

Universidade Estadual de Campinas

Instituto de Geociências

Laboratório de Geologia Isotópica

Datação U-Pb em zircão por LA-ICP-MS
Instruções básicas para a redução de dados
usando o IOLITE 4

Elaborado por Margareth Sugano Navarro

Introdução

Uma visão geral sobre o software Iolite pode ser encontrada no site:

<https://iolite.xyz/>

Webinars recomendados:

Iolite U-Pb Data Processing Webinar - Recording from April/May 2020

https://iolite.xyz/support/webinars/webinar_recording_upb.php

Iolite Basics Webinar - Recording from 2020-04-09

https://iolite.xyz/support/webinars/webinar_recording_basics.php

Manual oficial:

<https://iolite.xyz/docs/>

Objetivo

Descrever o procedimento detalhado (passo a passo) para realizar a redução de dados obtido por LA-ICP-MS para a datação U-Pb em zircão. Este manual foi elaborado utilizando a versão 4.5.3.

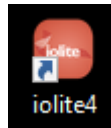
Passo a passo

Importando os dados

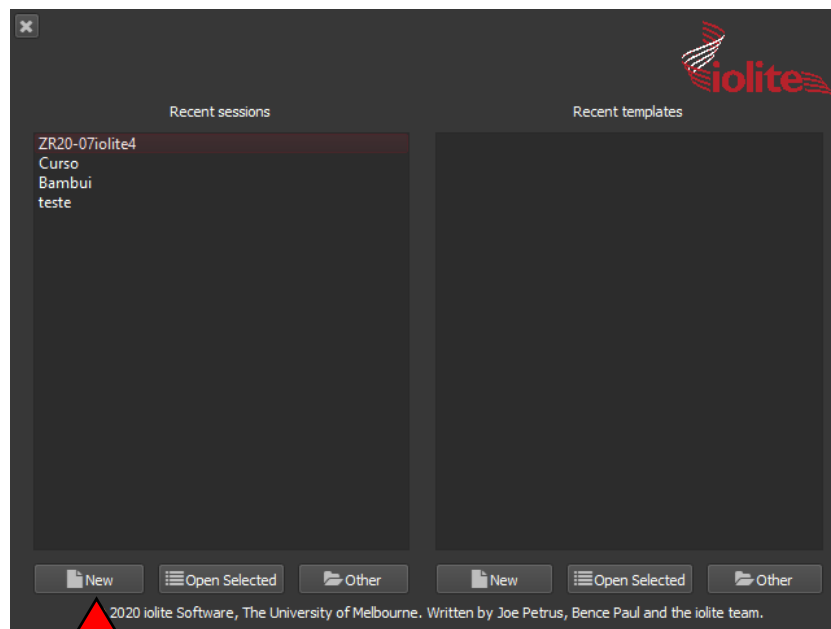
- 1) Copiar a pasta que contém todos os dados brutos para o HD, no seguinte local:

Este Computador > OS (C:) > LAGIS > Idades >

- 2) O tamanho da pasta de dados referente a um dia de medições normalmente possui aproximadamente 500 Mb.
- 3) Abrir o software Iolite 4 utilizando o ícone:

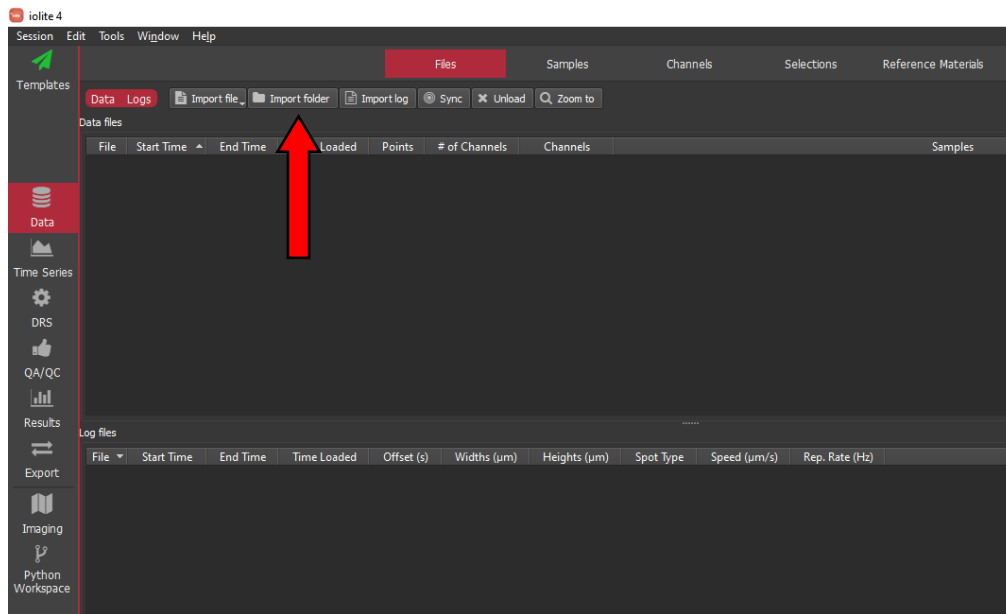


- 4) A seguinte janela será aberta:



5) Clique em New

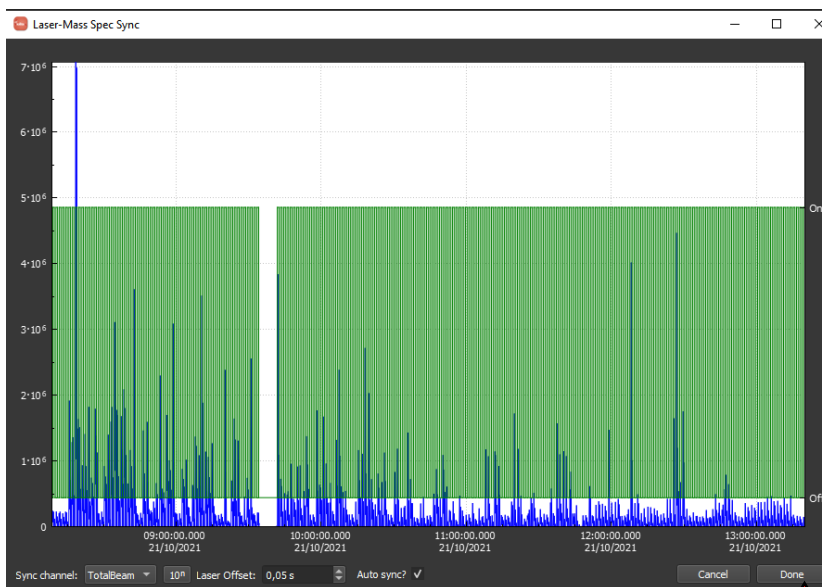
6) A tela principal do lolite 4 será aberta. Clique em Import folder.



7) Selecione a pasta que contém os dados brutos a serem reduzidos.


8) Clicar em Import log e selecionar o arquivo “ZR-XX-YY.lolite” onde XX é o ano e YY é o numero sequencial da rodada no laboratório.

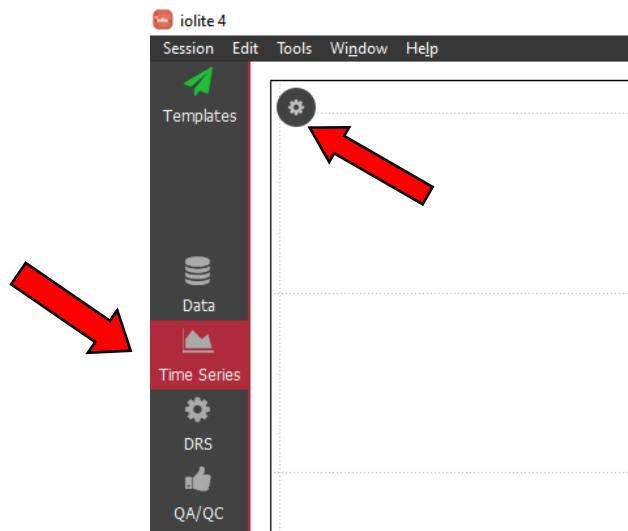
9) Uma janela semelhante a seguinte será aberta:



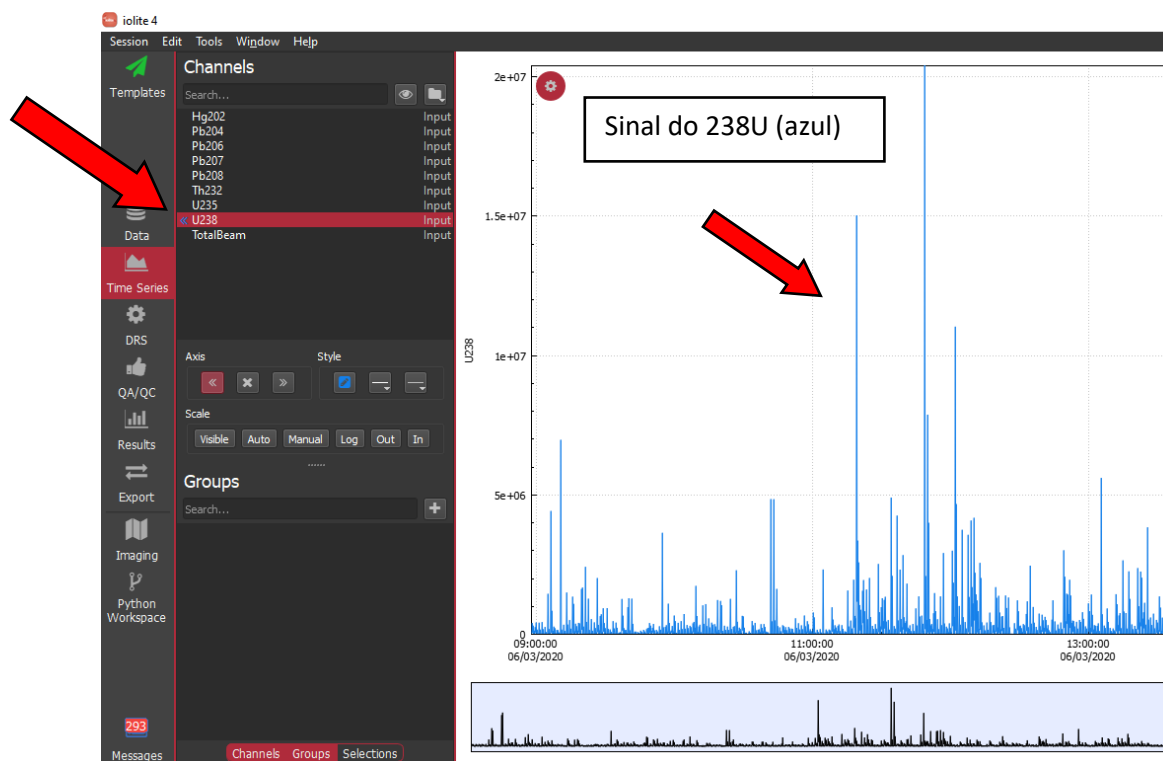
Clique em “Done”

Criando as seleções

10) Clique em Time Series e então na engrenagem  para configurações.

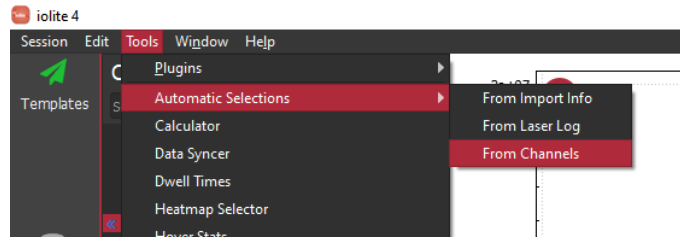


11) Selecione com clique duplo o isótopo U238.

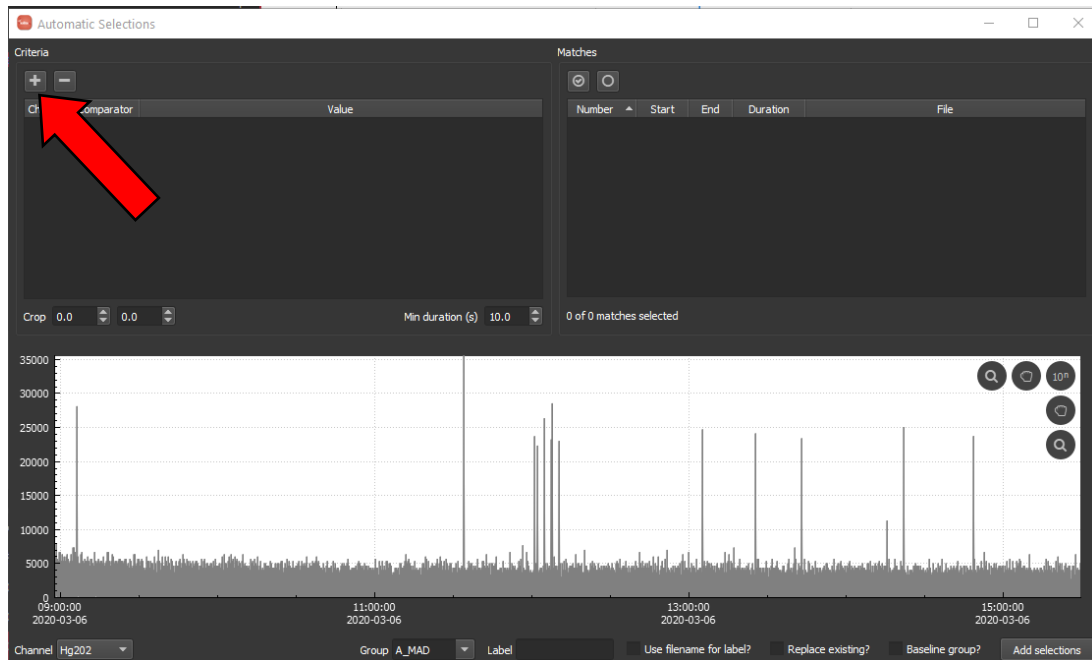


Criando a linha de base

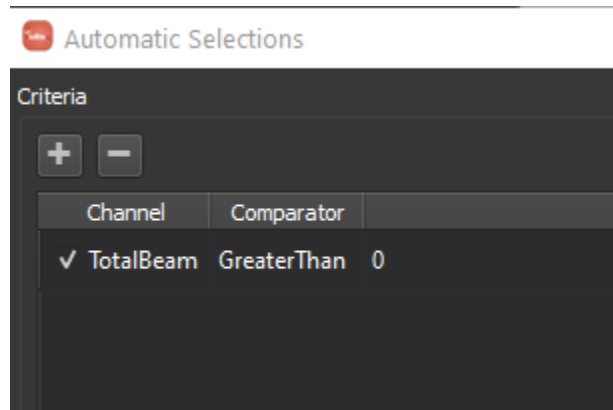
12) No menu principal selecionar: Tools – Automatic Selections – From Channels



13) A janela a seguir será aberta:



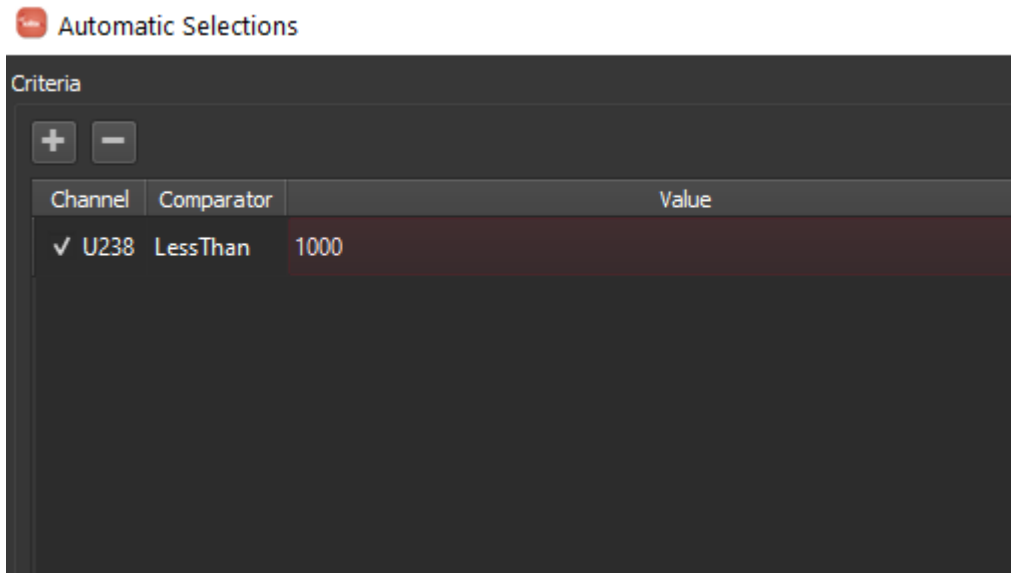
14) No quadro superior esquerdo, clicar no  para adicionar um critério. Aparecerá:



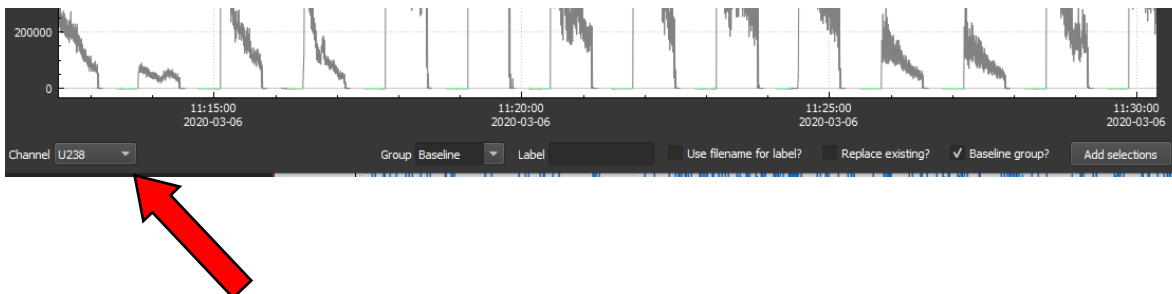
Clicar em TotalBeam e mudar para U238.

Mudar o comparador para LessThan e digitar 1000 (Value).

Deve ficar como na janela a seguir:




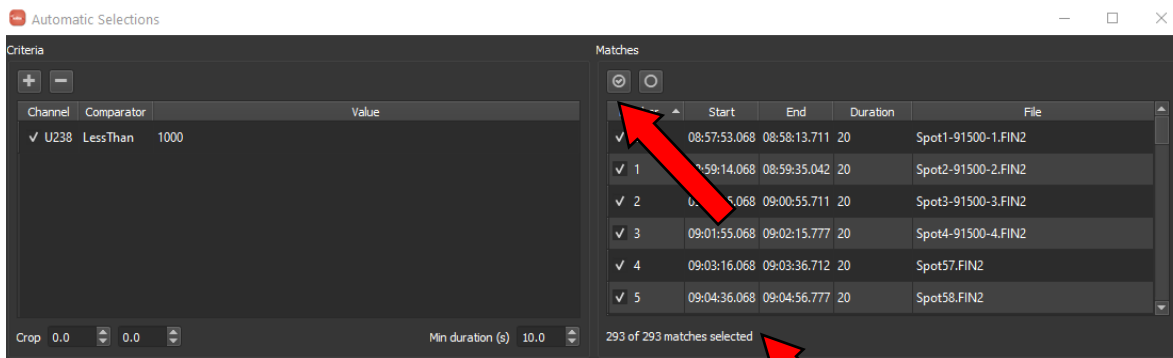
15) Na parte inferior da janela mudar Channel para U238



16) Setar o crop para 2 segundos (início e final)

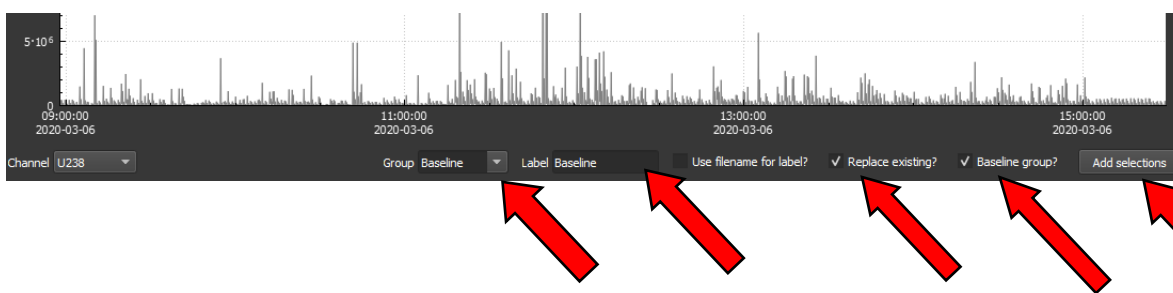


17) No quadro superior direito aparecerá uma lista dos sinais que obedeceram a regra estabelecida ($U238 < 1000$ cps). Esta seleção corresponde a linha de base (baseline). Clicar em  para selecionar tudo e conferir se realmente todos os sinais foram selecionados. No exemplo: "293 of 293 matches selected".



18) Na janela inferior selecionar:

Group = Baseline, Label = Baseline, clicar em Replace existing, Baseline group? and Add selections.



Fechar essa janela.

Criando o grupo do zircão 91500

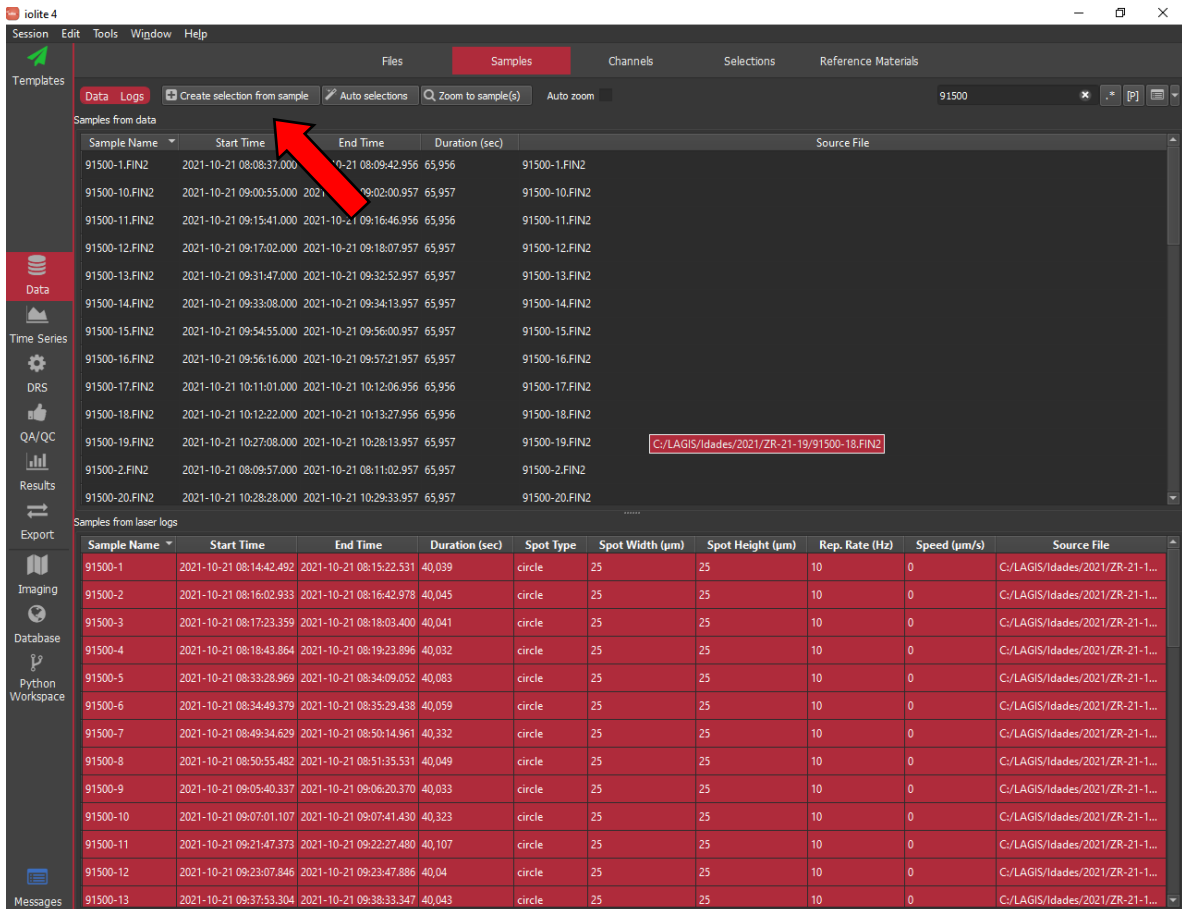
The screenshot shows the iolite 4 software interface. The 'Samples' tab is active, and the search bar at the top right contains the text '91500'. The 'Data' menu item in the left sidebar is highlighted with a red arrow. The main table displays a list of samples with columns for Sample Name, Start Time, End Time, Duration (sec), and Source File. A second red arrow points to the 'Data' icon in the left sidebar.

Sample Name	Start Time	End Time	Duration (sec)	Source File
91500-1.FIN2	2021-10-21 08:08:37.000	2021-10-21 08:09:42.956	65,956	91500-1.FIN2
91500-10.FIN2	2021-10-21 09:00:55.000	2021-10-21 09:02:00.957	65,957	91500-10.FIN2
91500-11.FIN2	2021-10-21 09:15:41.000	2021-10-21 09:16:46.956	65,956	91500-11.FIN2
91500-12.FIN2	2021-10-21 09:17:02.000	2021-10-21 09:18:07.957	65,957	91500-12.FIN2
91500-13.FIN2	2021-10-21 09:31:47.000	2021-10-21 09:32:52.957	65,957	91500-13.FIN2
91500-14.FIN2	2021-10-21 09:33:08.000	2021-10-21 09:34:13.957	65,957	91500-14.FIN2
91500-15.FIN2	2021-10-21 09:54:55.000	2021-10-21 09:56:00.957	65,957	91500-15.FIN2
91500-16.FIN2	2021-10-21 09:56:16.000	2021-10-21 09:57:21.957	65,957	91500-16.FIN2
91500-17.FIN2	2021-10-21 10:11:01.000	2021-10-21 10:12:06.956	65,956	91500-17.FIN2
91500-18.FIN2	2021-10-21 10:12:22.000	2021-10-21 10:13:27.956	65,956	91500-18.FIN2
91500-19.FIN2	2021-10-21 10:27:08.000	2021-10-21 10:28:13.957	65,957	91500-19.FIN2
91500-2.FIN2	2021-10-21 08:09:57.000	2021-10-21 08:11:02.957	65,957	91500-2.FIN2
91500-20.FIN2	2021-10-21 10:28:28.000	2021-10-21 10:29:33.957	65,957	91500-20.FIN2

Sample Name	Start Time	End Time	Duration (sec)	Spot Type	Spot Width (µm)	Spot Height (µm)	Rep. Rate (Hz)	Speed (µm/s)	Source File
91500-1	2021-10-21 08:14:42.492	2021-10-21 08:15:22.531	40,039	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
91500-2	2021-10-21 08:16:02.933	2021-10-21 08:16:42.978	40,045	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
91500-3	2021-10-21 08:17:23.359	2021-10-21 08:18:03.400	40,041	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
91500-4	2021-10-21 08:18:43.864	2021-10-21 08:19:23.896	40,032	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
91500-5	2021-10-21 08:33:28.969	2021-10-21 08:34:09.052	40,083	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
91500-6	2021-10-21 08:34:49.379	2021-10-21 08:35:29.438	40,059	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
91500-7	2021-10-21 08:49:34.629	2021-10-21 08:50:14.961	40,332	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
91500-8	2021-10-21 08:50:55.482	2021-10-21 08:51:35.531	40,049	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
91500-9	2021-10-21 09:05:40.337	2021-10-21 09:06:20.370	40,033	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
91500-10	2021-10-21 09:07:01.107	2021-10-21 09:07:41.430	40,323	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
91500-11	2021-10-21 09:21:47.373	2021-10-21 09:22:27.480	40,107	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
91500-12	2021-10-21 09:23:07.846	2021-10-21 09:23:47.886	40,04	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
91500-13	2021-10-21 09:37:53.304	2021-10-21 09:38:33.347	40,043	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...

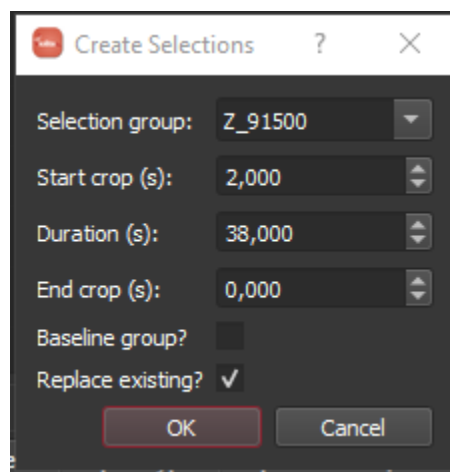
19) Clicar em Data -Samples e digitar 91500 no campo de busca conforme ilustrado na figura acima.

Na janela inferior, apenas os 91500 estarão listados. Selecionar todos clicando no primeiro 91500 com o mouse e shift + seta para baixo no teclado até iluminar todos os 91500.



20) Clicar em “Create Selection from sample”

A seguinte janela aparecerá:



Preencher com os valores acima e clicar em OK.

Criando o grupo do zircão Peixe

21) Repetir os passos 19 e 20 substituindo 91500 por Peixe

Adicionando as amostras desconhecidas

22) Digitar “Spot” no campo de busca para exibir todas os spots correspondentes às amostras desconhecidas.

23) Clicar no cabeçalho da coluna “Star time” para ordenar as amostras em ordem temporal de aquisição.

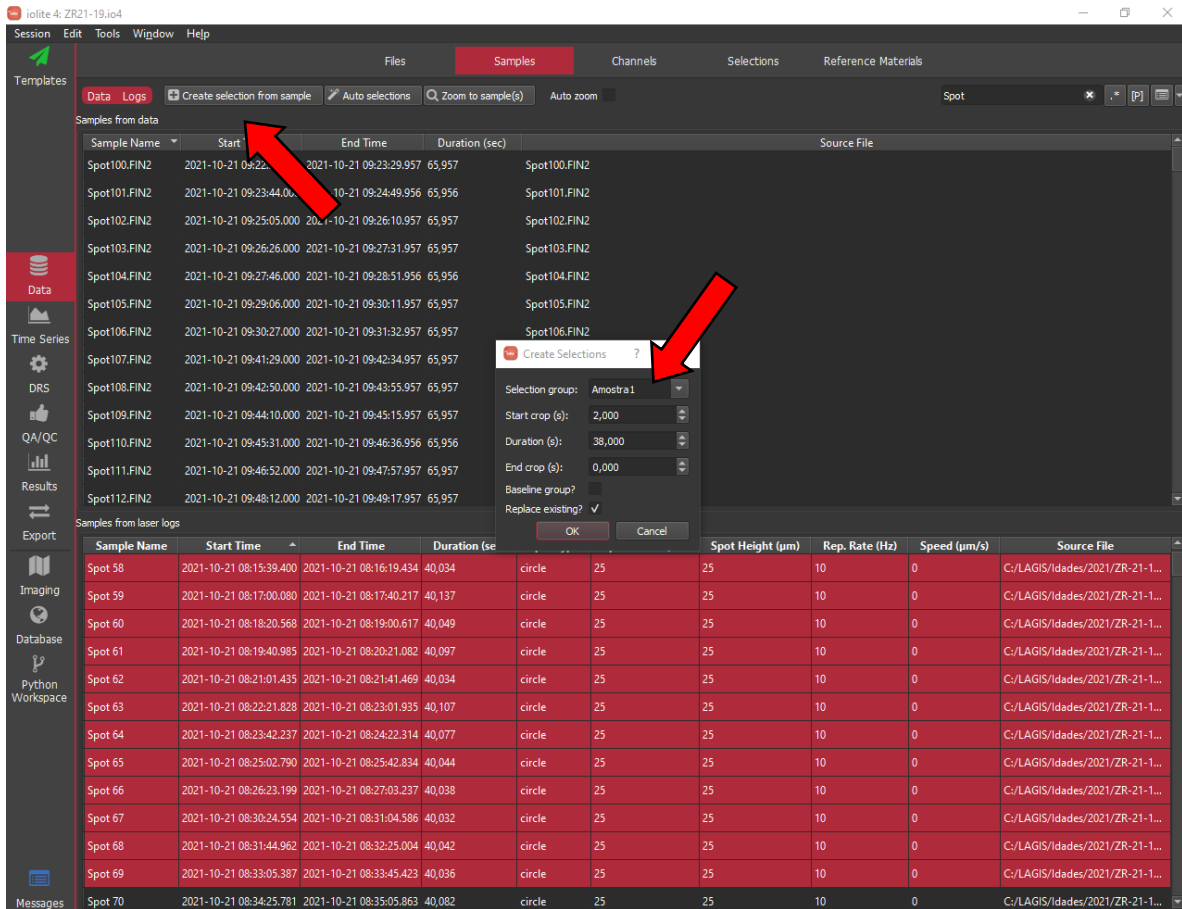
The screenshot shows the ioLite 4 software interface. The top menu bar includes Session, Edit, Tools, Window, and Help. Below the menu is a toolbar with options like Files, Samples, Channels, Selections, and Reference Materials. A search bar at the top right contains the text "Spot". Below the search bar is a table of samples. The table has columns for Sample Name, Start Time, End Time, Duration (sec), and Source File. The first 12 rows are labeled "Samples from data" and show spots from Spot100.FIN2 to Spot112.FIN2. Below this is a section for "Samples from laser logs" with a table that has columns for Sample Name, Start Time, End Time, Duration (sec), Spot Type, Spot Width (µm), Spot Height (µm), Rep. Rate (Hz), Speed (µm/s), and Source File. The first row of this table is highlighted in red. A red arrow points to the search bar, and another red arrow points to the "Start Time" header in the laser logs table.

Sample Name	Start Time	End Time	Duration (sec)	Source File
Spot100.FIN2	2021-10-21 09:22:24.000	2021-10-21 09:23:29.957	65,957	Spot100.FIN2
Spot101.FIN2	2021-10-21 09:23:44.000	2021-10-21 09:24:49.956	65,956	Spot101.FIN2
Spot102.FIN2	2021-10-21 09:25:05.000	2021-10-21 09:26:10.957	65,957	Spot102.FIN2
Spot103.FIN2	2021-10-21 09:26:26.000	2021-10-21 09:27:31.957	65,957	Spot103.FIN2
Spot104.FIN2	2021-10-21 09:27:46.000	2021-10-21 09:28:51.956	65,956	Spot104.FIN2
Spot105.FIN2	2021-10-21 09:29:06.000	2021-10-21 09:30:11.957	65,957	Spot105.FIN2
Spot106.FIN2	2021-10-21 09:30:27.000	2021-10-21 09:31:32.957	65,957	Spot106.FIN2
Spot107.FIN2	2021-10-21 09:41:29.000	2021-10-21 09:42:34.957	65,957	Spot107.FIN2
Spot108.FIN2	2021-10-21 09:42:50.000	2021-10-21 09:43:55.957	65,957	Spot108.FIN2
Spot109.FIN2	2021-10-21 09:44:10.000	2021-10-21 09:45:15.957	65,957	Spot109.FIN2
Spot110.FIN2	2021-10-21 09:45:31.000	2021-10-21 09:46:36.956	65,956	Spot110.FIN2
Spot111.FIN2	2021-10-21 09:46:52.000	2021-10-21 09:47:57.957	65,957	Spot111.FIN2
Spot112.FIN2	2021-10-21 09:48:12.000	2021-10-21 09:49:17.957	65,957	Spot112.FIN2

Sample Name	Start Time	End Time	Duration (sec)	Spot Type	Spot Width (µm)	Spot Height (µm)	Rep. Rate (Hz)	Speed (µm/s)	Source File
Spot 57	2021-10-21 08:14:59.066	2021-10-21 08:14:59.066	40,044	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
Spot 58	2021-10-21 08:16:19.434	2021-10-21 08:16:19.434	40,034	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
Spot 59	2021-10-21 08:17:00.000	2021-10-21 08:17:40.217	40,137	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
Spot 60	2021-10-21 08:18:20.568	2021-10-21 08:19:00.617	40,049	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
Spot 61	2021-10-21 08:19:40.985	2021-10-21 08:20:21.082	40,097	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
Spot 62	2021-10-21 08:21:01.435	2021-10-21 08:21:41.469	40,034	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
Spot 63	2021-10-21 08:22:21.828	2021-10-21 08:23:01.935	40,107	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
Spot 64	2021-10-21 08:23:42.237	2021-10-21 08:24:22.314	40,077	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
Spot 65	2021-10-21 08:25:02.790	2021-10-21 08:25:42.834	40,044	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
Spot 66	2021-10-21 08:26:23.199	2021-10-21 08:27:03.237	40,038	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
Spot 67	2021-10-21 08:30:24.554	2021-10-21 08:31:04.586	40,032	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
Spot 68	2021-10-21 08:31:44.962	2021-10-21 08:32:25.004	40,042	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...
Spot 69	2021-10-21 08:33:05.387	2021-10-21 08:33:45.423	40,036	circle	25	25	10	0	C:/LAGIS/Idades/2021/ZR-21-1...

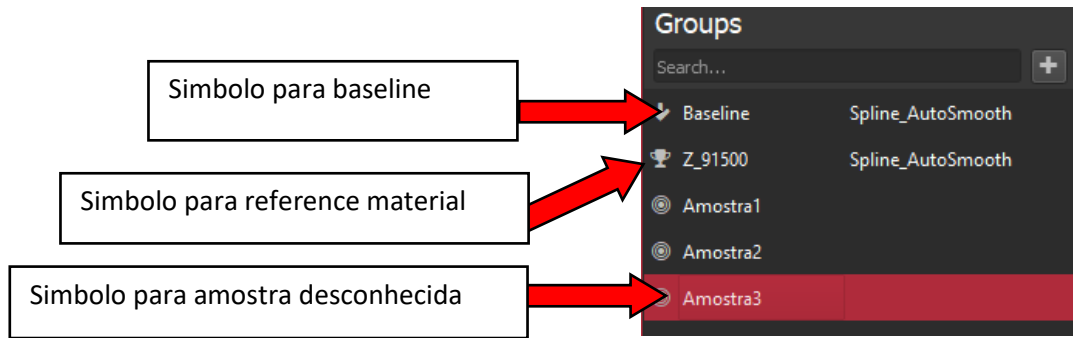
24) Selecionar os spots correspondentes a primeira amostra. Para isso, selecionar a primeira linha com o clique do mouse e depois segurar o shift + seta para baixo.

25) Clicar em Create selection from samples e digite o nome da primeira amostra desconhecida

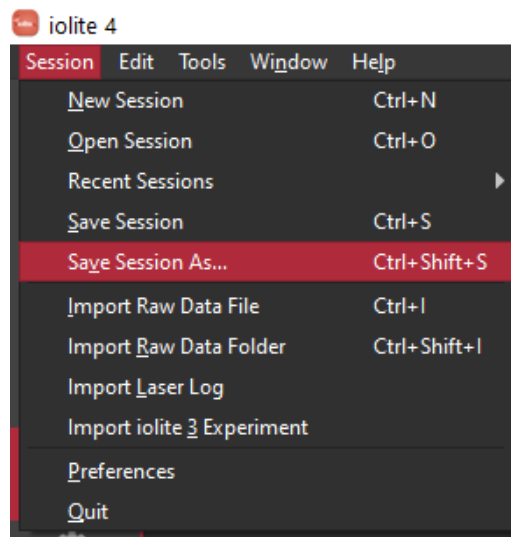


26) Repita os passos 24 e 25 para todas as amostras desconhecidas.

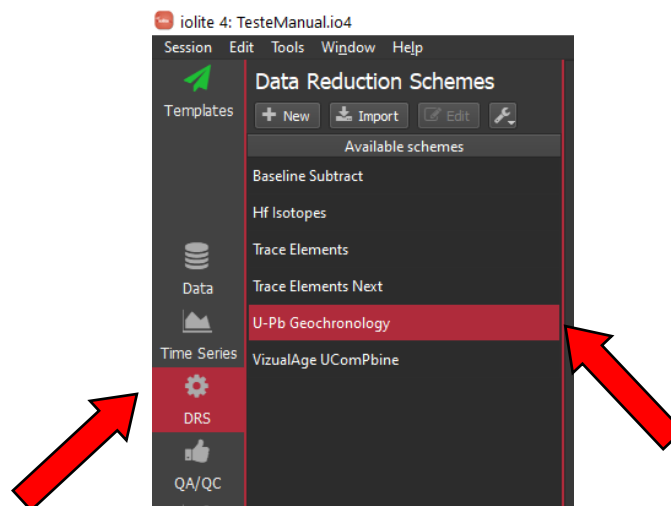
27) Ao finalizar a criação dos grupos, deve-se ter resultado semelhante ao a seguir no Time Series:



28) Salvar a sessão:



29) Selecionar o DRS (Data Reduction Schemes): U-Pb Geochronology



30) Preencher as configurações do DRS com os valores abaixo:

Basics

Index channel U238

Reference material Z_91500

Default fit type Exponential

Beam Seconds

Beam seconds method Laser log

✓ Mask

Mask method Laser log

Mask trim (s) 1,00

Other Parameters

$^{238}\text{U}/^{235}\text{U}$ 137,8180

$\lambda_{238} \times 1e9$ 0,15512

$\lambda_{235} \times 1e9$ 0,98485

$\lambda_{232} \times 1e9$ 0,04948

U isotope selection 238 only

31) Clicar em Crunch Data!

Export

Imaging

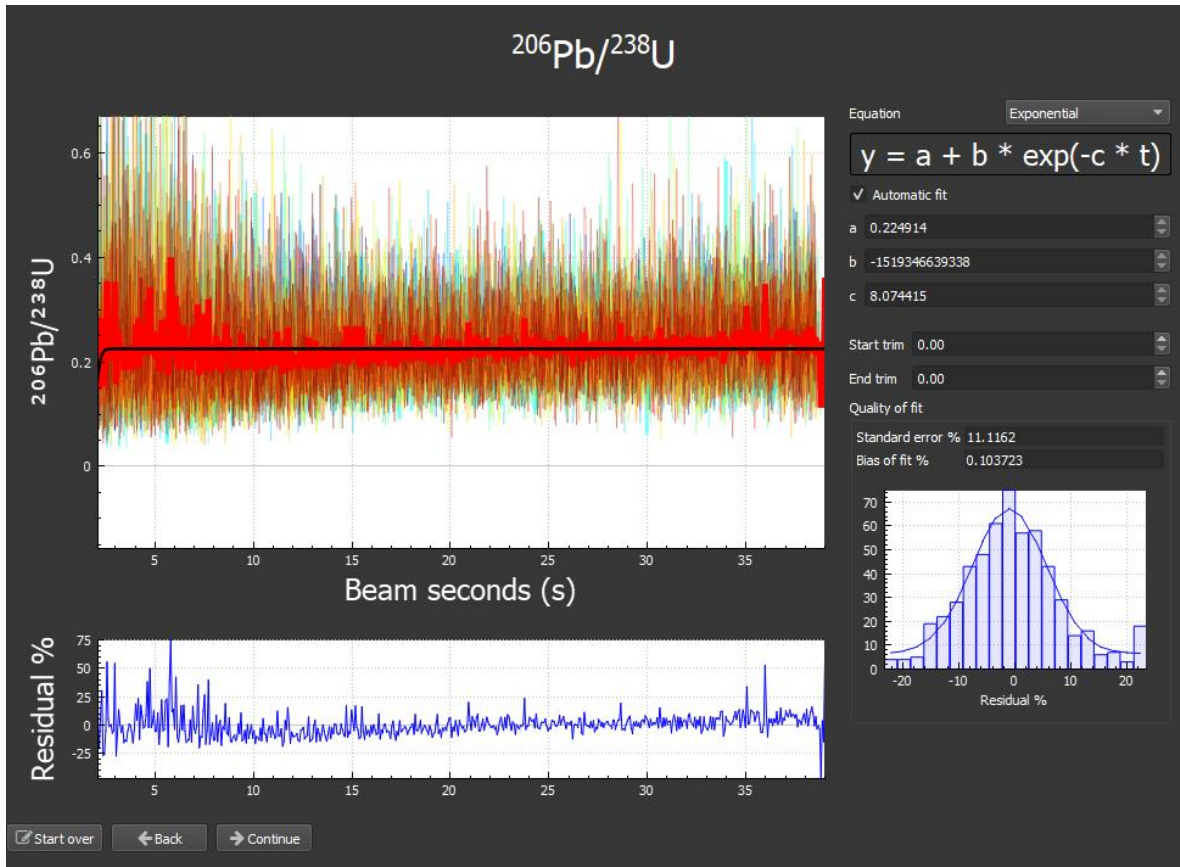
Python Workspace

317 Messages

Authors: Joe Petrus and Bence Paul
Description: U-(Th)-Pb geochronology with downhole fractionation corrections
Reference(s): Paton et al. (2010)

Crunch Data!

32) Uma janela similar a seguinte aparecerá:



Observar:

- O sinal para a razão $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ deve ser contínuo
- Os erros residuais devem ser aleatoriamente distribuídos
- A distribuição dos erros residuais deve ser próxima de uma gaussiana.

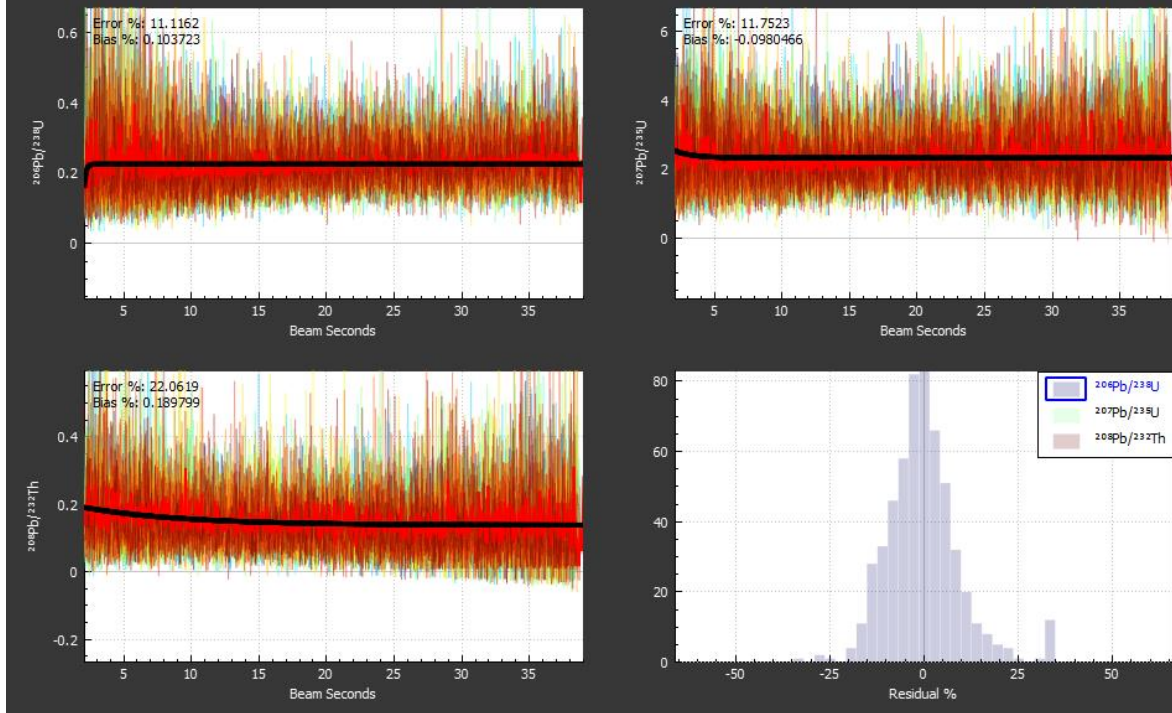
33) Clicar em Continue

34) Repetir o passo 32 observando a razão $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$. Clicar em Continue.

35) Repetir o passo 32 observando a razão $^{208}\text{Pb}/^{232}\text{Th}$. Clicar em Finish running DRS.

36) A seguinte janela aparecerá:

Summary



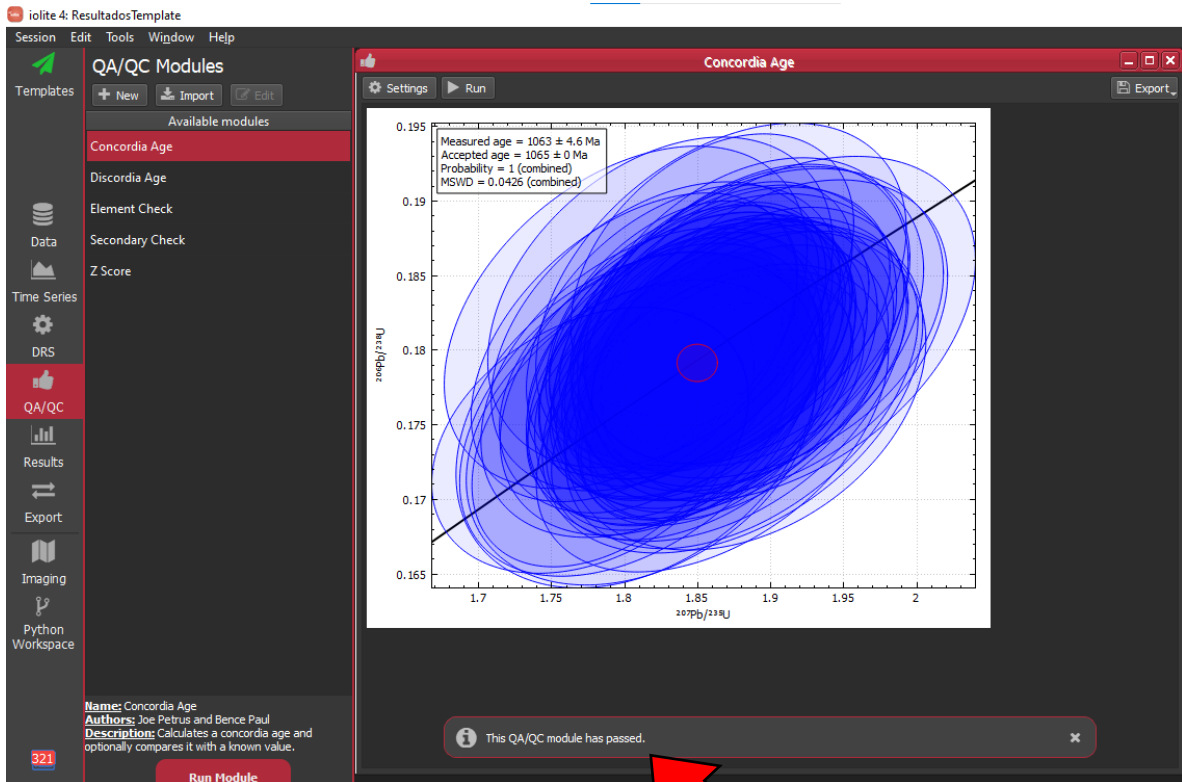
37) Utilizar o modulo de controle de qualidade (QA/QC) para checar se os materiais de referência apresentam valores satisfatórios.

Sequencialmente clicar em: QA/QC, Concordia Age, Run Module, Settings, Z_91500 and Run

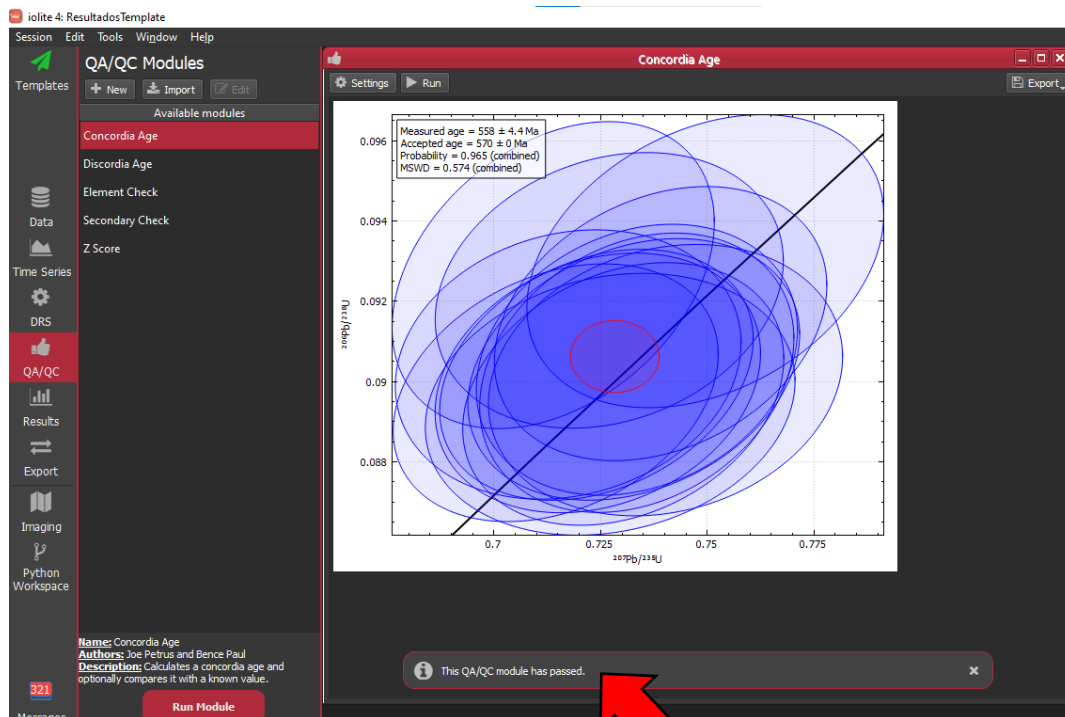
The screenshot displays the iolite 4 software interface. The main window is titled "iolite 4: ResultadosTemplate" and features a menu bar with "Session", "Edit", "Tools", "Window", and "Help". On the left, a sidebar contains navigation icons for "Templates", "Data", "Time Series", "DRS", "QA/QC", "Results", "Export", "Imaging", and "Python Workspace". The "QA/QC Modules" panel is active, showing a list of available modules: "Concordia Age", "Discordia Age", "Element Check", "Secondary Check", and "Z Score". The "Concordia Age" module is selected, and its details are shown below: "Name: Concordia Age", "Authors: Joe Petrus and Bence Paul", and "Description: Calculates a concordia age and optionally compares it with a known value." A "Run Module" button is visible at the bottom of this panel.

The "Concordia Age" module window is open, displaying a list of reference materials: "A_MAD", "A_McClure", "C_MMC", "G_BCR2G", "G_BHVO2G", "G_GSD1G", "G_NIST610", "G_NIST612", "Z_91500", "Z_GJ1", "Z_Peixe", "Z_Plesovice", "Z_Temora2", and "baseline". The "Z_91500" material is highlighted. The window also contains a graph with a y-axis labeled "2·10⁹" and an x-axis labeled "207Pb/238U". The graph area is currently empty, indicating that the calculation has not yet been performed.

Os resultados obtidos para o zircão 91500 serão mostrados graficamente e comparados com os valores de referência. Será indicado se o módulo QA/QC passou ou não.



38) Repetir para o zircão Peixe

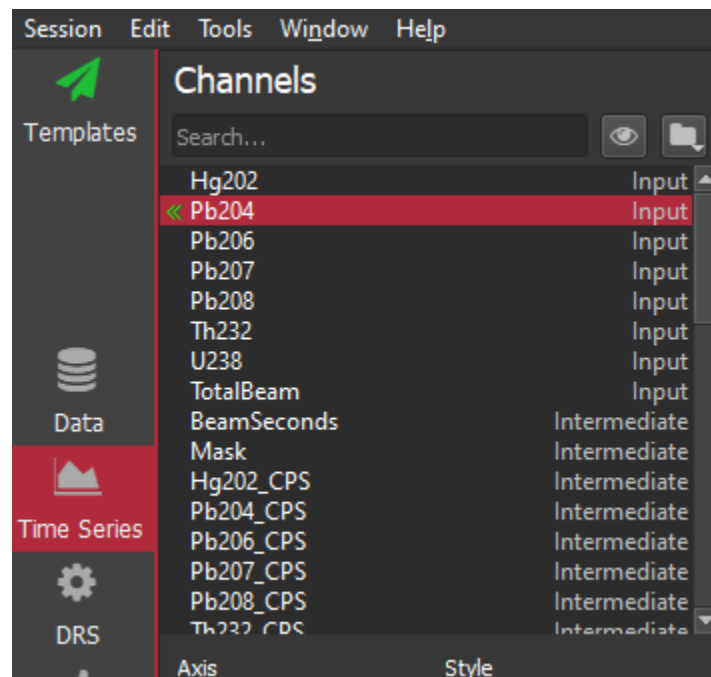


Observação: o critério adotado para resultado satisfatório considera a diferença de até 5% aceitável.

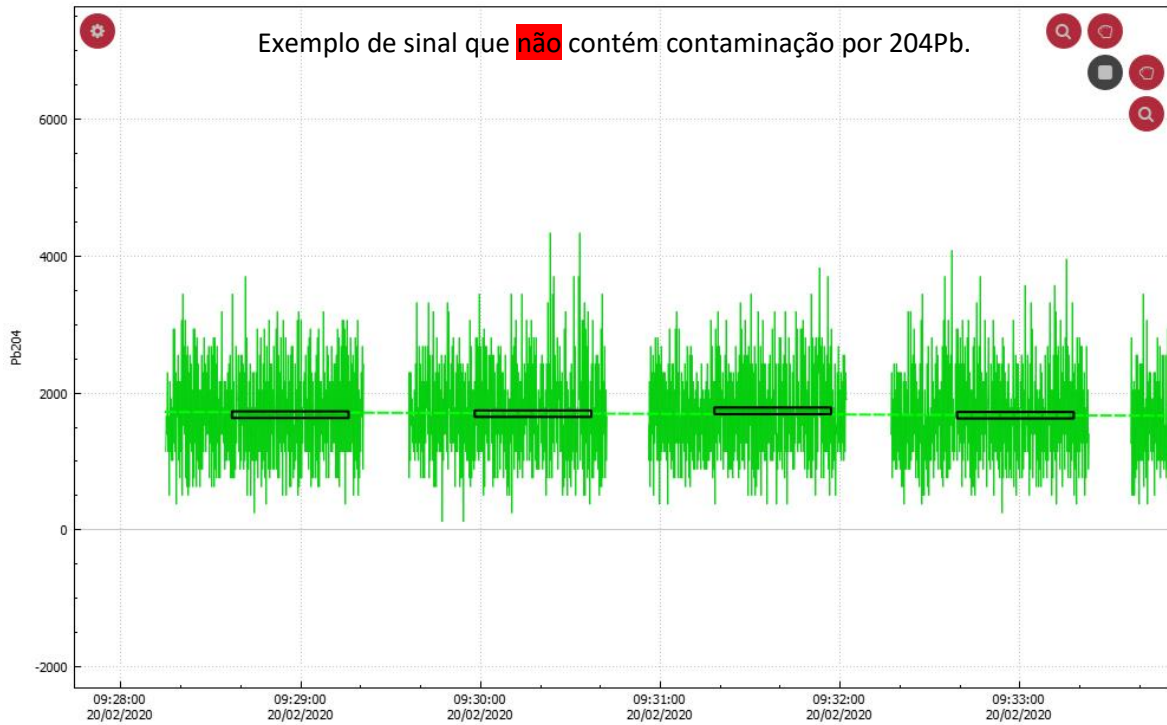
Fazendo ajustes nas amostras desconhecidas

39) Avaliando o chumbo comum (204Pb).

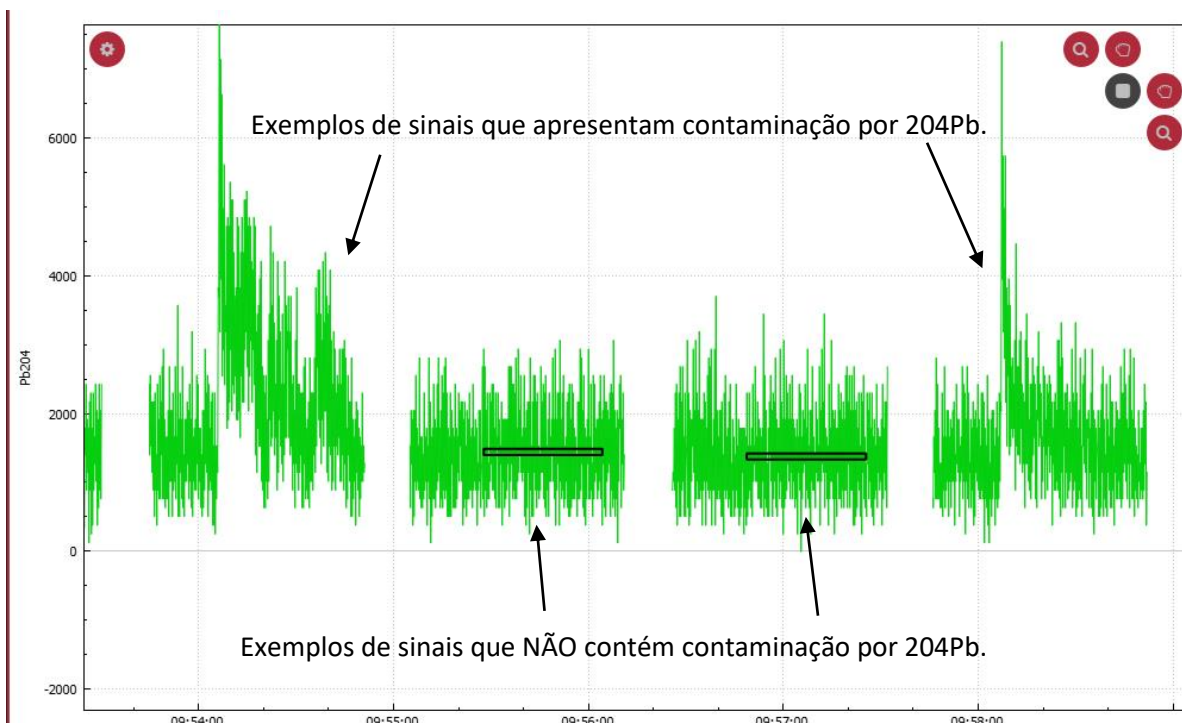
Clicar em Time Series e selecionar o canal 204Pb. Adequar o zoom utilizando os



Em geral, os zircões utilizados como materiais de referência (91500 e Peixe) não apresentam contaminação por 204Pb. Na figura abaixo são apresentados exemplos de sinais que **não** apresentam 204Pb. Trata-se de um ruído (com intensidade média próxima de 2000 cps) no qual não é possível diferenciar o momento em que o laser está atingindo o grão de zircão ou não.



Os grãos de zircão que apresentam contaminação por 204Pb devem ser excluídos. A figura apresenta 4 sinais provenientes de 4 grãos de zircão distintos. O primeiro e o último apresentam contaminação por 204Pb. O segundo e o terceiro não apresentam contaminação.



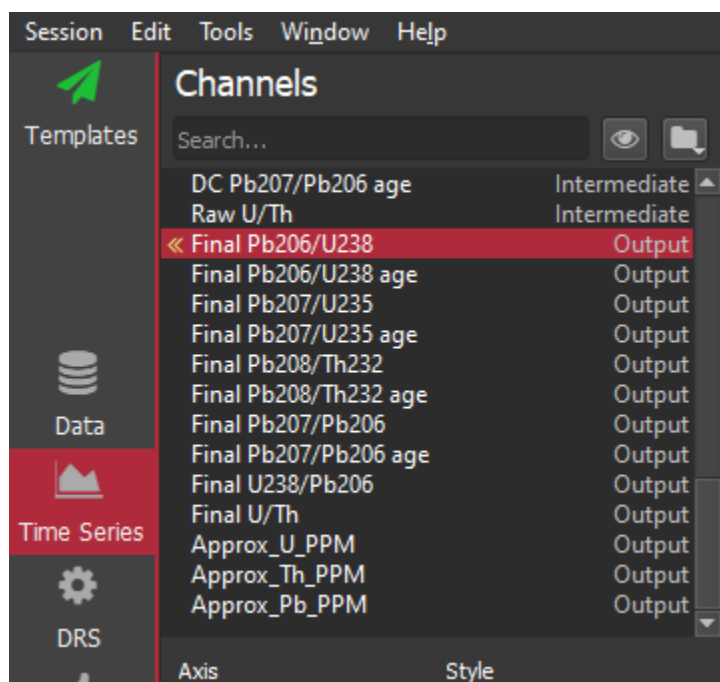
Deve-se verificar a presença da contaminação de ^{204}Pb em todos os sinais. Para excluir um grão contaminado, clicar em Shift + botão esquerdo do mouse sobre o retângulo preto (integração) a ser excluído. O retângulo se transforma em tracejado vermelho. Clicar em delete para excluir.

O tempo da integração pode ser reduzido para, por exemplo, evitar uma região com contaminação no final do grão. Para isso selecionar a integração clicando em Shift+ botão esquerdo do mouse sobre o retângulo preto e arrastar para ajustar na região adequada.

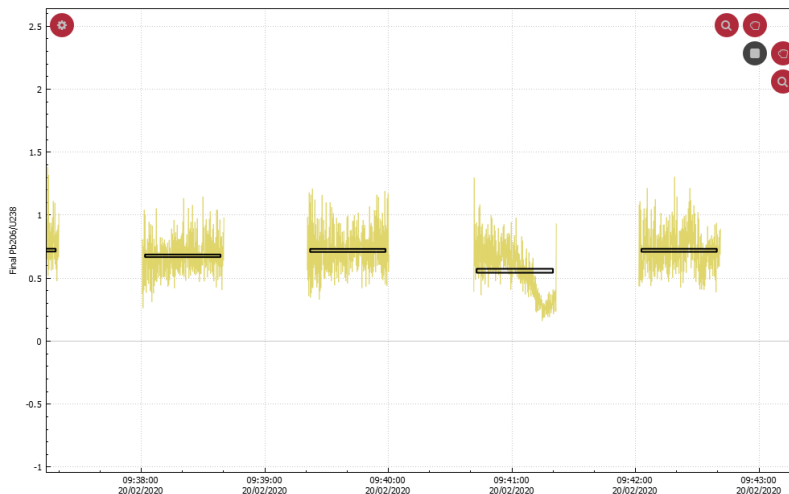
Salvar o experimento.

Avaliando a presença de imperfeições nos grãos.

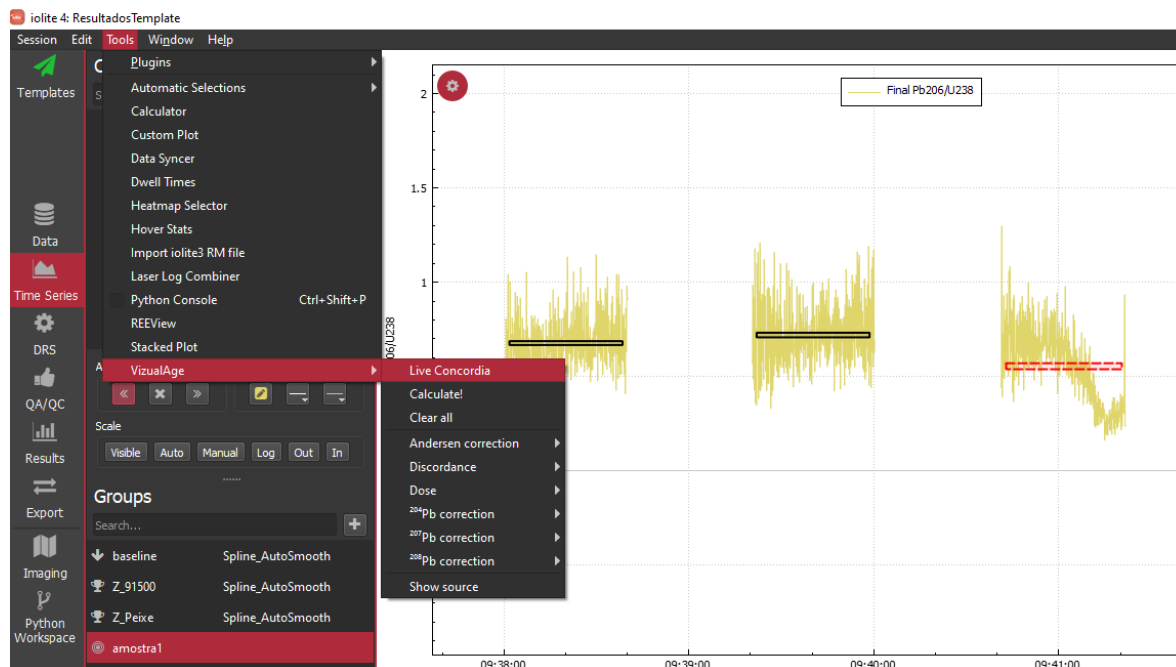
40) Visualizar o canal Final Pb206/U238



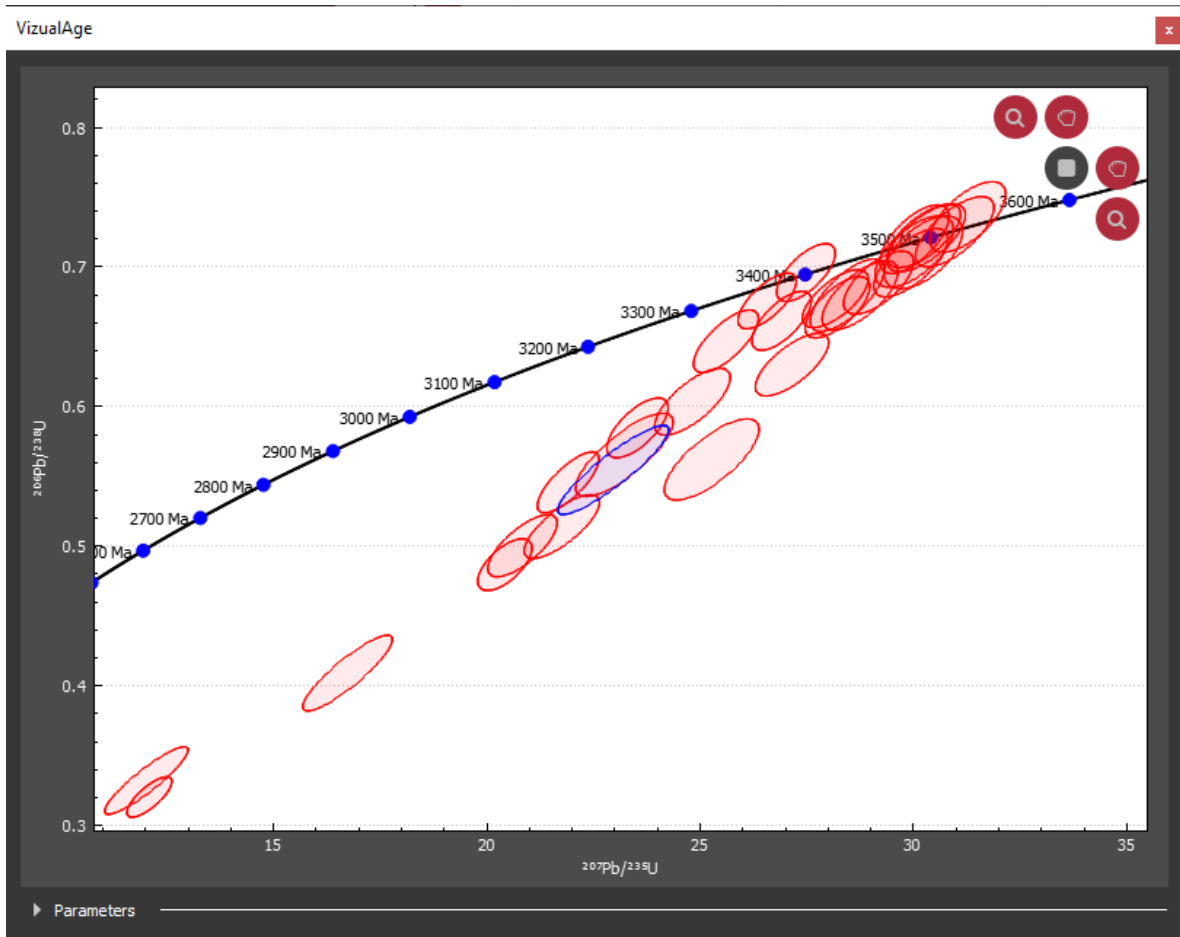
Durante os 40 segundos de ablação, o laser pode atingir zonas distintas existentes no grão de zircão. Nesse caso será observada uma variação na razão obtida conforme exemplificado no terceiro sinal da figura abaixo. A integração do sinal completo resultará em uma idade inadequada. Utilizando o comando Shift+botão esquerdo do mouse é possível reduzir o intervalo de integração. Atenção: não utilizar integrações com menos de 20 segundos.



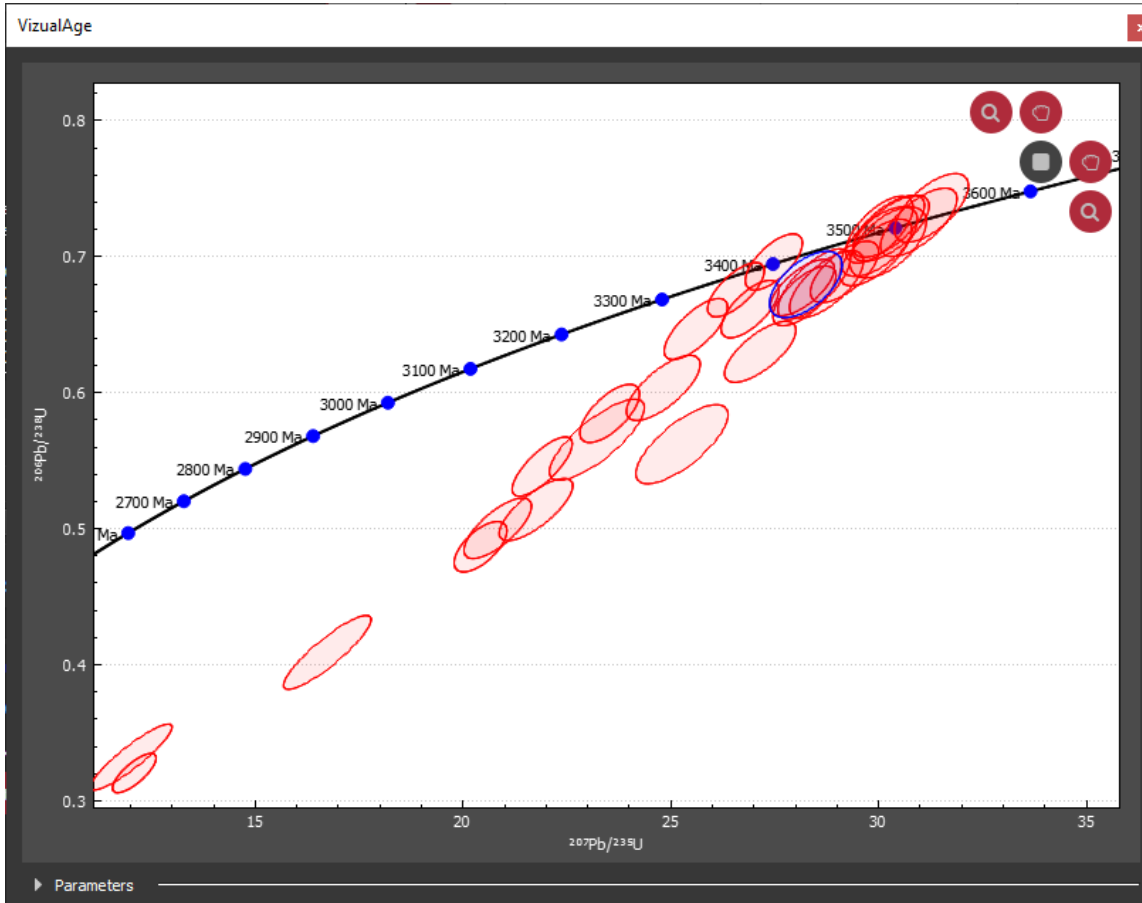
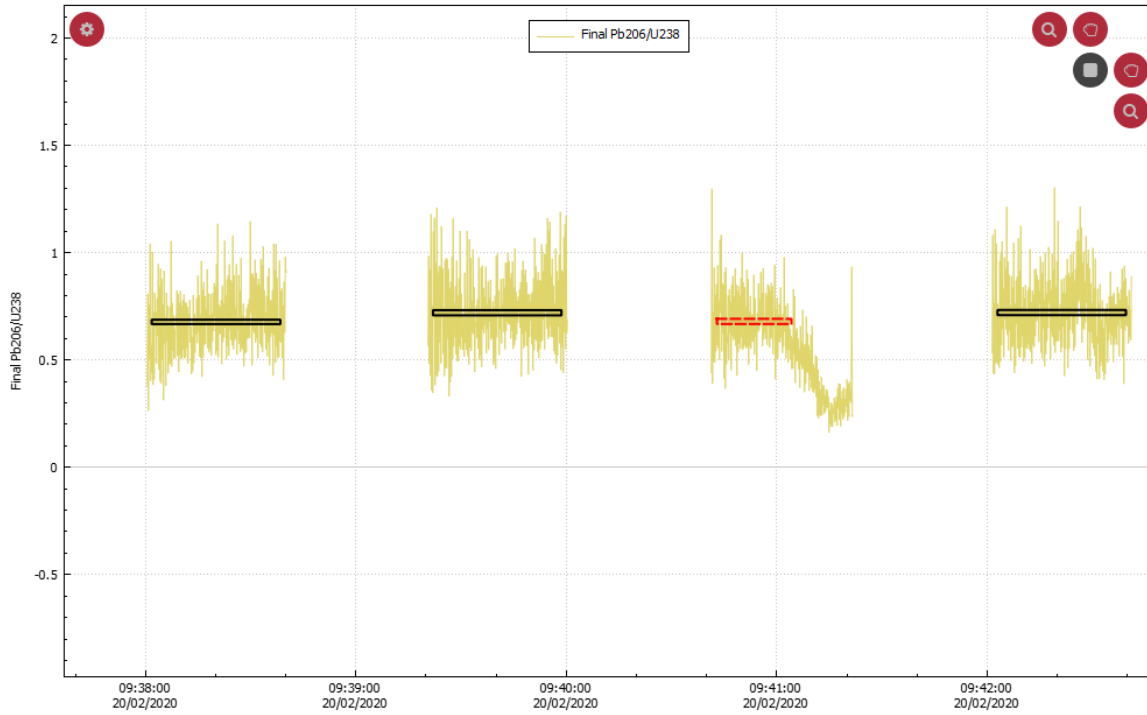
Com a integração selecionada (vermelha-tracejada), clicar em Tools e então em VizualAge e Live Concordia.



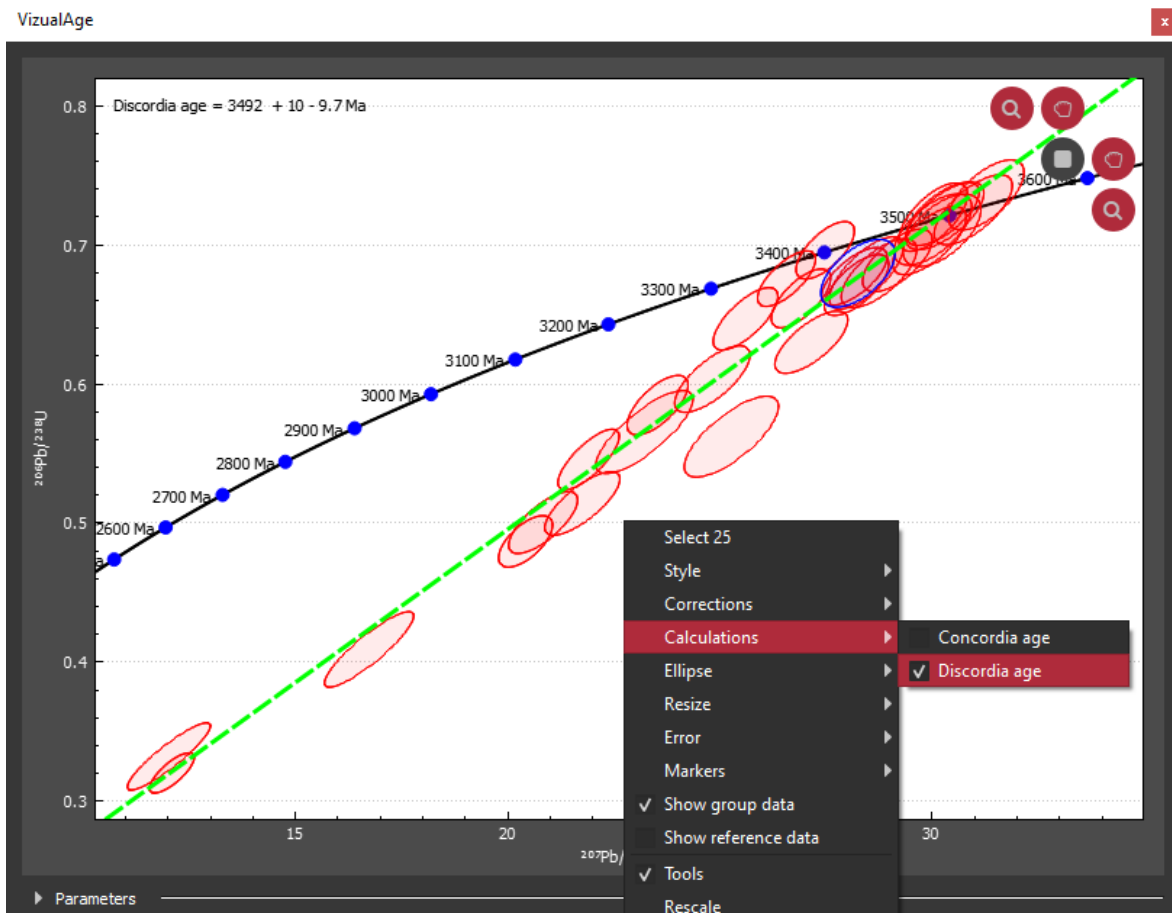
A seguinte janela será aberta. A elipse azul corresponde ao sinal selecionado.



Ao adequar (reduzir) o intervalo de integração é possível verificar em tempo real o que acontece com a elipse correspondente. Todos os sinais devem ser avaliados e ajustados cuidadosamente.



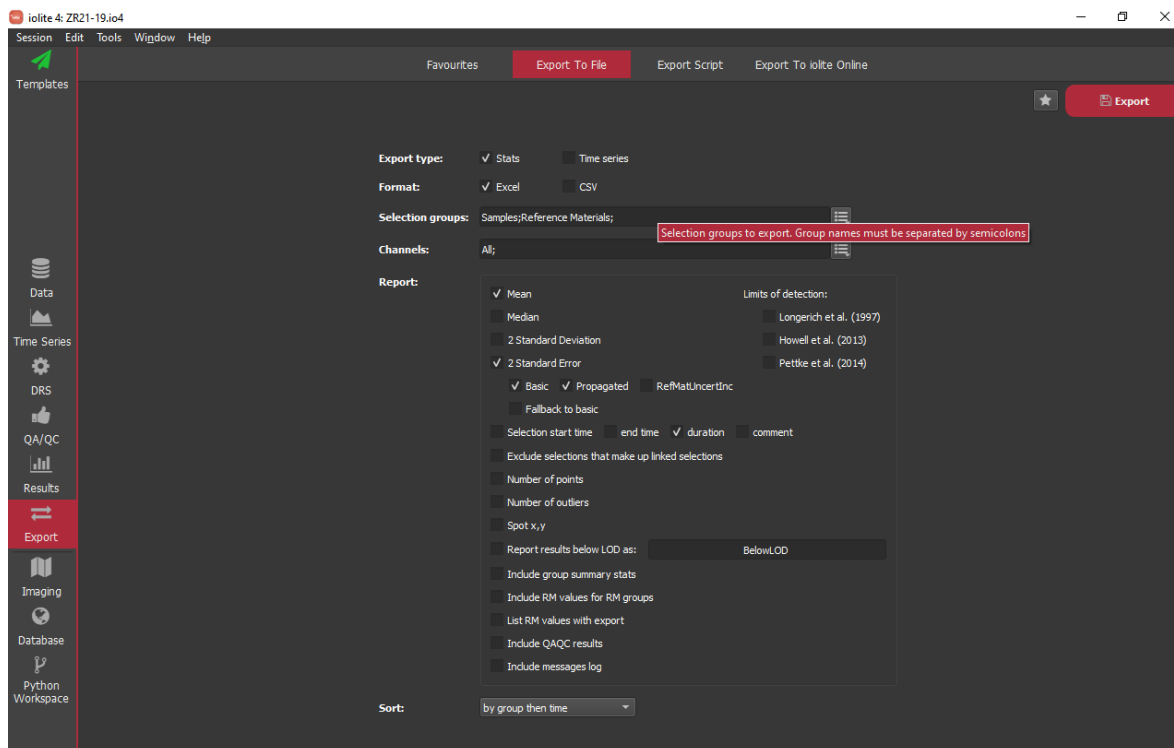
Após realizar todos ajustes, com o botão direito do mouse sobre a janela da concordia live, selecionar Calculations e Discordia age (no caso de serem idades discordantes).



Salvar o experimento!

Exportando os dados

41) Clicar em Export, Export to file e adicionar as configurações conforme a figura a seguir:



Clicar em Export.

Salvar e abrir o arquivo gerado.

Na aba "Data", clicar no canto superior esquerdo para selecionar tudo e copiar.

Abrir o arquivo "Planilha-Idades-2021lolite4"

Colar tudo na célula A1 da aba lolite

Observar os resultados finais na aba "Tabela Final".