

PARTICIPAÇÃO DO LABORATÓRIO DE ANÁLISE POR ATIVAÇÃO DO IPEN NO GEOPT - *INTERNATIONAL PROFICIENCY TEST FOR ANALYTICAL AND GEOCHEMICAL LABORATORIES*

Regina B. Ticianelli, Ana Maria G. Figueiredo

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN / CNEN - SP)
Av. Professor Lineu Prestes 2242
05508-000 São Paulo, SP
anamaria@ipen.br; rbtician@ipen.br

RESUMO

Este trabalho apresenta os resultados obtidos na participação do Laboratório de Análise por Ativação com Nêutrons do IPEN (LAN-IPEN) no *International Proficiency Test Program for Analytical Geochemistry Laboratories* (GeoPT, rodadas 1, 2, 4, 15 e 16) de 1996 a 2005. Os organizadores dos testes avaliaram estatisticamente todas as contribuições enviadas usando o critério de Z-score, que considera "satisfatórios" os resultados de $|Z| < 2$. Os elementos Ba, Cs, Co, Hf, Rb, Fe, U, Th e as terras raras La, Ce, Nd, Sm, Eu, Tb, Yb e Lu, foram analisados por Análise por Ativação com Nêutrons Instrumental (INAA). De modo geral, foram obtidos valores de Z-score menores que 2 ($|Z| < 2$) para a maioria dos elementos, confirmando a qualidade dos resultados analíticos.

1. INTRODUÇÃO

Os laboratórios analíticos estão ultimamente muito comprometidos com o controle de qualidade analítico. Um dos principais objetivos dos laboratórios em todo mundo é obter a acreditação do laboratório, de modo a assegurar a qualidade e credibilidade de seus resultados, permitindo a aceitação e comparação de dados analíticos. O Laboratório de Análise por Ativação com Nêutrons do IPEN (LAN-IPEN) implementou um Sistema de Controle de Qualidade baseado na ISO/IEC 17025:2001, que compreende, entre outras atividades, a participação em testes de proficiência. Esses testes são considerados um dos procedimentos padrão em sistemas de qualidade, uma vez que auxiliam os laboratórios a encontrar deficiências e erros sistemáticos em seus métodos analíticos, melhorando seus resultados.

O LAN-IPEN vem realizando, há vários anos, a análise de elementos terras raras (ETR) e outros elementos-traço em vários tipos de rochas, por Análise por Ativação com Nêutrons Instrumental (INAA). A precisão e exatidão das análises têm sido verificadas pela análise de materiais de referência que possuem valores certificados para os elementos analisados.

A Análise por Ativação com Nêutrons sempre foi reconhecida como uma técnica analítica muito exata para a determinação de elementos traço em amostras geológicas. É uma técnica multielementar, não destrutiva, que não requer a dissolução da amostra, o que é uma grande vantagem em se tratando de amostras geológicas, que às vezes contêm minerais de difícil dissolução.

Como uma das atividades do sistema de qualidade, O LAN-IPEN participou de 5 rodadas do *International Proficiency Test for Analytical and Geochemistry Laboratories (GeoPT)*, organizado pela *International Association of Geoanalysts (IAG)*. No presente trabalho, são apresentados os resultados obtidos, que são uma indicação importante sobre a qualidade dos dados analíticos de ETR e outros elementos-traço gerados pelo LAN-IPEN.

O programa internacional de teste de proficiência GeoPT consolidou-se como um procedimento de avaliação da qualidade de dados de laboratórios geoquímicos. O teste envolve a distribuição de uma amostra homogênea aos laboratórios participantes, analisada utilizando-se uma técnica analítica bem caracterizada, operada em condições rotineiras. Os resultados são avaliados estatisticamente pelos organizadores e um Z-score é calculado [1], para cada dado de concentração submetido por cada laboratório participante. Se o valor de concentração está de acordo com o propósito do laboratório (geoquímica pura ou geoquímica aplicada), os valores de Z devem ser $|Z| < 2$. Se o Z-score estiver fora desse limite, o resultado correspondente pode estar afetado de um erro analítico. O LAN-IPEN apresentou resultados na categoria geoquímica pura (categoria 1), onde os resultados analíticos são usados para pesquisa geoquímica, requerendo maior precisão e exatidão.

2. PARTE EXPERIMENTAL

Foram analisados Ba, Co, Cs, Fe, Hf, Rb, Sc, Ta, Th, U, e os ETR La, Ce, Nd, Sm, Eu, Tb, Yb e Lu, por INAA, nas amostras: G94 (microgranito), OU1 (rocha vulcânica), OU2 (dolerito), MSAN (sedimento marinho) e BNV-1 (basalto).

Cerca de 100 mg das amostras (secas a 105°C por 2h) foram pesadas em envelopes de polietileno 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-R1 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 GX20190, com eficiência de 20% e resolução de 1,9keV para o pico de 1332 keV do ^{60}Co , acoplado a um analisador multicanal e um microcomputador. Nova série de medidas foi realizada cerca de 15 dias após a irradiação. Os espectros de raios gama obtidos foram analisados pelo programa VISPECT [2], que localiza os picos e calcula suas áreas.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As cartas de controle, apresentando os Z-score obtidos em relação aos valores de consenso [3-7], estão nas Figuras 1 a 5.

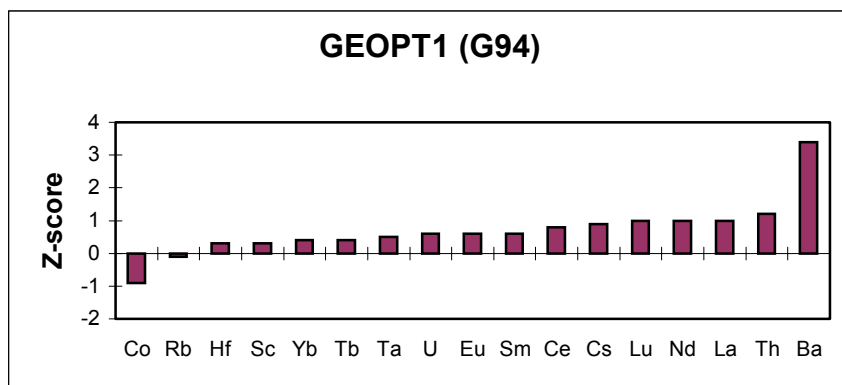


Figura 1. Carta de controle (valores de z-score) para a amostra G94 - GEOPT1

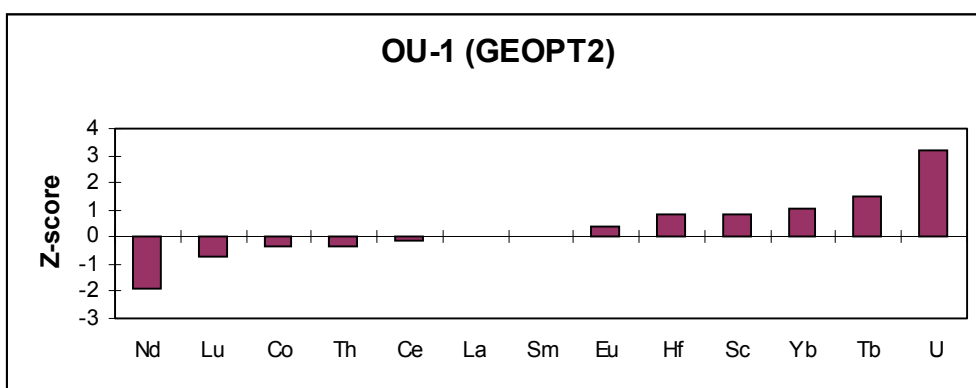


Figura 2. Carta de controle (valores de z-score) para a amostra OU-1- GEOPT2

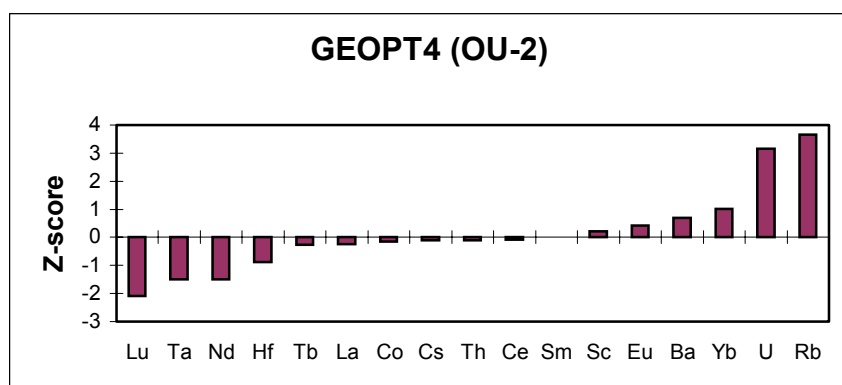


Figura 3. Carta de controle (valores de z-score) para a amostra OU-2 - GEOPT4

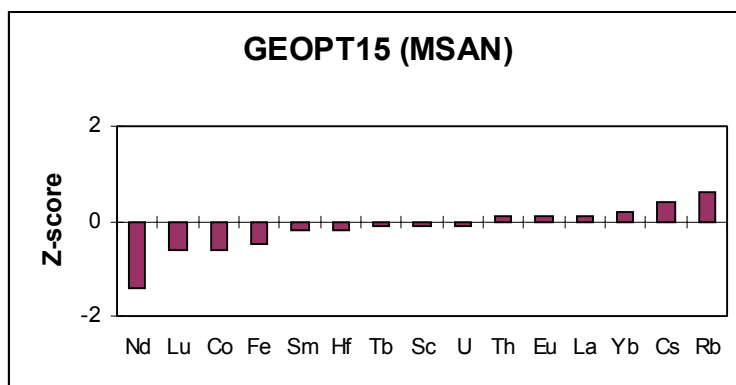


Figura 4. Carta de controle (valores de z-score) para a amostra MSAN - GEOPT15

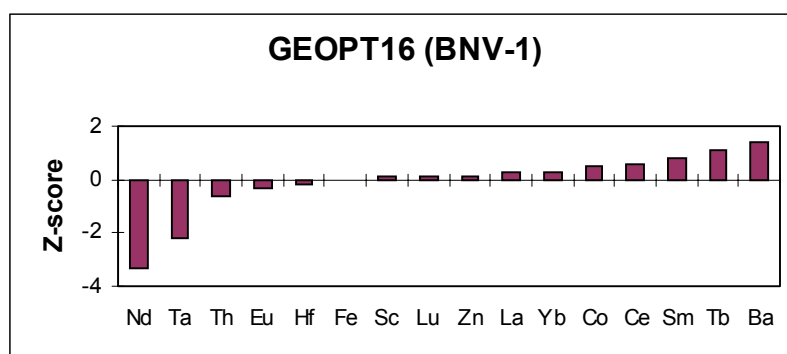


Figura 5. Carta de controle (valores de z-score) para a amostra BNV-1 - GEOPT16

Pode-se observar que o Z-score obtido para a maioria dos elementos esteve no intervalo $|Z| < 2$, demonstrando a qualidade dos dados analíticos.

Os elementos U na amostra OU-1 e U e Rb na amostra OU-2 apresentaram Z-score maior que 2. Esses valores podem ser explicados pelas baixas concentrações de Rb e U nessa amostra ($[Rb] = 25,44 \text{ mg kg}^{-1}$; $[U] = 0,63 \text{ mg kg}^{-1}$), próximas ao limite de detecção do método nessa matriz (LD do U=0,40 mg kg^{-1} e LD do Rb= 25 mg kg^{-1}). O mesmo pode ser aplicado ao caso do Nd na amostra BNV-1, já que a concentração desse elemento, $8,40 \text{ mg kg}^{-1}$, é da mesma ordem do limite de detecção do método em amostras geológicas, de 2 mg kg^{-1} .

Não foi observado nenhum erro analítico sistemático, uma vez que os resultados foram aleatoriamente inferiores e superiores ao valor de consenso.

4. CONCLUSÕES

De acordo com o critério de análise de resultados adotado pelos organizadores do teste de proficiência, os resultados podem ser considerados confiáveis para o propósito de pesquisa geoquímica. Esses resultados demonstram a qualidade dos dados analíticos que vêm sendo gerados pelo LAN-IPEN para a análise de elementos traço em vários tipos de amostras geológicas.

REFERÊNCIAS

1. W. Horwitz , “A Heuristic Derivation of the Horwitz Curve,” *Anal. Chem.*, **69**, pp.789-790 (1997).
2. D. Piccot, Personal Communication.
3. M. Thompson, P. J. Potts, J. S. Kane, P. C. Webb, .“GeoPT1. International Proficiency Test for Analytical Geochemistry Laboratories - Report on Round 1”, *Geostandards Newsletter: The Journal of Geostandards and Geoanalysts*, **20**, pp. 295-325, 1996.
4. M. Thompson, P. J. Potts, J. S. Kane, P. C. Webb, J. S. Watson, “GeoPT2. International Proficiency Test for Analytical Geochemistry Laboratories - Report on Round 2”, *Geostandards Newsletter: The Journal of Geostandards and Geoanalysts* , **22**, pp. 127-156, 1997.
5. M. Thompson, P. J. Potts, J. S. Kane, P. C. Webb, J. S. Watson, “GeoPT4. International Proficiency Test for Analytical Geochemistry Laboratories - Report on Round 4”, Published in the electronic version of *Geostandards Newsletter: The Journal of Geostandards and Geoanalysts* (Summer 2000).
6. P. J. Potts, M. Thompson, S. R. Chenery, P. C. Webb, Y. Wang, “GeoPT15. International Proficiency Test for Analytical Geochemistry Laboratories - Report on Round 15”, Unpublished Report, June 2004.
7. P. J. Potts, M. Thompson, S., P. C. Webb, S. Wilson, “GeoPT16. International Proficiency Test for Analytical Geochemistry Laboratories - Report on Round 16”, Unpublished Report, February 2005.