

5 CONCLUSÕES

Os objetivos preestabelecidos para este trabalho foram alcançados, em sua maior parte, e os resultados obtidos confirmaram as grandes potencialidades da técnica de ablação a laser em combinação com a espectrometria de massas (ICPMS) para análise rápida e rotineira de elementos principais, menores e traço em rochas. Ressalta-se que até o presente momento, não foi encontrado na literatura um estudo tão sistemático e completo sobre este assunto. Novas idéias surgiram no decorrer deste trabalho, as quais serão utilizadas na continuação desses estudos.

O emprego de vidro contendo borato mostrou-se vantajoso para preparação de alvos em LA-ICPMS, o que permitiu a quantificação de até 41 elementos, incluindo os altamente refratários. Verificou-se que a fusão das rochas em boratos de lítio remove efeitos de matriz, tornando possível a confecção de curvas de calibração pela mistura de materiais geológicos de referência de rochas com composição e comportamento distintos. Entretanto, os resultados obtidos para os folhelhos (rochas sedimentares) foram menos exatos e repetitivos, do que os obtidos em análises de basaltos e granitos (rochas ígneas). Não se constatou perda de elementos voláteis, tais como Rb, Zn, Ga, e Pb, durante o processo de fusão; entretanto, outros elementos não foram ainda avaliados devido às suas concentrações muito baixas nas amostras alvo (Cd, Bi, Tl, Hg, As, Sb, Te).

A possibilidade de se utilizar os mesmos alvos em outras técnicas analíticas não destrutivas (p.ex. LA-ICP OES, XRFA) e/ou de se usar pequenos fragmentos deles para análise em solução, são vantagens adicionais importantes. Soma-se a isso a extrema estabilidade dos vidros de borato, permitindo a sua estocagem durante muito tempo (diferentemente de soluções) para preservação de testemunhos e confecção de bancos de amostras. Essa estabilidade dos alvos permite, ainda, uma análise retrospectiva e complementar de alvos preparados no passado para determinação de elementos principais e menores por XRFA e ainda preservados em diferentes instituições, incluindo a própria PETROBRAS-CENPES, financiadora do presente estudo.

O uso da câmara ciclônica em LA-ICPMS melhorou a repetitividade dos sinais medidos, enquanto que a adição de N_2 (2 %) ao gás carreador Ar, aumentou as intensidades dos sinais em cerca de 80 % para um considerável número de elementos. Entretanto, a adição de N_2 ao argônio causa, também, algumas interferências, as quais são corrigidas, em grande parte, durante a subtração do branco do fundente (semelhantemente ao que ocorre na aspiração de soluções aquosas contendo HNO_3).

As características de desempenho (limites de detecção, exatidão e repetitividade) embora inferiores às observadas na análise de soluções, são adequadas para as finalidades propostas. Na análise de alvos de vidro borato dissolvidos em HNO_3 , confirmou-se a superioridade da técnica de ICP OES para determinação de elementos principais e menores, constatada pelas melhores curvas analíticas, repetitividades e exatidões obtidas, quando comparadas com a técnica de SN-ICPMS. Certamente, estas vantagens influenciarão, também, positivamente, a introdução de amostra em ICP OES por ablação a laser, o que será investigado na continuação deste estudo.

Pela sua rapidez e simplicidade, a técnica pode ser aplicada na análise multielementar rotineira de um grande número de rochas, como está sendo requerido em estudos de geoquímica de petróleo, dentre outros. Foram determinados cerca de 30 elementos em basaltos (rochas-reservatório) da bacia de Campos (RJ) e, em geral, as boas concordâncias observadas entre os resultados deste trabalho e outros obtidos pelo CENPES por ICP-MS e XRFA confirmaram as potencialidades da LA-ICPMS para as finalidades previstas.

Pretende-se continuar os estudos avaliando, em maior profundidade, alguns fatores importantes reconhecidos durante o presente trabalho, o que não foi possível realizar devido à limitação de tempo, entre eles:

1. Verificar a possível perda de outros elementos voláteis, não estudados neste trabalho, durante o processo de fusão.
2. Avaliar melhor as interferências espectrais em LA-ICPMS (causadas pelos componentes do fundente, pelo N_2 e por outros efeitos) e, também, as interferências não-espectrais. Neste contexto, o comportamento do He como gás de mistura deverá ser avaliado.

3. Caracterizar o aerossol de ablação em relação à distribuição de tamanho das partículas em função da energia do laser, do modo de ablação, da refletividade da amostra, etc.
4. Testar outros elementos para padronização interna, que sejam mais adequados às propriedades físico-químicas de certos grupos de elementos, por exemplo, Rh para os PGEs, Lu para os ETRs, etc.
5. Preparar padrões “dedicados” para determinação dos elementos de maior interesse (p.ex. ETRs), pela mistura de dois ou mais materiais de referência e diluições apropriadas no fundente, a fim de disponibilizar curvas analíticas que correspondam melhor às concentrações esperadas num determinado tipo de rocha.
6. Avaliar mais detalhadamente o desempenho do método de calibração TotalQuant, utilizando-se padrão para ajuste de fatores de resposta que leve em conta a sensibilidade diferenciada dos elementos.
7. Investigar padrões borato com o vidro NIST SRM 610, sugestão esta do Dr. Carlos Eduardo Pereira (INT).

Finalizando, a metodologia aqui proposta tem como principal mérito a simplicidade e a flexibilidade para análise de rochas de diferentes matrizes, visando, principalmente, a determinação de elementos traços para estudos geoquímicos, desde que o laboratório disponha dos equipamentos necessários. Abre, também, espaço para a utilização de outras técnicas complementares como ICP OES e estudos de aspectos fundamentais.