

INTERCALIBRAÇÃO ISÓTOPOS ESTÁVEIS PADRÃO REI (CALCITA)

MANCINI, L.H. ¹; BARROS, A.M.L. ²; SIAL, A.N. ³; SILVA, H.D.T. ⁴; STRÍKIS, N.M. ⁵;

(1) Laboratório de Isótopos Estáveis (LAIS) – Instituto de Geociências – UnB, 70910-900, Brasília, Brasil – lmancini@unb.br

(2) Centro de Pesquisas Geocronológicas (CPGeo) – Instituto de Geociências – USP, 05508-080, São Paulo, Brasil – alyne.barros@gmail.com

(3) Departamento de Geologia, Centro de Tecnologia e Geociências – UFPE, 50740-530, Recife, Brasil – sial@ufpe.br

(4) Instituto de Ciências Ambientais, Químicas e Farmacêuticas (ICAQF) – Universidade Federal de São Paulo – UNFESP, 09972-270, São Paulo, Brasil – heron.fsa@gmail.com

(5) Departamento de Geoquímica – UFF, 24020-141, Rio de Janeiro, Brasil – strikis@gmail.com

Padrão REI

A calcita do padrão REI foi obtida a partir da cominuição e homogeneização de um fragmento de uma estalagmite coletada na Gruta Rei do Mato, município de Sete Lagoas, Minas Gerais.. A estalagmite de dimensões dessimétrica apresenta uma matriz cristalina absolutamente homogênea, formada por um único monocristal de calcita de coloração mel, onde nota-se a preservação dos planos de clivagem romboédricos do mineral em toda a porção do espeleotema. A coloração mel da calcita é atribuída à presença de ácidos orgânicos, em geral ácidos fulvicos e húmicos produzidos no solo e carreados pelas soluções de gotejamento.



Em 2014 Antunes Junior, et al apresentaram no 9th SSAGI, em São Paulo, os valores para $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{18}\text{O}$ indicando, assim, o padrão REI como um bom padrão interno. Os valores obtidos foram: $\delta^{13}\text{C} = -7,94\text{‰} \pm 0,06$ (V-PDB) e $\delta^{18}\text{O} = -7,85\text{‰} \pm 0,12$ (V-PDB).

Com o propósito de auxiliar os laboratórios brasileiros na melhoria de seus métodos e na homogeneização e certificação de seus resultados, propusemos uma intercalibração deste padrão interno (REI) para ser apresentado nesse Workshop.

Laboratórios Participantes:

USP – Centro de Pesquisas Geocronológicas (CPGeo)

(Laboratório de Isótopos Estáveis de São Paulo – LIESP)

Equipe: Francisco William da Cruz Junior, Alyne Barros Machado Lopes, Mariana Rodrigues Gurgel

UnB – Laboratório de Estudos Geocronológicos, Geodinâmicos e Ambientais

(Laboratório de Isótopos Estáveis – LAIS)

Equipe: Roberto Ventura Santos, Luís Henrique Mancini, Eduardo Carvalhos, Lilia Dias Sabaraense

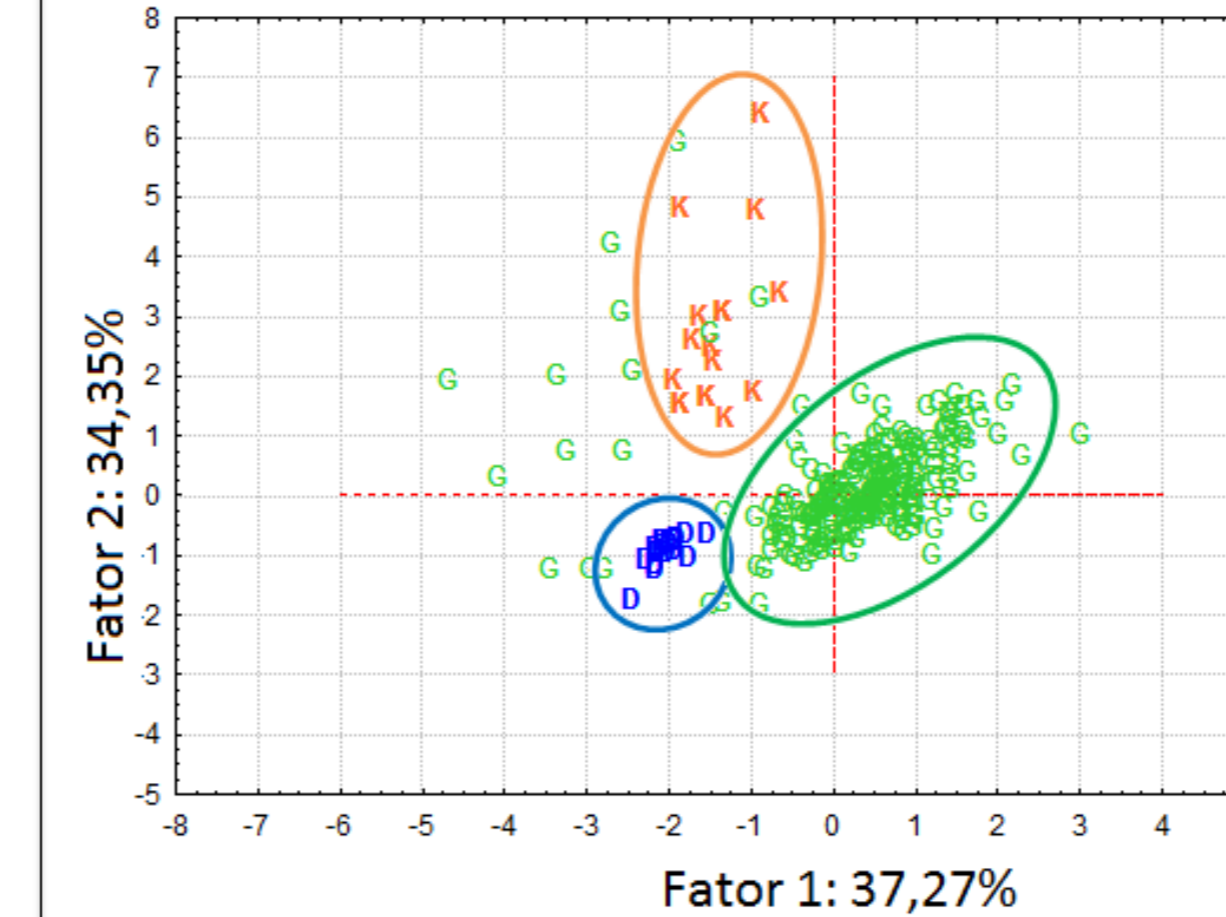
UFPE – Departamento de Geologia, Centro de Tecnologia e Geociências

(Laboratório de Isótopos Estáveis – LABISE)

Equipe: Alcides Nobrega Sial, Gilsa Maria de Santana

Análise Estatística

Análises de Componentes Principais (PCA)



A análise de PCA, para os métodos propostos, mostra que há um comportamento distinto, entre eles. Pois as projeções dos vetores das variáveis estão em quadrantes distintos. Isso significa que o método poderia interferir no resultado obtido, neste caso, porém, isto está associado a precisão de cada método. Uma vez que o Desvio Padrão para todas as análises apresentadas se enquadra dentro dos parâmetros esperados.

Diagrama de Pareto para $\delta^{13}\text{C}$

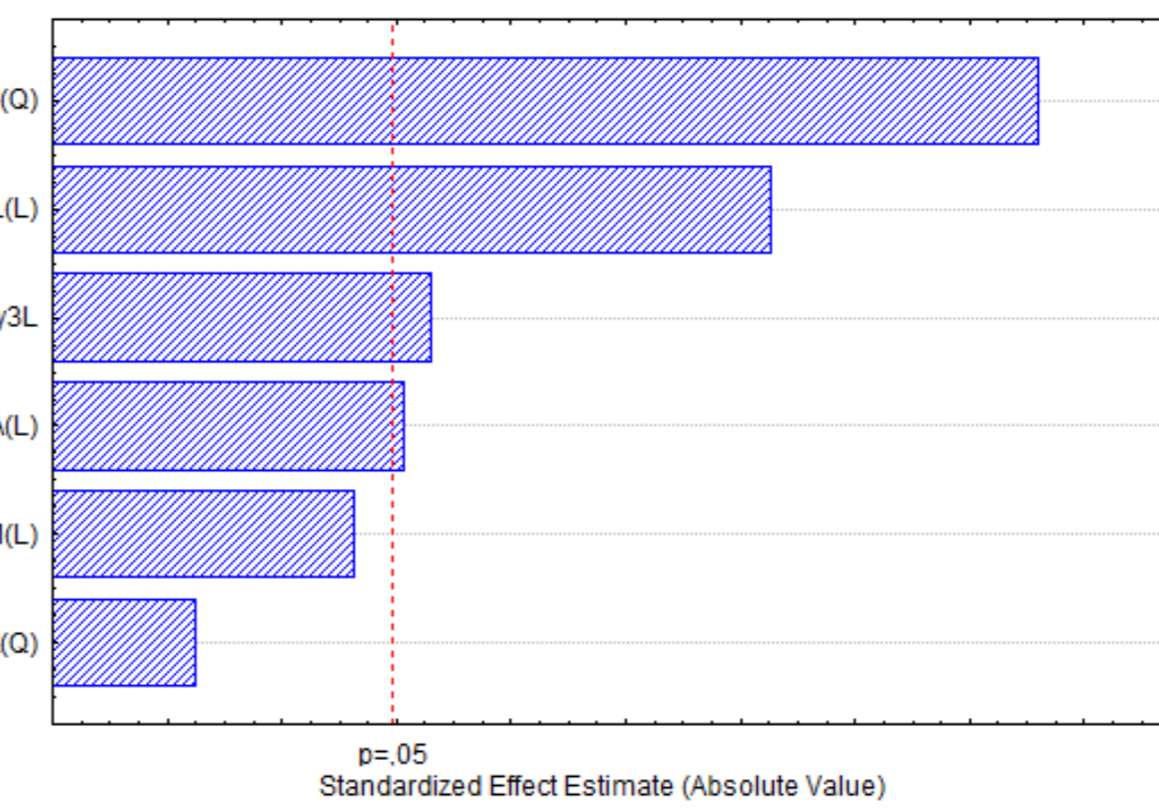
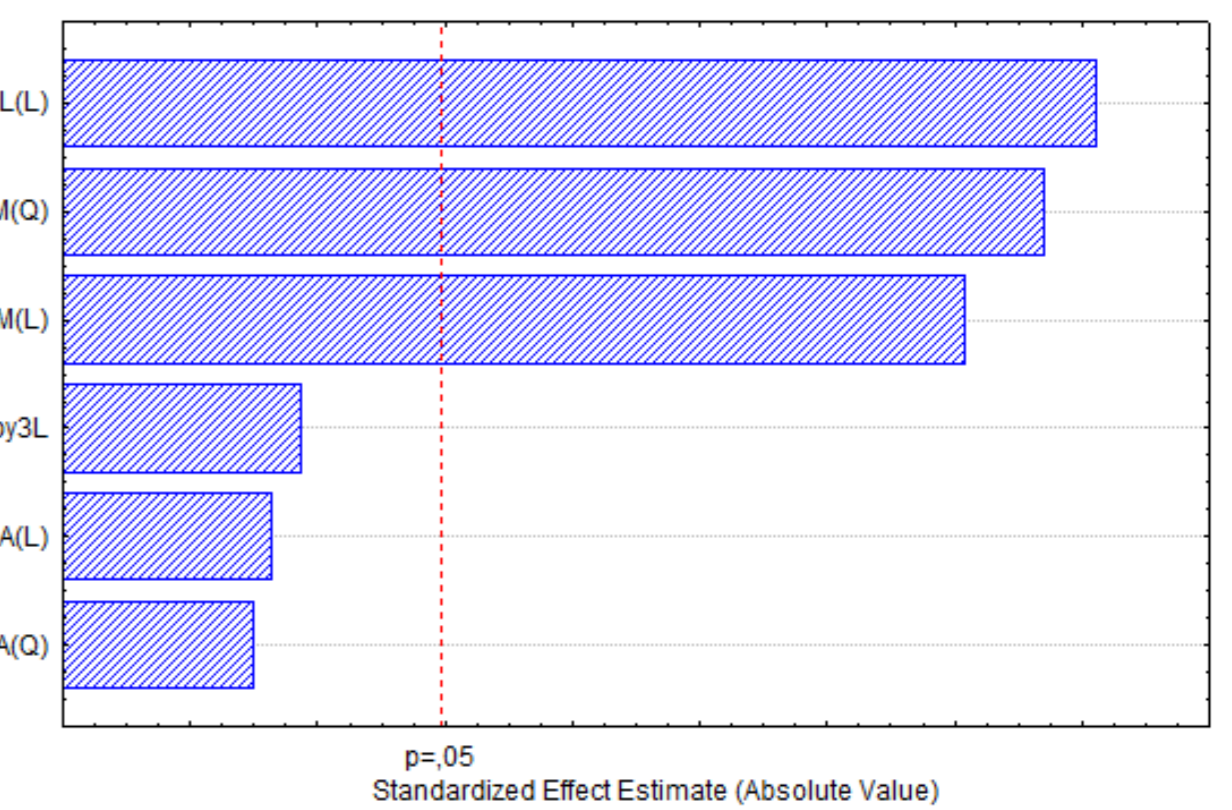
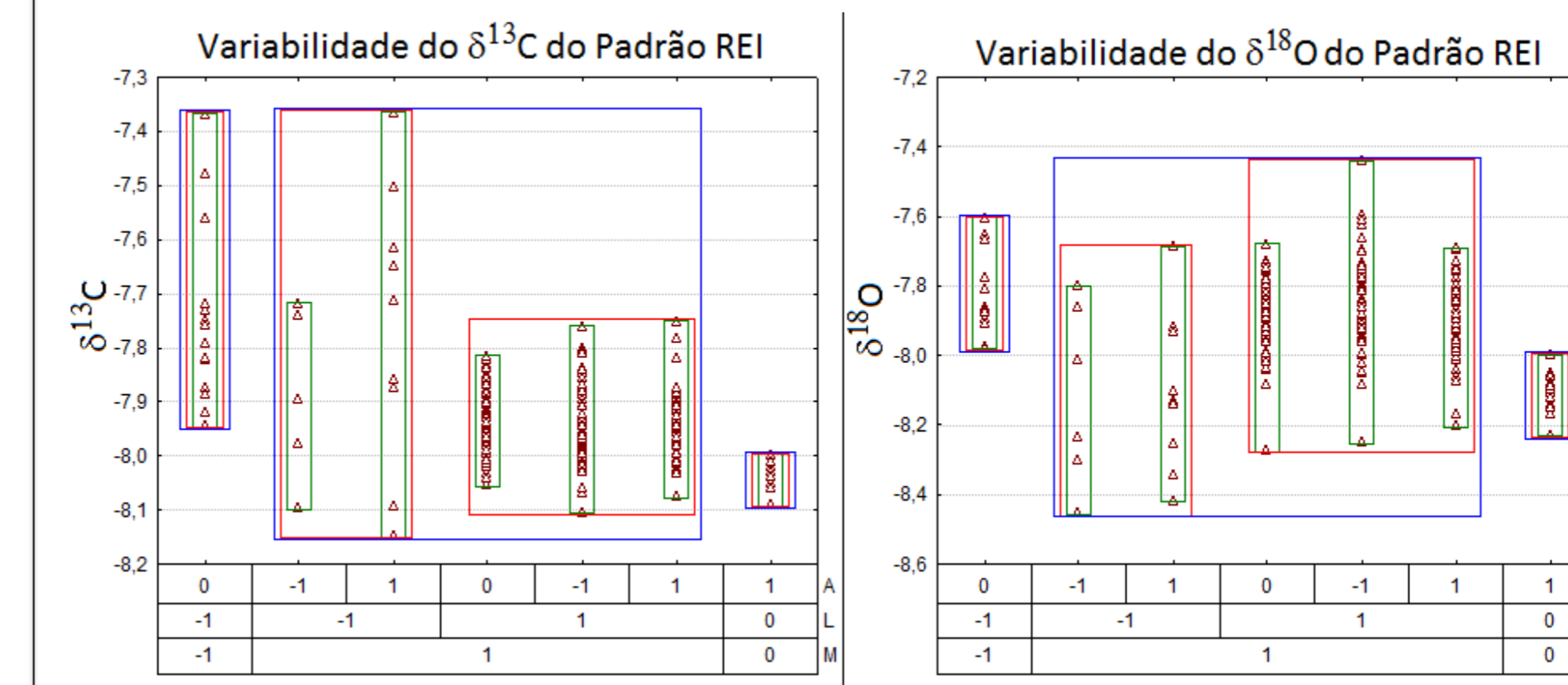


Diagrama de Pareto para $\delta^{18}\text{O}$



Os diagramas de Pareto indicam que o método e o laboratório são variáveis que podem contribuir ou interferir significativamente nos resultados.

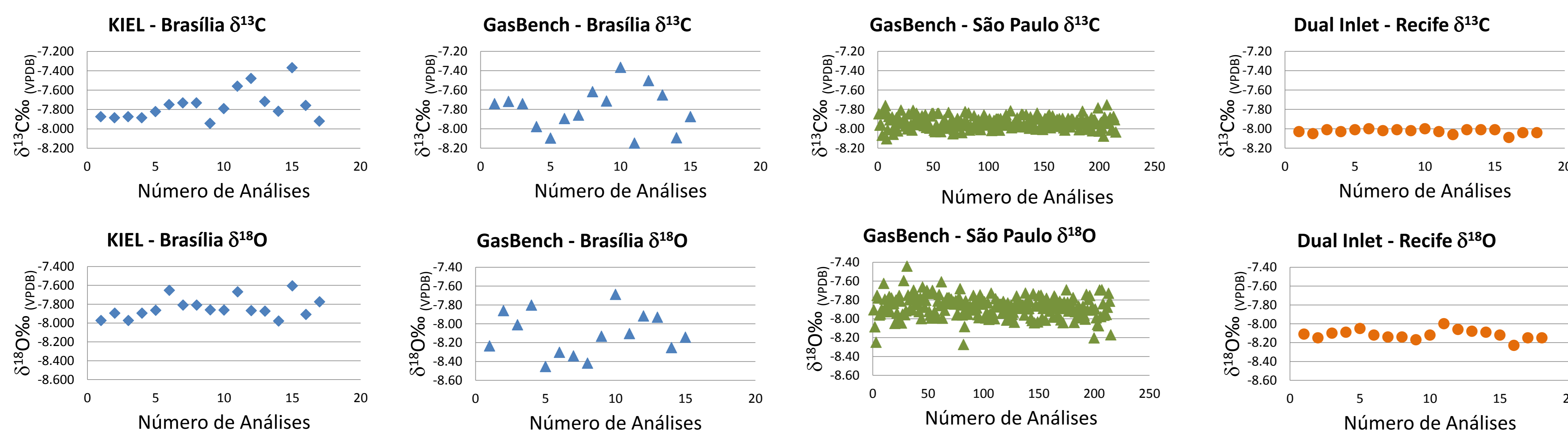


Esta análise nos permite observar se os resultados obtidos pelos laboratórios variaram, principalmente, em relação ao método e ao ano.

| Nomenclatura | -1 | 0 | 1 |
|--------------|----------|------------|-----------|
| Ano | 2014 | 2015 | 2016 |
| Laboratório | Brasília | Recife | São Paulo |
| Métodologia | Kiel | Dual Inlet | GasBench |

^a Dados Brutos

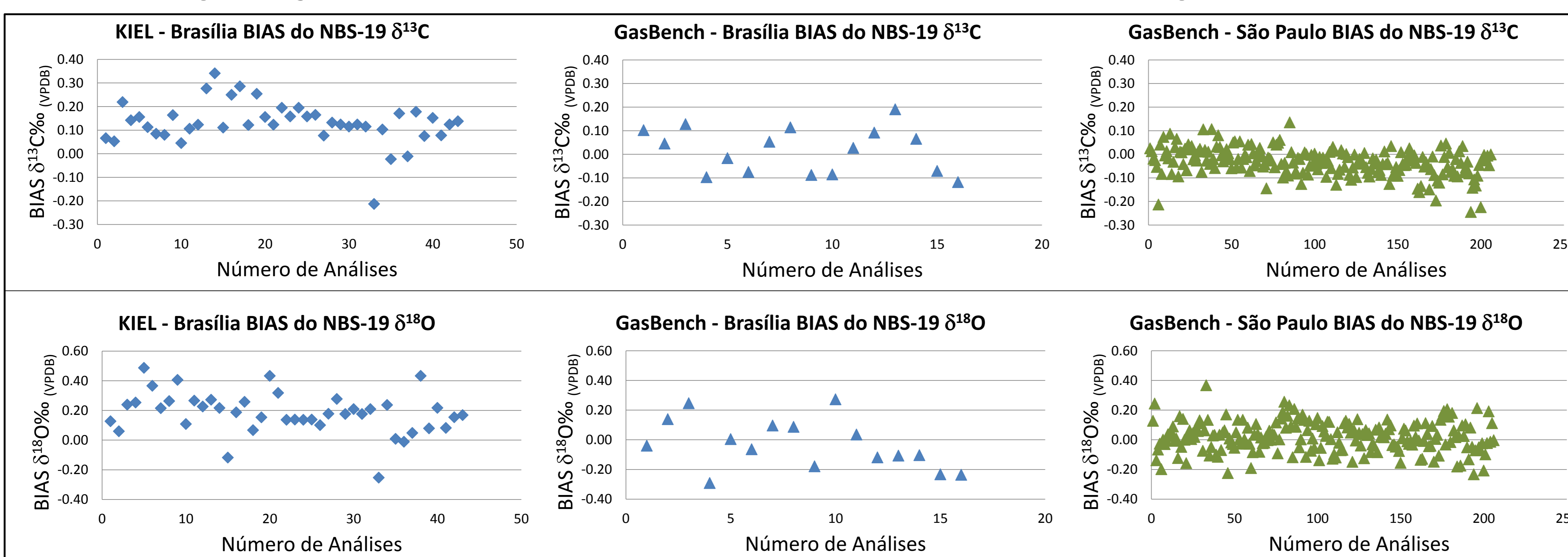
Resultados para padrão REI



Resultados Padrão REI

| Laboratórios | $\delta^{13}\text{C}$ | STD $\delta^{13}\text{C}$ | $\delta^{18}\text{O}$ | STD $\delta^{18}\text{O}$ |
|-----------------------|-----------------------|---------------------------|-----------------------|---------------------------|
| LAIS (N= 32) | -7,78 | 0,19 | -7,96 | 0,22 |
| LIESP (N= 215) | -7,94 | 0,06 | -7,88 | 0,11 |
| LABISE (N= 18) | -8,03 | 0,02 | -8,12 | 0,05 |
| Total (N= 265) | -7,92 | 0,07 | -7,90 | 0,11 |

Intercomparação entre o LIESP e o LAIS utilizando como padrão o NBS-19



Gráficos referente as análises do padrão NBS-19 ao longo dos últimos 3 anos.

Com a não possibilidade da participação de outros laboratórios de isótopos estáveis, que geram dados para $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{18}\text{O}$ em matriz de rocha (carbonatos), resolvemos apresentar uma intercomparação entre os laboratórios da Universidade de São Paulo e da Universidade de Brasília, na forma de "BIAS", ou seja, quão distante do valor do padrão as análises dos laboratórios se encontram. Podemos observar que os dois laboratórios apresentam resultados satisfatórios, mantendo-se dentro do mesmo intervalo para ambas as análises.

Esperamos que com esse primeiro esforço para se realizar uma intercalibração entre laboratórios brasileiros ocorram melhorias nas análises desses laboratórios e que o padrão REI, possa ser adotado como um padrão interno por eles. Acreditamos que a intercalibração é uma excelente oportunidade para testarmos nossos resultados e aumentarmos nossa confiabilidade.

Deixamos o convite para outros laboratórios, e gostaríamos de incluir outros elementos, para a próxima intercalibração no III WIMS.