

Técnica de otimização aplicada a lâminas palinofaciológicas para o estudo dos folhelhos da Formação Irati

Andreza de Jesus Santos^{1*}
 Carolina de Almeida Poggio²
 Diego Nery do Amaral¹
 Antônio Fernando de Souza Queiroz¹
 Olívia Maria Cordeiro de Oliveira¹

¹ Instituto de Geociências
 Universidade Federal da Bahia
 Rua Barão de Jeremoabo, s/n
 Campus Universitário de Ondina
 Salvador BA Brasil
 CEP 40170-020

² Instituto de Biologia
 Universidade Federal da Bahia
 Rua Barão de Jeremoabo, 668
 Salvador, BA, Brasil
 CEP 40170-115

*Autora correspondente
 andreza.jesan@gmail.com

RESUMO

Na Formação Irati são encontrados folhelhos betuminosos do período Permiano com elevado conteúdo de matéria orgânica. O presente estudo propôs utilizar o banho ultrassônico (ultrassom) para provocar a dispersão das partículas orgânicas do querogênio para otimizar a montagem de lâminas palinofaciológicas e a análise de palinofácies desses folhelhos. Após isolamento do querogênio, uma alíquota de cada amostra foi separada para ser tratada em banho ultrassônico, na frequência 40 kHz, por 30 segundos. Lâminas foram montadas com querogênio com e sem tratamento no ultrassom. Em microscópio, 100 itens foram contabilizados em cada lâmina. Ao serem comparados os resultados da análise de palinofácies nas lâminas com e sem tratamento foi possível verificar que não houve diferenças na contabilização dos itens, porém houve uma diferença importante na composição dos constituintes orgânicos, provavelmente devido à redução significativa de aglomerados após o tratamento, permitindo a visualização de outros itens além da matéria orgânica amorfa.

Palavras-chave: Formação Irati, preparação de lâminas, querogênio, palinofácies

ABSTRACT

In the Irati Formation bituminous shales are found with a high content of organic matter. The present study proposed to use the ultrasonic bath to cause dispersion of organic particles of kerogen to optimize the palynofaciological slides and the palynofacies analysis of these shales. After isolating the kerogen, an aliquot of each sample was separated to be treated in an ultrasonic bath, at a frequency of 40KHz, for 30 seconds. Slides were made with kerogen with and without ultrasonic treatment. Using a microscope, 100 particles were counted on each slide. When comparing the results of the palynofacies analysis on slides with and without treatment, it was possible to verify that there were no differences in particle accounting, but there was an important difference in the composition of organic constituents, probably due to the significant reduction of agglomerates after treatment, allowing viewing other particles besides the amorphous organic matter.

Keywords: Irati Formation, slides preparation, kerogen, palynofacies

1 INTRODUÇÃO

Técnicas utilizadas para a caracterização de rochas geradoras têm sido aplicadas para estudar a quantidade, a qualidade e o nível de maturação da matéria orgânica presente nas rochas, com o intuito de associá-las à produção e a exploração de petróleo (TISSOT; WELTE, 1984). Dentre elas, as técnicas de microscopia tornaram-se amplamente utilizadas, uma vez

que possibilitam a análise e a identificação direta dos componentes orgânicos (palinofácies), bem como do seu grau de maturação térmica (TYSON, 1993).

A análise de palinofácies é realizada com base na caracterização quantitativa e qualitativa dos componentes orgânicos presente nos sedimentos, integrando os seguintes aspectos:

identificação dos componentes particulados individuais, determinação de suas proporções relativas e seu estado de preservação (TYSON, 1995). Desse modo, para estudar a matéria orgânica presente nos sedimentos são utilizados métodos de isolamento do querogênio e análises microscópicas como ferramentas para aquisição de dados para a sua interpretação (Mendonça Filho *et al.*, 2009, 2010, 2011). O querogênio, além de ser insolúvel em solventes orgânicos, é resistente ao ataque de ácidos fortes que são utilizados em procedimentos não oxidativos para separar a fração orgânica da fração mineral da rocha, e assim obter o querogênio isolado (TYSON, 1995, OLIVEIRA *et al.* 2006, MENDONÇA FILHO *et al.* 2012). Lâminas palinofaciológicas são montadas com o querogênio e, em seguida, analisadas em microscópio óptico, utilizando luz branca transmitida e luz azul incidente (fluorescência). Nelas são identificados os componentes orgânicos que são divididos em três grandes grupos: *i*) matéria orgânica amorfa (MOA), constituída essencialmente por restos de bactérias, pelotas fecais, resinas e restos orgânicos amorfizados; *ii*) palinomorfos, constituídos por miosporos, algas, acritarcos, dinoflagelados e outros componentes planctônicos; *iii*) fitoclastos, constituídos por restos de vegetais e hifas de fungos (TYSON, 1995). Na análise de palinofácies é possível obter informações sobre: (a) magnitude e localização de entrada de terrígenos (relação proximal-distal); (b) características do paleoambiente (condições redox, tendências de elevação e rebaixamento do nível relativo do

mar); (c) distinção entre os diferentes paleoambientes deposicionais; (d) subdivisão de fácies sedimentares uniformes (MENEZES *et al.*, 2008). Além disso, a análise dos componentes orgânicos em luz azul incidente permite detectar a intensidade da fluorescência destes e, assim, identificar o estado de preservação da matéria orgânica e inferir quanto à maturação e ao potencial gerador de hidrocarbonetos da rocha (TYSON, 1993).

Os folhelhos da Formação Irati, Bacia do Paraná, possuem um elevado conteúdo orgânico, exibindo um gerador em potencial para acumulações petrolíferas (ARTUR; SOARES, 2002, MILANI *et al.*, 2007). O Laboratório de Estudos do Petróleo (LEPETRO), localizado no Instituto de Geociências da Universidade Federal da Bahia, vem desenvolvendo trabalhos nas áreas de petrologia e geoquímica orgânica com amostras da Formação Irati. As lâminas palinofaciológicas montadas com essas amostras apresentaram uma característica visual bastante particular. O principal componente orgânico encontrado, classificado como matéria orgânica amorfa (MOA), apresentou aspecto muito aglomerado, dificultando a contabilização dos componentes orgânicos durante as análises. Com base nisso, o presente trabalho propôs utilizar o banho ultrassônico (ultrassom) para provocar a dispersão desses aglomerados com o objetivo de otimizar a montagem de lâminas palinofaciológicas e a análise de palinofácies desses folhelhos.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 ORIGEM DAS AMOSTRAS

A Bacia do Paraná é uma ampla região sedimentar, tipo intracratônica, do continente sul-americano que inclui porções territoriais do Brasil meridional, Paraguai oriental, nordeste da Argentina e norte do Uruguai (MILANI *et al.*, 2007). Nela encontram-se os folhelhos betuminosos da Formação Irati, com elevados

conteúdos de matéria orgânica (ARTUR; SOARES, 2002). Nesse trabalho foram utilizadas amostras de folhelhos da referida Formação, coletadas na frente de lavra da SIX, Petrobras, localizada na cidade de São Mateus do Sul, Paraná (Figura 1).

2.2 PROCEDIMENTO ANALÍTICO

Um total de duas amostras de rocha foram maceradas e peneiradas em malhas com intervalo granulométrico entre 2,8 a 1,0 mm. Cerca de 20 g de cada amostra foram utilizadas para realizar o isolamento do querogênio (resíduo insolúvel), utilizando os ácidos

clorídrico (HCl) e fluorídrico (HF), a fim de separar e isolar a fração orgânica da porção mineral da rocha, seguindo os procedimentos padrões descritos por Tyson (1995) e Mendonça Filho *et al.* (2010). Após a obtenção do querogênio, foi tomada uma alíquota deste para

realizar o teste experimental no ultrassom (*Solidsteel* SSBU-6L) com o objetivo de dispersar a matéria orgânica. A frequência e o tempo do tratamento não variaram, sendo utilizados os valores de 40 kHz e 30 segundos, respectivamente. Por fim, foram montadas seis lâminas palinofaciológicas, triplicata de cada amostra (Mendonça Filho *et al.* 2010, Wanderley 2010) com uma alíquota do querogênio tratada em ultrassom e com uma alíquota não tratada, de cada amostra, com o intuito de comparar os resultados e observar a

eficácia do teste. As lâminas foram analisadas em microscópio (*ZEISS-Axio Imager A2m*), no módulo de luz branca transmitida e luz azul incidente, a fim de identificar os principais grupos de componentes orgânicos: MOA, Palinomorfos e Fitoclastos. Dados de palinofácies foram obtidos a partir da contagem de 300 partículas de matéria orgânica dispersa por amostra de acordo com a metodologia utilizada por Tyson (1995) e Mendonça Filho *et al.* (2010).

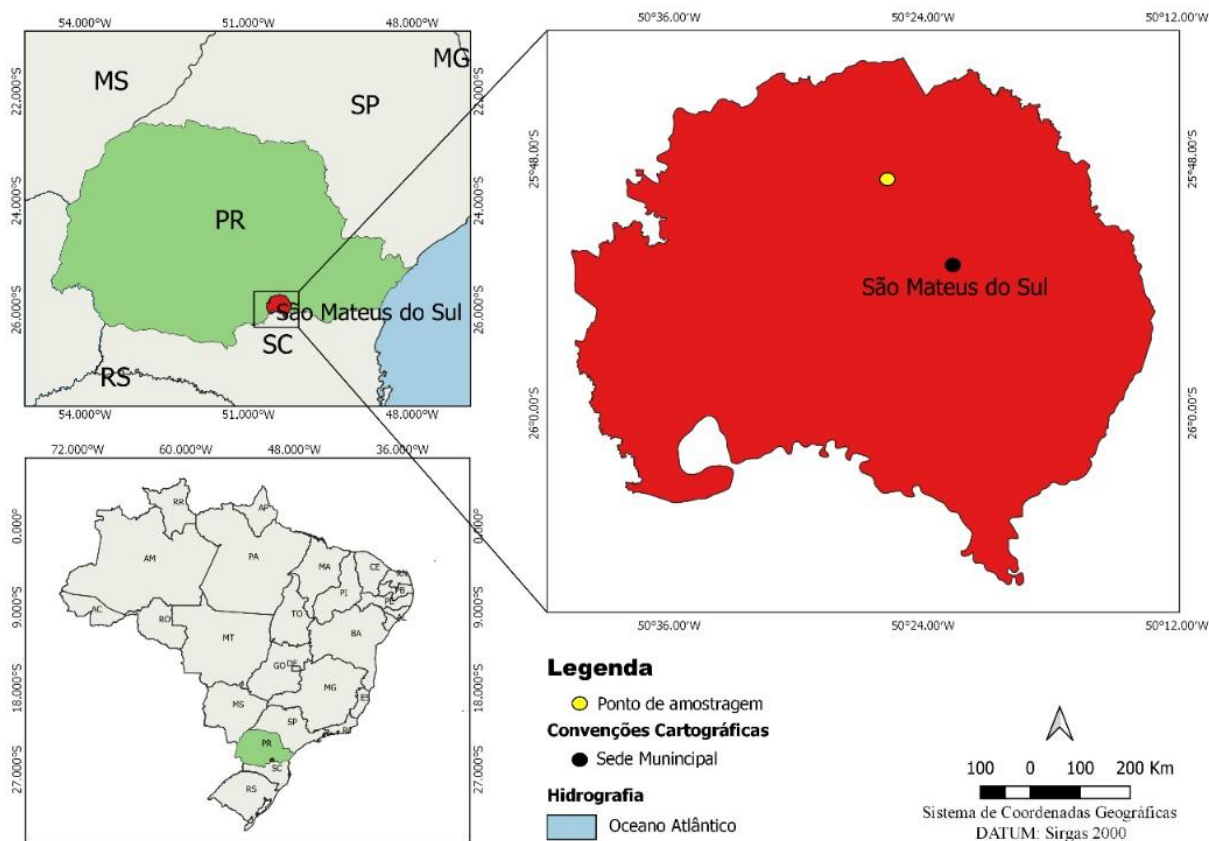


Figura 1
Localização da área onde foram coletadas as amostras de folhelhos da Formação Irati. Base de dados cartográficos do IBGE (2017).

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise de palinofácies foi realizada em amostras de querogênio isolado de amostras de folhelhos da Formação Irati. Em todas as amostras, a matéria orgânica amorfa (MOA) foi predominante. Esse resultado corrobora com resultados obtidos em trabalhos nos quais foi realizada a análise de palinofácies em amostras da mesma Formação (ARAÚJO, 2001; LAGES, 2004; SOUZA, 2004; KERN *et al.* 2005; SOUZA *et al.* 2008). Os fitoclastos não foram observados em nenhuma das lâminas e apenas os esporos representaram os palinomorfos.

No presente estudo, os esporos apresentaram fluorescência com tonalidade alaranjada, ao serem analisados em luz azul incidente. De acordo com Robert (1988), a variação da cor e da intensidade da fluorescência dos componentes orgânicos é resultante da maturação térmica do querogênio constituinte da rocha. Segundo Robert (1988), a tonalidade amarelo-laranja indicaria maturação inicial e a tonalidade laranja-marrom indicaria querogênio maduro. Trabalhos realizados, que analisaram o grau de maturação dos folhelhos de amostras da

Formação Irati indicaram que o querogênio se encontrava geralmente em estado imaturo (GOULART; JARDIM 1982; SILVA, 2007; SOUZA *et al.* 2008; ALFERES *et al.* 2011; MARTINS 2018).

Os resultados obtidos para efeito de comparação entre lâminas tratadas e não tratadas em ultrassom foram alcançados analisando 100 partículas orgânicas, em cada

lâmina. Verificou-se que o tratamento realizado no ultrassom foi eficiente quanto à dispersão das partículas, uma vez que foi observada uma redução significativa de aglomerados após o tratamento (Figura 2 e 3). As partículas consideradas aglomeradas foram aquelas que apresentaram dimensão acima de 100 μm , portanto a contagem de aglomerados levou em consideração esse parâmetro.

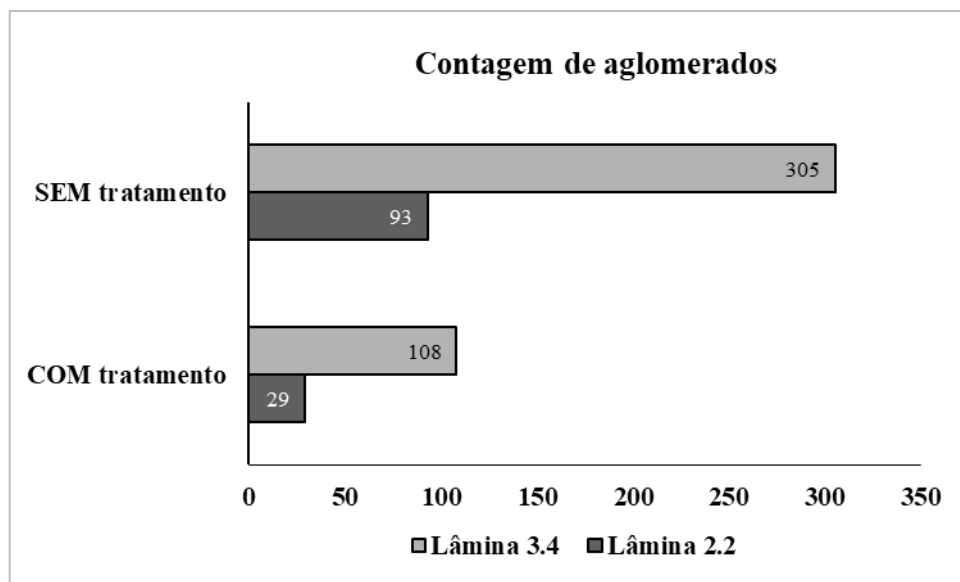


Figura 2
Análise das lâminas palinofaciológicas de querogênio.

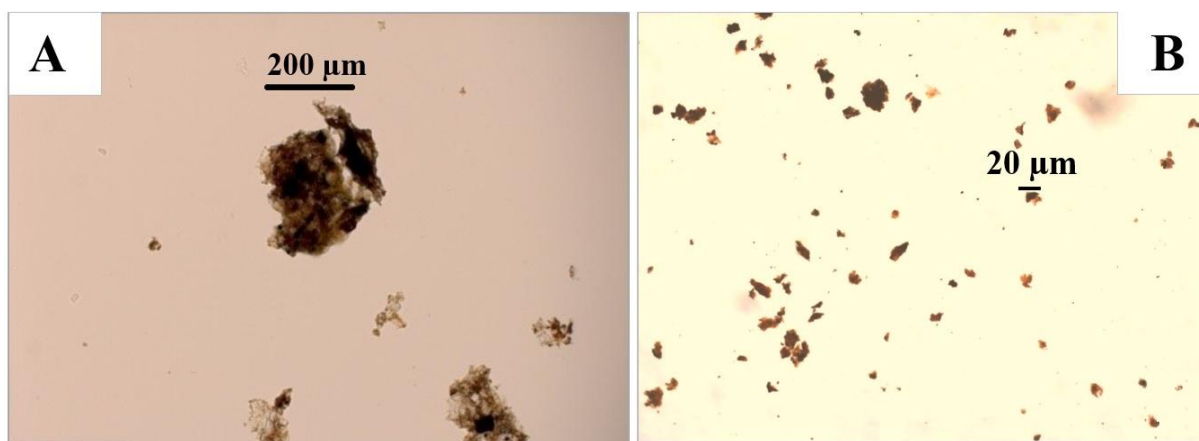


Figura 3
Lâminas palinofaciológicas apresentando querogênio A) sem tratamento e B) com tratamento em banho ultrassônico. Objetiva de 10x.

A comparação entre os resultados obtidos, quanto à análise de palinofácies das lâminas montadas com querogênio com e sem tratamento no ultrassom, mostrou que houve

pouca diferença na contabilização dos itens, ou seja, a MOA predominou em todas as amostras, independentemente de ter havido tratamento do querogênio com ultrassom (Figura 4).

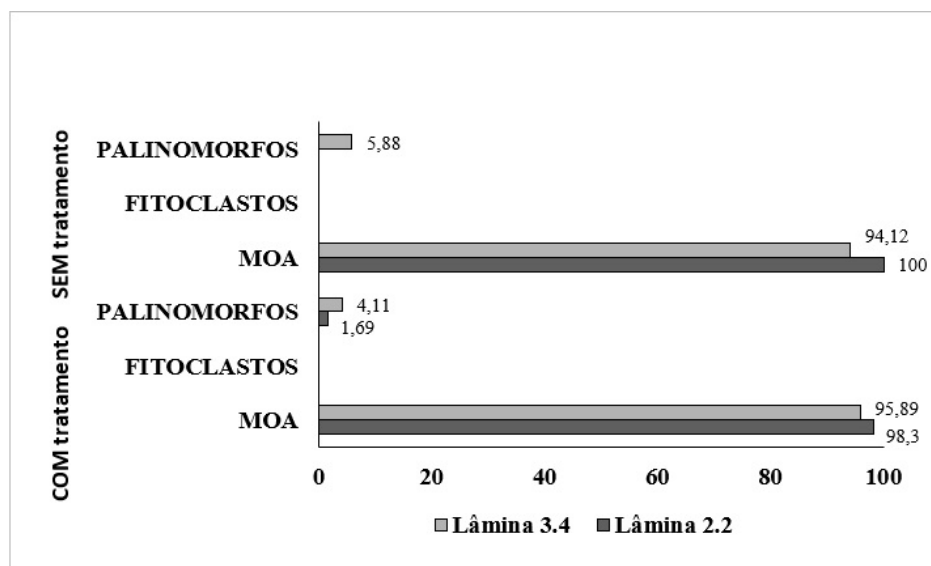


Figura 4

Análise de palinofácies e contagem dos principais constituintes orgânicos.

No entanto, foi possível verificar uma diferença importante na composição dos constituintes orgânicos em uma das lâminas. Na lâmina 2.2 não foram observados palinomorfos em lâminas sem tratamento, enquanto estes foram verificados nas lâminas tratadas. Esse resultado sugere que é importante aplicar alguma técnica de dispersão na amostra de querogênio, principalmente quando a MOA é predominante, uma vez que tende a formar aglomerações e, por isso, tende a camuflar outros tipos de partículas. É comum encontrar relatos de que os outros constituintes do querogênio fiquem diluídos na matéria orgânica amorfa quando ela predomina na amostra (QUADROS; MELO 1987, ARAÚJO 2001). Por isso, quando o objetivo é estudar especificamente os microfósseis é necessário aplicar técnicas de oxidação da MOA (WANDERLEY 2010; MORI; SOUZA 2012).

É importante considerar a presença de outros itens que possam constituir a rocha juntamente com a MOA, mesmo que ocorram em menor concentração, pois a presença dessas outras partículas pode ajudar muito na interpretação de

4 CONCLUSÃO

A realização do teste experimental obteve resultados eficazes ao que se refere ao fato da dispersão da matéria orgânica amorfa, uma vez que foram observadas a redução dos aglomerados. Quanto a análise de palinofácies, realizada com as amostras de folhelhos da Formação Irati, pode-se confirmar que a MOA foi o principal constituinte orgânico encontrado nas lâminas analisadas. Entretanto,

resultados geológicos e geoquímicos. Na Formação Irati, por exemplo, já foram encontrados muitos tipos de palinomorfos, sendo as espécies de esporos e grãos de pólen (esporomorfos) consideradas importantes ferramentas de refinamento bioestratigráfico (PREMAOR *et al.*, 2006). Além disso, os esporomorfos podem sofrer alteração de cor durante os processos diagenéticos da rocha, que podem também ser indicados por meio da intensidade da fluorescência dessas partículas (BARNARD *et al.* 1981, ROBERT, 1988). Dessa forma, a montagem de lâminas palinofaciológicas deverá levar em consideração as aglomerações que possam ocorrer na matéria orgânica para que seja aplicada alguma técnica de dispersão, seja por meio de um equipamento, como é o caso do ultrassom, ou por meio de uso de alguma substância dispersante (QUADROS; MELO 1987, OLIVEIRA *et al.* 2004). Essa ação será essencial para garantir uma boa qualidade das lâminas e, conseqüentemente, resultados mais representativos das análises de palinofácies.

palinomorfos, especificamente, esporomorfos também foram verificados nas amostras. Por fim, é recomendado que outros testes, utilizando o ultrassom, sejam realizados considerando amostras de rochas com diferentes tipos de querogênio e que sejam testados níveis de frequência do equipamento e duração de tempo diferentes daqueles que foram utilizados no presente estudo.

5 AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o apoio da Shell Brasil por meio do projeto “Programa GEOQPETROL – Fase 2 – Caracterização Molecular Avançada – Projeto PS” desenvolvido na “Universidade Federal da Bahia” e a importância estratégica do apoio

6 REFERÊNCIAS

- ALFERES, C. L. F.; RODRIGUES, R.; PEREIRA, E. (2011). Geoquímica orgânica aplicada à Formação Irati, na área de São Mateus do Sul (PR), Brasil. *Geochim. Bras.* 25:47-54.
- ARAÚJO, L. M. (2001). *Análise da expressão estratigráfica dos parâmetros de geoquímica orgânica e inorgânica nas seqüências deposicionais do Irati*. Tese de Doutorado, Instituto de geociências, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 301 p.
- ARTUR, P. C.; SOARES, P. C. (2002). Paleoestruturas e petróleo na Bacia do Paraná, Brasil. *Rev. Bras. Geoc.* 32(4):433-448.
- BARNARD, P. C.; COLLINS, A. G.; COOPER, B. S. (1981). *Identification of kerogen facies in a source rock horizon. Examples from the North Sea Basin*. In: BROOKS, J. (ed.). *Organic Maturation Studies and Fossil Fuel Exploration*, Academic Press, p.: 271-282.
- Goulart, E. P.; JARDIM, N. S. (1982). *Avaliação Geoquímica das Formações Ponta Grossa e Irati – Bacia do Paraná*. In: Geologia da Bacia do Paraná: Reavaliação da potencialidade e prospectividade em hidrocarbonetos, São Paulo, PAUL / PETRO - Consórcio CESP / IPT, p. 41-74.
- IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (2017). Base cartográfica vetorial contínua – BC250. Disponível em <https://www.ibge.gov.br/geociencias/downloads-geociencias.html>. Acessado em 18 fev 2020.
- KERN, M.; PACHECO, R.; ENGELKE, V.; FRANCO, N.; BLANCO, M.; KALKREUTH, W. (2005). Estudo e Caracterização Palinológica, Petrológica e Geoquímica Orgânica das Duas Principais Seqüências de Rochas Geradoras da Bacia do Paraná. In: ABPG, Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás, Salvador, 3, Anais, p. 6.
- LAGES, L. C. (2004). *A Formação Irati (Grupo Passa Dois, Permiano, Bacia do Paraná) no furo de sondagem FP-01-PR (Sapopema, PR)*. Dissertação de Mestrado, Instituto de Geociências e Ciências Exatas, Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, 117 p.
- MARTINS, C. M. S. (2018). *Avaliação do efeito térmico de intrusões de diabásio sobre o querogênio presente em amostras de folhelhos negros coletadas em afloramentos da Formação Irati (Permiano), Bacia do Paraná – Brasil*. Dissertação de Mestrado, Instituto de Geociências, Universidade Federal da Bahia, 98 p.
- MENDONÇA FILHO, J. G.; MENEZES, T. R.; MENDONÇA, J. O.; OLIVEIRA, A. D.; SILVA, T. F.; RONDON, N. F.; SILVA, F. S. (2012). *Organic Facies: Palynofacies and Organic Geochemistry Approaches*. In: Panagiotaras, D. (ed.). *Geochemistry: Earth's system processes*. IntechOpen, p.: 211-248.
- MENDONÇA FILHO, J. G.; MENEZES, T. R.; MENDONÇA, J. O. (2011). *Organic Composition (Palynofacies Analysis)*. In: Flores, D.; Marques, M. (eds.). *International Committee for Coal and Organic Petrology Training Course on Dispersed Organic Matter*. Universidade do Porto, p. 33-81.
- MENDONÇA FILHO, J. G.; CHAGAS, R. B. A.; MENEZES, T. R.; MENDONÇA, J. O.; SILVA, F. S.; SABADINI-SANTOS, E. (2010). Organic Facies of the Oligocene lacustrine system in the Cenozoic Taubaté Basin, Southern Brazil. *Int. J. of Coal Geol.* 84:166-178.
- MENDONÇA FILHO, J. G.; MENEZES, T. R.; MENDONÇA, J. O.; OLIVEIRA, A. D.; CARVALHO, M. A.; SANT'ANNA, A. J.; SOUZA, J. T. (2010). *Palinofáceis*. In: Carvalho, I. S. (ed.). *Paleontologia: conceitos e métodos*. Interciência, p.: 289-323.
- MENDONÇA FILHO, J. G.; MENEZES, T. R.; MENDONÇA, J. O. (2009). *Palynofacies and Organic Facies: Principles, Methods and Applications*. In: Curso de curta duração realizado em JOINT 61° ICCP/ 26° TSOP - Symposium on Advances in Organic Petrology and Organic Geochemistry, Gramado.
- MENEZES, T. R.; FILHO, J. G. M.; ARAÚJO, C. V.; SOUZA, I. V. A. F.; MENDONÇA, J. O. (2008). Fácies orgânica: conceitos, métodos e estudos de casos na indústria do petróleo. *Rev. Bras. Geoc.* 38(2):80-96.
- MILANI, E.; FRANÇA, A. B.; MEDEIROS, R. A. 2007. Rochas Geradoras e Rochas – Reservatório da Bacia do Paraná, Faixa Oriental de Afloramentos, Estado do Paraná. *Boletim de Geociências da Petrobras* 15(1):135-62.
- MORI, A. L. O.; SOUZA, P. A. 2012. Análise palinoestratigráfica dos depósitos permianos (Poços HN-05-RS E HN-25-RS) do sul da Bacia do Paraná. *Ameghiniana* 49(3): 319-342.

- OLIVEIRA, A. D.; MENDONÇA FILHO, J. G.; CARVALHO, M. A.; MENEZES, T. R.; LANA, C. C.; BRENNER, W. W. (2004). Um novo método de preparação palinológica para aumentar a recuperação de dinoflagelados. *Rev. Bras. de Paleontol.*, 7(2):169-175.
- OLIVEIRA, A. D.; MENDONÇA FILHO, J. G.; SANT'ANNA, A. J.; SOUZA, J. T.; FREITAS, A. G.; MENEZES, T. R. 2006. *Inovação no processamento químico para isolamento da Matéria Orgânica Sedimentar*. In: SBG, Congresso Brasileiro de Geologia, Aracaju, 43, Boletim de Resumos, p. 324.
- PREMAOR, E.; FISCHER, T.; SOUZA, P. A. (2006) Palinologia da Formação Irati (Permiano Inferior da Bacia do Paraná), em Montividiu, Goiás, Brasil. *Revista del Museo Argentino de Ciencias Naturales*, 8:221–230.
- QUADROS, L. P.; MELO, J. H. G. (1987). Método prático de preparação palinológica em sedimentos pré-mesozóicos. *Boletim de Geociências da Petrobrás* 205–214.
- ROBERT, P. (1988). *Organic metamorphism and geological history: microscopic study of organic matter and thermal evolution of sedimentary basins*. Dordrecht, 311p.
- SILVA, C. G. A. (2007). *Caracterização geoquímica orgânica das rochas geradoras de petróleo das Formações Irati e Ponta Grossa da Bacia Do Paraná*. Dissertação de Mestrado, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 238 p.
- SOUZA, I. V. A. F.; Mendonça Filho, J. G.; Menezes, T. R. (2008). Avaliação do efeito térmico das intrusivas ígneas em um horizonte potencialmente gerador da Bacia do Paraná: Formação Irati. *Rev. Bras. Geoc.* 38(2):138-148.
- SOUZA, I. V. A. F. (2004). *Avaliação do Efeito Térmico das Intrusivas Ígneas em um Horizonte Potencialmente Gerador da Bacia do Paraná: Formação Irati*. Monografia, Instituto de Geociências, Universidade Federal do Rio Janeiro, 151 p.
- TISSOT, B. P.; WELTE, D. H. (1984). *Petroleum formation and occurrence*. Springer Verlag. Berlin, 2. Ed. 702 p.
- TYSON, R. V. 1995. *Sedimentary organic matter: organic facies and palynofacies*. Chapman & Hall. London, 615 p.
- TYSON, R. V. 1993. *Palynofacies Analysis*. In: Jenkins, D.J. (ed.). Applied Micropaleontology. Kluwer Academic Publishers, p. 153-191.
- WANDERLEY, M. D. 2010. *Técnica de preparação de microfósseis*. In: Carvalho, I.S. (ed.). Paleontologia: conceitos e métodos. Interciência, p. 387-395.