

**DESEMPENHO DO LABORATÓRIO DE ANÁLISE POR ATIVAÇÃO COM NÊUTRONS DO IPEN
NO TESTE DE PROFICIÊNCIA PARA LABORATÓRIOS ANALÍTICOS E GEOQUÍMICOS
GEOPT (2005-2006)**

Ana Maria G. Figueiredo, Regina B. Ticianelli
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN / CNEN - SP)
Av. Professor Lineu Prestes 2242, Cidade Universitária
05508-000 São Paulo, SP
anamaria@ipen.br; rbtician@ipen.br

ABSTRACT

This paper discusses the results obtained by the IPEN Neutron Activation Analysis Laboratory (LAN-IPEN) in the International Proficiency Test Program for Analytical Geochemistry Laboratories (GeoPT, rounds 17, 18, 19 and 20). The program is designed to be part of the routine quality assurance scheme of analytical geochemistry laboratories. The organizers of the tests evaluated statistically all contributed data by using the Z-score criterion, which consider "satisfactory" the results falling between ± 2 . The elements Ba, Cs, Co, Hf, Rb, Fe, U, Th and the rare earths La, Ce, Nd, Sm, Eu, Tb, Yb and Lu were analyzed by Instrumental Neutron Activation Analysis (INAA). As a general trend, Z-score values between ± 2 were obtained for most elements confirming the good quality of the analytical results.

Key words: Proficiency testing; Geochemical analysis; Neutron activation analysis

INTRODUÇÃO

Um dos maiores desafios dos laboratórios analíticos ultimamente é manter o controle de qualidade, de modo a assegurar a qualidade e credibilidade de seus resultados, permitindo a aceitação e comparação de seus 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 17025:2005, 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 materiais geológicos (rochas, solos, sedimentos), 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 vem participando desde 1996 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 em 4 rodadas do GeoPT, no período de 2005-2006, 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 (Horwitz, 1997), 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 estar entre ± 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

XI Congresso Brasileiro de Geoquímica
Atibaia, São Paulo, 21-26/10/07

12675

CJWOM

126750

categoria geoquímica pura (categoria 1), onde os resultados analíticos são usados para pesquisa geoquímica, requerendo maior precisão e exatidão.

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: OU-8 (arenito calcáreo), KPT-1 (quartzo diorito), MGR-N (gabro) e OPY-1 (rocha ultramáfica).

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} n cm⁻²s⁻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 ⁶⁰Co, acoplado a um analisador multicanal e um microcomputador. Nova série de medidas foi realizada cerca de 15 dias após a irradiação. A análise dos espectros de raios gama foi feita pelo programa VISPECT.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os gráficos, apresentando os Z-score obtidos em relação aos valores de consenso, estão nas Figuras 1 a 4.

Pode-se observar que o Z-score obtido para a maioria dos elementos esteve dentro do intervalo ± 2 , demonstrando a qualidade dos dados analíticos.

Na rodada GeoPT17 (amostra OU-8), somente o elemento U apresentou Z-score maior que 2. Na rodada GeoPT18 (amostra KPT-1) os resultados de Z-score para Ba, Nd, Rb e Ta caíram fora do intervalo ± 2 (-2,1 para Ba, -2,3 para Rb, -2,5 para Ta e 2,8 para Nd), o que pode indicar a recomendação de uma ação de remediação. Na rodada GeoPT19, Yb e Nd apresentaram Z-score acima de 2 (2,3 para Nd e 3,0 para Yb). Esses valores podem ser explicados pelas baixas concentrações de Nd e Yb nessa amostra ([Nd] = 2,65mg kg⁻¹; [Yb] = 0,39 mg kg⁻¹), próximas ao limite de detecção do método nessa matriz (LD do Nd=2 mg kg⁻¹ e LD do Yb= 0,1 mg kg⁻¹). Os resultados obtidos na rodada GeoPT20 apresentaram todos os resultados de Zscore entre ± 2 .

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

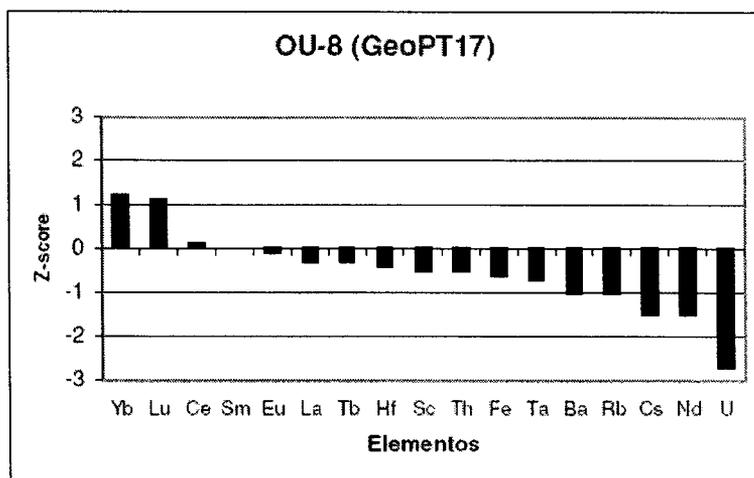


Figura 1. Gráfico de Z-score para a amostra OU-8 (arenito calcáreo)- GeoPT17 (Potts *et al.*, 2005)

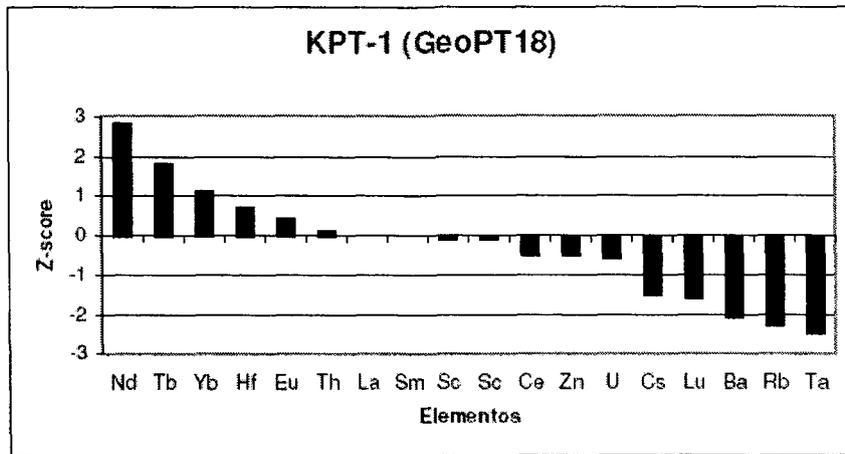


Figura 2. Gráfico de Z-score para a amostra KPT-1 (quartzo diorito)- GEOPT18 (Webb *et al.*, 2006a)

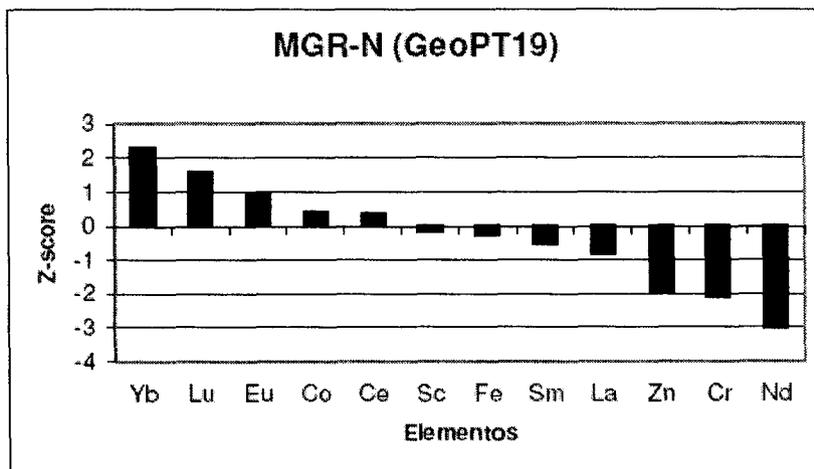


Figura 3. Gráfico de Z-score para a amostra MGR-N (gabro) - GeoPT19 (Webb *et al.*, 2006b)

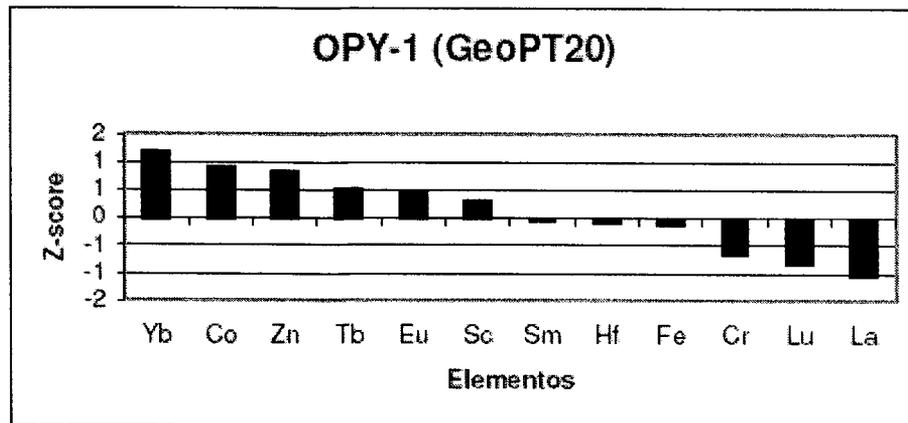


Figura 4. Gráfico de Z-score para a amostra OPY-1 (rocha ultramáfica) - GeoPT20 (Webb *et al.*, 2007)

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

- Horwitz W. 1997. A Heuristic Derivation of the Horwitz Curve. *Anal. Chem.*, **69**: 789-790.
- Potts P.J., Thompson M., Webb P.C., Walsh J.N. 2005. GeoPT17. an international proficiency test for analytical geochemistry laboratories - report on round 17/July 2005 (Calcareous sandstone, OU-8). International Association of Geoanalysts: Unpublished report.
- Webb P.C., Thompson M., Potts P.J., Bedard L.P. 2006. GeoPT18 - an international proficiency test for analytical geochemistry laboratories - report on round 18 / Jan 2006 (Quartz Diorite, KPT-1). International Association of Geoanalysts: Unpublished report.
- Webb, P.C., Thompson M., Potts P.J., Batjargal B. 2006. GeoPT19 - an international proficiency test for analytical geochemistry laboratories - report on round 19 / July 2006 (Gabbro, MGR-N). International Association of Geoanalysts: Unpublished report.
- Webb, P.C., Thompson M., Potts P.J., Burnham M. 2007. GeoPT20 - an international proficiency test for analytical geochemistry laboratories - report on round 20 / Jan 2007 (Ultramafic rock, OPY-1). International Association of Geoanalysts: Unpublished report.