

Nº 175756.1

Métodos de dissolução para análise de terras raras em sedimentos

Juliana Ferreira de Oliveira
Patrícia Hama
Rubens Cesar Lopes Figueira

*Resumo apresentado no
ENCONTRO NACIONAL DE
QUÍMICA ANALÍTICA, 19.,
CONGRESSO IBERAMERICANO DE
QUÍMICA ANALÍTICA, 7., 2018,
Caldas Novas.*

A série “Comunicação Técnica” compreende trabalhos elaborados por técnicos do IPT, apresentados em eventos, publicados em revistas especializadas ou quando seu conteúdo apresentar relevância pública.

MÉTODOS DE DISSOLUÇÃO PARA ANÁLISE DE TERRAS RARAS EM SEDIMENTOS

Juliana Ferreira de Oliveira* (PG)^{a,b}, **Patricia Hama (PQ)**^a, **Rubens Cesar Lopes Figueira (PQ)**^b.

^a Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo, Centro de Química e Manufaturados, São Paulo, SP, Brasil, CEP 05508-901

^b Instituto Oceanográfico -USP, Departamento de Oceanografia Química, São Paulo, SP, Brasil, CEP 05508-120

*e-mail: jfoliveira@ipt.br

Dentre as principais aplicações para a determinação dos elementos Sc, Y, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb e Lu em sedimentos aquáticos, podemos citar os estudos de proveniência, isto é, determinação da fonte origem de sedimentos em processos de intemperismo. As terras raras fornecem uma assinatura geológica dos sedimentos e também são empregadas no cálculo de índices de qualidade, uma vez que sua origem é basicamente terrígena⁽¹⁾. Devido ao elevado teor de silicatos em sedimentos, a dissolução de amostras é geralmente realizada com uso de HF. No entanto, fluoretos de metais terras raras são pouco solúveis, sendo necessária a eliminação deste ácido após a digestão. Além disso, esses metais podem estar associados à aluminossilicatos não solúveis em HF. A presença destes minerais em sedimentos naturais não pode ser facilmente prevista ou generalizada⁽²⁾. No presente trabalho foram testados três métodos para a digestão em materiais de referência certificados (MRC's). O primeiro, foi a dissolução em micro-ondas empregando-se uma mistura de água régia invertida 3 HNO₃ : 1 HCl e HF. A eliminação de HF foi testada pela evaporação em sistema fechado com pressão reduzida e pela complexação com H₃BO₃. A evaporação mostrou-se mais efetiva, visto que a adição de H₃BO₃ causou supressão no sinal por ICP-OES. Quando a dissolução não foi total, indicada pela presença de resíduo insolúvel, foram verificadas recuperações inferiores a 80% para os MRC's NIST 2702, MESS-4, Jlk-1 e JSd-2. Porém, estes materiais de referência não são certificados para todos os elementos da série, fornecendo valores indicativos. Já para o MRC BCR 667, específico para a análise de terras raras, a dissolução foi total, sendo possível obter recuperações entre 90 e 110% por ICP-MS. O segundo método de dissolução estudado foi a fusão alcalina com Li₂BO₂ e Li₂B₄O₇, único que garantiu a dissolução completa para todos os materiais de referência testados. A desvantagem deste método foi a maior diluição da amostra, permitindo que somente os elementos Ce, La, Nd, Sc e Y pudessem ser medidos no ICP-OES radial. Para o ICP-MS, embora haja sensibilidade o suficiente, a introdução de altas concentrações do elemento B no sistema pode ocasionar efeito memória na instrumentação, inviabilizando a análise deste elemento como analito de interesse. Uma alternativa para análise no ICP-MS é a dissolução empregando-se HClO₄. Este terceiro método também foi testado sendo possível obter recuperações entre 90 e 110% para o MRC BCR 667 para a maioria dos elementos, com exceção de Er, Lu, Sc, Tm e Yb cujas recuperações foram entre 74 e 83%. Contudo, em nossa opinião este método deve ser evitado sempre que possível, dados os riscos para a segurança devidos à reatividade do HClO₄ quando em contato com matéria orgânica. Foi possível concluir que, embora para o MRC 677 (sedimento estuarino) a dissolução em micro-ondas tenha apresentado resultados satisfatórios, para outros materiais (sedimentos marinhos, de córrego e de lago), não é possível garantir a dissolução total. Neste caso é necessário utilizar-se da fusão alcalina ou da digestão com HClO₄.

1Holser WT. Paleogeography, Paleoclimatology, Paleoecology 132, 1997, 309.

2Potss PJ. A Handbook of silicate rock analysis. Springer, 1992.

[Agradecimentos: Fundação de apoio ao IPT - PTC 1060/2017, FAPESP Projeto nº15/17763-2]