

II-WORKSHOP OF INORGANIC MASS SPECTROMETRY – 2017

IMPLEMENTAÇÃO DAS ANÁLISES ISOTÓPICAS $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ POR MC-ICP-MS NO CPGeo-USP

I. R. Ruiz¹, L. B. Cervi¹, M. Babinski¹, F. Chemale², M. H. B. M. Hollanda¹, L. A. Petronilho¹, R. A. Silva¹, G. B. Magdaleno¹

(1) Centro de Pesquisas Geocronológicas (CPGeo) – Instituto de Geociências – USP, 05508-080, São Paulo – SP.

(2) Programa de Pós-Graduação em Geologia – Universidade do Vale do Rio dos Sinos – 93022-750, São Leopoldo – RS.

Key words: ICP-MS-MC, TIMS, Neodímio, Materiais de Referência USGS.

Para estabelecer os parâmetros de análise isotópica de Nd por MC-ICP-MS (MultiCollectorInductivelyCoupled Plasma Mass Spectrometry) no equipamento Neptune Plus, foram realizadas repetidas análises do padrão JNdi-1 e de materiais de referência USGS: dois basaltos (BHVO-2 e BCR-2) e um andesito (AGV-2). Esses materiais também foram analisados por TIMS (Thermal Ionization Mass Spectrometry) no equipamento TRITON (ThermoScientific) para comparação. As configurações dos equipamentos estão apresentadas nas Tabelas 1 e 2.

Tabela 1. Configurações dos espectrômetros de massas.

	Neptune	TRITON
Potência RF	1200 W	-
Voltagem de aceleração	~10 KV	~ 10 KV
Pressão de análise de massa	2×10^{-8} mbar	2×10^{-9} mbar
Nebulizador	Micro Flow PFA-50	
Taxa de entrada de amostra	45-65 $\mu\text{L}/\text{min}$	-
Fluxo de gás de amostra	~1 L/min	-
Gás de resfriamento	16 L/min	-
Temperatura do plasma e de ionização	~7727 °C	~1600 °C

Tabela 2. Configuração dos detectores Faraday para análises isotópicas de Nd.

Detecção Elementos	L4	L3	L2	L1	C	H1	H2	H3	H4
MC-ICP-MS	^{140}Ce	^{142}Nd	^{143}Nd	^{144}Nd	^{145}Nd	^{146}Nd	^{147}Sm	^{148}Nd	^{150}Nd
TRITON		^{142}Nd	^{143}Nd	^{144}Nd	^{145}Nd	^{146}Nd	^{148}Nd	^{150}Nd	

Os materiais de referência foram dissolvidos com HF, HNO₃ e HCl em béquer Saville em chapa aquecedora. Neodímio (Nd) foi separado usando a técnica de cromatografia de troca iônica em duas etapas, com uso de resinas RE e LN (Eichrom Technologies Inc). Esses procedimentos foram realizados nos laboratórios classe 10.000, equipados com capelas de fluxo laminar classe 100, do Centro de Pesquisas Geocronológicas (CPGeo) da USP. Após a separação cromatográfica, as soluções contendo Nd foram divididas em duas alíquotas, sendo uma para análise em MC-ICP-MS (200 ppb de Nd) e outra em TIMS (200 ng de Nd no filamento).

As análises por MC-ICP-MS foram realizadas em modo estático com detectores Faraday. Em cada análise de Nd foram obtidas 120 razões (6 blocos de 20 ciclos), com correção para interferência de massas do Sm e Ce usando as abundâncias naturais destes isótopos ($^{147}\text{Sm}/^{144}\text{Sm} = 4.8784408$ e $^{140}\text{Ce}/^{142}\text{Ce} = 7.9583408$) [1]. O fracionamento de massas do equipamento foi corrigido pela lei exponencial utilizando a razão $^{146}\text{Nd}/^{144}\text{Nd} = 0.7219$ [2, 3]. Como correção externa, foi utilizada a razão $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ da média diária do JNdi-1 determinada no MC-ICP-MS e a média anual obtida por TIMS.

Nas análises do Nd por TIMS, as amostras foram depositadas em filamento de Re de arranjo duplo (H. Cross 99.99 %) degaseificado e analisadas no modo rotacional dos detectores Faraday. Em cada análise foram determinadas 210 razões (14 blocos de 15 ciclos). O fracionamento de massa do equipamento foi corrigido aplicando a lei exponencial usando a razão $^{146}\text{Nd}/^{144}\text{Nd} = 0.7219$ [2, 3].

O valor médio da razão $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ do padrão JNdi-1 analisado por MC-ICP-MS no período de análises (janeiro a maio de 2017) foi $0,512095 \pm 0,000005$ (n = 241) e por TIMS (maio de 2016 a julho de 2017) foi $0,512103 \pm 0,000003$ (n = 30). Os valores obtidos por MC-ICP-MS foram mais baixos que os obtidos por TIMS, porém ficaram em conformidade com o valor especificado pelo fabricante do equipamento (entre 0,512090 e 0,512115). As razões obtidas neste período estão apresentadas nas Figuras 1 e 2.

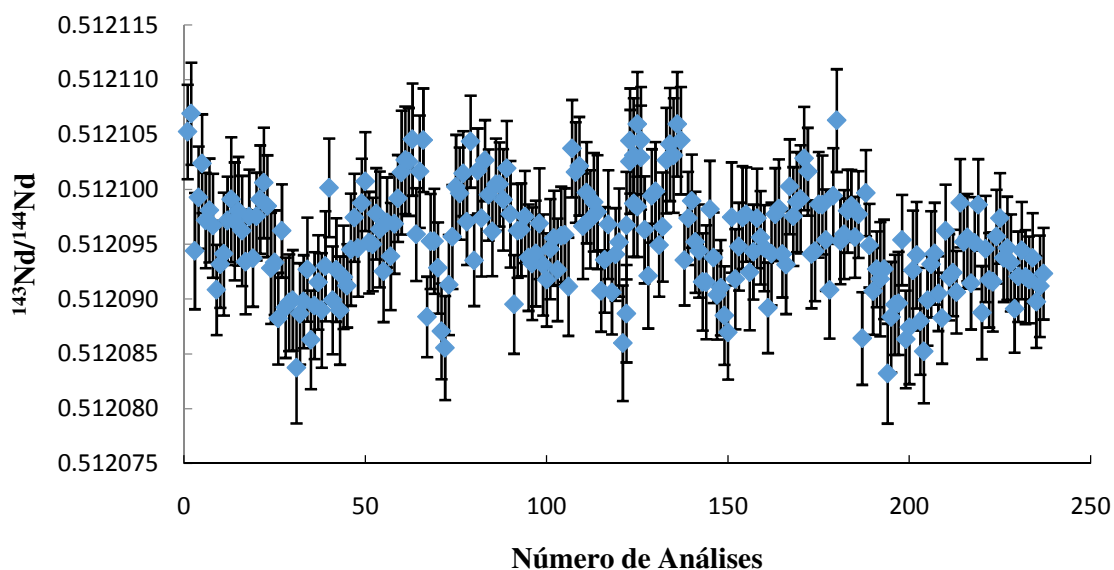


Figura 1 – Gráfico das razões $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ do JNdi-1 analisadas por MC-ICP-MS no período de janeiro a maio de 2017.

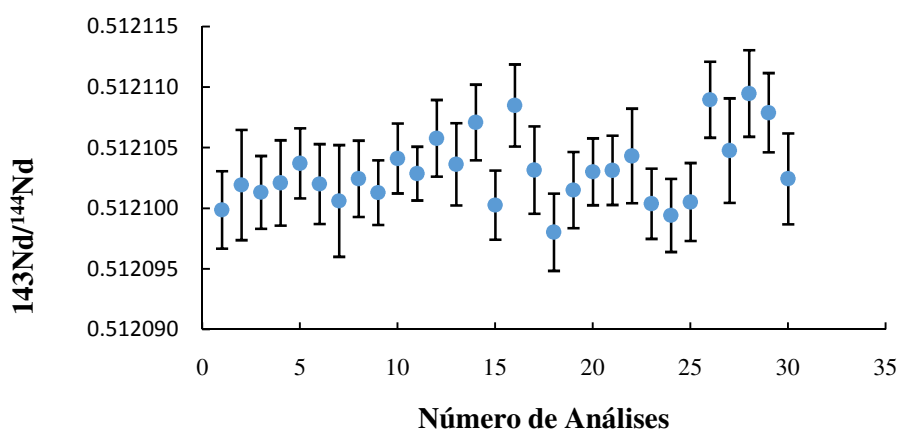


Figura 2 - Gráfico das razões $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ do JNdi-1 analisadas por TIMS, no período de maio de 2016 a maio de 2017.

Os materiais de referência USGS analisados no MC-ICP-MS e TIMS apresentaram razões $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ concordantes dentro do erro analítico, e, de acordo com os valores publicados na literatura, como mostrado na Tabela 3. Estes resultados comprovam a similaridade dos dados obtidos em espectrômetros com diferentes tipos de ionização.

Tabela 3. Razões $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ dos materiais de referência. O erro é o desvio padrão entre as análises.

Material	ICP-MS $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$	n	TRITON $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$	n	Valor de referência $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ [4]
BHVO-2	0.512980 ± 0.000004	4	0.512981 ± 0.000015	3	0.512981 ± 0.000010
BCR-2	0.512627 ± 0.000007	4	0.512620 ± 0.000008	4	0.512634 ± 0.000012
AGV-2	0.512781 ± 0.000003	4	0.512786 ± 0.000005	2	0.51279 ± 0.000016

Referências Bibliográficas:

- [1] K.J.R. Rosman and P.D.P. Taylor, *Pure & Applied Chemistry* 70(1), 1998, 217-235.
- [2] K. Sato, C.C.G. Tassinari, K. Kawashita e L. Petronilho, *Academia Brasileira de Ciências* 67, 1995, 313-336.
- [3] G.J. Wasserburg, S.B. Jacobsen, D.J. DePaolo, M.T. McCulloch and T. Wem, *Geochimica et Cosmochimica Acta* 45, 1981, 2311-2323.
- [4] D. Weis, B. Kieffer, C. Maerschalk, J. Barling, J. Jong, G.A. Williams, D. Hanano, W. Pretorius, N. Mattielli, J.S. Scoates, A. Goolaerts, R.M. Frieman and J.B. Mahoney, *Geochemistry, Geophysics, Geosystems* 7(8), 2006, 1-30.