

de laboratórios geoquímicos. O teste envolve a distribuição de uma amostra homogênea aos laboratórios participantes, analisada utilizando-se uma técnica bem caracterizada, operada em condições analíticas rotineiras. Os resultados são tratados pelos organizadores e um *z-score* é calculado comparando-se cada resultado submetido com o valor de consenso, obtido a partir da média dos resultados submetidos, utilizando procedimentos estatísticos, e considerado a melhor estimativa da composição real da amostra. O *z-score* é calculado para cada dado de concentração elementar submetido por cada laboratório participante. Se o valor de concentração submetido pelo laboratório está de acordo com o propósito do laboratório (geoquímica pura ou geoquímica aplicada), os valores de *z* devem estar dentro do intervalo de $-2 < z < 2$. Se os resultados caírem fora desses limites, o resultado correspondente pode estar afetado de um erro analítico.

O nosso laboratório apresentou resultados na categoria geoquímica pura (categoria I), onde os resultados analíticos são usados para pesquisa geoquímica, requerendo maior precisão e exatidão analítica.

PARTE EXPERIMENTAL

Foram analisados U, Th, Ba, Ta, Hf, Rb, Cs, Sc e Co, e os ETR La, Ce, Nd, Sm, Eu, Tb, Yb e Lu, por INAA, em três amostras: um microgranito (G94), coletado em uma pedreira desativada, em Cumbia, Inglaterra, uma rocha vulcânica (OU1), coletada em uma pedreira localizada em Leicestershire, Inglaterra, e um dolerito (OU2), coletado em uma pedreira em Belford, Inglaterra. Essa amostras foram distribuídas em 3 etapas do teste de proficiência (GeoPT1, GeoPT2 e GeoPT4), das quais a Supervisão de Radioquímica participou.

INAA

Cerca de 100 mg das amostras (secas a 105°C por 2h) foram pesadas em envelopes de polietileno, que foram selados a quente. Os materiais geológicos de referência GS-N e BE-N (GIT-IWG), utilizados como padrões, foram preparados da mesma maneira. Amostras e padrões foram inseridos em recipientes de alumínio ("coelhos"), especialmente desenvolvidos para uso no reator IEA-R1m do IPEN-CNEN/SP e irradiados por 8 horas em um fluxo de nêutrons térmicos de $10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$. Cerca de 5 dias após a irradiação, a radiação gama induzida foi medida em um sistema de espectrometria gama constituído de um detector de Ge hiperpuro GMX CANBERRA, com eficiência de 20% e resolução de 1,9 keV para o pico de 1332 keV do ^{60}Co , acoplado a um analisador multicanal e a um microcomputador. Os tempos de contagem foram de 90 minutos. Nova série de medidas foi realizada cerca de 15 dias após a irradiação, com tempos de contagem de 2,5 h. Os espectros de raios gama obtidos foram analisados pelo programa VISPECT, desenvolvido na Supervisão de Radioquímica. Este programa localiza os picos e calcula suas áreas e energia.

RESULTADOS

Na Tabela 1 são apresentados os resultados obtidos, assim como os valores de consenso e os *z-scores*, conforme relatados por Thompson *et al.* (1996, 1998, 1999). Pode-se observar, pela Tabela 1, que os resultados obtidos para os ETR analisados apresentaram sempre valores de *z-score* no intervalo de $-2 < z < 2$, demonstrando a qualidade dos dados analíticos. A análise por ativação com nêutrons sempre foi reconhecida como uma técnica analítica muito exata para a determinação dos ETR, devido às características nucleares extremamente favoráveis desses elementos para a ativação neutrônica, além de ser uma técnica não destrutiva, não requerendo a separação dos ETR nem como grupo nem individualmente.

Resultados com *z-score* igualmente dentro do intervalo de $-2 < z < 2$ foram obtidos para os elementos Th, Hf, Sc e Co, em todas as amostras, e Ta e Cs nas amostras G94 e OU-2. Os elementos Ta, Cs e Rb não foram determinados na amostra OU-1, devido aos teores desses elementos serem inferiores ao limite de detecção do método nas condições analíticas empregadas ($1 \mu\text{g g}^{-1}$ para o Ta, $0,2 \mu\text{g g}^{-1}$ para Cs e $25 \mu\text{g g}^{-1}$ para Rb). No caso da determinação de Rb na amostra OU-2, o valor do *z-score* foi um pouco maior que 2, provavelmente devido à concentração de Rb nessa amostra ($25,44 \mu\text{g g}^{-1}$) estar próxima ao limite de detecção do método para esse elemento. O mesmo problema se observou na determinação de Ba na amostra OU-1, pois o teor de Ba (131 ppm) é da mesma ordem do limite de detecção para Ba (90-100 ppm). Os valores do *z-score* de 3,17 e 3,15 obtidos para os resultados da análise de U nas amostras OU-1 e OU-2, respectivamente, também podem ser explicados pelo baixo teor de U nessas amostras, também próximos ao limite de detecção ($0,4 \mu\text{g g}^{-1}$). Não foi observado nenhum erro analítico sistemático, uma vez que os resultados foram aleatoriamente inferiores ou superiores ao valor de consenso.

De acordo com o critério de análise dos dados adotado no teste, os resultados podem ser considerados como confiáveis para o propósito de pesquisa geoquímica. Esses resultados demonstram a qualidade dos dados analíticos que vêm sendo gerados no IPEN para a análise de ETR e outros traços em vários tipos de matrizes geológicas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- THOMPSON, M.; POTTS, P.J.; KANE, J.S.; WEBB, P.C. (1996) International Proficiency Test for Analytical Geochemistry Laboratories – Report on Round 1. Geostandards Newsletter, **20**:295-325.
THOMPSON, M.; POTTS, P.J.; KANE, J.S.; WEBB, P.C. (1997) GEOPT2. International Proficiency Test for Analytical Geochemistry Laboratories – Report Round 2. Geostandards Newsletter, **22**:127-156.
THOMPSON, M.; POTTS, P.J.; KANE, J.S.; WEBB, P.C., WATSON, J.S. (1999) GEOPT4 – An International Proficiency Test for Analytical Geochemistry Laboratories – Report on Round 4. Geostandards Newsletter: The Journal of Geostandards and Geoanalysis (no prelo).

Elemento	GeoPT1 - G94			GeoPT2 - OU-1			GeoPT4 - OU-2		
	Valor Obtido	Valor de Consenso	<i>z-score</i>	Valor Obtido	Valor de Consenso	<i>z-score</i>	Valor Obtido	Valor de Consenso	<i>z-score</i>
La	22,7	21,56	1,0	5,60	5,60	0,00	27,4	27,71	-0,23
Ce	43,5	42,00	0,8	12,40	12,49	-0,13	60,0	60,20	-0,08
Nd	17,5	16,65	1,0	6,50	7,32	-1,89	31,0	33,35	-1,49
Sm	3,72	3,59	0,6	2,13	2,13	0,01	8,70	8,70	0,01
Eu	0,780	0,744	0,6	0,54	0,52	0,41	2,30	2,23	0,43
Tb	0,520	0,502	0,4	0,56	0,49	1,52	1,09	1,11	-0,26
Yb	1,50	1,45	0,4	2,67	2,49	1,05	2,70	2,52	1,02
Lu	0,250	0,227	1,0	0,37	0,39	-0,69	0,30	0,372	-2,09
U	3,30	3,18	0,6	0,51	0,40	3,17	0,80	0,630	3,15
Th	7,60	7,10	1,2	1,64	1,68	-0,32	3,00	3,02	-0,10
Ba	396	356,5	3,4	90	131,40	-8,21	349	341	0,69
Ta	1,41	1,36	0,5	—	0,15	—	1,06	1,20	-1,50
Hf	3,50	3,43	0,3	1,75	1,65	0,80	5,00	5,29	-0,89
Rb	147,00	147,71	-0,1	—	2,05	—	30,00	25,44	3,65
Cs	3,30	3,11	0,9	—	0,14	—	0,49	0,495	-0,11
Sc	6,40	6,28	0,3	34,00	32,69	0,85	28,50	28,21	0,21
Co	6,3	6,67	-0,9	24,00	24,41	-0,34	44,50	44,80	-0,15

Tabela1. Resultados obtidos ($\mu\text{g g}^{-1}$), valores de consenso ($\mu\text{g g}^{-1}$) e *z-scores* para as amostras G94, OU-1 e OU-2.