1. Introdução e objetivos

A técnica de espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado (ICPMS) em combinação com a ablação a laser (LA), abreviada de LA-ICPMS, é utilizada em diversos campos tais como ambiental, arqueologia, metalurgia, semicondutores, entre outros. Uma das aplicações mais importantes e estudadas nos últimos anos é a determinação multielementar em amostras de interesse geológico. O uso de LA-ICPMS em amostras geológicas tem sido explorado como possível substituto, ou como complemento, à metodologia tradicional, que envolve o uso de duas principais técnicas analíticas: espectrometria por fluorescência de raios-X (FRX) e espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES).

Na primeira técnica, os alvos são preparados a partir de fusão alcalina da amostra com tetraborato de lítio ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) puro ou em misturas fundentes incluindo, entre outros, metaborato de lítio (LiBO_2). Alguns elementos majoritários e os elementos minoritários podem ser quantificados com a solubilização da mesma amostra fundida utilizada em FRX com a análise sendo feita pela aspiração das soluções (*solution nebulization*, SN) em equipamentos de ICPMS e/ou ICP OES. Os procedimentos de digestão direta de amostras de rochas, solos e sedimentos para a determinação de elementos maiores, menores e traços pelas duas técnicas são particularmente problemáticos, dispendiosos, demorados e sujeitas a uma grande variedade de fontes de erros (p.ex. Günther et al., 2001). O uso de ablação a laser em alvos sólidos pode substituir, com vantagens, os procedimentos tradicionais de dissolução, proporcionando medida direta, sem destruí-los completamente. Devido a sua capacidade de ablação de qualquer material sólido, independente de suas propriedades físicas e químicas, a técnica de ablação a laser é a principal técnica de introdução de amostras sólidas para ICPMS (Becker et al., 2000).

Os princípios de operação da técnica de LA-ICPMS são, de maneira resumida, os seguintes: uma determinada quantidade de amostra é inserida dentro de uma “célula de ablação”. A energia fornecida através da focalização do laser em sua superfície é absorvida pela amostra resultando em vaporização de parte dela e geração de um aerossol que é transportado por um gás de arraste para o equipamento de ICPMS, onde é ionizada pelo plasma indutivamente acoplado

(ICP) de argônio e analisada pelo espectrômetro de massas (MS) (Petrelli et al., 2007).

No presente trabalho pretendeu-se aperfeiçoar a metodologia para determinação multielementar em amostras de rochas fundidas em mistura de meta e tetraborato de lítio, dando continuidade ao trabalho desenvolvido por Leite (2006) e introduzindo algumas alterações com a finalidade de melhorar o método. As amostras utilizadas em seu trabalho (padrões de rochas preparados por fusão alcalina, os chamados “vidros borato”) foram re-analisadas em condições analíticas aperfeiçoadas utilizando-se nova mistura de gases, desfocalização do laser, taxa de disparos e energia do laser. Em especial, foram avaliadas as vantagens de se utilizar hélio como gás carreador. Novos padrões foram preparados a partir de outros materiais de referência certificados e analisados quantitativamente. Foi verificada a possibilidade de se estabelecer curvas de calibração preparadas a partir da mistura de soluções aquosas dos elementos de interesse com o material fundente. As potencialidades da técnica de calibração TotalQuant[®] (semi-quantitativa), que apresenta a vantagem de ser extremamente rápida, também foram reavaliadas. Amostras de interesse geológico (folhelhos) foram analisadas por LA-ICPMS nas melhores condições obtidas e seus resultados comparados com os obtidos pelo procedimento tradicional (SN ICPMS).