

A DETERMINAÇÃO POR ICP-MS DOS ELEMENTOS TERRAS RARAS EM  
MATERIAIS GEOLÓGICOS: TESTANDO A EFICIÊNCIA DOS PROCEDIMENTOS DE  
DISSOLUÇÃO DAS AMOSTRAS

Margareth Sugano Navarro (Instituto de Geociências – Universidade de São Paulo)

[msugano@usp.br](mailto:msugano@usp.br), Sandra Andrade [sandrade@usp.br](mailto:sandrade@usp.br), Horstpeter Herberto Gustavo José

Ulbrich [hulbrich@usp.br](mailto:hulbrich@usp.br), Valdecir de Assis Janasi [vajanasi@usp.br](mailto:vajanasi@usp.br)

O presente trabalho descreve os testes de dissolução de amostras geológicas efetivados durante a implantação da rotina analítica para a determinação de elementos terras raras (ETR) em materiais geológicos, utilizando ICP-MS - modelo ELAN 6100 DRC da PerkinElmer/Sciex. A dissolução da amostra apresentou-se como o principal empecilho na obtenção de resultados com qualidade adequada aos estudos geoquímicos de rochas. A eficiência do ataque foi testada através de resultados obtidos a partir de diversas determinações com materiais de referência geológicos internacionais: JGb-1 (gabro), JB-3 (basalto), JA-2 (andesito) e JG-3 (granodiorito) do GSJ - Geological Survey of Japan, RGM-1 (riólito) e SDC-1 (mica-xisto) do USGS – United States Geological Survey, DR-N (diorito) da ANRT - Association Nationale de la Recherche Technique, SY-4 (diorito gnaiss) do CCRMP – Canadian Certified Reference Materials Project – e YG-1 (granito) da IAG - International Association of Geoanalysts. Também foram analisados granitóides dos maciços ou complexos Ibiúna-Piedade, SP, e Cunhaporanga, PR, já previamente analisados por meio de ICP-MS e INAA (Universidade Kansas, em Lawrence, USA).

Os três métodos de abertura testados foram: 1) ataque ácido sucessivo em forno de microondas; 2) fusão alcalina usando boratos de Li e posterior separação cromatográfica, com resinas de troca iônica, dos elementos de interesse (Navarro et al, 2002); 3) dissolução direta

em bombas do tipo Parr, por 5 dias, em estufa a 200°C. O último é o método tradicional, apesar de muito demorado, e que garante dissolução completa das várias fases minerais, incluindo a dos minerais mais refratários (entre eles, o zircão). Os outros dois métodos são mais expeditos, mas cada um deles apresenta problemas: o primeiro por efetuar-se, dependendo da amostra, apenas uma dissolução parcial do zircão o que pode fornecer resultados espúrios principalmente para o Zr e o Hf e, em alguns casos, comprometer os teores dos ETR pesados (ETRP); o segundo por apresentar uma perda substancial de U, Th, Nb e Ta durante a etapa de eluição, mas completa recuperação dos ETR.

Apesar das desvantagens anteriormente citadas, provou-se estatisticamente que os métodos de ataque ácido em forno de microondas e fusão alcalina com posterior separação cromatográficas são válidos para a determinação dos ETR por ICP-MS, apresentando assim duas alternativas viáveis para o tradicional e demorado método de abertura em bombas do tipo Parr.

NAVARRO, M.S.; ULBRICH, H.H.G.J., ANDRADE, S.; JANASI, V.A. (2002). *Journal of Alloys and Compounds*, v. 344, p.40-45.