

2147205



IMPLANTAÇÃO DA METODOLOGIA DE LA-ICPMS PARA DETERMINAÇÃO DE ELEMENTOS MENORES E TRAÇO EM MINERAIS NO LABORATÓRIO DE QUÍMICA E ICP-MS DO IGC-USP

Sandra Andrade¹, Margareth Sugano Navarro², Lucelene Martins³, Horstpeter H.G.J. Ulbrich⁴, Valdecir de Assis Janasi⁵

¹ INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS - USP; ² INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS - UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO; ³ INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS - UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO; ⁴ INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS - UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO; ⁵ INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS DA USP

RESUMO: A técnica de laser ablation unida à espectrometria de massa com plasma induzido acoplado (LA-ICPMS) tem provado ser uma poderosa ferramenta para determinações pontuais de elementos traço e relações isotópicas. A utilização desta técnica permite diversos estudos na área de petrologia, mineralogia e geocronologia. As principais limitações do LA-ICP-MS tanto para análise de elementos traço quanto para relações isotópicas são a possibilidade de fracionamento elementar e a falta de materiais de referência certificados para a maioria dos tipos de amostras. Neste sentido, cabe citar a importância de contar com padrões sintéticos multi-elementares, tais como uma série de quatro vidros sintéticos do NIST, bem caracterizados na literatura e amplamente aceitos como materiais de referência confiáveis para LA-ICP-MS, e alguns outros vidros sintéticos obtidos a partir de rochas pulverizadas, desenvolvidos pelo USGS e também pelo Instituto Max Planck. A implantação dessa metodologia no Laboratório de Química e ICP-MS do IGC-USP, foi efetuada utilizando-se um espectrômetro de massa com analisador quadrupolo modelo ELAN 6100-DRC da PerkinElmer-Sciex e o laser ablation modelo UP-213-AF, com laser Nd-YAG de 213nm e célula de amostra modelo SuperCell da New Wave. Os materiais de referência analisados foram SRM-610 e 612 do NIST e os vidros sintéticos BHVO-2G, BIR-1G e BCR-2G, provenientes do USGS. O tempo médio da rotina na determinação de 44 elementos é de 120s, distribuídos em 60s para leitura de branco e 60s na obtenção de sinal na amostra. Os isótopos analisados são: 7Li, 9Be, 25Mg, 31P, 42Ca, 45Sc, 49Ti, 51V, 52Cr, 55Mn, 59Co, 60Ni, 65Cu, 66Zn, 71Ga, 85Rb, 88Sr, 89Y, 90Zr, 93Nb, 95Mo, 118Sn, 121Sb, 133Cs, 137Ba, 139La, 140Ce, 141Pr, 143Nd, 147Sm, 151Eu, 155Gd, 159Tb, 163Dy, 165Ho, 166Er, 169Tm, 173Yb, 175Lu, 179Hf, 181Ta, 208Pb, 232Th, 238U, com tempo de integração de 1660ms e dwell time de 8,3ms. O tamanho médio do spot utilizado é de 55 micra, frequência de 10Hz, fluxo de argônio para o plasma de 15L/min, auxiliar de 1L/min. e fluxos de argônio e hélio para amostra de 0,60 e 0,50 L/min, respectivamente. As intensidades, em contagens por segundo (cps), são corrigidas para o drift instrumental e calculadas como concentração, em tempo real, pelo programa Glitter, utilizando um elemento maior previamente determinado por microsonda eletrônica. Para as determinações nos materiais de referência provenientes do USGS, BHVO-2G, BCR-2G e BIR-2G, os vidros do NIST (SRM-610 e 612) foram utilizados para calibração e controle de qualidade analítico. Eles foram também utilizados ora como materiais de calibração e ora como controles de qualidade, por esse motivo são apresentados seus resultados como amostras analisadas. Os resultados analíticos mostram que os limites de detecção para a maioria dos isótopos estão na faixa de 0,03-0,1 ppm, o erro relativo quando comparados aos resultados obtidos por outros autores encontra-se na faixa de 0,5 a 5%; a precisão média é da ordem de 5%, dependendo da sensibilidade e da concentração do elemento na amostra.

PALAVRAS-CHAVE: LA-ICPMS; MATERIAIS DE REFERÊNCIA; ELEMENTOS MENORES E TRAÇO.