls (BAK). A estrela e o triângulo amarelo representam, respectivamente, os sítios U1437 e U1436 da Expedição 350 do IODP. Outros sítios como 1149 e C011, de outras expedições, também encontram-se assinalados no mapa. A região do Mar do Leste da China (ECS) encontra-se muito próxima da corrente, bem como as montanhas que formam as cadeias vulcânicas oceânicas assinaladas por pentágonos em destaque dentro do retângulo amarelo.

5.2 Marcadores paleoclimáticos pleistocênicos

5.2.1 Argilominerais

Argilominerais como caulinita e clorita formam-se em condições distintas, sendo a caulinita mais encontrada em áreas tropicais e a clorita em áreas subtropicais (Biscaye, 1965). Somado a isso, encontramos maiores quantidades de clorita em períodos glaciais e de caulinita em períodos interglaciais nas amostras estudadas, o que demonstra que eles podem ser marcadores das mudanças paleoclimáticas cíclicas ocorridas durante o Pleistoceno.

A presença de caulinita, ainda que em muito baixo percentual, nas amostras de intervalos glaciais pode ser um indício da contribuição eólica de material de áreas fonte que dão origem a depósitos como o *loess* chinês.

Vale ressaltar que ao longo do Holoceno, as variações climáticas afetaram em escalas sazonais a intensidade da corrente Kuroshio, citada na seção 5.1, que participa do padrão de circulação e transporte de sedimentos em áreas como o Mar do Leste da China e o sul do Japão (Zheng *et al.*, 2014). Ambos são afetados pelo regime de monções que, após o Último Máximo Glacial (*Last Glacial Maximum*), passa a ter influência do fenômeno El Niño/La Niña Oscilação Sul (ENOS) (Hu *et al.*, 2015). Como todos esses fatores e fenômenos estão interligados, qualquer oscilação de um pode consequentemente gerar a intensificação ou perda de força do outro no noroeste do Oceano Pacífico.

5.2.2 Vidro vulcânico

Os produtos de origem vulcânica são mais abundantes em períodos interglaciais e menos abundantes em períodos glaciais. Torna-se então possível correlacionar esses períodos com intervalos de aumento ou diminuição das taxas de erosão e deposição de material exterior ao arco.

Durante períodos glaciais, a corrente Kuroshio contribui para altas taxas de erosão e deposição de sedimentos de outras áreas fonte. Esses sedimentos ultrapassam em número o material de origem vulcânica de fontes proximais, interferindo no que seria um registro majoritariamente composto por produtos de erupções submarinas.

Por outro lado, ao longo dos períodos interglaciais a situação se inverte e os componentes de origem externa ao arco encontram-se em menor número, mostrando que os principais agentes transportadores se desintensificam em períodos com temperaturas médias mais elevadas.

6 CONCLUSÕES

As principais conclusões obtidas com este trabalho são: (i) as amostras são compostas por illita/muscovita, clorita, caulinita, quartzo, plagioclásio, \pm augita, \pm hornblenda \pm esmectita, e que os argilominerais representam cerca de 20% da amostra total; (ii) a região de Taiwan, em conjunto com o *loess* da China, são consideradas as áreas fonte mais prováveis para os sedimentos estudados, pois ambas são marcadas pela abundância de illita que deve ter sido transportada pela corrente Kuroshio, o que coincide com outros trabalhos que abordam o papel da corrente na sedimentação de áreas próximas ao arco; (iii) a variação mineralógica de argilominerais presentes nos sedimentos vulcanoclásticos da área de estudo e áreas continentais adjacentes (*e.g.*, o próprio *loess*) são testemunhos da variabilidade de fenômenos como o regime de monções do Sudeste Asiático (*East Asian Monsoon*) após o Último Máximo Glacial; (iv) os argilominerais e o vidro vulcânico encontrados nas amostras funcionam como bons marcadores paleoclimáticos para o *rear arc* de Izu-Bonin-Mariana, uma vez que juntos corroboram a ciclicidade de fatores e fenômenos climáticos atuantes na área.

6.1 Trabalhos futuros

Para trabalhos futuros, 188 amostras de todas as unidades litoestratigráficas do sítio U1437 (I, II, III, IV, V, VI, Unidade Ígnea I e VII) serão analisadas para caracterizar as variações mineralógicas em rochas vulcanoclásticas na região de *rear arc* do arco IBM, bem como avaliar influências diagenéticas, hidrotermais e/ou metamórficas na mineralogia final das rochas. Além da difratometria de raios X (DRX) e do refinamento de Rietveld já utilizados neste trabalho, também serão realizadas análises por MEV-EDS de lâminas delgadas polidas selecionadas.

A partir de um espaço amostral representativo de todas as unidades, será possível definir um inédito gradiente geotérmico para regiões de *rear arc* e a dinâmica de suas modificações mineralógicas a partir de processos secundários.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Biscaye, P. E. (1965). Mineralogy and sedimentation of recent deep-sea clay in the Atlantic Ocean and adjacent seas and oceans. *Geological Society of America Bulletin*, 76: 803-832.

Busby, C. J., Tamura, Y., Blum, P., Guèrin, G., Andrews, G. D. M., Barker, A. K., Berger, J. L. R., Bongiolo, E. M., Bordiga, M., DeBari, S. M., Gill, J. B., Hamelin, C., Jia, J., John, E. H., Jonas, A.-S., Jutzeler, M., Kars, M. A. C., Kita, Z. A., Konrad, K., Mahony, S. H., Martini, M., Miyazaki, T., Musgrave, R. J., Nascimento, D. B., Nichols, A. R. L., Ribeiro, J. M., Sato, T., Schindlbeck, J. C., Schmitt, A. K., Straub, S. M., Vautravers, M. J., Yang, Y. (2017). The missing half of the subduction factory: Shipboard results from the Izu rear arc, IODP expedition 350: *International Geology Review*, p. 1–32.

Fisher, R. V. (1961). Proposed classification of volcanoclastic sediments and rocks. *Geological Society of America Bulletin*, 72: 1409-1414.

Fisher, R. V. (1966). Rocks composed of volcanic fragments. *Earth Science Reviews*, 1: p. 287-298.

Gill, J. B., Bongiolo, E.M., Miyazaki, T., Hamelin, C., Jutzeler, M., DeBari, S., Jonas, A.-S., Vaglarov, B. S., Nascimento, L. S., Yakavonis, M. (2018). Tuffaceous mud is a volumetrically important volcanoclastic facies of submarine arc volcanism and record of climate change. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 19: 1217-1243.

Ishizuka, O., Taylor, R. N., Yuasa, M., Ohara, Y. (2011). Making and breaking an island arc: a new perspective from the Oligocene Kyushu-Palau arc, Philippine Sea. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 12(5): Q05005.

Hu, D., Wu, L., Cai, W., Gupta, A. S., Ganachaud, A., Qiu, B., Gordon, A.L., Lin, X., Chen, Z., Hu, S. (2015). Pacific western boundary currents and their roles in climate. *Nature* 522: 299–308.

Kalm, V.E., Rutter, N. W., Rokosh, C. D. (1996). Clay minerals and their paleoenvironmental interpretations in the Baoji loess section, southern Loess Plateau, China, *Catena*, 27: 49–61.

Kars, M., Musgrave, R. J., Kodama, K., Jonas, A.-S., Bordiga, M., Ruebsam, W., Mleneck-Vautravers, M. J., Bauersachs, T. (2017). Impact of climate change on the magnetic mineral assemblage in marine sediments from Izu rear arc, NW Pacific Ocean, over the last 1Myr. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 480, 53–69.

Lisiecki, L. E., Raymo, M. E. (2007). Plio-Pleistocene climate evolution: trends and transitions in glacial cycle dynamics. *Quat. Sci. Rev.* 26, 56–69.

Liu, Z., Colin, C., Li, X., Zhao, Y., Tuo, S., Chen, Z., Siringan, F. P., Liu, J. T., Huang, C-Y., You, C-F., Huang, K-F. (2010). Clay mineral distribution in surface sediments of the northeastern South China Sea and surrounding fluvial drainage basins: Source and transport. *Marine Geology*, 277: 48–60.

- Madsen, I. C., Scarlett, N. V. Y., Kern, A. (2011). Description and survey of methodologies for the determination of amorphous content via X-ray powder diffraction. *Z. Kristallogr.* 226: 944–955.
- McPhie, J., Doyle, M., Allen, R.. (1993). Volcanic textures: a guide to the interpretation of textures in volcanic rocks. Tasmania, *Tasmanian Government Printing Office*, 198 p.
- Mleneck-Vautravers, M. J. (2018). Quantitative planktonic foraminifers taphonomy and paleoceanographic implications over the last 1 Myr from IODP Sites U1436 and U1437. *Cogent Geoscience*, 4: 1447263.
- Meunier, A., & Velde, B. (2004). Illite: Origins, evolution and metamorphism. *Berlin: Springer-Verlag*. (p. 286).
- Nagano, A., Ichikawa, K., Ichikawa, H., Konda, M., Murakami, K. (2013). Volume transports proceeding to the Kuroshio Extension region and recirculating in the Shikoku Basin. *Journal of Oceanography*, 69: 285–293.
- Ostrom, M. E. (1961). Separation of clay minerals from carbonate rocks by using acid. *Journal of Sedimentary Petrology*, 31: 123-129.
- Pearce, J. A., Reagan, M. K., Stern, R. J., Petronotis, K. (2013). Izu-Bonin-Mariana fore arc: testing subduction initiation and ophiolite models by drilling the outer Izu-Bonin-Mariana fore arc. *International Ocean Drilling Program Scientific Prospectus*.
- Pye, K. (1995). The nature, origin and accumulation of loess. *Quat. Sci. Rev.* 14: 653-667.
- Rietveld, H. M. (1969). A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of Applied Crystallography*, 2: 65–71.
- Rudnick, R. L., Gao, S. (2003). Composition of the Continental Crust. In: Holland, H., Turekian, K. (Eds.) *Treatise on geochemistry*, 3: 1–64.
- Silva, F. P. C. (2015). Variações mineralógicas em rochas vulcanoclásticas subaquosas ao longo de um testemunho de sondagem da região de Izu-Bonin-Mariana (Expedição 350 do IODP). Trabalho de Iniciação Científica – XXXVII Jornada Giulio Massarani de Iniciação Científica, Tecnológica, Artística e Cultural, Departamento de Geologia, Instituto de Geociências, Universidade Federal do Rio de Janeiro.
- Shiming, W., Anchun, L., Kehui, X., Xueming, Y. (2008). Characteristics of Clay Minerals in the Northern South China Sea and Its Implications for Evolution of East Asian Monsoon since Miocene. *Journal of China University of Geosciences*, 19(1): 23–37.
- Stern, R. J., Fouch, M. J., Klemperer, S. (2003). An overview of the Izu-Bonin-Mariana subduction factory. In Eiler, J. (Ed.), *Inside the Subduction Factory. Geophysical Monograph*, 138: 175–222.
- Tamura, Y., Busby, C., Blum, P. (2013). Izu-Bonin-Mariana Rear Arc: the missing half of the subduction factory. *Internacional Ocean Drilling Program Scientific Prospectus*.

Tamura, Y., Busby, C. J., Blum, P., Guèrin, G., Andrews, G. D. M., Barker, A. K., Berger, J. L. R., Bongiolo, E. M., Bordiga, M., DeBari, S. M., Gill, J. B., Hamelin, C., Jia, J., John, E. H., Jonas, A.-S., Jutzeler, M., Kars, M. A. C., Kita, Z. A., Konrad, K., Mahony, S. H., Martini, M., Miyazaki, T., Musgrave, R. J., Nascimento, D. B., Nichols, A. R. L., Ribeiro, J. M., Sato, T., Schindlbeck, J. C., Schmitt, A. K., Straub, S. M., Vautravers, M. J., Yang, Y. (2015a). Expedition 350 Summary. In: Tamura, Y., Busby, C. J., Blum, P., and the Expedition 350 Scientists, *Proceedings of the International Ocean Discovery Program. Expedition 350: Izu-Bonin-Mariana Rear Arc. International Ocean Discovery Program, College Station, TX.*

Tamura, Y., Busby, C. J., Blum, P., Guèrin, G., Andrews, G. D. M., Barker, A. K., Berger, J. L. R., Bongiolo, E. M., Bordiga, M., DeBari, S. M., Gill, J. B., Hamelin, C., Jia, J., John, E. H., Jonas, A.-S., Jutzeler, M., Kars, M. A. C., Kita, Z. A., Konrad, K., Mahony, S. H., Martini, M., Miyazaki, T., Musgrave, R. J., Nascimento, D. B., Nichols, A. R. L., Ribeiro, J. M., Sato, T., Schindlbeck, J. C., Schmitt, A. K., Straub, S. M., Vautravers, M. J., Yang, Y. (2015b). Site U1437. In: Tamura, Y., Busby, C. J., Blum, P., and the Expedition 350 Scientists, *Proceedings of the International Ocean Discovery Program. Expedition 350: Izu-Bonin-Mariana Rear Arc. International Ocean Discovery Program, College Station, TX.*

Tamura, Y., Busby, C. J., Blum, P., Guèrin, G., Andrews, G. D. M., Barker, A. K., Berger, J. L. R., Bongiolo, E. M., Bordiga, M., DeBari, S. M., Gill, J. B., Hamelin, C., Jia, J., John, E. H., Jonas, A.-S., Jutzeler, M., Kars, M. A. C., Kita, Z. A., Konrad, K., Mahony, S. H., Martini, M., Miyazaki, T., Musgrave, R. J., Nascimento, D. B., Nichols, A. R. L., Ribeiro, J. M., Sato, T., Schindlbeck, J. C., Schmitt, A. K., Straub, S. M., Vautravers, M. J., Yang, Y. (2015c). Expedition 350 Methods. In: Tamura, Y., Busby, C. J., Blum, P., and the Expedition 350 Scientists, *Proceedings of the International Ocean Discovery Program. Expedition 350: Izu-Bonin-Mariana Rear Arc. International Ocean Discovery Program, College Station, TX.*

Taylor, B. (1992). Rifting and the volcanic-tectonic evolution of the Izu-Bonin-Mariana arc. In: B. Taylor, K. Fujioka et al. (Eds.), *Proceedings of the Ocean Drilling Program, Scientific Results, College Station, TX*, 126: 627–651.

Tazaki, K., Fyfe, W. S. (1992). Diagenetic and hydrothermal mineral alteration observed in Izu-Bonin deep-sea sediments, Leg 126. *Proceedings of the Ocean Drilling Program, Scientific Results, College Station, TX*, 126: 101-112.

Walenta, G., Füllmann, T. (2004). Advances in quantitative XRD analysis for clinker, cements, and cementitious additions. *International Centre for Diffraction Data 2004, Advances in X-ray Analysis*, 47: 287-296.

Wan, S., Li, A., Clift, P. D., Stuut, J. W. (2007). Development of the East Asian monsoon: Mineralogical and sedimentologic records in the northern South China Sea since 20 Ma. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 254: 561–582.

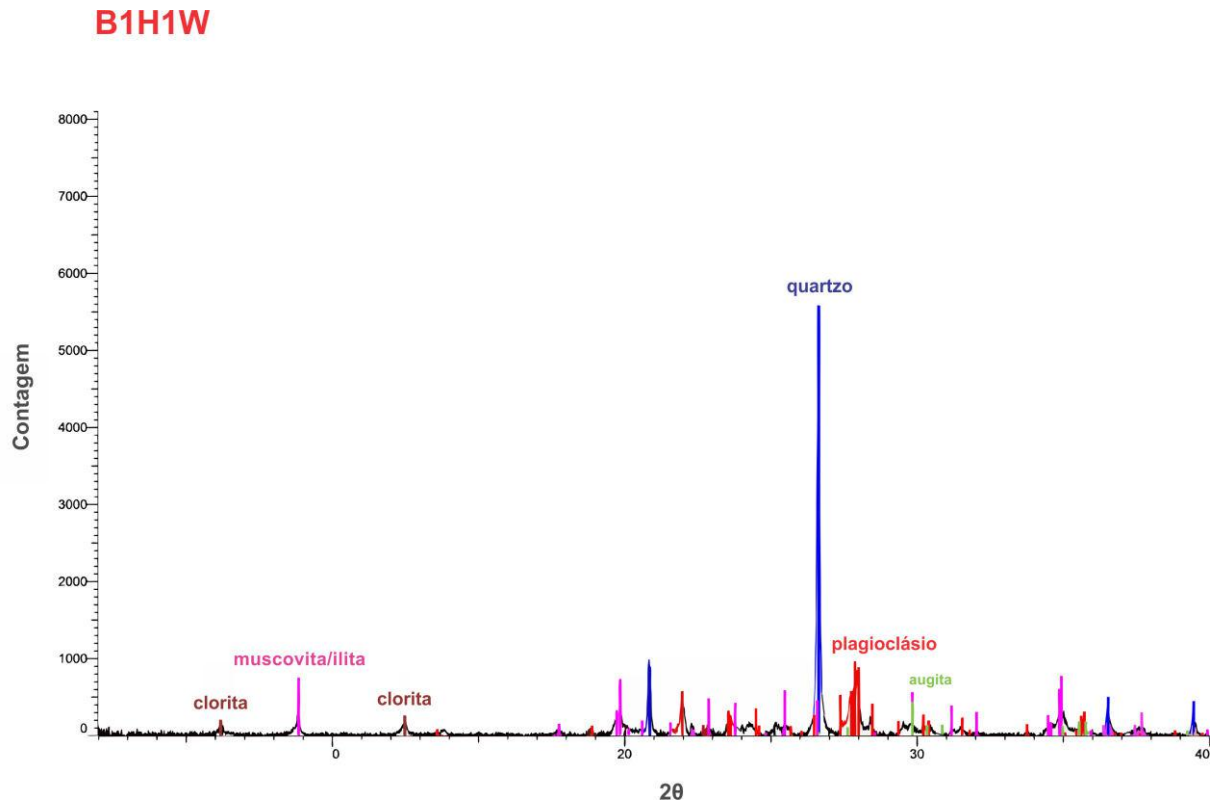
Wentworth, C.K. (1922). A scale of grade and class terms for clastic sediments. *Journal of Geology*, 30(5): 377–392.

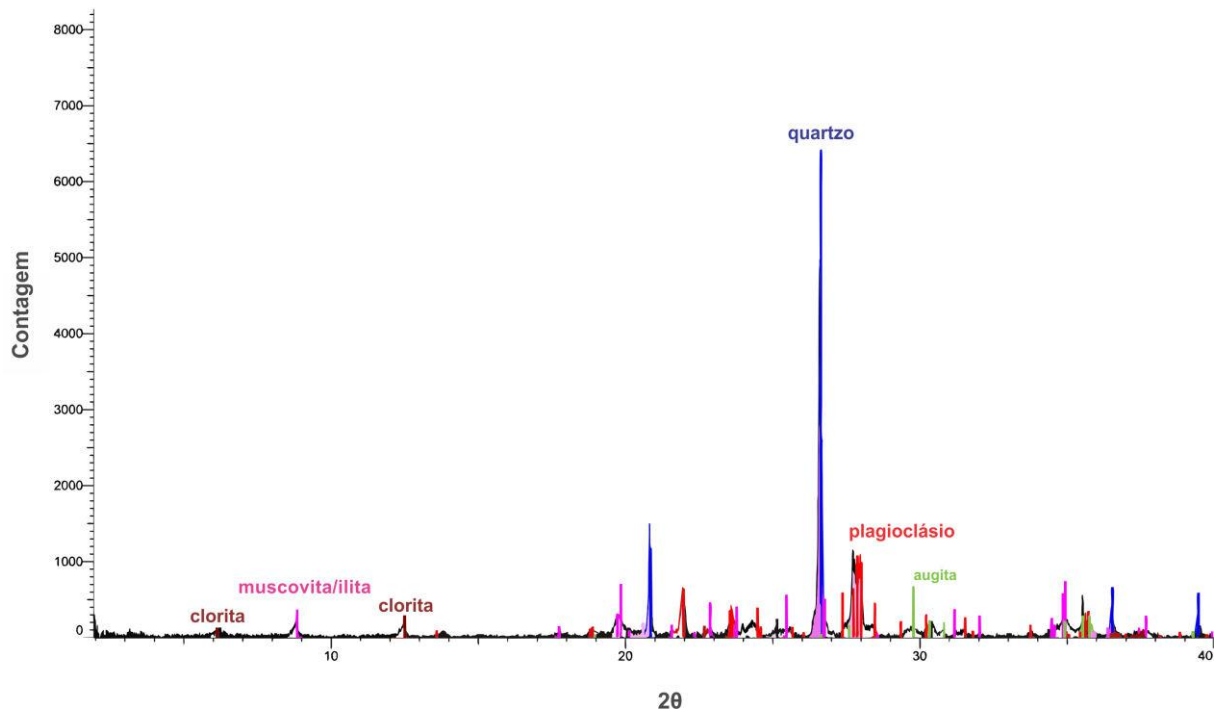
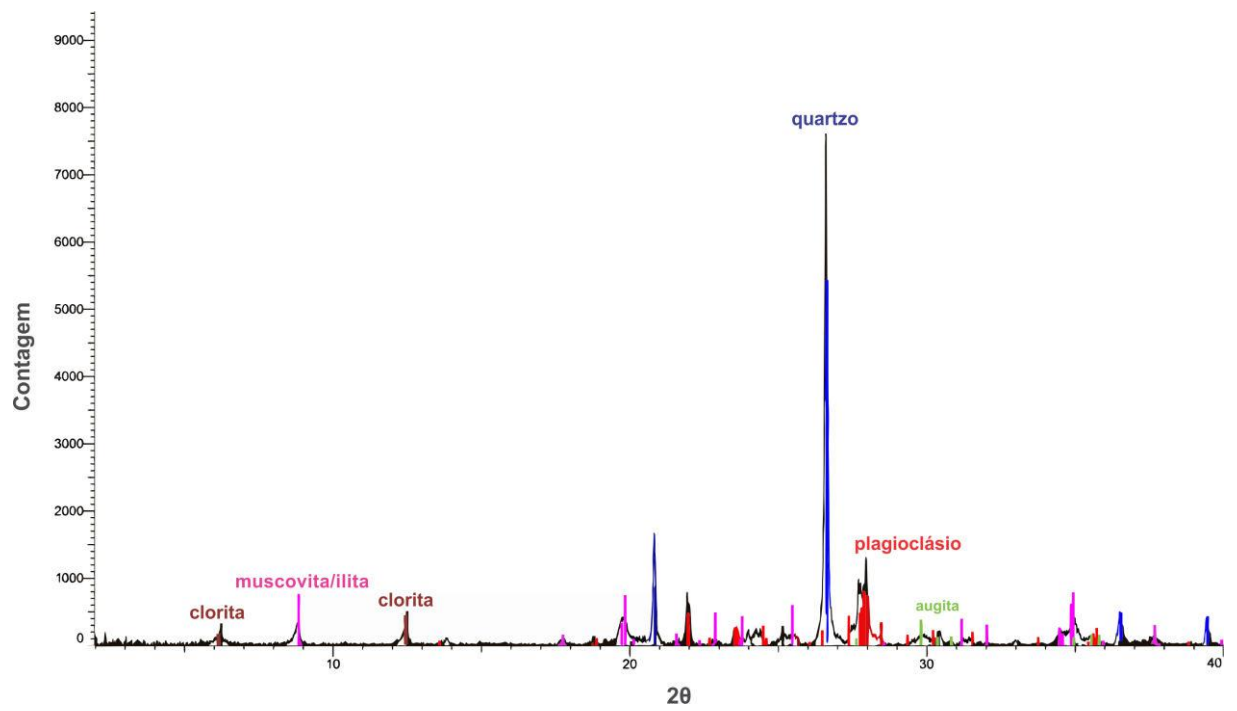
Xu, Z. K., Li, T. G., Wan, S. M., Nan, Q. Y., Li, A. C., Chang, F. M., Jiang, F. Q., Tang, Z. (2012). Evolution of East Asian monsoon: clay mineral evidence in the western Philippine Sea over the past 700 kyr. *J. Asian Earth Sci.* 60: 188–196.

Yamazaki, T., Stern, R. J. (1997). Topography and magnetic vector anomalies in the Mariana Trough. *JAMSTEC Deep Sea Research*, 13: 31–45.

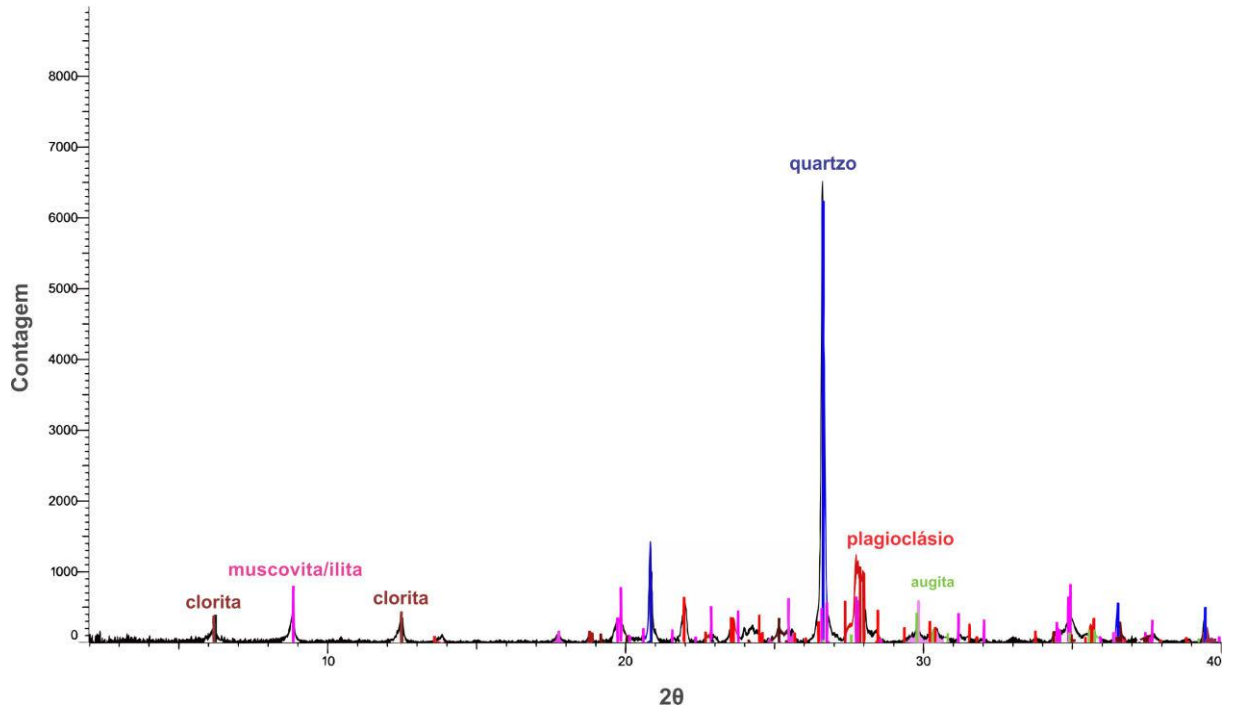
Zheng, X., Li, A., Wan, S., Jiang, F., Kao, S. J., Johnson, C. (2014). ITCZ and ENSO pacing on East Asian winter monsoon variation during the Holocene: sedimentological evidence from the Okinawa trough. *J. Geophys. Res., Oceans*, 119: 4410–4429.

Apêndice A – Difratogramas (método do pó) interpretados de amostras adicionais não descritas na seção 4.1. As interpretações foram feitas após extração do *background*. Amostras identificadas em vermelho correspondem a períodos interglaciais e as em azul a períodos glaciais.

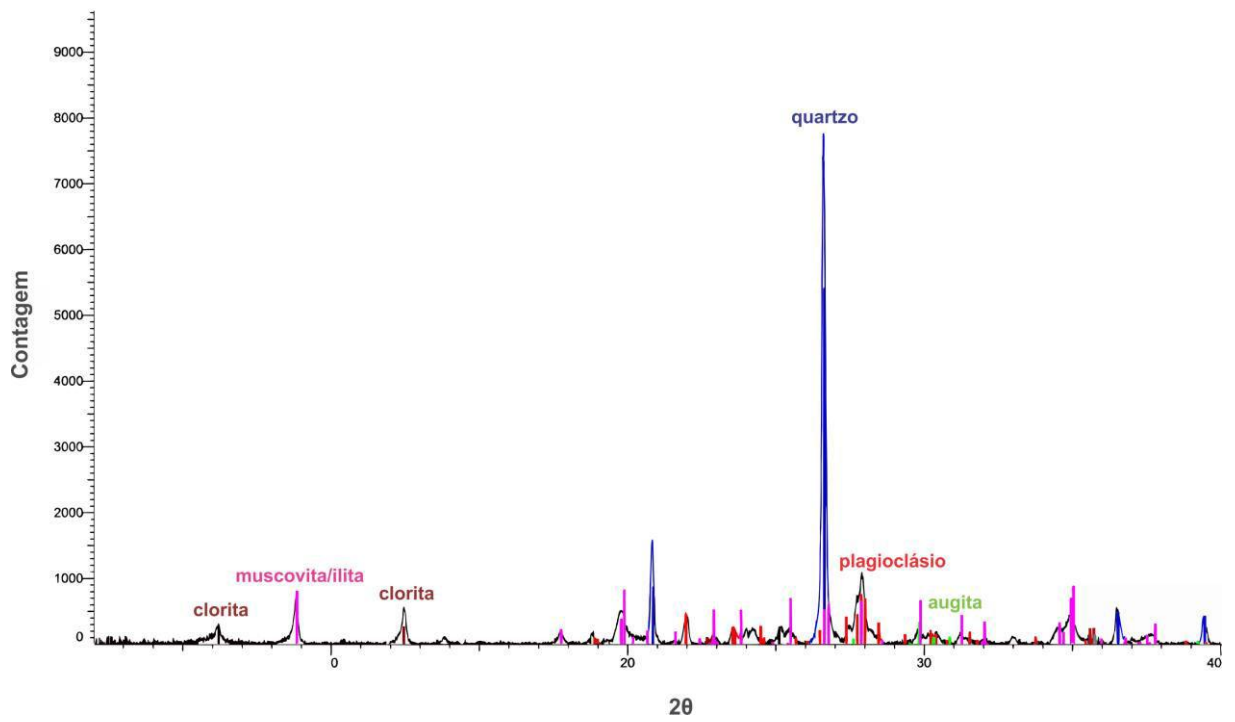


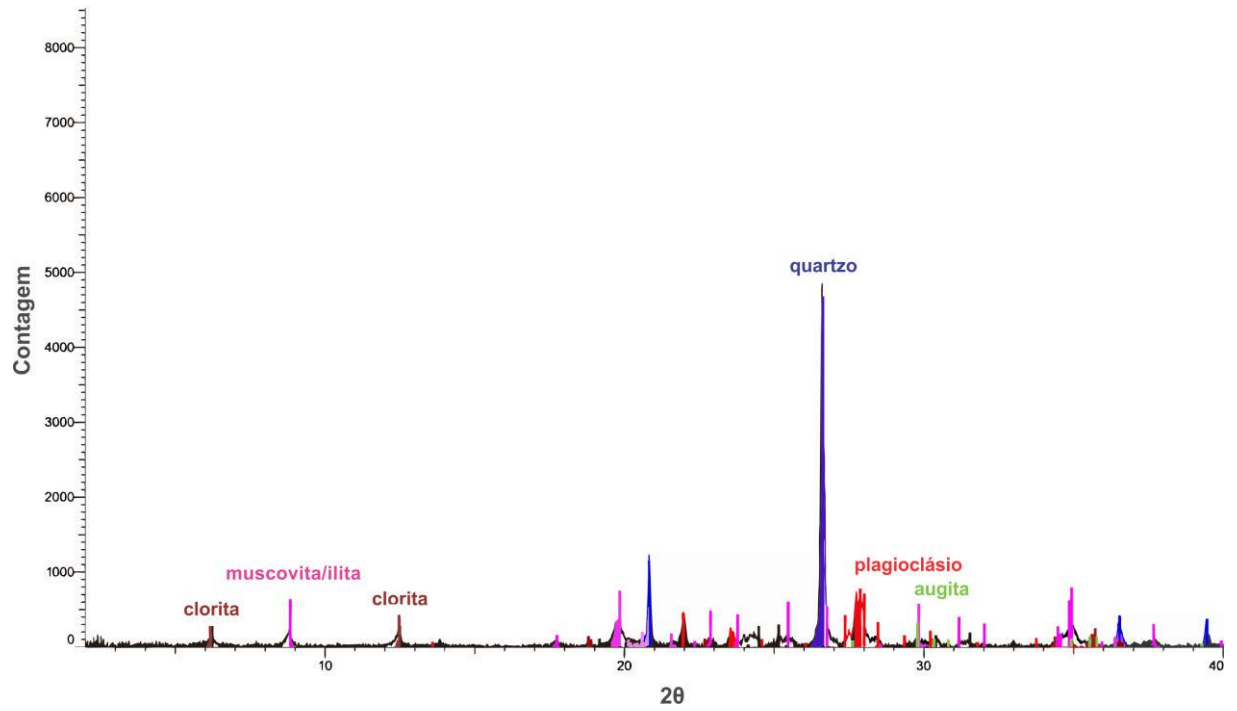
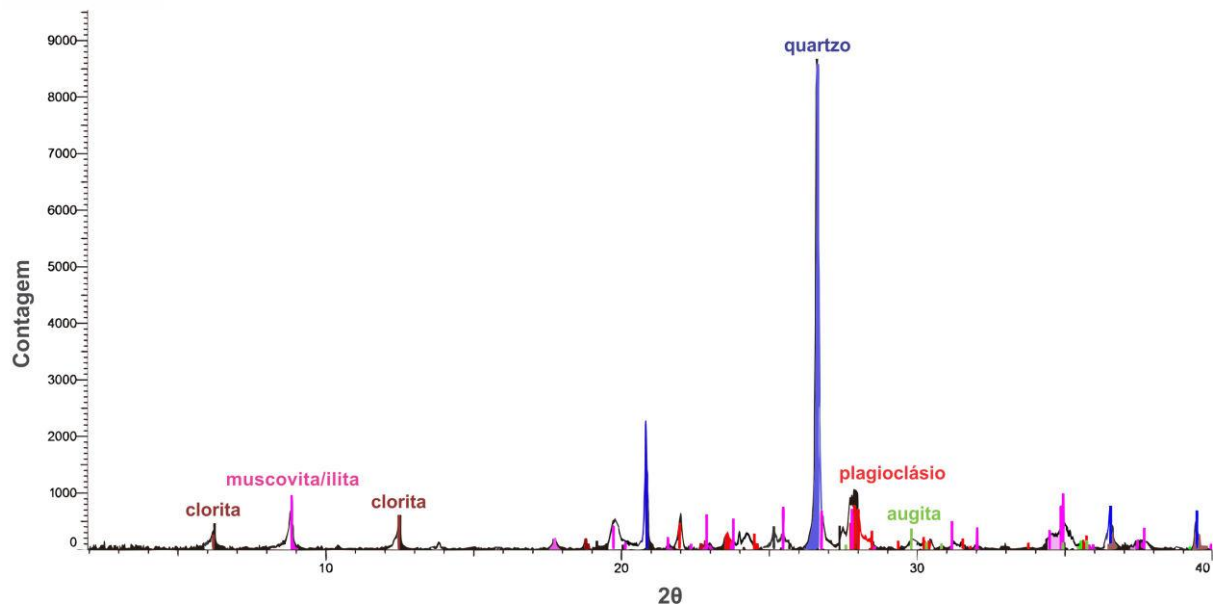
B2H5W**B2H6W 113-116 cm**

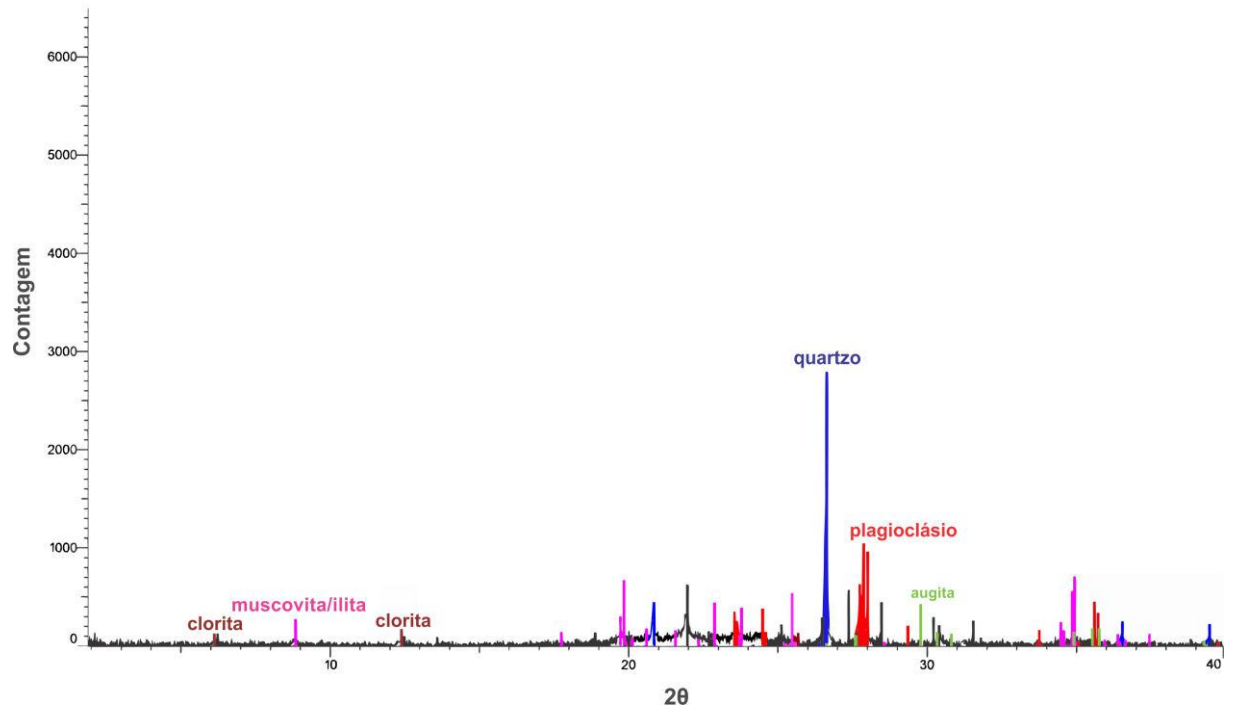
B2H7W



B9H1W



B11F1W**B11F4W**

B12F3W

Apêndice B – Tabela de cálculos de distribuição dos óxidos feitas a partir de porcentagens de peso molecular obtidos por análises ICP-AES em rocha total feitas com as amostras da Unidade I. Esses cálculos foram utilizados para comparação entre a composição mineralógica encontrada pelo refinamento do Rietveld e os dados litogeoquímicos.

AMOSTRA	SiO2	TiO2	Al2O3	Fe2O3	MnO	MgO	CaO	Na2O	K2O	P2O5	Soma
B1H1W	69,5	0,7	14,8	5,5	0,1	1,7	2,3	2,7	2,0	0,1	99,4
B1H2W	68,9	0,7	15,9	5,5	0,1	2,1	1,5	1,9	2,8	0,1	99,4
B2H5W 139-142 cm	71,1	0,5	14,2	4,5	0,1	1,3	2,3	3,3	2,1	0,0	99,4
B2H6W 11-14 cm	70,7	0,5	14,6	4,8	0,1	1,6	2,2	2,9	2,0	0,0	99,3
B2H6W 45-48 cm	68,4	0,7	15,4	6,1	0,1	2,0	2,1	2,3	2,4	0,1	99,5
B2H6W 113-116 cm	69,1	0,7	15,2	5,6	0,1	1,9	2,0	2,2	2,5	0,1	99,5
B2H7W	66,7	0,8	15,7	6,5	0,1	2,2	3,0	2,2	2,1	0,1	99,4
B2H8W	70,4	0,6	14,7	4,7	0,1	1,7	1,8	2,3	2,8	0,0	99,2
B5H2W	68,0	0,7	16,3	5,7	0,1	2,0	1,5	2,1	3,0	0,0	99,4
B6H1W	67,0	0,6	14,5	6,5	0,1	1,9	4,4	2,9	1,5	0,0	99,5
B8H6W	68,4	0,7	15,5	5,7	0,1	1,7	2,2	2,7	2,3	0,1	99,3
B9H1W	68,7	0,7	15,9	5,7	0,1	2,1	1,3	2,0	2,9	0,0	99,3
B11F1W	70,1	0,6	14,6	5,2	0,1	1,6	2,0	3,0	2,2	0,1	99,5
B11F4W	66,4	0,8	17,1	6,3	0,1	2,5	1,6	1,8	3,0	0,0	99,5
B12F3W	73,4	0,4	13,0	3,4	0,1	0,8	1,9	4,1	1,9	0,0	99,1

CÁLCULOS											
INTERGLACIAL	B1H1W	Óxidos									
Fase mineral	Wt% Rietveld	SiO2	TiO2	Al2O3	Fe2O3	MnO	MgO	CaO	Na2O	K2O	P2O5
Quartzo	27,5	27,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Montmorillonita	0,4	0,2	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Ilita	2,4	1,3	0,0	0,4	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,2	0,0
Chamosita	3,0	0,8	0,0	0,5	1,1	0,0	0,3	0,0	0,0	0,0	0,0
Caulinita	0,2	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Anortita	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Augita	4,8	2,3	0,2	0,4	0,3	0,0	0,7	1,0	0,1	0,0	0,0
Bytownita	28,1	13,5	0,0	9,4	0,0	0,0	0,0	4,6	0,6	0,0	0,0
Cristobalita	4,8	4,8	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Muscovita	27,8	11,5	0,0	10,7	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	3,3	0,0
Hornblenda	1,1	0,5	0,0	0,1	0,0	0,0	0,2	0,1	0,0	0,0	0,0
Soma:	100,0	62,5	0,2	21,6	1,5	0,0	1,3	5,7	0,7	3,5	0,0
Análise química:	99,4	69,5	0,7	14,8	5,5	0,1	1,7	2,3	2,7	2,0	0,1

INTERGLACIAL	B2H5W 139-142 cm	Óxidos									
Fase mineral	Wt% Rietveld	SiO2	TiO2	Al2O3	Fe2O3	MnO	MgO	CaO	Na2O	K2O	P2O5
Quartzo	23,0	23,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Montmorillonita	0,6	0,2	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Ilita	3,1	1,7	0,0	0,5	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,2	0,0
Chamosita	1,6	0,4	0,0	0,2	0,6	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0
Caulinita	7,9	3,7	0,0	3,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Anortita	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Augita	5,3	2,6	0,2	0,5	0,3	0,0	0,8	1,1	0,1	0,0	0,0
Bytownita	36,4	17,5	0,0	12,1	0,0	0,0	0,0	5,9	0,8	0,0	0,0
Cristobalita	3,2	3,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Muscovita	19,0	7,8	0,0	7,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	2,2	0,0
Soma:	100,0	60,1	0,2	23,9	1,0	0,0	1,1	7,1	0,9	2,5	0,0
Análise química:	99,4	71,1	0,5	14,2	4,5	0,1	1,3	2,3	3,3	2,1	0,0

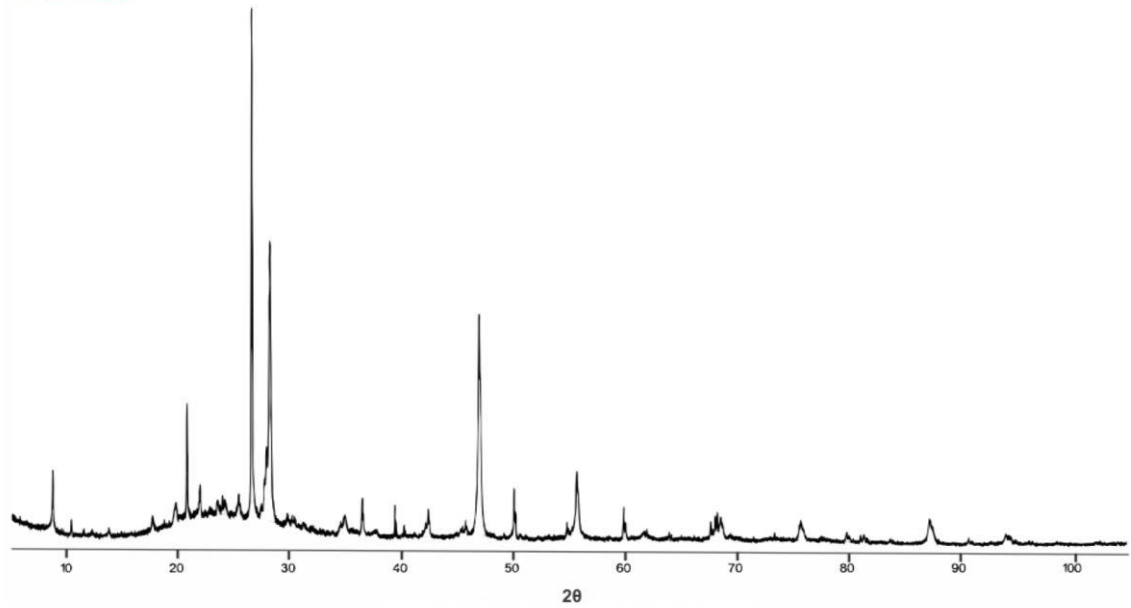
INTERGLACIAL	B2H6W 11-14 cm	Óxidos									
Fase mineral	Wt% Rietveld	SiO2	TiO2	Al2O3	Fe2O3	MnO	MgO	CaO	Na2O	K2O	P2O5
Quartzo	26,4	26,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Montmorillonita	0,6	0,3	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Ilita	0,8	0,4	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0
Chamosita	3,6	1,0	0,0	0,5	1,4	0,0	0,3	0,0	0,0	0,0	0,0
Caulinita	0,3	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Anortita	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Augita	4,1	2,0	0,1	0,4	0,2	0,0	0,6	0,9	0,1	0,0	0,0
Bytownita	33,7	16,2	0,0	11,3	0,0	0,0	0,0	5,5	0,8	0,0	0,0
Cristobalita	3,9	3,9	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Muscovita	25,1	10,4	0,0	9,6	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	3,0	0,0
Hornblenda	1,6	0,8	0,0	0,2	0,0	0,0	0,3	0,2	0,0	0,0	0,0
Soma:	100,0	61,4	0,1	22,3	1,7	0,0	1,3	6,6	0,8	3,0	0,0
Análise química:	99,3	70,7	0,5	14,6	4,8	0,1	1,6	2,2	2,9	2,0	0,0

GLACIAL		B2H6W 45-48 cm		Óxidos							
Fase mineral	Wt% Rietveld	SiO2	TiO2	Al2O3	Fe2O3	MnO	MgO	CaO	Na2O	K2O	P2O5
Quartzo	29,1	29,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Montmorillonita	0,6	0,3	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Ilita	6,5	3,5	0,0	1,1	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,5	0,0
Chamosita	0,6	0,2	0,0	0,1	0,2	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0
Caulinita	6,1	2,9	0,0	2,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Anortita	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Augita	3,8	1,8	0,1	0,3	0,2	0,0	0,6	0,8	0,0	0,0	0,0
Bytownita	29,3	14,1	0,0	9,8	0,0	0,0	0,0	4,8	0,7	0,0	0,0
Cristobalita	3,0	3,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Muscovita	20,0	8,2	0,0	7,7	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	2,4	0,0
Hornblenda	1,0	0,5	0,0	0,1	0,0	0,0	0,2	0,1	0,0	0,0	0,0
Soma:	100,0	63,6	0,1	21,6	0,6	0,0	1,0	5,7	0,7	2,8	0,0
Análise química:	99,5	68,4	0,7	15,4	6,1	0,1	2,0	2,1	2,3	2,4	0,1
GLACIAL		B2H6W 113-116 cm		Óxidos							
Fase mineral	Wt% Rietveld	SiO2	TiO2	Al2O3	Fe2O3	MnO	MgO	CaO	Na2O	K2O	P2O5
Quartzo	29,8	29,8	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Montmorillonita	0,8	0,3	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Ilita	3,1	1,7	0,0	0,5	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,2	0,0
Chamosita	0,2	0,1	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Caulinita	7,5	3,5	0,0	2,9	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Anortita	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Augita	2,6	1,3	0,1	0,2	0,2	0,0	0,4	0,6	0,0	0,0	0,0
Bytownita	29,2	14,1	0,0	9,8	0,0	0,0	0,0	4,8	0,7	0,0	0,0
Cristobalita	2,8	2,8	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Muscovita	22,9	9,4	0,0	8,8	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	2,7	0,0
Hornblenda	1,1	0,5	0,0	0,1	0,0	0,0	0,2	0,1	0,0	0,0	0,0
Soma:	100,0	63,5	0,1	22,5	0,3	0,0	0,7	5,5	0,7	2,9	0,0
Análise química:	99,5	69,1	0,7	15,2	5,6	0,1	1,9	2,0	2,2	2,5	0,1
GLACIAL		B2H7W		Óxidos							
Fase mineral	Wt% Rietveld	SiO2	TiO2	Al2O3	Fe2O3	MnO	MgO	CaO	Na2O	K2O	P2O5
Quartzo	28,6	28,6	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Montmorillonita	0,7	0,3	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Ilita	1,2	0,6	0,0	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0
Chamosita	1,3	0,3	0,0	0,2	0,5	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0
Caulinita	0,5	0,2	0,0	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Anortita	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Augita	5,1	2,5	0,2	0,4	0,3	0,0	0,8	1,1	0,1	0,0	0,0
Bytownita	35,4	17,0	0,0	11,8	0,0	0,0	0,0	5,8	0,8	0,0	0,0
Cristobalita	2,3	2,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Muscovita	23,6	9,7	0,0	9,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	2,8	0,0
Hornblenda	1,5	0,8	0,0	0,2	0,0	0,0	0,3	0,2	0,0	0,0	0,0
Soma:	100,0	62,3	0,2	22,2	0,9	0,0	1,2	7,1	0,9	2,9	0,0
Análise química:	99,4	66,7	0,8	15,7	6,5	0,1	2,2	3,0	2,2	2,1	0,1
GLACIAL		B2H8W		Óxidos							
Fase mineral	Wt% Rietveld	SiO2	TiO2	Al2O3	Fe2O3	MnO	MgO	CaO	Na2O	K2O	P2O5
Quartzo	27,3	27,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Montmorillonita	0,7	0,3	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Ilita	5,0	2,7	0,0	0,8	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,4	0,0
Chamosita	0,6	0,2	0,0	0,1	0,2	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0
Caulinita	7,1	3,3	0,0	2,8	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Anortita	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Augita	0,5	0,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0
Bytownita	27,5	13,2	0,0	9,2	0,0	0,0	0,0	4,5	0,6	0,0	0,0
Cristobalita	2,6	2,6	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Muscovita	26,0	10,7	0,0	10,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	3,1	0,0
Hornblenda	2,8	1,4	0,0	0,3	0,1	0,0	0,6	0,4	0,0	0,0	0,0
Soma:	100,0	61,9	0,0	23,3	0,4	0,0	0,8	5,0	0,6	3,4	0,0
Análise química:	99,2	70,4	0,6	14,7	4,7	0,1	1,7	1,8	2,3	2,8	0,0
INTERGLACIAL		B8H6W		Óxidos							
Fase mineral	Wt% Rietveld	SiO2	TiO2	Al2O3	Fe2O3	MnO	MgO	CaO	Na2O	K2O	P2O5
Quartzo	26,1	26,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Montmorillonita	0,7	0,3	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Ilita	6,9	3,7	0,0	1,2	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,5	0,0
Chamosita	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Caulinita	7,8	3,6	0,0	3,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Anortita	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Augita	1,7	0,8	0,1	0,1	0,1	0,0	0,3	0,4	0,0	0,0	0,0
Bytownita	32,5	15,6	0,0	10,8	0,0	0,0	0,0	5,3	0,7	0,0	0,0
Cristobalita	3,1	3,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Muscovita	19,8	8,1	0,0	7,6	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	2,3	0,0
Hornblenda	1,3	0,7	0,0	0,1	0,0	0,0	0,3	0,2	0,0	0,0	0,0
Soma:	100,0	62,2	0,1	23,1	0,3	0,0	0,7	5,8	0,8	2,8	0,0
Análise química:	99,3	68,4	0,7	15,5	5,7	0,1	1,7	2,2	2,7	2,3	0,1
GLACIAL		B9H1W		Óxidos							
Fase mineral	Wt% Rietveld	SiO2	TiO2	Al2O3	Fe2O3	MnO	MgO	CaO	Na2O	K2O	P2O5
Quartzo	31,7	31,7	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Montmorillonita	0,6	0,3	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Ilita	7,1	3,8	0,0	1,2	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,5	0,0
Chamosita	1,0	0,3	0,0	0,1	0,4	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0
Caulinita	5,3	2,4	0,0	2,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Anortita	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Augita	1,1	0,5	0,0	0,1	0,1	0,0	0,2	0,2	0,0	0,0	0,0
Bytownita	23,8	11,5	0,0	8,0	0,0	0,0	0,0	3,9	0,5	0,0	0,0
Cristobalita	1,6	1,6	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Muscovita	26,1	10,8	0,0	10,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	3,1	0,0
Hornblenda	1,7	0,9	0,0	0,2	0,0	0,0	0,3	0,2	0,0	0,0	0,0
Soma:	100,0	63,8	0,0	21,8	0,6	0,0	0,8	4,4	0,6	3,6	0,0
Análise química:	99,3	68,7	0,7	15,9	5,7	0,1	2,1	1,3	2,0	2,9	0,0

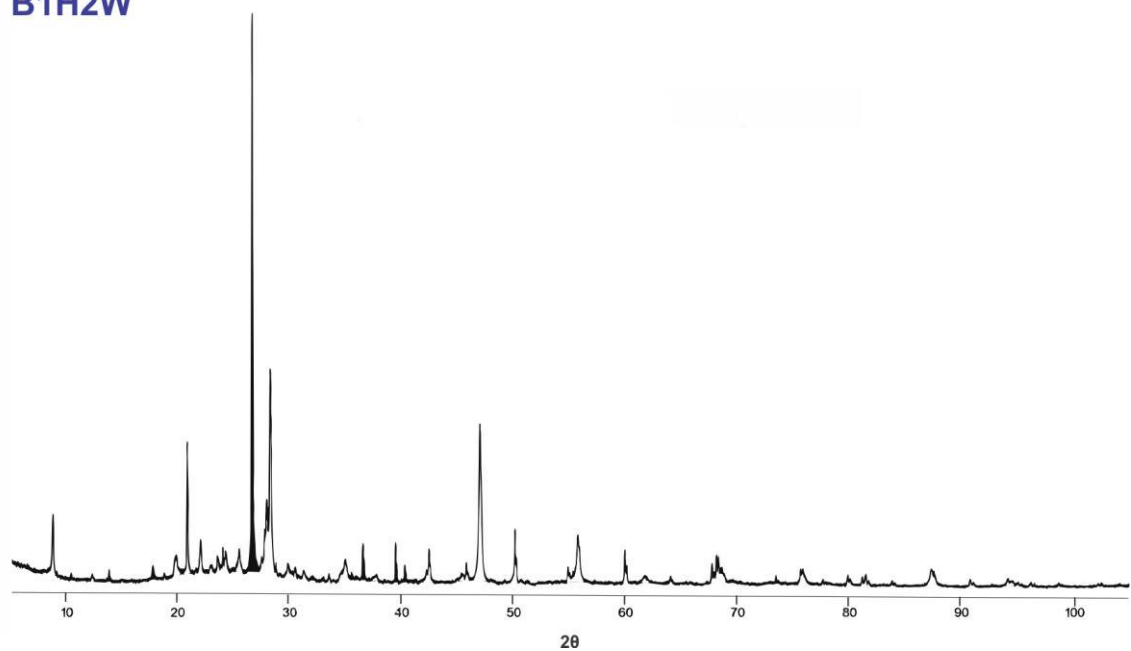
INTERGLACIAL		B11F1W		Óxidos							
Fase mineral	Wt% Rietveld	SiO2	TiO2	Al2O3	Fe2O3	MnO	MgO	CaO	Na2O	K2O	P2O5
Quartzo	25,5	25,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Montmorillonita	0,6	0,2	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
ilita	6,0	3,3	0,0	1,0	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,4	0,0
Chamosita	0,2	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Caulinita	10,2	4,7	0,0	4,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Anortita	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Augita	1,3	0,6	0,0	0,1	0,1	0,0	0,2	0,3	0,0	0,0	0,0
Bytownita	26,3	12,7	0,0	8,8	0,0	0,0	0,0	4,3	0,6	0,0	0,0
Cristobalita	2,5	2,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Muscovita	26,3	10,8	0,0	10,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	3,1	0,0
Hornblenda	1,1	0,6	0,0	0,1	0,0	0,0	0,2	0,1	0,0	0,0	0,0
Soma:	100,0	61,0	0,0	24,3	0,3	0,0	0,6	4,7	0,6	3,5	0,0
Análise química:	99,5	70,1	0,6	14,6	5,2	0,1	1,6	2,0	3,0	2,2	0,1
GLACIAL		B11F4W		Óxidos							
Fase mineral	Wt% Rietveld	SiO2	TiO2	Al2O3	Fe2O3	MnO	MgO	CaO	Na2O	K2O	P2O5
Quartzo	32,5	32,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Montmorillonita	0,8	0,4	0,0	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
ilita	5,4	2,9	0,0	0,9	0,1	0,0	0,2	0,0	0,0	0,4	0,0
Chamosita	0,8	0,2	0,0	0,1	0,3	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0
Caulinita	0,4	0,2	0,0	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Anortita	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Augita	1,7	0,8	0,1	0,1	0,1	0,0	0,3	0,4	0,0	0,0	0,0
Bytownita	27,8	13,4	0,0	9,3	0,0	0,0	0,0	4,5	0,6	0,0	0,0
Cristobalita	1,5	1,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Muscovita	27,4	11,3	0,0	10,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	3,2	0,0
Hornblenda	1,6	0,8	0,0	0,2	0,0	0,0	0,3	0,2	0,0	0,0	0,0
Soma:	100,0	64,0	0,1	21,5	0,5	0,0	0,8	5,1	0,7	3,6	0,0
Análise química:	99,5	66,4	0,8	17,1	6,3	0,1	2,5	1,6	1,8	3,0	0,0
INTERGLACIAL		B12F3W		Óxidos							
Fase mineral	Wt% Rietveld	SiO2	TiO2	Al2O3	Fe2O3	MnO	MgO	CaO	Na2O	K2O	P2O5
Quartzo	11,6	11,6	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Montmorillonita	0,6	0,3	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
ilita	10,9	5,9	0,0	1,9	0,2	0,0	0,3	0,0	0,0	0,8	0,0
Chamosita	0,2	0,1	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Caulinita	18,4	8,5	0,0	7,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Anortita	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Augita	1,3	0,6	0,0	0,1	0,1	0,0	0,2	0,3	0,0	0,0	0,0
Bytownita	21,6	10,4	0,0	7,2	0,0	0,0	0,0	3,5	0,5	0,0	0,0
Cristobalita	14,1	14,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Muscovita	17,9	7,4	0,0	6,9	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	2,1	0,0
Hornblenda	3,5	1,8	0,0	0,4	0,1	0,0	0,7	0,5	0,0	0,0	0,0
Soma:	100,0	60,6	0,0	23,8	0,4	0,0	1,2	4,3	0,5	2,9	0,0
Análise química:	99,1	73,4	0,4	13,0	3,4	0,1	0,8	1,9	4,1	1,9	0,0

Apêndice C – Difractogramas sem extração de *background* obtidos para a quantificação de vidro vulcânico de amostras adicionais não descritas na parte da subseção 4.1.1.1. Amostras identificadas em vermelho correspondem a períodos interglaciais e as em azul a períodos glaciais.

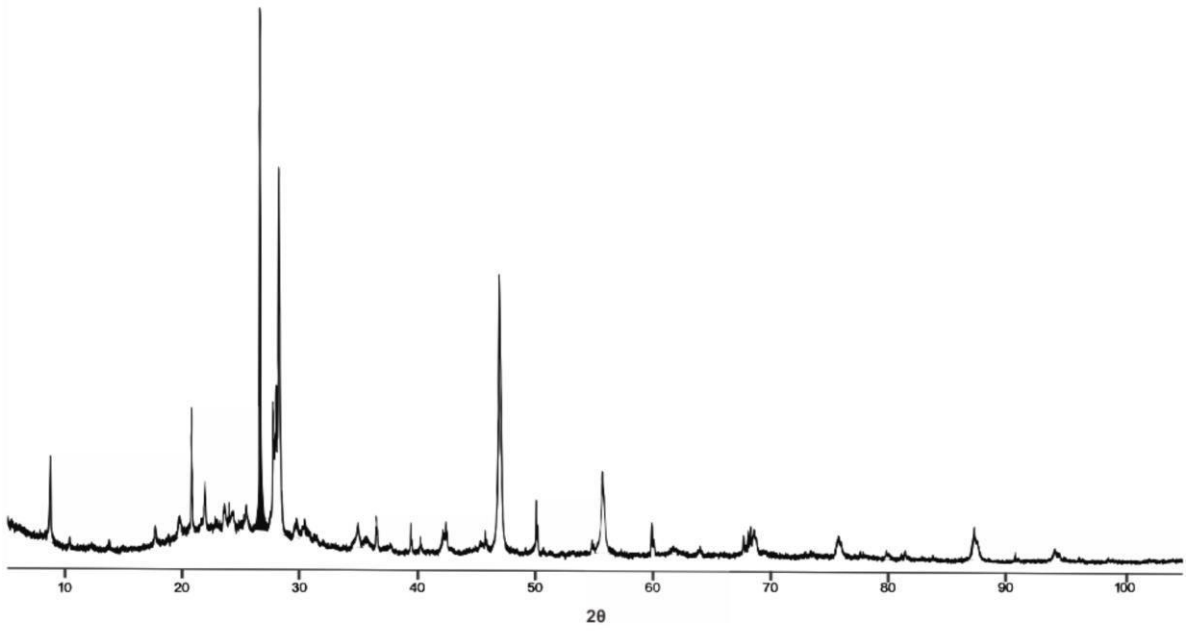
B1H1W



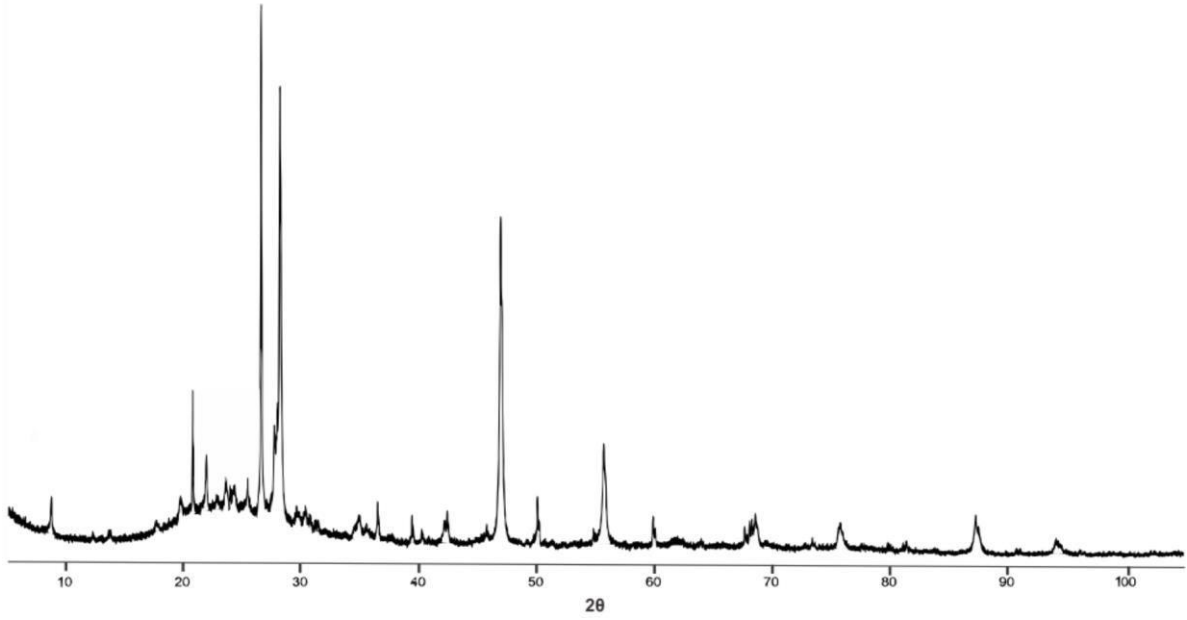
B1H2W

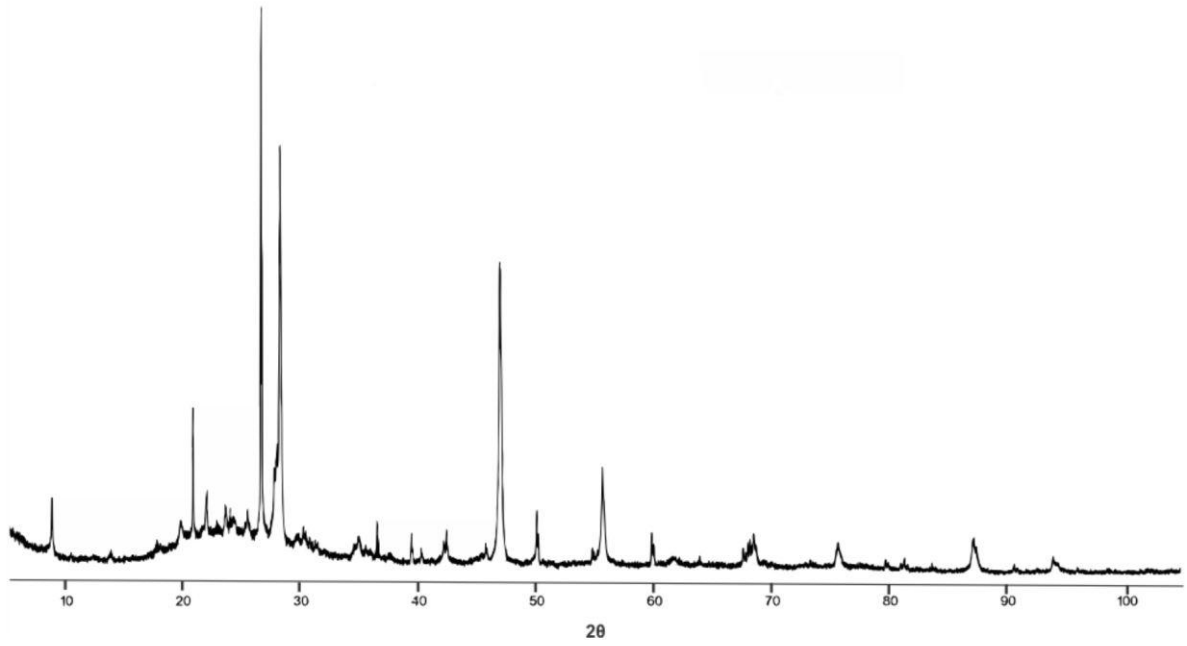
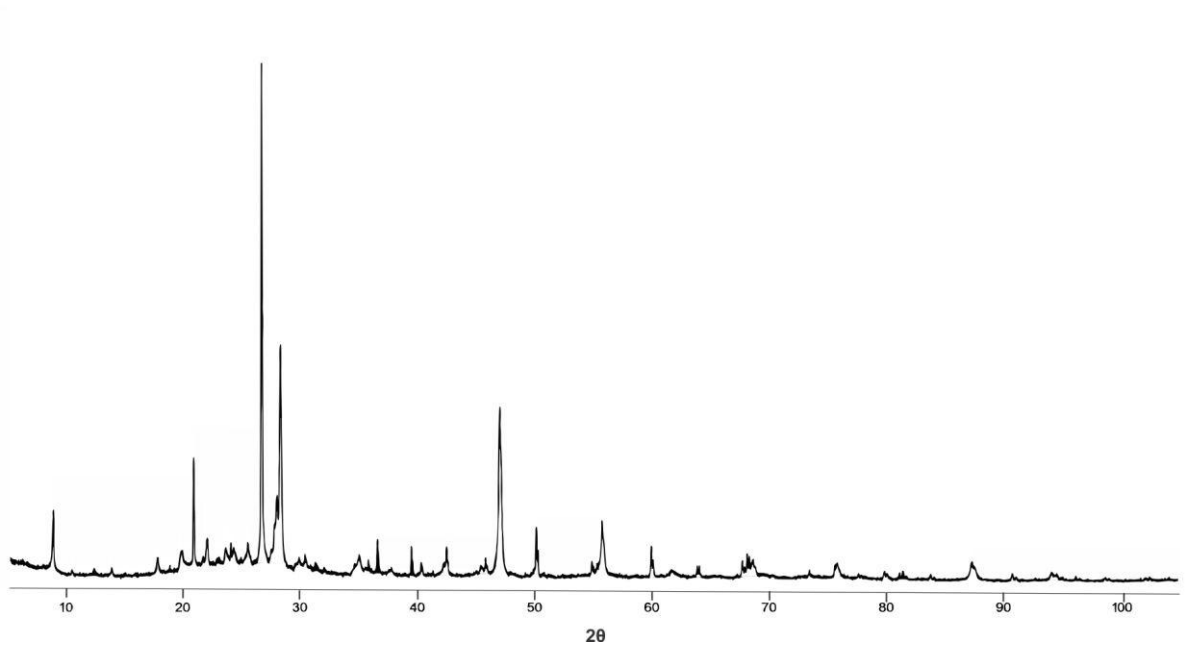


B2H5W 123-126 cm

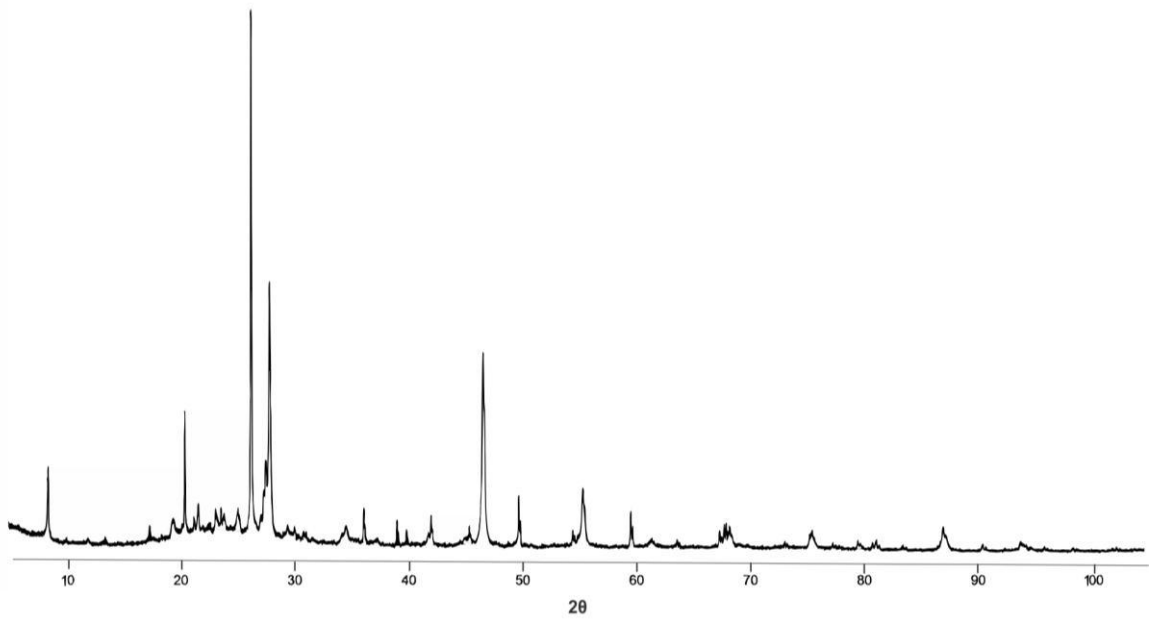


B2H5W 139-142 cm

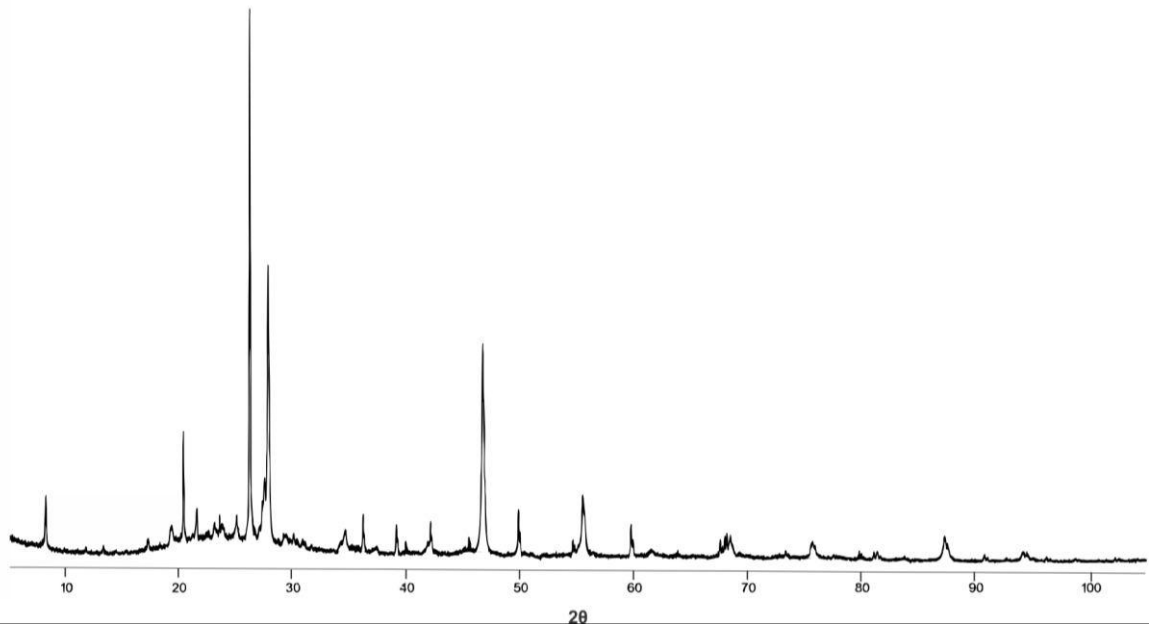


B2H6W 11-14 cm**B2H6W 45-48 cm**

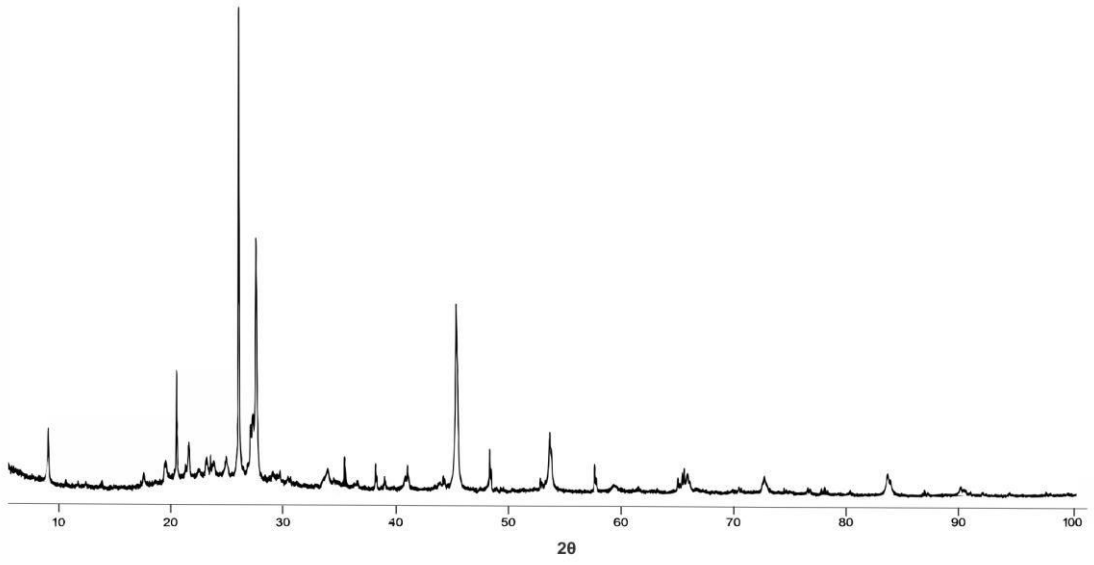
B2H6W 113-116 cm



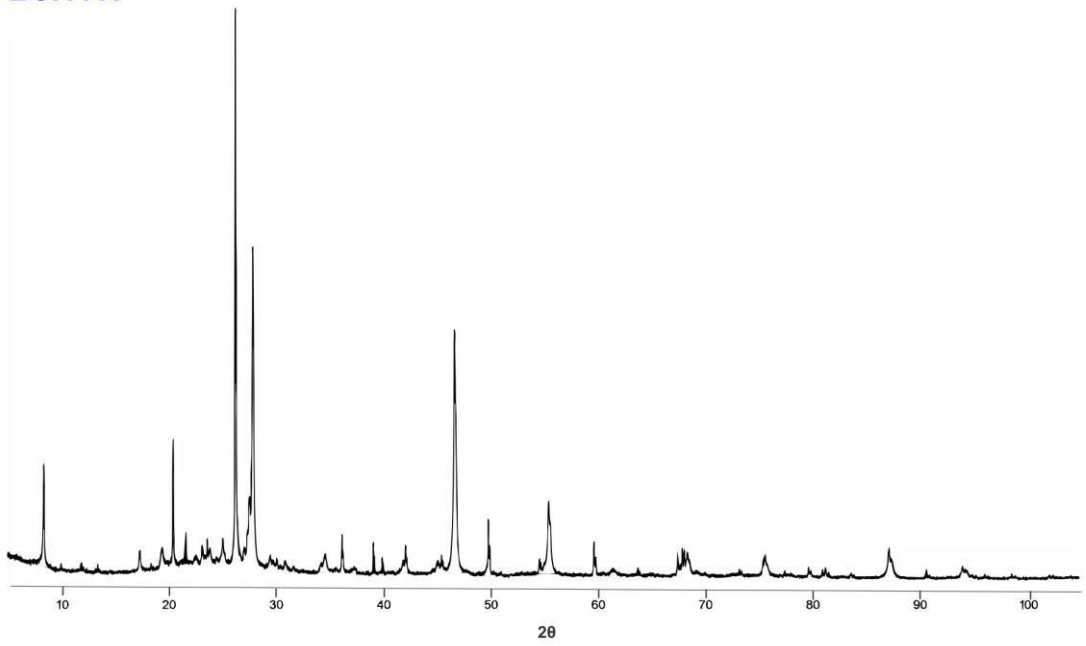
B2H7W



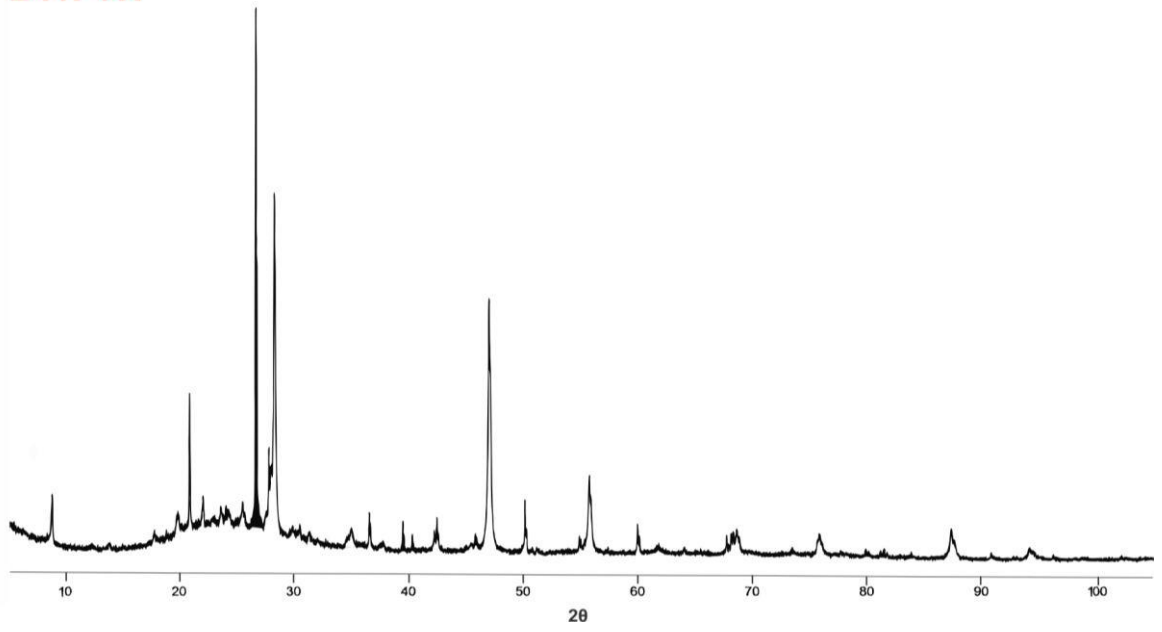
B8H6W



B9H1W

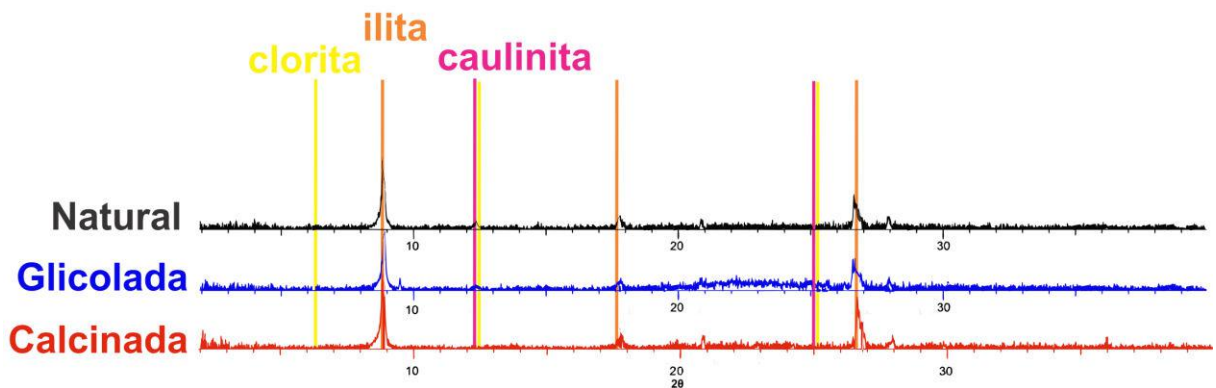


B11F1W

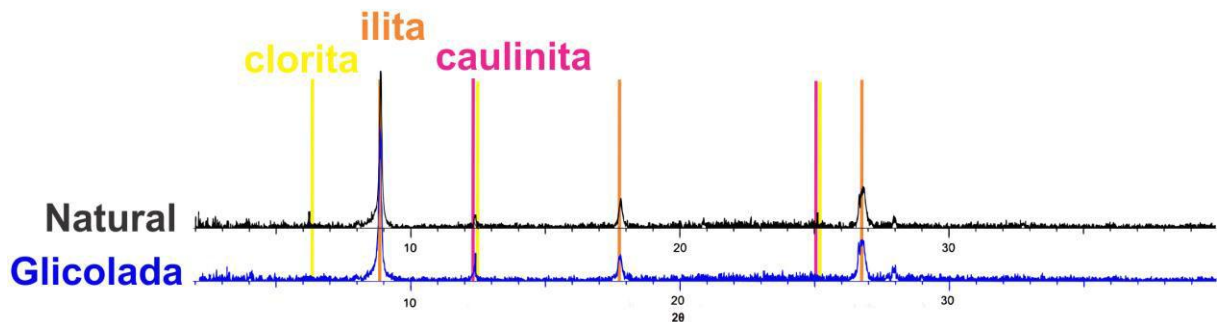


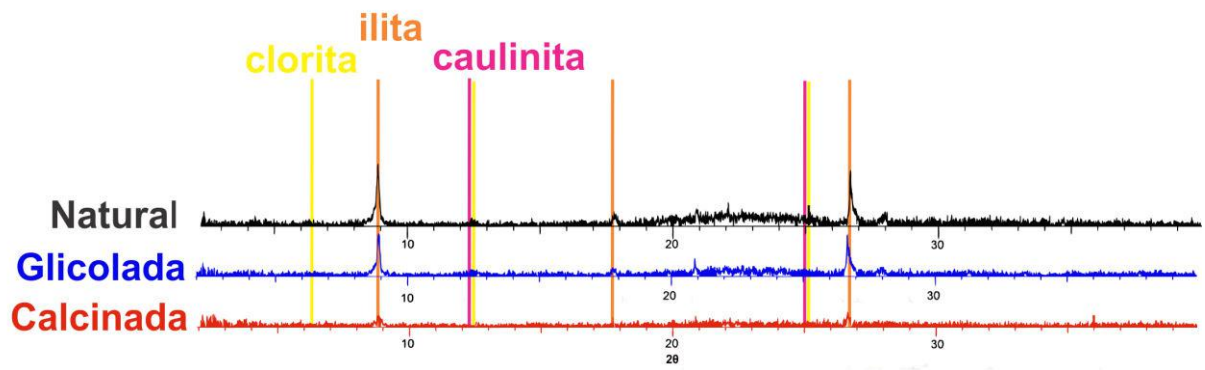
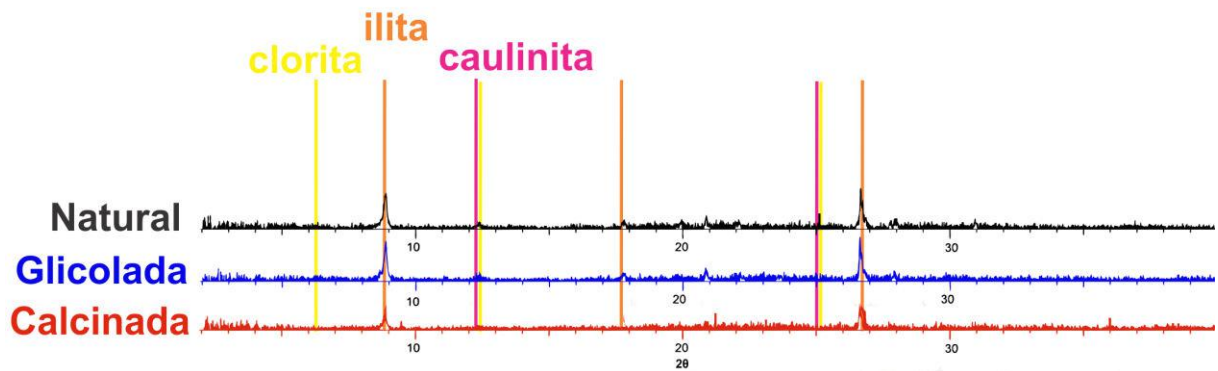
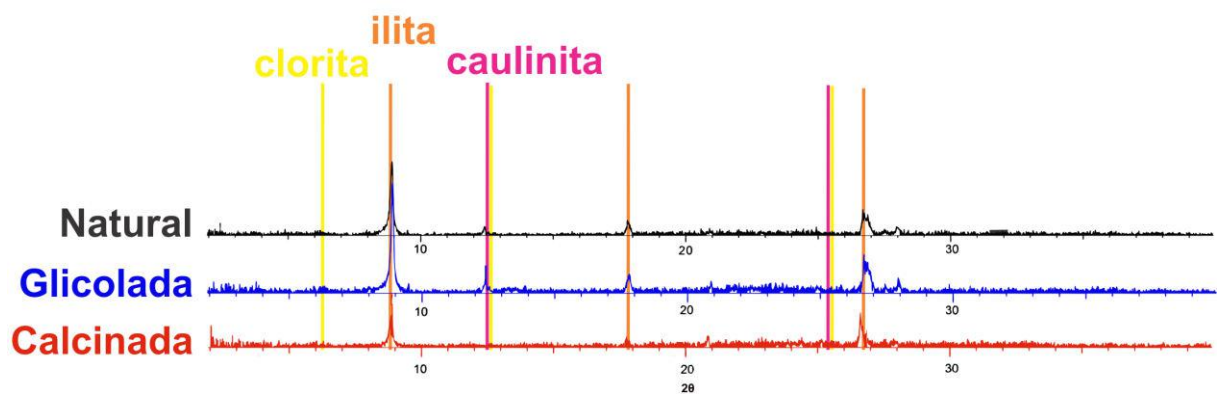
Apêndice D – Difratoformas de análises orientadas (formas natural, glicolada e calcinada) interpretados de amostras adicionais não descritas na seção 4.2. As interpretações foram feitas após extração do *background*. Amostras identificadas em vermelho correspondem a períodos interglaciais e as em azul a períodos glaciais. Não foram feitas lâminas para calcinação das amostras B2H5W 123-126 cm, B2H6W 113-116 cm, B5H2W e B11F4W por conta de massa insuficiente de amostra para confecção.

B1H1W

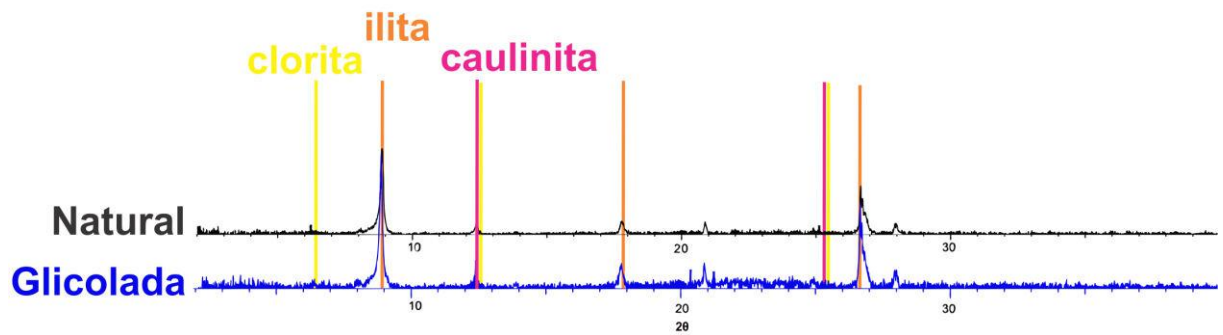


B2H5W 123-126 cm

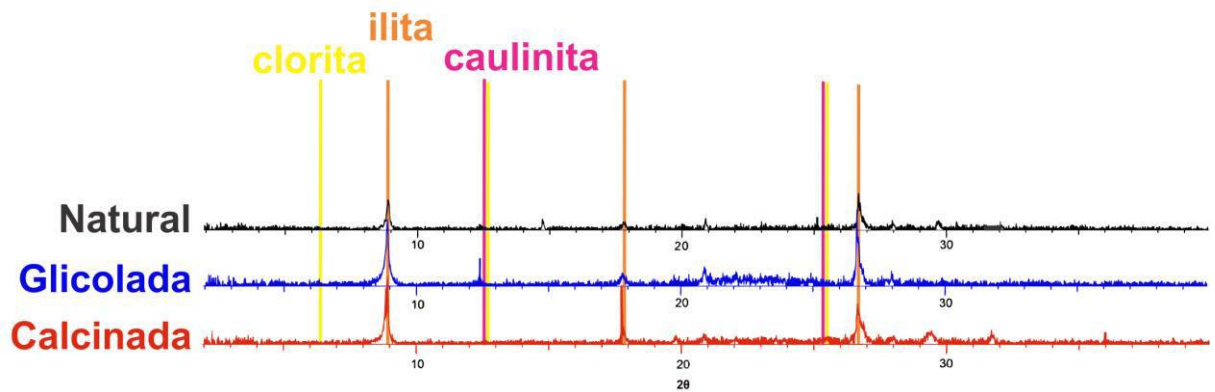


B2H5W 139-142 cm**B2H6W 11-14 cm****B2H6W 45-48 cm**

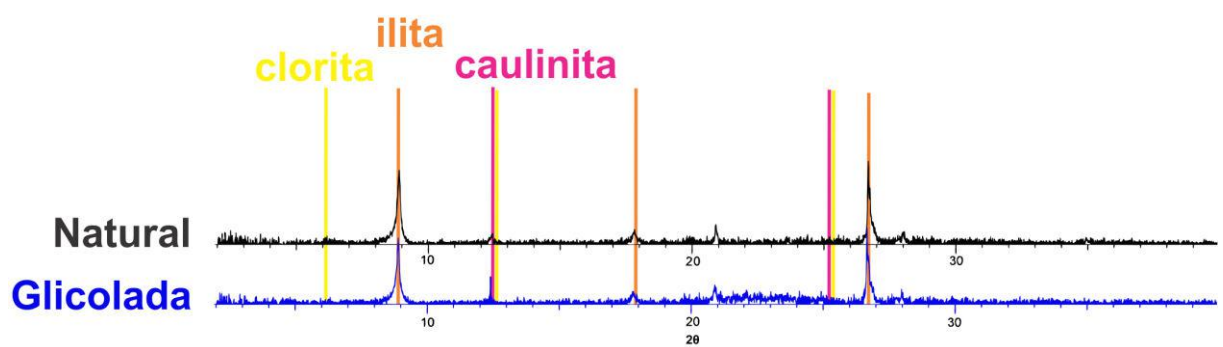
B2H6W 113-116 cm

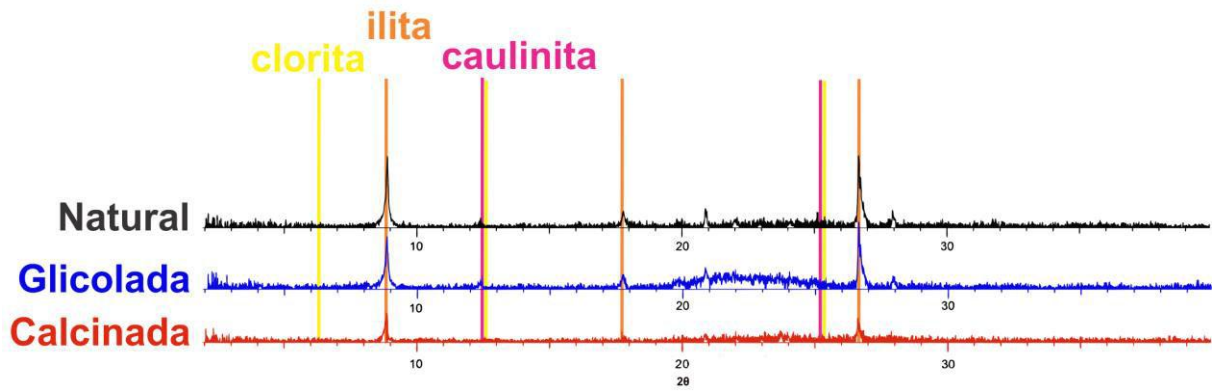
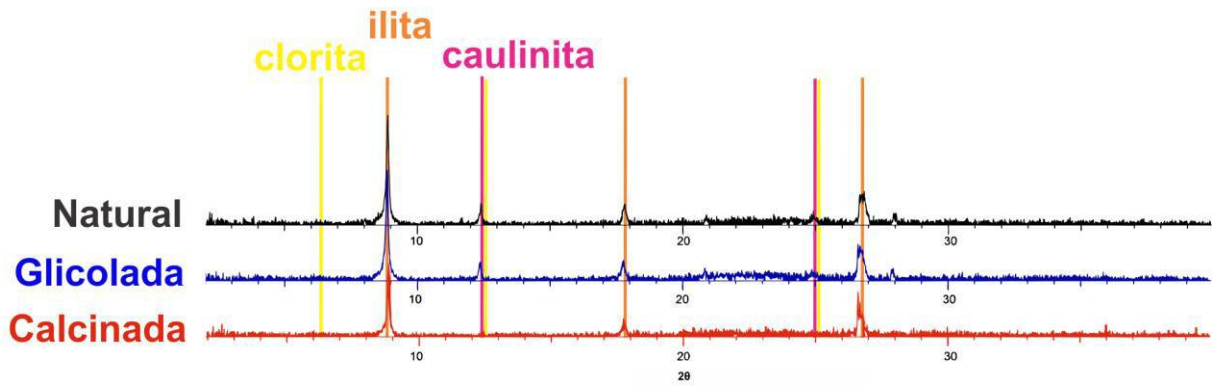
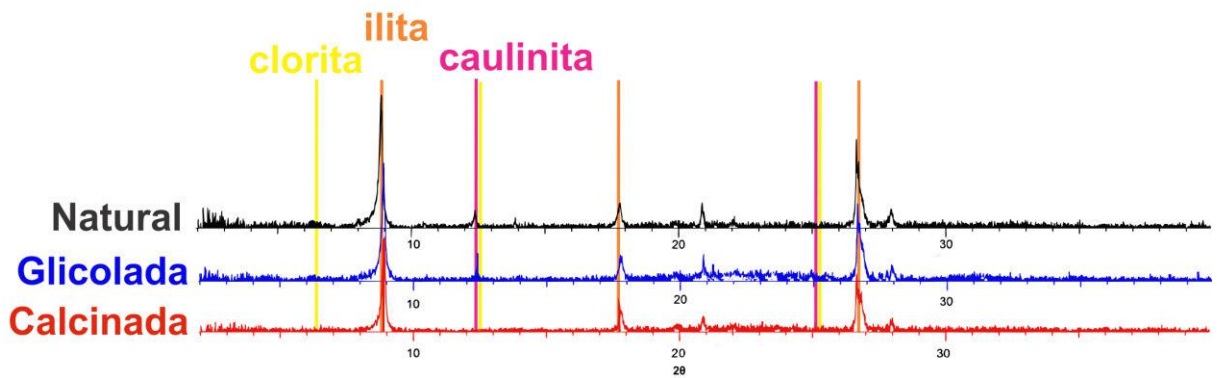


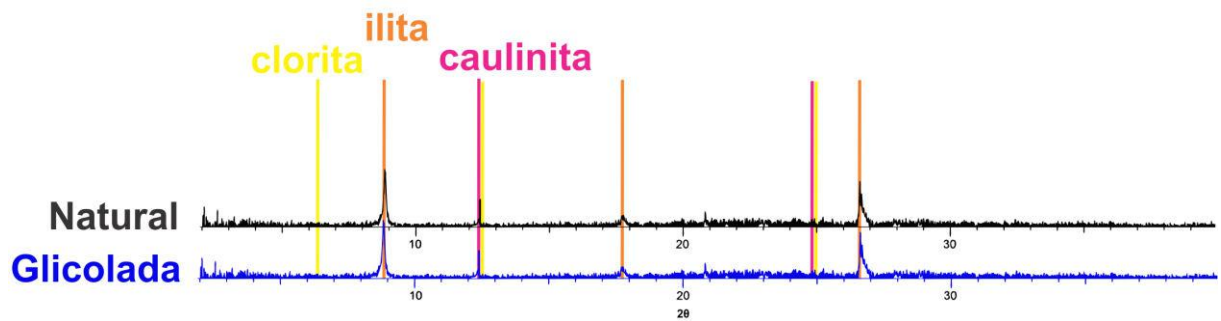
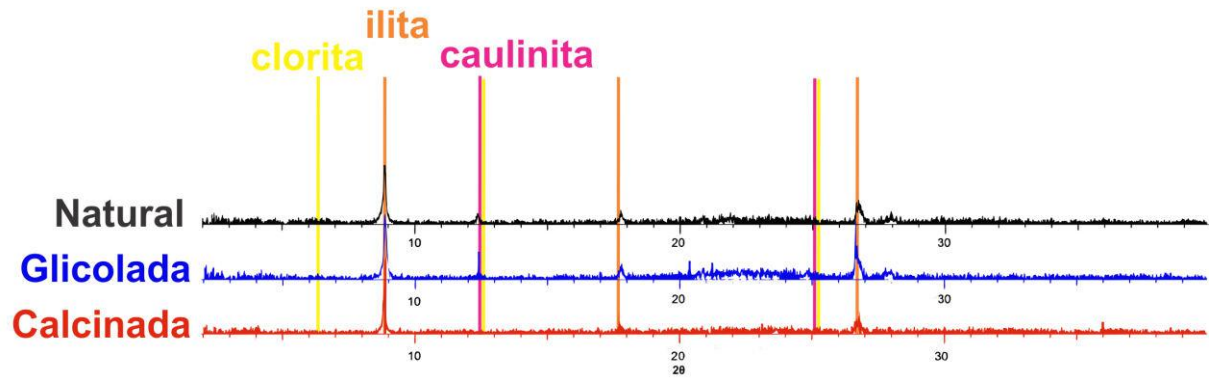
B2H7W



B5H2W



B6H1W**B9H1W****B11F1W**

B11F4W**B12F3W**

Apêndice E – Tabela de cálculos para análise semiquantitativa de 15 amostras pelo método de Biscaye (1965). As áreas basais dos picos foram medidas através do *software* DIFFRAC.SUITE TOPAS e posteriormente multiplicadas pelos fatores de ponderação de Biscaye.

B1H1W		
	ÁREA	ÁREA * FATORES DE BISCAYE
Esmectita (17Å)	0	0
Illita (10Å)	0,9497	3,7988
Caulinita + Clorita (7Å)	0,00657	0,01314
Caulinita (3.56Å)	0,03054	87,57491469
Clorita (3.54Å)	0,004333	12,42508531
3.56Å + 3.54Å	0,034873	100%
B1H2W		
	ÁREA	ÁREA * FATORES DE BISCAYE
Esmectita (17Å)	0	0
Illita (10Å)	0,9528	3,8112
Caulinita + Clorita (7Å)	0	0
Caulinita (3.56Å)	0	0
Clorita (3.54Å)	0	0
3.56Å + 3.54Å	0	0%
B2H5W 123-126 cm		
	ÁREA	ÁREA * FATORES DE BISCAYE
Esmectita (17Å)	0	0
Illita (10Å)	1,949	7,796
Caulinita + Clorita (7Å)	0,2042	0,4084
Caulinita (3.56Å)	0,005337	59,06374502
Clorita (3.54Å)	0,003699	40,93625498
3.56Å + 3.54Å	0,009036	100%
B2H5W 139-142 cm		
	ÁREA	ÁREA * FATORES DE BISCAYE
Esmectita (17Å)	0	0
Illita (10Å)	0,7515	3,006
Caulinita + Clorita (7Å)	0,04722	0,09444
Caulinita (3.56Å)	0,00363	64,38453352
Clorita (3.54Å)	0,002008	35,61546648
3.56Å + 3.54Å	0,005638	100%
B2H6W 11-14 cm		
	ÁREA	ÁREA * FATORES DE BISCAYE
Esmectita (17Å)	0	0
Illita (10Å)	0,553	2,212
Caulinita + Clorita (7Å)	0,06676	0,13352
Caulinita (3.56Å)	0,0004756	100
Clorita (3.54Å)	0	0
3.56Å + 3.54Å	0,0004756	100%

B2H6W 45-48 cm

	ÁREA	ÁREA * FATORES DE BISCAYE
Esmectita (17Å)	0	0
Illita (10Å)	1,962	7,848
Caulinita + Clorita (7Å)	0,1502	0,3004
Caulinita (3.56Å)	0,004862	100
Clorita (3.54Å)	0	0
3.56Å + 3.54Å	0,004862	100%

B2H6W 113-116 cm

	ÁREA	ÁREA * FATORES DE BISCAYE
Esmectita (17Å)	0	0
Illita (10Å)	2,447	9,788
Caulinita + Clorita (7Å)	0,1918	0,3836
Caulinita (3.56Å)	0,0204	51,06382979
Clorita (3.54Å)	0,01955	48,93617021
3.56Å + 3.54Å	0,03995	100%

B2H7W

	ÁREA	ÁREA * FATORES DE BISCAYE
Esmectita (17Å)	0	0
Illita (10Å)	0,4159	1,6636
Caulinita + Clorita (7Å)	0,05806	0,11612
Caulinita (3.56Å)	0,003699	15,48411403
Clorita (3.54Å)	0,02019	84,51588597
3.56Å + 3.54Å	0,023889	100%

B5H2W

	ÁREA	ÁREA * FATORES DE BISCAYE
Esmectita (17Å)	0	0
Illita (10Å)	1,342	5,368
Caulinita + Clorita (7Å)	0,0765	0,153
Caulinita (3.56Å)	0,005601	15,38271401
Clorita (3.54Å)	0,03081	84,61728599
3.56Å + 3.54Å	0,036411	100%

B6H1W

	ÁREA	ÁREA * FATORES DE BISCAYE
Esmectita (17Å)	0	0
Illita (10Å)	0,9497	3,7988
Caulinita + Clorita (7Å)	0,00657	0,01314
Caulinita (3.56Å)	0,03054	87,57491469
Clorita (3.54Å)	0,004333	12,42508531
3.56Å + 3.54Å	0,034873	100%

B8H6W

	ÁREA	ÁREA * FATORES DE BISCAYE
Esmectita (17Å)	0	0
Illita (10Å)	0,9528	3,8112

Caulinita + Clorita (7Å)	0	0
Caulinita (3.56Å)	0	0
Clorita (3.54Å)	0	0
3.56Å + 3.54Å	0	0%
B9H1W		
	ÁREA	ÁREA * FATORES DE BISCAYE
Esmectita (17Å)	0	0
Illita (10Å)	1,949	7,796
Caulinita + Clorita (7Å)	0,2042	0,4084
Caulinita (3.56Å)	0,005337	59,06374502
Clorita (3.54Å)	0,003699	40,93625498
3.56Å + 3.54Å	0,009036	100%
B11F1W		
	ÁREA	ÁREA * FATORES DE BISCAYE
Esmectita (17Å)	0	0
Illita (10Å)	2,638	10,552
Caulinita + Clorita (7Å)	0,1458	0,2916
Caulinita (3.56Å)	0,005601	22,26949227
Clorita (3.54Å)	0,01955	77,73050773
3.56Å + 3.54Å	0,025151	100%
B11F4W		
	ÁREA	ÁREA * FATORES DE BISCAYE
Esmectita (17Å)	0	0
Illita (10Å)	0,9194	3,6776
Caulinita + Clorita (7Å)	0,03912	0,07824
Caulinita (3.56Å)	0	0
Clorita (3.54Å)	0,004809	100
3.56Å + 3.54Å	0,004809	100%
B12F3W		
	ÁREA	ÁREA * FATORES DE BISCAYE
Esmectita (17Å)	0	0
Illita (10Å)	1,042	4,168
Caulinita + Clorita (7Å)	0,08624	0,17248
Caulinita (3.56Å)	0,01575	65,21199073
Clorita (3.54Å)	0,008402	34,78800927
3.56Å + 3.54Å	0,024152	100%