

ESPECTROMETRIA DE MASSA POR IONIZAÇÃO TÉRMICA (TIMS)
CPGEO-IGC-USP

Sato, K.; Sonoki, M.; Francisco, R. C.; Kawashita, K.
Inst. de Geociências – USP

O Centro de Pesquisas Geocronológicas (CPGeo) do Instituto de Geociências da USP possui três espectrômetros de massa por ionização térmica (TIMS “thermal ionization mass spectrometer”): VG 354 multi-coletor, VG 354 mono-coletor e MAT 262 multi-coletor. Estes espectrômetros são todos de setor magnético e de geometria expandida.

TERMO IONIZAÇÃO - As amostras a serem ionizadas são depositadas sobre um filamento metálico previamente limpo. Os filamentos mais utilizados são de Re, Ta, Pt e W. A eficiência de ionização pode ser aumentada se usarmos duplo ou triplo filamento, bem como a forma de deposição. Por exemplo, quando o Sr ou Sm são depositados com solução de H_3PO_4 sobre o filamento de Ta aumenta-se a eficiência em mais de 10 vezes em relação a qualquer outro tipo de reagente. O Pb é depositado com uma mistura de solução de H_3PO_4 e silicagel sobre o filamento de Re. O Nd é depositado com HCl sobre um dos lados do filamento duplo de Re, e o filamento oposto ao da amostra é utilizado para a ionização. Para analisar isótopos Re e Os as amostras são depositadas sobre o filamento de Pt e sobre a amostra adiciona-se 1 μ l de solução saturada de $Ba(NO_3)_2$ ou $Ca(NO_3)_2$ ou $Ba(OH)_2$. Os nitratos de Ba ou Ca fornecem elétrons a Os e Re facilitando a produção de íons negativos.

ROTINA ANALÍTICA DOS ESPECTROMETROS TIMS - VG354 multicoletor: O VG 354 é um multicoletor dotado de 5 copos de Faraday sendo 4 móveis e um central fixo. Além disso, possui um detector “Daly” para analisar amostras com baixas concentrações. Neste espectrômetro são analisados preferencialmente os isótopos de Pb e U, embora possa analisar outros elementos. O valor da razão isotópica $^{207}Pb/^{206}Pb$ do NBS 981, em média, igual a $0,91460 \pm 0,00010$ (fator de correção e normalização = 1,000128; período 2002-2003). As análises são efetuadas, na maioria dos casos, no modo estático e os erros de medidas isotópicas para cada amostra são de 2σ .

VG 354 monocoletor. O VG354 monocoletor possui apenas um copo de Faraday. Neste espectrômetro são analisados de forma rotineira os elementos Rb, Sr e Sm. Por possuir apenas um coletor as análises são sempre efetuadas no modo “peak jump”. A razão isotópica $^{87}Sr/^{86}Sr$ do NBS 987 é da ordem de $0,71024 \pm 0,00006$ (média entre os anos 2000-2004). Utiliza-se a razão de normalização o valor $^{86}Sr/^{88}Sr$ igual 0,1194.

MAT 262 – O MAT 262 da Finnigan Mat é um espectrômetro multicoletor com 8 coletores de Faraday (7 móveis e 1 fixo). Também está equipado com um multiplicador de elétron acoplado com um contador de partícula. Este espectrômetro faz análises isotópicas de forma rotineira principalmente dos elementos U, Pb, Re, Os e Nd.

O elemento Nd é sempre analisado no modo estático, utilizando-se multicoletor de Faraday. A razão de normalização utilizada é $^{146}Nd/^{144}Nd$ igual a 0,7219 e o valor de $^{143}Nd/^{144}Nd$ do padrão de La-Jolla tem valor médio de $0,511838 \pm 0,000020$. Os isótopos de U e Pb são analisados de duas formas: a) quando os teores de U e Pb depositados no filamento são altos mede-se na forma estática; b) para baixos teores, abaixo de 500 pico gramas os isótopos são medidos na forma de “peak jump” utilizando-se um sistema multiplicador de elétron / contador de íons. Os valores das razões isotópicas de Pb do padrão NBS 983 são: $^{204}Pb/^{206}Pb = 0,000368 \pm 0,000010$; $^{207}Pb/^{206}Pb = 0,071212 \pm 0,00035$; $^{208}Pb/^{206}Pb = 0,013617 \pm 0,000080$. Os isótopos de Re e Os são analisados na forma de ReO_3 e OsO_3 e em geral, devido aos baixíssimos teores destes elementos, as razões isotópicas são medidas no modo “peak jump” utilizando contador de íons. Para o padrão DTM o valor da razão $^{187}Os/^{186}Os$ em média é igual a $0,17360 \pm 0,00030$ (período entre 2002-2004). Em todos os procedimentos analíticos os erros de medidas isotópicas para cada amostra são de 2σ .