



Fluorescência de RX

Entrou em funcionamento no outono de 2020 o novo equipamento Zetium XRF da Malvern PANalytical, uma Fluorescência de RX equipada com:

- Ampola de Rh de 4kW.
- Cristais analisadores PX1, PX10, Ge 111-C, PE 002-C, LiF 220
- Colimadores 150 μm , 300 μm , 700 μm
- Filtros Al (200 μm), Al (750 μm), latão (100 μm), latão (400 μm)
- Detectores Fluxo de PR10, Cintilação, Xe selado
- Diâmetros de máscaras da área analisada 27, 30, 37
- Trocador automático de amostras com capacidade para 7 tabuleiros de 10 posições (2 instalados)

Com esta configuração são analisáveis os elementos, para os quais se disponha de padrões, de peso atómico acima do carbono, havendo no entanto que distinguir as condições de análise para elementos leves, abaixo do enxofre, e elementos pesados. Para os elementos leves (normalmente os constituintes maioritários das rochas naturais) no caso da utilização de pastilhas prensadas (a única forma de preparação de amostras disponível de momento no laboratório) e com uma padronização universal (utilizando todos os padrões disponíveis para as diferentes litologias) não é possível garantir uma exactidão com desvios sistemáticos inferiores a 10%. Existem mesmo situações, embora mais raras, em que os desvios podem ascender a cerca de 20%. Este comportamento tem origem na baixa capacidade de penetração dos RX emitidos pelos elementos leves associada à distribuição não homogénea destes elementos nos grãos com diferentes dimensões e à maior exposição dos grãos mais pequenos na superfície das pastilhas. Uma vez que este efeito é atenuado utilizando padrões pertencentes à mesma litologia foram criadas padronizações distintas por litologia com os padrões internacionais disponíveis no laboratório, essencialmente granitos, basaltos e sedimentos. Ressalva-se, no entanto, que essa atenuação não é garantida, podendo observar-se desvios igualmente significativos entre granitos de diferentes proveniências, entre basaltos de diferentes proveniências, etc. Nestas circunstâncias, caso seja desejada maior exactidão nos resultados para os elementos leves é requerida a obtenção de análises independentes desses elementos num pequeno subconjunto de amostras representativas para cada um dos enquadramentos litológicos a analisar, por forma a serem utilizadas como padrões. Desta forma é possível reduzir ou eliminar os desvios sistemáticos e obter erros tipicamente inferiores a 2% para os elementos leves.

Tendo em conta a actual disponibilidade de padrões foi elaborada uma configuração de canais de leitura (ver anexo I) para os elementos indicados na tabela junto com os respectivos limites de detecção.

Elementos analisados					
elemento	Lim. de detecção(ppm)	elemento	Lim. de detecção(ppm)	elemento	Lim. de detecção(ppm)
Ag	3.3	Ge	0.4	Sb	1.9
Al	30.0	Hf	1.7	Sc	3.0
As	2.8	Hg	7.9	Se	0.7
Ba	9.8	I	3.6	Si	200.0
Bi	1.3	K	10.0	Sm	3.0
Br	0.6	La	7.3	Sn	2.4
Ca	20.0	Mg	80.0	Sr	0.2
Cd	1.7	Mn	2.4	Ta	1.6
Ce	8.7	Mo	0.4	Te	2.6
Cl	3.0	Na	30.0	Th	1.2
Co	1.9	Nb	0.4	Ti	10.0
Cr	1.0	Nd	4.4	Tl	1.0
Cs	3.6	Ni	0.5	U	0.7
Cu	0.4	P	10.0	V	1.6
F	63.0	Pb	0.9	W	0.8
Fe	8.0	Rb	0.3	Y	0.4
Ga	0.4	Rb	0.3	Yb	1.1
Gd	2.4	S	2.9	Zn	0.5
				Zr	0.4

Os limites de detecção apresentados são os valores típicos obtidos com o programa quantitativo de leitura Pro-Trace e não valores absolutos. Os observados em cada leitura, e reportados juntamente com esta, dependem da composição da amostra e da relevância das sobreposições espectrais que estejam a ocorrer e podem sofrer algumas variações.

Funcionando a FRX por um processo de contagem, os processos estatísticos envolvidos tornam a precisão das leituras dependente das concentrações medidas. Sendo as contagens mais baixas no caso dos elementos traço, é nessa gama que o efeito é mais relevante. Por esse motivo os erros de leitura são estimados caso a caso e apresentados conjuntamente com as leituras e os limites de detecção.

O tempo de aquisição nesta configuração é de uma hora e dez minutos por amostra.

Para trabalhos que requeiram o processamento de números de amostras muito grandes e que requeiram informação preliminar para seleccionar as amostras a ler com o programa quantitativo ou no caso de interesse apenas nos elementos maiores, menores e traços mais representados, está disponível o programa semiquantitativo OMNIAN. Com um tempo de aquisição de 20 minutos ficam a conhecer-se todos os maiores e menores e os traços mais representativos dentro de margens de erro moderadas. Para uma prospeção ainda mais rápida sobre a composição da amostra, um tempo de aquisição de 5 minutos permite mesmo assim ter informação semiquantitativa sobre os maiores e menores e eventualmente alguns traços.

A amortização do equipamento tem as seguintes componentes:

- Em trabalhos académicos ou sob a alçada de projectos que envolvam a FCUL
 - 35 euros por análise Pro-Trace
 - 10 euros por análise OMNIAN de 20 minutos
 - 4 euros por análise OMNIAN de 5 minutos
 - 20 euros por preparação de pastilha prensada (com amostra previamente moída) salvo se realizada pelo próprio
- Em regime de prestação de serviços
 - 100 euros por análise Pro-Trace
 - 30 euros por análise OMNIAN de 20 minutos
 - 10 euros por análise OMNIAN de 5 minutos
 - 45 euros por preparação de pastilha prensada (com amostra previamente moída)

Anexo I

Configuração dos canais de leitura

Channel	Type	Line	X-tal	Collimator	Detector	Tube filter	kV	mA	Angle	Offset Bg1	Offset Bg2	PHD1	PHD1	PHD2	PHD2	PHD1 Fact	PHD2 Fact	Att.	PSC	Originator	Updated on	
									(°2T)	(°2T)	(°2T)	LL	UL	LL	UL							
I	Gonio	KA	LiF 220	150 µm	Scint.	Brass (400 µm)	60	66	17.4954	-0.3570		30	64			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:52:47 PM	
Te	Gonio	KA	LiF 220	150 µm	Scint.	Brass (400 µm)	60	66	18.2160			30	64			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:52:47 PM	
Sb	Gonio	KA	LiF 220	150 µm	Scint.	Brass (400 µm)	60	66	19.0006	-0.3734		30	64			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:52:48 PM	
Sn	Gonio	KA	LiF 220	150 µm	Scint.	Brass (400 µm)	60	66	19.8316		0.5500	30	64			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:52:49 PM	
Cd	Gonio	KA	LiF 220	150 µm	Scint.	Brass (400 µm)	60	66	21.6832		0.5694	35	64			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:52:50 PM	
Ag	Gonio	KA	LiF 220	150 µm	Scint.	Brass (400 µm)	60	66	22.6840			30	64			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:52:52 PM	
Rh	Gonio	KA	PX10	150 µm	Scint.	None	60	66	17.5422			30	70			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 12:33:25 PM	
Rh1	Gonio	KA-C	PX10	150 µm	Scint.	None	60	66	18.4392			30	70			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 12:32:57 PM	
Mo	Gonio	KA	PX10	150 µm	Scint.	Al (750 µm)	60	66	20.3028	-0.8508	0.5552	35	69			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:02 PM	
Nb	Gonio	KA	PX10	150 µm	Scint.	Al (750 µm)	60	66	21.3702			35	69			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:05 PM	
Th	Gonio	LB1	PX10	150 µm	Scint.	Al (750 µm)	60	66	21.8940			35	69			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:06 PM	
Zr	Gonio	KA	PX10	150 µm	Scint.	Al (750 µm)	60	66	22.5260	0.5378		35	69			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:07 PM	
Y	Gonio	KA	PX10	150 µm	Scint.	Al (750 µm)	60	66	23.7786			35	69			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:07 PM	
Sr	Gonio	KA	PX10	150 µm	Scint.	Al (750 µm)	60	66	25.1248	-0.6746	0.5904	35	69			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:08 PM	
U	Gonio	LA	LiF 220	150 µm	Scint.	Al (750 µm)	60	66	37.2932			35	69			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:08 PM	
Rb	Gonio	KA	PX10	150 µm	Scint.	Al (750 µm)	60	66	26.5966	2.8880		35	69			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:09 PM	
Pb	Gonio	LB1	LiF 220	150 µm	Scint.	Al (750 µm)	60	66	40.3780	-3.6737	1.8335	35	69			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:10 PM	
Tl	Gonio	LB1	LiF 220	150 µm	Scint.	Al (750 µm)	60	66	41.7720			35	69			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:10 PM	
Br	Gonio	KA	LiF 220	150 µm	Scint.	Al (750 µm)	60	66	42.8532			35	69			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:11 PM	
As	Gonio	KB	LiF 220	150 µm	Scint.	Al (750 µm)	60	66	43.6086	5.9960		35	69			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:13 PM	
Au	Gonio	LB1	LiF 220	150 µm	Scint.	Al (750 µm)	60	66	44.7440			35	69			1.0000	0.0000	No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:14 PM	
Se	Gonio	KA	LiF 220	150 µm	Scint.	Al (750 µm)	60	66	45.6892			35	69			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:15 PM	
Bi	Gonio	LA	LiF 220	150 µm	Scint.	Al (750 µm)	60	66	47.3700			35	69			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:16 PM	
Hg	Gonio	LA	PX10	150 µm	Scint.	Al (200 µm)	60	66	35.8846			30	73			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:26 PM	
Ge	Gonio	KA	PX10	150 µm	Scint.	Al (200 µm)	60	66	36.3054	-0.6852	3.2168	30	73			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:57:08 PM	
Pt	Gonio	LA	PX10	150 µm	Scint.	Al (200 µm)	60	66	38.0900	1.4114		30	73			1.0000	0.0000	No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:32 PM	
Ga	Gonio	KA	PX10	150 µm	Scint.	Al (200 µm)	60	66	38.8996			30	73			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:32 PM	
Hf	Gonio	LB1	PX10	150 µm	Scint.	Al (200 µm)	60	66	39.8954	0.9676		30	73			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:34 PM	
Zn	Gonio	KA	PX10	150 µm	Scint.	Al (200 µm)	60	66	41.7836	-0.8934	0.6886	30	73			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:36 PM	
W	Gonio	LA	PX10	150 µm	Duplex	Al (200 µm)	60	66	43.0082	-0.5364		20	61			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:45 PM	
Ta	Gonio	LA	PX10	150 µm	Duplex	Al (200 µm)	60	66	44.3988			20	61			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:46 PM	

Cu	Gonio	KA	PX10	150 µm	Duplex	Al (200 µm)	60	66	45.0092	-2.5436	1.7954	20	61			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:48 PM
Ni	Gonio	KA	PX10	150 µm	Duplex	Al (200 µm)	60	66	48.6568	-1.8502	1.2718	20	61			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:49 PM
Yb	Gonio	LA	PX10	150 µm	Duplex	Al (200 µm)	60	66	49.0580			20	61			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:53:50 PM
Fe1	Gonio	KB	PX10	300 µm	Duplex	None	60	66	51.7416			17	65			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 12:31:04 PM
Co	Gonio	KA	PX10	150 µm	Duplex	None	60	66	52.7922	0.8756		20	60			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 12:10:01 PM
Gd	Gonio	LB1	PX10	150 µm	Duplex	None	60	66	54.5984			20	60			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:24:43 PM
Fe	Gonio	KA	LiF 220	150 µm	Duplex	None	60	66	85.7542	-3.7620	4.5820	20	60			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 12:30:20 PM
Mn	Gonio	KA	LiF 220	150 µm	Duplex	None	60	66	95.2526	-2.2636	3.1564	15	60			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 12:28:42 PM
Sm	Gonio	LA	LiF 220	300 µm	Duplex	None	60	66	101.2320	-0.7692	1.4808	15	60			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 11:15:29 AM
Cr	Gonio	KA	LiF 220	300 µm	Duplex	None	50	80	107.1962	-1.2458	3.0002	10	60			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:54:38 PM
Ce	Gonio	LB1	LiF 220	300 µm	Duplex	None	50	80	111.7408	-1.5356		10	60			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:54:44 PM
Nd	Gonio	LA	LiF 220	300 µm	Duplex	None	50	80	112.7878	1.6246		10	60			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:54:44 PM
V	Gonio	KA	LiF 220	300 µm	Duplex	None	50	80	123.2688	3.0796		10	60			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:54:45 PM
Ti1	Gonio	KB	PX10	300 µm	Duplex	None	50	80	77.0280			10	65			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 12:26:51 PM
La	Gonio	LA	PX10	150 µm	Flow	None	50	80	82.9190	-0.7432		30	60			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 11:58:30 AM
Ti	Gonio	KA	PX10	300 µm	Flow	None	40	100	86.1610	-1.7540		30	60			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 12:25:36 PM
Ba	Gonio	LA	PX10	300 µm	Flow	None	40	100	87.1688	1.4048		10	61			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:55:46 PM
Cs	Gonio	LA	PX10	300 µm	Flow	None	40	100	91.8548	-2.0224	3.2886	10	61			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:56:07 PM
Sc	Gonio	KA	PX10	300 µm	Flow	None	40	100	97.7286	-1.7926		10	65			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 2:56:19 PM
Ca	Gonio	KA	PX10	150 µm	Flow	None	40	100	113.1028	-4.9780		30	65			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 12:24:56 PM
K	Gonio	KA	PX10	300 µm	Flow	None	40	100	136.6768	3.1620		30	65			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 12:24:26 PM
Cl	Gonio	KA	Ge 111-C	300 µm	Flow	None	32	125	92.7384	-1.4642	1.5658	30	65			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 12:22:27 PM
S	Gonio	KA	Ge 111-C	700 µm	Flow	None	32	125	110.6028	-1.9198	4.9502	30	65			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 12:21:40 PM
P	Gonio	KA	Ge 111-C	700 µm	Flow	None	32	125	140.9590	-7.7304	4.9586	30	65			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 12:20:56 PM
Si	Gonio	KA	PE 002-C	300 µm	Flow	None	32	125	109.0646	-4.0174		30	70			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 12:23:51 PM
Al	Gonio	KA	PE 002-C	300 µm	Flow	None	32	125	144.8960	-6.8274		30	70			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 12:19:50 PM
Mg	Gonio	KA	PX1	700 µm	Flow	None	32	125	22.8634	-1.0884	2.7826	30	70			1.0000	0.0000	No	Yes	Pro-Trace	12/02/20 04:22 PM
Na	Gonio	KA	PX1	700 µm	Flow	None	32	125	28.1016	-1.9642	3.0678	30	70			1.0000		No	Yes	Pro-Trace	13/02/2020 12:19:01 PM
F	Gonio	KA	PX1	700 µm	Flow	None	32	125	43.8520	2.6862		30	70			1.0000		No	No	Pro-Trace	13/02/2020 12:17:59 PM