

DETERMINAÇÃO DE $Fe^{+3}/\Sigma Fe$ EM GRANADAS POR MICROSSONDA ELETRÔNICA NO LABORATÓRIO DE MICROSSONDA ELETRÔNICA – CPGq – IGEO - UFRGS

Gomes, M.E.B.¹; Drago, S.¹; Dani, N.¹; Jantsch, L.¹; Hofmann, R.D.¹; Tolotti, C.K.²

1 Laboratório de Microsonda Eletrônica – CPGq - IGEO, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Brasil; 2 PPGGEO – IGEO - UFRGS, Porto Alegre, Brasil.

RESUMO: O conhecimento do estado de oxidação do Fe tem importância na mineralogia e na petrologia, especialmente para a aplicação de geotermômetros e determinação do estado de oxidação de rochas, magmas e fusões experimentais. Estas informações são importantes em estudos do manto, interações crosta-manto, especiação de voláteis e mesmo na química da atmosfera. Todas estas aplicações justificam o constante aperfeiçoamento dos métodos para a determinação do estado de oxidação do Fe nos minerais, em especial aqueles em que esta análise pode ser feita *in situ*, considerando o contexto geológico dos minerais. Desta forma, métodos como via úmida e espectroscópicos passam a ser utilizados em associação à determinação quantitativa pontual por microsonda eletrônica. Para este estudo, granadas com diferentes razões $Fe^{+3}/\Sigma Fe$ foram analisadas em microsonda eletrônica CAMECA SxFive do Laboratório de Microsonda Eletrônica do Centro de Estudos em Petrologia e Geoquímica do Instituto de Geociências da UFRGS com o objetivo de testar as metodologias analíticas e sua exequibilidade, comparar os resultados à luz de outros métodos, especialmente a espectroscopia Mossbauer, e estabelecer um protocolo analítico a ser incorporado às rotinas analíticas oferecidas pelo laboratório aos seus usuários. As análises foram realizadas nas seguintes condições: 15 keV, cristais monocromadores TAP ($2d=2,575$ nm), e a localização do pico máximo do $FeL\alpha$ foi feita utilizando-se a rotina automática do software da CAMECA. O tempo de busca do pico foi de 60s e foi aplicada uma corrente de feixe de 40nA. O analisador de altura de pulso foi definido de modo a evitar a interferência entre o pico do $FeL\alpha$ e o pico de alta energia de nona ordem do $FeK\alpha$. A metodologia de análise da razão $Fe^{+3}/\Sigma Fe$ por microsonda eletrônica testada foi aquela que relaciona o estado de oxidação do Fe com os desvios da posição do pico de emissão do $FeL\alpha$ (transição $3d \rightarrow 2p_{3/2}$) em direção às baixas energias. Para isso, foram efetuadas as medidas dos desvios dos picos $L\alpha$ do Fe envolvendo duas etapas: inicialmente foi determinada a busca da posição do pico, estabelecendo as condições analíticas ideais e obtendo-se, assim, os valores para cada amostra. A segunda etapa foi a construção de uma curva de calibração com os dados da variação da posição do pico do $FeL\alpha$ para minerais com valores conhecidos de Fe total. Os resultados obtidos encontram-se dentro dos limites de precisão esperados e mostram resultados discrepantes para os baixos teores de Fe. As próximas etapas envolvem a avaliação dos parâmetros como o tempo de contagem e a intensidade do feixe na precisão e acuracidade do método, com vistas a sua aplicação em outros materiais como vidros e minerais hidratados.

PALAVRAS-CHAVE: $Fe^{+3}/\Sigma Fe$, MICROSSONDA ELETRÔNICA, GRANADA