

CAPÍTULO III
METODOLOGIA APLICADA

III CAPÍTULO - METODOLOGIA APLICADA

A presente pesquisa, tendo como foco o meteorito Bendegó, visa aprofundar o conhecimento que se tem sobre essa massa de Fe-Ni de origem espacial, gerando novos dados que permitam melhor conhecer este material. Para isto se utilizou da metodologia descrita a seguir:

III.1 CONFECÇÃO DA BASE DE DADOS

III.1.1 Revisão Bibliográfica

Foram inventariados e avaliados trabalhos já publicados sobre o meteorito Bendegó, rochas impactadas por meteoritos, e sobre estudos petrológicos e geoquímicos em rochas vindas do espaço, em especial, meteoritos férreos do grupo IC. Esta etapa foi dificultada pela completa inexistência no Instituto de Geociências da UFBA de bibliografia relacionada à meteorítica. Para cumprir esta fase foi necessária a aquisição de livros e compêndios sobre o assunto, em sua maioria adquiridos no exterior.

Ainda nesta fase de inventário bibliográfico foram realizadas pesquisas no Arquivo Público do Estado da Bahia, no Cartório do Registro Civil do Município de Monte Santo e nos Arquivos do Museu Nacional do Rio de Janeiro. Estas pesquisas objetivaram obter documentos históricos relacionados com a descoberta, transporte e primeiras análises realizadas no Meteorito Bendegó.

III.1.2 Levantamento de Dados, Amostragem e Mapeamento

Foram realizadas três missões de campo ao local do achado do Meteorito Bendegó. Nos estudos pré-campo foram utilizadas as folhas cartográficas SC 24-Y-B-III-1 (Santa Rosa) e SC 24-Y-B-III-2 (Serra do Caxamangó), em escala 1:50.000, do projeto Rochas Básicas e Ultrabásicas de Euclides da Cunha (Inda et al. 1976).

Os trabalhos da primeira missão, realizada nos dias 01 a 03 de novembro de 2007, concentraram-se na área do achado do meteorito, tendo sido realizado um caminhamento concêntrico, tendo como ponto central o local do achado (Fig. III.1A) e abrangendo uma área com aproximadamente 150m de raio. Nessa região foram coletadas e georreferenciadas 22 amostras de rochas aflorantes, incluindo fragmentos de quartzo e anfibólios do

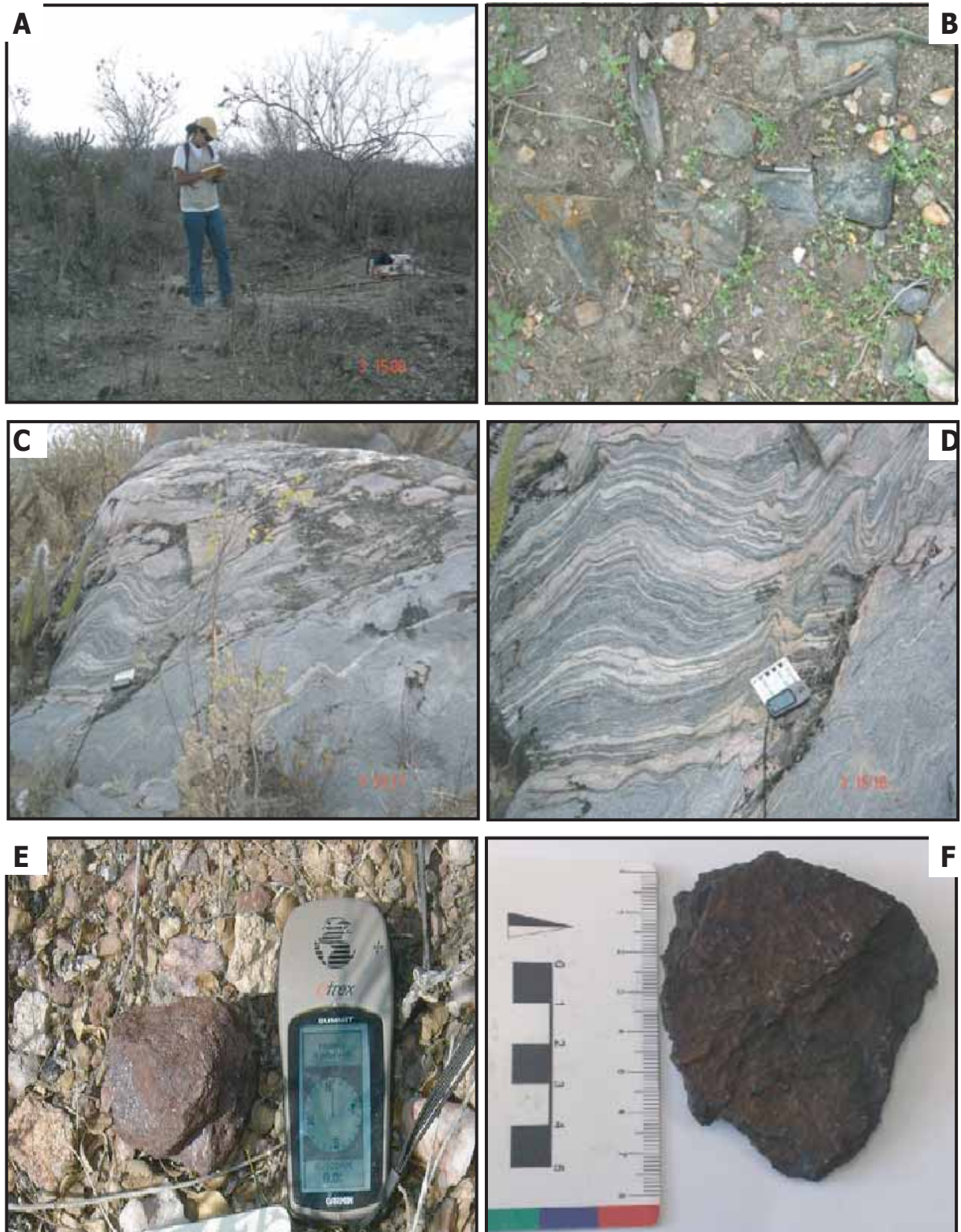


Figura III.1. Fotos do local do achado do meteorito Bendegó. (A) Visão geral do ponto zero do local do achado. (B) Detalhes do fundo da depressão existente. (C) Embasamento gnáissico migmatítico do Complexo Uauá, aflorante na margem esquerda do Riacho Bendegó, a 142 metros do local do achado. (D) Detalhe da textura do gnaisse-migmatítico. (E) Exemplo de rochas de cor escura-avermelhada, sem arestas, e com finos veios metálicos, encontradas no local do achado. (F) Fragmento de óxido de ferro, existente originalmente sob a massa do meteorito.

embasamento gnáissico-migmatítico do Complexo Uauá (Fig. III.1B), e fragmentos do óxido de ferro provenientes da camada existente originalmente sob o meteorito, conforme relatos de Cunha (1784) e Mornay (1816). Esse material oxidado é muito abundante na área do achado, tendo sido coletados cerca de 1.500 gramas de fragmentos de diversos tamanhos e espessuras. Para os trabalhos de georreferenciamento utilizou-se como base o mapa de local da queda do Meteorito Bendegó elaborado por pesquisadores do Observatório Astronômico Antares, da Universidade Estadual de Feira de Santana, em missão realizada em 2002, da qual o mestrando fez parte da equipe.

Após este primeiro campo de reconhecimento, foram realizados estudos laboratoriais utilizando imagens de satélites e mapas geológicos da região para detalhar a geologia de uma área delimitada por um raio de 10 km, tendo como ponto central o local do achado. O objetivo foi estabelecer a área para a realização de checagem dos trabalhos de mapeamento descritos na bibliografia (Inda et al., 1976, Rios 2002), georreferenciamento (coordenadas UTM por GPS) do local da queda, e coleta de amostras georreferenciadas do embasamento, a fim de identificar possíveis feições estruturais de impacto nas rochas da região do achado.

Este trabalho foi complementado por uma segunda missão de campo, realizada nos dias 12 a 14 de junho de 2008. Ao todo foram coletadas nesta etapa 8 (oito) amostras de rochas extraídas de afloramentos existentes às margens da estrada entre o povoado Desterro e do local do achado do meteorito (Fig. III.1 C, D). Nessa missão procurou-se também observar a geologia regional em busca de feições atípicas que pudessem estar relacionadas a possíveis efeitos de impacto produzidos pela queda de meteoritos.

Uma terceira e última missão de campo foi promovida nos dias 19 a 21 de abril de 2009 quando foram percorridos cerca de 50 km em estrada vicinal, no trecho Calumbi - Bendegó da Pedra - Calumbi, tendo como objetivo observar a geologia regional e possíveis sinais de alterações devidas ao impacto do meteorito em área geograficamente oposta à região coberta pela segunda missão. Em caminhamento aleatório em volta do local do achado foram coletadas amostras de rocha escura-avermelhada, com finos veios metálicos (Fig. III.1E) e um fragmento de óxido de ferro, a cerca de 30 metros de distância do local do achado. Este fragmento do óxido, pesando 112,17 gramas e medindo 80 x 69 x 10 mm, é o maior e mais pesado exemplar coletado pelo autor desde que iniciou suas visitas ao local do achado em 1990 (Fig. III.1F).

A Tabela III.1. lista as amostras coletadas em campo e utilizadas nesta dissertação, caracterizando-as e posicionando-as geograficamente e em função das análises nelas realizadas.

Tabela III.1.1. Relação dos amostras trabalhadas. (S) Sim, (N) Não.

Número Lab	Número campo	Número do Ponto	Local de Amostragem	Descrição da amostra / Litologia de campo	Latitude	Longitude	Amostra de mão			Fração Britada		Química			Observações
							Arquivo Macro	LD	LP	Arquivo	Pó An.quím	Maior	Menor	ETR	
3171	BD 2008/01	NS 16/07	Bendegó	Granito-gnaiss com schlierens máficos	464608	874124	S	S	N	S	S	ICP OES	ICP OES		
3172	BD 2008/02	NS 16/08	Bendegó	Granodiorito-gnaiss F-M com bandas sienograníticas	465585	8875774	S	S	N	S	S	ICP OES	ICP OES		
3173	BD 2008/03	NS 16/10	Bendegó	Metabasito com granito fino intercalado	471338	8881618	S	S	N	S	S	ICP OES	ICP OES		
3174	BD 2008/04	NS 16/11	Bendegó	Granito com veios máficos	471357	8881640	S	S	N	S	S	ICP OES	ICP OES		
3175	BD 2008/05	NS 16/11	Bendegó	Gabro foliado, rico em anfíbolio, bandado, com plegoclasio	471358	8881632	S	S	N	S	S	ICP OES	ICP OES		
3176	BD 2008/06	NS 16/11	Bendegó	Gabro (máfica), foliado, rico em anfíbolio	471369	8881626	S	S	N	S	S	ICP OES	ICP OES		
3177	BD 2008/07	NS 16/11	Bendegó	Tonalito	471369	8881626	N	N	N	N	N				
3178	BD 2008/08	NS 16/12	Bendegó	Gnaiss bandado com bandas graníticas cm-mm	471497	8881632	S	S	N	S	S	ICP OES	ICP OES		
3179	BD 2008/09	NS 16/13	Bendegó	Granodiorito com biotita, M-G, isotropico	470517	8883120	S	S	N	S	S	ICP OES	ICP OES		
3187	BD 2007/01	RX 01	Bendegó	máfica	471366	8881610	S	S	N	S	S	ICP OES	ICP OES		
3188	BD 2007/08	RX 08	Bendegó	Gnaiss avermelhado	471345	8881624	S	S	N	S	S	ICP OES	ICP OES		
3189	BD 2007/09	RX 09	Bendegó	quartzo leitoso	471340	8881627	S	S	N	S	S				
3190	BD 2007/13	RX 13	Bendegó	rocha com veios de metal	471329	8881654	S	S	S	S	S	ICP OES	ICP OES		Analise por INAA
3191	BD 2007/20	RX 20	Bendegó	rocha escura com quartzo	471380	8881633	S	S	N	S	S				
3192	BD 2007/21	RX 21	Bendegó	quartzo leitoso	471358	8881652	S	S	N	S	S				

III.1.3 Visitas Técnicas ao Museu Nacional - UFRJ

Além dos trabalhos em campo no local do achado, foram realizadas visitas ao Museu Nacional do Rio de Janeiro visando fotografar a massa original do Bendegó, obter e preparar amostras para análises petrológicas e geoquímicas. Esta etapa foi precedida de solicitação oficial para a concessão de amostras que permitissem realizar os estudos aqui propostos.

Ainda em 2007 foram cedidas pelo Museu Nacional quatro amostras do meteorito, pesando individualmente 6g, 4g, 13g, e 15g e totalizando 38 g, as quais foram utilizadas para estudos petrográficos através de microscopia eletrônica de varredura, e análises químicas por INAA e ICP-MS.

Em 2008 foi realizada nova visita de estudo ao Museu Nacional, e sob a orientação da Dra. Zucolotto foram preparadas duas amostras do meteorito para petrografia, além da limpeza e preparo da grande face polida da massa principal exposta para ensaio fotográfico e descrições macroscópicas. Nesta ocasião foram selecionadas também outras sete pequenas amostras, extraídas de diferentes locais da massa principal, para estudos isotópicos de Re-Os. Estas amostras foram encaminhadas diretamente pelo Museu Nacional ao Dr. Richard Walker da Universidade de Maryland.

III.2 ESTUDOS PETROGRÁFICOS

Nos estudos petrográficos foram abordados dois grupos de amostras: (i) Rochas do embasamento coletadas no local do achado, (ii) Amostras do Meteorito Bendegó. A partir deste estudo foram selecionadas as amostras para análise litogeoquímica (elementos maiores, menores e elementos de terras raras):

- (i) de rochas que possam ter sido modificados pelo impacto;
- (ii) de amostras do meteorito;
- (iii) de fragmentos oxidados coletados no local da queda.

III.2.1 Rochas do Embasamento no Local do Achado

Estudos micro-petrográficos nas rochas do embasamento supostamente impactadas visaram a comparação das suas texturas e mineralogia com similares não afetados pela queda do meteorito, descritos por Rios (2002).

A avaliação proposta incluiu descrições macro e microscópicas em campo e em 14 (quatorze) lâminas delgadas de rochas gnáissicas-migmatíticas, fragmentos de anfibólio e de quartzo existentes na superfície do local do achado do meteorito.

Buscou-se identificar deformações planares em cristais de quartzo (PDFs), típicas de impactos meteoríticos de grande porte, contudo os resultados não foram conclusivos, não tendo sido encontradas feições que confirmassem a hipótese de que a queda do Bendegó criou uma grande cratera.

III.2.2 Amostras do Meteorito Bendegó

As descrições macroscópicas do meteorito foram realizadas *in loco*, na face polida resultante do corte realizado em 1888, medindo 1,07 x 0,42 m em suas maiores dimensões. Esta superfície foi limpa, polida e atacada com nital para revelação do padrão Widmanstätten e destacar as ocorrências de troilita e coenita.

A análise microscópica foi realizada em duas fatias do meteorito, uma de formato triangular, medindo 60 x 70 x 70 mm, e outra retangular com 32 x 22 mm, contendo um nódulo de troilita e pertencentes ao acervo do Museu Nacional, analisadas através de microscópio petrográfico Zeiss, modelo Axioskop 40, no laboratório daquela instituição. Através dessas amostras buscou-se identificar a presença, morfologia e distribuição de minerais como a kamacita (α -Fe-Ni), taenita (γ -Fe-Ni), schreibersita [(Fe-Ni)₃P], e cohenita (Fe₃C), bem como grafita, silicatos e sulfetos. As diferentes texturas identificadas foram fotografadas sob microscópio.

III.2.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

A metalografia do meteorito foi estudada através de microscopia eletrônica de varredura (SEM-EDS), usando equipamento Shimatzu modelo SSX 550, do Instituto de Química da Universidade Federal da Bahia. Uma fatia com 21 x 18 x 14 mm de tamanho, pesando 2g, foi polida com lixa d'água de grana 100 a 600 para remoção das partes alteradas e das marcas de serra, até se obter uma superfície espelhada e uniforme que foi submetida a uma solução a 2% de HNO₃ e CH₃CH₂OH (Nital) durante 15 minutos e em seguida enxaguada em água para interromper o processo de corrosão, resultando desse procedimento o aparecimento do padrão Widmanstätten.

III.3 LITOGEOQUÍMICA

Os estudos geoquímicos envolveram amostras do meteorito e das rochas encaixantes coletada no local do achado. Nesta etapa utilizaram-se análises por Espectrometria de Plasma (ICP OES), Espectrometria de Massa Indutivamente Acoplada a Plasma (ICP-MS), Ativação Neutrônica Instrumental (INAA), visando comparar os resultados destas duas metodologias. A partir destas análises foram realizadas comparações com as concentrações publicadas de outros meteoritos integrantes do grupo IC. Devido aos cuidados necessários no manuseio e análise de amostras por INAA e ICP-MS foram realizadas em laboratórios conceituados e habituados a trabalhar com meteoritos e com essa técnica de dosagem química.

III.3.1 Espectrometria de Emissão Ótica com Plasma de Argônio Indutivamente Acoplado (ICP OES)

Para os estudos litogeoquímicos as amostras coletadas no local da queda foram analisadas pelo método instrumental da Espectrometria de Emissão Ótica com Plasma de Argônio Indutivamente Acoplado (ICP OES), no Laboratório de Petrologia Aplicada à Pesquisa Mineral do Instituto de Geociências da UFBA. No Laboratório de Plasma, as amostras foram submetidas a diferentes tratamentos químicos para a análise de elementos maiores, menores e traços.

Sintetizamos neste capítulo as etapas de preparação da amostra, em rotina no ICP OES da UFBA, e que precedem a análise química de rochas. As amostras devidamente pesadas são submetidas a ataques químicos, de acordo com os elementos a serem analisados. Para elementos maiores são adicionados às amostras, 0,5 mL de água régia (HCl e HNO₃, 3:1) e 3 mL de ácido fluorídrico (HF). Para elementos menores as amostras são submetidas a ataque tri-ácido, adicionando-se 15 mL de ácido fluorídrico (HF), 4 mL de ácido perclórico (HClO₄) e 10 mL de ácido nítrico (HNO₃). Os sais formados (nitratos, fluoretos e percloratos) são dissolvidos em 10 mL de ácido clorídrico (HCl) a 50%.

III.3.2 Análises por Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-MS)

As análises por ICP-MS foram realizadas no Dipartimento di Scienze della Terra da Università de Pisa, Itália, utilizando a metodologia proposta por D´Orazio e Folco (2003). O equipamento utilizado foi um Thermo PQ II Plus ICP-MS instalado em laboratório limpo classe 10000.

Duas alíquotas de 245,44 mg (A) e 201,54 mg (B) foram cortadas a partir de uma amostra do meteorito Bendegó com 4,133 g, e polidas com papel abrasivo de SiC (400 mesh). Ambas foram repetidamente lavadas em banho ultrasônico com água ultrapura (Milli-Q, 18.2 MΩ cm) e acetona, e secas em estufa. A alíquota (A) foi dissolvida em 4ml de *aqua regia* a aproximadamente 80 °C, enquanto a alíquota B foi dissolvida em 5 ml HNO₃ 6N a cerca de 80 °C. Dois brancos foram preparados junto com as amostras do meteorito. Ao final da dissolução, as amostras foram transferidas para frascos de vidro de 20 ml. A alíquota (A) foi usada para determinação de Ru, Rh, Pd, Sn, Sb, W, Re, Ir, Pt e Au, enquanto a alíquota "B" foi utilizada para determinar Ni, Co, Cu, Ga, Ge e Mo.

Os elementos traços foram determinados usando o método de adição padrão. Este método consiste em tomar duas sub-amostras iguais de cada solução e adicionar a uma delas quantidades conhecidas de cada analito (tomados a partir de 10 µg/ml de soluções padrão mono-elemental, CPI International, USA). A sensibilidade de cada analito é então obtida medindo as sub-amostras com e sem a adição. Este método tem acuracidade melhor em relação ao método de calibração externa porque ele eficientemente reduz os efeitos de matriz.

As massas analíticas utilizadas foram as seguintes: ⁶⁰Ni, ⁵⁹Co, ⁶⁵Cu, ⁶⁹Ga, ⁷⁴Ge, ⁹⁵Mo, ¹⁰¹Ru, ¹⁰³Rh, ¹⁰⁵Pd, ¹¹⁸Sn, ¹²¹Sb, ¹⁸²W, ¹⁸⁵Re, ¹⁹³Ir, ¹⁹⁵Pt, ¹⁹⁷Au. As medidas foram corrigida para a contribuição do branco, padrão interno (⁸⁵Rb e ²³²Th) e interferências isobáricas (⁵⁸Fe¹⁶O, ⁵⁸Ni¹⁶O e ⁵⁷Fe¹⁶O¹H para ⁷⁴Ge). Ni e Co foram determinados diluindo 2000-vezes a solução (B), e calibrando com uma solução sintética de 1000 ng/ml Ni - 100 ng/ml Co. A precisão analítica é melhor que 10% RSD para os elementos cuja concentração é > 1 µg/g e significativamente maior para elementos cujas concentrações estejam próximas do limite de detecção (Sb e Re).

III.3.3 Ativação Neutrônica Instrumental (INAA)

As análises por INAA utilizaram o Reator Nuclear McMaster, do Becquerel Laboratório (Ontário, Canadá), utilizando-se a técnica de "contagem" da amostra irradiada, segundo metodologia de rotina naquele laboratório. Nessa metodologia as amostras serão irradiadas por um determinado número de horas. Padrões consistindo de silicato em pó serão irradiados junto com as amostras. Após alguns dias de decaimento (geralmente entre 6-8 dias) as amostras e os padrões foram contados por uma hora em um par de detectores de germânio de alta pureza (HPGe), um coaxial e um planar, acoplados a um sistema analisador multi-canal. Após um segundo período de decaimento adicional (26 a 32 dias), novamente amostras e padrões serão contados, por duas horas em um detector HPGe coaxial.

Analisou-se por INAA, para determinação de Cr, Co, Ni, As, W, Ir, Au, Sb, Mo e Re:

- (i) Amostra do óxido de ferro, proveniente da massa principal do siderito enquanto ela permaneceu no local da queda,
- (ii) Amostra de rocha (AM 3190, Tabela III.1) coletada na superfície do local do achado e que apresenta um veio com conteúdo metálico, e
- (iii) Material deste veio metálico (AM. 3190, Tabela III.1).
- (iv) Amostra do meteorito, com 15 gramas, medindo 50 mm no seu maior comprimento.

As amostras foram seladas em saco plástico com 2 mm de espessura e submetidas a irradiação por um fluxo de nêutrons de $8 \times 10^{12} \text{ n/cm}^2/\text{s}^{-1}$ durante 20 minutos. Foram realizadas duas contagens sendo a primeira após seis dias, e a segunda após transcorridos 20 dias da irradiação. A precisão analítica desse procedimento para Co, Au, Fe, Ni é de aproximadamente 3% do Desvio Padrão Relativo (RSD) e para o As, Cr, Ir e W situa-se entre 7 e 10% RSD. Para determinação dos elementos Pt, Pd, Rh, Ru uma alíquota da amostra foi fundida em mufla, para concentrar esses elementos em um "botão de sulfeto de níquel" que foi pulverizado em seguida e tratado com ácido, resultando em precipitados que foram irradiados duas vezes por um fluxo de nêutrons de $8 \times 10^{12} \text{ n/cm}^2/\text{s}^{-1}$ durante 20 minutos e submetidos a três contagens.

Para as amostras dosadas por INAA, os elementos Cu, Ga, Ge, In, Sn e S foram analisados no ACME Laboratórios (Canadá) por ICP-MS segundo o método tradicional de digestão em ácidos fortes.

III.3.4 Geoquímica Isotópica

Análises isotópicas para o sistema Re-Os foram realizadas em sete amostras do meteorito Bendegó no Laboratório de Geoquímica Isotópica da Universidade de Maryland (USA) em parceria com o Dr. Richard Walker.

As amostras coletadas em porções distintas da massa principal do Bendegó, conforme orientação do Dr. John Wasson foram analisadas por Lynnette Pitcher. Em Maryland elas foram cortadas em pedaços de 0,05 a 0,3g utilizando uma serra Leco "Vari-cut" com 12,7 cm de diâmetro da lâmina e água ultra-pura para resfriamento. Para evitar contaminações entre as amostras, todo o aparato foi limpo com água após o corte de cada amostra, e a água ultra-pura utilizada no resfriamento foi substituída. Após lavadas as lâminas foram limpas com carborundum e novamente enxaguadas antes do corte seguinte.

Antes da dissolução, cada amostra do meteorito foi polida com carborundum e examinada sob o microscópio binocular para verificar a limpeza e ausência de inclusões.

As técnicas de separação química utilizadas nesta dissertação para as diluições isotópicas e análises isotópicas de Re-Os são descritas em detalhes por Shirey e Walker (1995), Rehkämper e Halliday (1997), Cook et al. (2004) e Becker et al. (2006). O metal polido (meteorito); um Spike consistindo de uma mistura de ^{185}Re e ^{190}Os ; um Spike consistindo de uma mistura de ^{191}Ir , ^{99}Ru , ^{194}Pt e ^{105}Pd ; 4 g de HNO_3 concentrado; e 2g de HCl concentrado, foram congelados em tubos de quartzo ou tubos Carius PyrexTM, selados e aquecidos a 240° C por mais de 24 horas para obter um equilíbrio completo entre a amostra e o Spike.

Re, Ir, Ru, Pt e Pd foram separados e purificados do ácido residual utilizando colunas de troca aniônica (200-400 mesh) com 0,2 ml de resina. Adiciona-se nas colunas as amostras com 0,8 M HNO_3 , e os elementos são sucessivamente eluídos utilizando 12 mL de 6M HNO_3 (Re e Ru), 15 mL de HNO_3 concentrado (Ir, PT), e 15 mL de HCl concentrado (Pd). Os brancos representam < 1% dos elementos analisados e têm impactos negligenciáveis dentro das incertezas analíticas. O ósmio foi analisado por espectrometria de massa de ionização termal negativa (Creaser et al. 1991) utilizando os procedimentos discutidos por Cook et al. (2004).

As análises de Re, Ir, Ru, Pt e Pd foram realizadas utilizando um espectrômetro de massa indutivamente acoplado a um plasma Nu multi-coletor (MC ICP-MS) e um nebulizador Cetac AridusTM.

III.4 TRATAMENTO DE DADOS

Os dados obtidos nas etapas anteriores foram tratados e integrados para a elaboração de artigos que resultaram nesta dissertação. Foram usados os softwares ArcGis, Excel, Word, Adobe Illustrator e GCDKit.