

## AVALIAÇÃO DE RESULTADOS DE ANÁLISE DE ROCHAS GRANÍTICAS, REALIZADAS PELO LABORATÓRIO DE GEOQUÍMICA DA UnB, USANDO ESPECTROMETRIA DE PLASMA (ICP)

G.R. Boaventura<sup>1</sup> & G. Giuliani<sup>2</sup>

1- Universidade de Brasília - IG-Depto. de Geoquímica e Recursos Minerais.

2-Centre de Recherches Pétrographiques et Géochimiques (CRPG)/C.N.R.S.

**INTRODUÇÃO** O uso da Espectrometria de Emissão Atômica com Plasma Indutivamente Acoplado (EEA/ICP), para determinação de constituintes maiores, menores e traços em amostras de rochas e minerais geoquímicas, vem sendo cada vez mais intensa. Diversos estudos sobre a aplicação da EEA/ICP já foram realizados, podendo ser destacados trabalhos de Walsh & Howie (1980) que apresentaram a performance da EEA/ICP na determinação dos constituintes maiores e traços em rochas e minerais; Brenner et al. (1980) determinaram diversos elementos em silicatos; Church (1981) fez determinações multielementares em 54 amostras de referência geoquímica, avaliando as interferências e os métodos de decomposição; Govindaraj & Mevelle (1987), apresentaram um novo processo de separação para terras raras, com sistema automatizado (Labrob), que permitiu a preparação de até 36 amostras por dia; Thompson & Walsh (1989) demonstraram diversas aplicações da EEA/ICP em geociências e Boaventura (1991) demonstrou a performance do Espectrômetro de Emissão com Plasma (ICP), SPECTROFLAME FVM03, para determinação de 20 elementos químicos nas amostras de referência geoquímica DNC-1, W-2, UNB B-1 e UNB G-1.

A partir de 1990 o Laboratório de Geoquímica da UnB (LAGEQ) passou a contar com um espectrômetro de plasma, permitindo o desenvolvimento de novos métodos e a ampliação do número de elementos determinados. Os estudos visando uma melhor utilização do equipamento e maior adequação dos métodos, continuou sendo desenvolvido, não só com amostras internacionais, mas também com amostras de rochas da região centro-oeste do Brasil. Um grupo de 4 (quatro) amostras de graníticas, foi selecionada e enviadas para análise nos laboratórios do Centre de Recherches Petrographiques Et Geoquimiques (CRPG)/C.N.R.S., França. Paralelamente, as mesmas

amostras foram analisadas no LAGEQ para avaliação dos resultados.

**METODOLOGIA** No LAGEQ a metodologia básica foi a apresentada por Boaventura (1991). As principais modificações realizadas se referem a mudança de linhas analíticas para alguns elementos e as condições operacionais do equipamento.

O equipamento usado, da marca SPECTRO, modelo SPECTROFLAME FVM03, com distância focal de 75 cm, possui linhas analíticas num sistema simultâneo e outro-sequencial, permitindo a seleção de condições ideais para a determinação de diversos elementos de acordo com a faixa de concentração esperada e evitando possíveis interferências. A calibração do método foi feita ajustando-se a fonte de radiofrequência em 1,2 Kw, o nebulizador usado foi do tipo Meinhard com pressão de 38 psi, fluxo de argônio de 1 (um) litro/minuto e consumo de amostra de 1 (um) ml/minuto. O fluxo de gás para resfriamento foi de 13 litros/minuto e auxiliar 0,5 litro/minuto.

Na tabela 1 estão as linhas analíticas utilizadas e os respectivos limites de detecção, indicados pelo software do equipamento, dentro das suas condições de operação.

As análises no CRPG foram realizadas em espectrômetro Jobin Yvon, modelo JY 70, composto de um espectrômetro JY 32 para determinações simultâneas e um JY 38 para determinações sequenciais. As amostras são fundidas com metaborato de lítio (LiBO<sub>2</sub>), permitindo determinar 26 elementos maiores, menores e traços em amostras de material geológico. Resultados para a amostra de referência DR-N/diorito é apresentada na tabela 02.

**PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS NO LAGEQ**  
As amostras foram pulverizadas em recipiente de Widia e fração maior que 200 mesh separada para

16 SEPT. 1994

281

O. R. S. T. O. M. Fonds Documentaire

Nº : 4 558 2 x 1

Cote : B

realização das análises. Dois métodos de decomposição foram utilizados. No primeiro, 0,05g da amostra foi fundida com metaborato de lítio (LiBO<sub>2</sub>), para determinação de Si, Al, Fe, Ca, Mg e Ti. No segundo 1,00g de amostra foi atacada com mistura ácida com HF/HClO<sub>4</sub>/HNO<sub>3</sub>/HCl, seguida de fusão do resíduo, caso existisse, para determinação dos outros elementos, Zn, Ni, Cr, V, Be, Cu, Zr, Y, Sr e Ba.

**RESULTADOS E DISCUSSÕES** Os resultados encontrados estão na tabela 03. Pode-se observar uma elevada concordância nos resultados entre os dois laboratórios, principalmente para os elementos Si, Al, Fe, Ca, Mg e Ti. Para o zircônio a discrepância nos resultados esta relacionada às dificuldades com os métodos de decomposição utilizados pelos laboratórios. Deve ser observado que a decomposição ácida acompanhada de fusão do resíduo não se aplica a todas as situações. Para os elementos traço a variação dos resultados estão dentro de limites aceitáveis (+/- 10%) para a maioria dos elementos.

Quanto a seleção das linhas analíticas é possível observar que a utilização de linhas isentas de interferências pode significar a perda de sensibilidade, como ocorre com o elemento Vanádio quando se usa a linha 310,23 nm em lugar da 311,07 nm que possui

maior sensibilidade mas esta sujeita a interferências espectrais de outra linha de Ti próxima dela.

Pelos resultados encontrados podemos afirmar que a EEA/ICP é uma técnica de alta precisão e exatidão nas aplicações em análises de material geológico e a sua aplicação deverá se intensificar nesta década com a instalação de outros equipamentos, permitindo um avanço nos estudos geológicos e geoquímicos no Brasil.

**Agradecimento** Os autores agradecem aos técnicos e laboratoristas do LAGEQ e CRPG pelo auxílio na preparação e análise das amostras.

**REFERÊNCIAS**

Boaventura, G.R. (1991), III Congr. Bras. Geoq., São Paulo, SP, Resumos 1:423-426  
 Brenner, I.B.; Watson, A.E.; Russel, G.M.; Gonçalves, M. (1980) Chem. Geol., 28:321-330  
 Church, S.E (1981) Geostandards Newsl. 5(II):133-160  
 Govindaraju, K. & Mevelle, G. (1987) J. Anal. At. Spectrom., 2:615-621.  
 Thompson, M. & Walsh, J.N. (1989) Handbook of Inductively Coupled Plasma Spectrometry, Chapman & Hall, N.Y., 2nd ed., 316p.  
 Walsh, J.N. & Howie, R.A. (1980), Min. Mag. 43:967-974.

ELEMENTO	COMPRIMENTO DE ONDA(nm)	MONO/POLICROMADOR	LIMITE DE DETECCAO mg/l
Si	251,61	P	0,035
Ti	337,28	P	0,0011
Al	308,21	P	0,0198
Fe	259,94	P	0,0019
Mg	279,87	P	0,010
Ca	317,93	P	0,0041
P	178,28	P/vácuo	0,001
Mn	257,61	P	0,0004
Zn	213,85	P	0,0027
Ni	231,60	P	0,0104
Cr	267,71	P	0,0021
Be	313,04	P	0,0000
Cu	324,75	P	0,00119
Zr	339,19	P	0,00128
Y	371,02	P	0,00035
Ba	233,52	P	0,01754
V	310,23	M	0,01598
Sr	460,73	M	0,0159

TABELA 01 - Linhas analíticas e respectivos Limites de Detecção para cada elemento determinado.

X OXIDO/ (ppm) ELEMENTO	RESULTADOS ENCONTRADOS							
	LAGEQ-UNB				CRPG-FRANCA			
	1	2	3	4	1	2	3	4
SiO <sub>2</sub>	76,20	73,91	74,50	76,21	76,62	74,02	74,21	76,42
TiO <sub>2</sub>	0,09	0,11	0,27	0,18	0,07	0,10	0,22	0,10
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12,31	13,92	13,44	12,02	12,44	13,67	13,13	11,79
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> *	1,44	1,34	1,67	1,65	1,36	1,26	1,77	1,51
MnO	0,01	T	0,02	T	T	T	0,02	T
MgO	0,06	0,31	0,21	0,19	0,05	0,34	0,26	0,22
CaO	0,29	0,79	0,60	0,46	0,28	0,86	0,65	0,52
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,03	0,07	0,05	0,04	0,02	0,03	0,03	0,02
Zn	21	8	36	25	20	14	28	27
Ni	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5
Cr	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5
V	< 5	11	10	15	< 5	< 5	8	< 5
Be	6	5	2	6	5	3	2,4	3,9
Cu	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5
Zr	121	100	176	203	113	93	131	162
Y	27	22	25	47	19	17	22	57
Sr	< 5	147	43	30	< 5	148	45	34
Ba	24	822	299	207	20	670	281	171

TABELA 03 - Resultados das determinações do constituintes maiores, menores e traços em rochas graníticas.  
 \* Ferro como Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> total T - traços