

DETERMINAÇÃO DE ELEMENTOS TERRAS RARAS EM AMOSTRAS GEOLOGICAS POR ESPECTROMETRIA DE MASSA COM PLASMA INDUTIVAMENTE ACOPLADO (ICP-MS)

Wendy S. Rojano* (PG), Christiane B. Duyck (PQ)^b, Tatiana D. Saint'Pierre (PQ)^a

^a Departamento de Química, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-Rio), Rua Marquês de São Vicente 225, 22451-900 Rio de Janeiro, RJ, Brasil

^b Departamento de Química, Universidade Federal Fluminense (UFF), Outeiro São João Batista s/n, Centro, 24020-150, Niterói, RJ, Brasil

*E-mail: wendysandoval0417@gmail.com

A determinação de elementos terras raras (REE) ganhou bastante destaque devido ao seu crescente uso em áreas importantes da indústria.¹ A determinação desses elementos é feita principalmente por espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) após decomposição ácida da matriz da amostra.² O preparo das amostras geológicas é um aspecto crítico nessa análise, já que a dissolução total requer tempos longos e sistemas pressurizados. Outra dificuldade é a formação de interferências espectrais, principalmente devido a óxidos. Especialmente em amostras geológicas que normalmente apresentam altas concentrações de Ba, ocorre no plasma a formação de íons poliatômicos, como BaO⁺ e BaOH⁺, que interferem em ambos isótopos de európio ¹⁵¹Eu e ¹⁵³Eu.

Neste estudo, é proposto um método analítico para a determinação de REE por ICP-MS em amostras de asfalto, brita e materiais de referência geológicos. As amostras foram submetidas à decomposição com HNO₃, HF e HClO₄ em bloco digestor.³ A fim de eliminar as interferências devidas ao Ba, as amostras decompostas foram diluídas em soluções de H₂SO₄, e o BaSO₄ formado foi separado por centrifugação. Esse procedimento foi eficaz para a remoção das interferências, reduzindo até 94 % a concentração de Ba em solução. A exatidão do método foi avaliada analisando-se o material de referência (Standard Reference Material 688) e as recuperações obtidas para REE foram entre 92 % e 120 % dos valores certificados. Os elementos majoritários, como Al, Ca, Fe, Mg, Mn e Na, foram determinados também por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES), com recuperações entre 88 % e 102 %. No caso das amostras de asfalto e brita, esses elementos apresentaram concentrações muito acima dos valores encontrados na amostra certificada de rocha, indicando diferenças significativas nas suas composições e, por isso requereram adaptações no procedimento de decomposição ácida. Os resultados obtidos nos testes de adição e recuperação de REE nas amostras de asfalto e brita variaram de 87 % a 122 %. As concentrações de REE variam de 0,6 µg g⁻¹ Lu a 88,7 µg g⁻¹ Ce para o asfalto, 0,3 µg g⁻¹ Lu a 67,7 µg g⁻¹ Ce µg g⁻¹ para a brita.

Os REE leves (LREE) representaram aproximadamente 90 % do conteúdo total de REE nas amostras e a razão desses em relação aos pesados, exemplificado por uma razão La/Yb de 1,8, apresentando anomalia negativa do Eu, o que é concordante com o esperado, já que a mica, que é um dos constituintes do granito, junto com quartzo e feldspato, uma rocha magmática de alta resistência, usado comumente na pavimentação de ruas, normalmente exibe anomalia negativa de Eu.⁴

1. Alam MA, Zuga L, Pecht MG. *Ceram Int.* 2012; 38; 8.

2. Djingova R, Ivanova J. *Talanta.* 2002; 57; 821.

3. Pinto, F. G., Junior, R. E., & Saint'Pierre, T. D. *Analytical Letters*, 2012; 45; 12.

4. Laveuf, C., & Cornu, S. *Geoderma*, 2009; 154; 1.

[Agradecimentos à FAPERJ, CNPq]