

## MÉTODO Sm-Nd NO CPGeo-IGC-USP: PROCEDIMENTOS ANALÍTICOS ATUALMENTE EM ROTINA

PETRONILHO, L. A.

[liapp@usp.br](mailto:liapp@usp.br)

- Instituto de Geociências –Universidade de São Paulo

### RESUMO

As primeiras atividades relacionadas com a metodologia Sm-Nd no CPGeo datam de 1991 com a presença do pesquisador Gunter Lugmair (*La Jolla, Califórnia*). A partir de então outros pesquisadores participaram do processo que culminou com a implantação oficial em 1995 (Sato et al 1995).

Com a dinâmica evolução dos materiais, os procedimentos analíticos associados ao método vêm sofrendo alterações ao longo do tempo objetivando redução nos brancos, no consumo de reagentes e tempo envolvido. Uma delas é a utilização de resinas RE e LN (EiChroM Industries Inc.) com as quais os brancos para Nd e Sm foram reduzidos para cerca de 40pg e 20pg respectivamente, um fator da ordem de 5. O consumo de reagentes ultra-puros e tempo envolvido foram reduzidos em cerca de 70%.

A resina RE é específica para separação do grupo das terras raras e não se aplica quando se faz necessária separação de Rb e Sr, situação em que outros procedimentos são adotados.

**Palavras - Chave:** Geocronologia, Geologia isotópica, Método Sm-Nd

### INTRODUÇÃO:

Análises isotópicas de Sm e Nd por termo-ionização requerem separações precisas dos mesmos em razão de interferências isobáricas mútuas e providas de outros elementos do grupo de terras raras (ETR), especialmente leves. As técnicas anteriores, embora eficientes, consumiam muito tempo e reagentes. Na técnica, descrita em Sato et al (1995), a separação do grupo dos ETR era efetuada em colunas de troca iônica preenchidas com resina catiônica AG50WX8 (Bio-Rad) seguida de extração de Sm e Nd, utilizando cromatografia de fase reversa. Neste processo, a coluna era preenchida com pó de politetrafluoretileno impregnado com o ácido fosfórico di-(2etilhexil) (HDEHP).

Atualmente no laboratório do CPGeo a separação do grupo das terras raras é efetuada em colunas preenchidas com cerca de 250µl de resina RE. Essa resina de extração



cromatográfica é composta pelo sistema extratante 1M octil (fenil) (N,N-diisobutilcarbamoil) oxido de metil fosfina (CMPO) em fosfato de tributila (TBP) impregnado em suporte polimérico inerte. O extratante CMPO proporciona à resina maior afinidade pelas terras raras tornando-a uma importante ferramenta para separação do grupo das terras raras. Como eluente é utilizado o ácido nítrico nas concentrações 1N e 0,05N.

Para separar o Sm do Nd é utilizada a resina Ln que consiste em pó de politetrafluoretileno impregnado com ácido fosfórico di-(2etilexil) (HDEHP), preparado industrialmente em granulação bem fina 100-150 $\mu$ . Como eluente é utilizado o ácido clorídrico nas concentrações 0,26N e 0,55N para extração de Nd e Sm respectivamente.

#### **PROCEDIMENTO ANALÍTICO DE SEPARAÇÃO:**

##### **a) Separação do grupo de terras raras utilizando colunas de Resina RE**

Após digestão química, a amostra é tomada em 2ml de HNO<sub>3</sub> 1N, sendo então depositada em coluna preenchida com resina RE previamente condicionada. Na eluição, com cerca de 3ml de HNO<sub>3</sub> 1N, os elementos sem interesse e possíveis interferentes são desprezados. Os ETR são coletados a seguir adicionando 1,2ml de HNO<sub>3</sub> 0,05N. O material coletado (grupo dos ETR) é evaporado até secar e o resíduo é encaminhado para separação de Sm e Nd nas colunas Ln. A resina RE é então descartada.

##### **b) Extração de Sm e Nd utilizando colunas de Resina Ln**

O grupo dos ETR proveniente da coluna RE é dissolvido em 0,2ml de HCl 0,26N e depositado em coluna preenchida com resina Ln. A coleta do Nd é efetuada com cerca de 3ml de HCl 0,26N após descarte de aproximadamente 5ml do mesmo ácido. A coleta do Sm é efetuada com cerca de 2ml de HCl 0,55N após descarte de aproximadamente 2ml do mesmo ácido. Após secagem, as frações de Sm e Nd são encaminhadas para análises espectrométricas em espectrômetro de massa termo-iônico (TIMS). Atualmente no CPGeo as análises são efetuadas no espectrômetro Finnigan Triton (Thermo Electron Corporation).

A resina Ln é então regenerada e recondicionada através da passagem dos ácidos HCL 6N e HCl 0,26N respectivamente.

#### **RESULTADOS**

No procedimento anterior, a separação do grupo das terras raras era efetuada utilizando-se de resina catiônica do tipo AG 50WX8. O consumo total de HCL 2,62N para eluição e 6,0N para limpeza atingia cerca de 80ml e 100ml respectivamente e o tempo de



trabalho de aproximadamente 12 horas. Na extração de Sm e Nd que utilizava pó de teflon impregnado com (HDEHP), o consumo de reagentes era também elevado, em torno de 6 ml durante a separação e de 30 ml na limpeza e acondicionamento. O processo era muito lento, consumindo cerca de 14 horas de trabalho.

No procedimento atual, que utiliza a resina RE para separação do grupo das terras raras, o consumo total de  $\text{HNO}_3$  (1N e 0,05N) atinge cerca de 7,4 ml com um tempo de trabalho de aproximadamente 2 horas. Na extração de Sm e Nd utiliza-se a resina Ln, sendo o consumo total de reagentes de 16 ml (separação) e de 24ml (limpeza e regeneração), com um tempo total de 7 horas de trabalho.

O branco total do procedimento anterior era da ordem de 200pg de Nd e 100pg de Sm. No procedimento atual, utilizando as resinas RE e Ln o branco total passou a ser da ordem de 40 pg de Nd e 20 pg de Sm.

### **CONCLUSÃO**

As técnicas analíticas atualmente em rotina no CPGeo-IGC-USP para o método Sm-Nd possibilitaram a redução substancial do branco de procedimento, função principalmente da redução significativa dos volumes de reagentes utilizados. Resultou em uma separação bastante eficiente de Sm e Nd em menor tempo.

### **AGRADECIMENTOS**

Ao Prof Dr Koji Kawashita e ao Prof Dr Oswaldo Siga Junior, por todas as sugestões.

### **REFERÊNCIAS**

- SATO K., TASSINARI C. C. G., KAWASHITA K., PETRONILHO L. A. 1995. O Método Geocronológico Sm-Nd no IG/USP e suas Aplicações. Anais Academia Brasileira de Ciências, 67 (3)
- HUFF E.A., HUFF D.R. 1993. TRU-spec and RE-spec Chromatography: Basic Studies and Applications. 34<sup>th</sup> ORNL/DOE Conference On Analytical Chemistry in Energy Technology. Gatlinburg TN.
- ELCHROM IDEAS. 1998. Ln Resin and RE Resin. Volume 5, Issue nº 1. Published by Elchrom Industries Inc.