

# Determinação de Dy, Sm, Eu e Yb em suspensões de sedimento e solo por ETV-ICP-MS.

Frederico G. Pinto (PG)<sup>1\*</sup>, Fabio G. Lepri (PG)<sup>2</sup>, Tatiana D. Saint’Pierre (PQ)<sup>2</sup>, Bernhard Welz (PQ)<sup>2</sup>, José Bento B. da Silva (PQ)<sup>1</sup>, Leticia Malta Costa e Adilson J. Curtius (PQ)<sup>2</sup>. \*[freddygar@yahoo.com](mailto:freddygar@yahoo.com)

1. Departamento de Química - Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), Belo Horizonte, MG, Brasil

2. Departamento de Química - Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Florianópolis, SC, Brasil

Palavras Chave: terras raras, suspensão, ETV-ICP-MS.

## Introdução

Os lantanídeos são os elementos químicos também conhecidos como Terras Raras (REEs) porque foram encontrados pela primeira vez em materiais geológicos em baixíssimas concentrações. São encontrados normalmente associados uns aos outros e apresentam propriedades físicas e químicas muito similares. Por esta razão, separar e quantificar esses elementos pode ser uma tarefa difícil.

O objetivo desse trabalho é propor uma metodologia para a determinação de alguns REEs (Dy, Eu, Sm e Yb) em amostras ambientais de sedimento e solo na forma de suspensão empregando a técnica de espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado com introdução da amostra no plasma por vaporização eletrotérmica (ETV-ICP-MS).

## Resultados e Discussão

As suspensões foram preparadas com 100 mg das amostras certificadas de sedimento (LKSD-2 e STSD-2) e solo (SOIL-7) que foram misturados com 0,8 mL de ácido nítrico 65% m/v, 0,4 mL de ácido fluorídrico 40% m/v e 0,4 mL de peróxido de hidrogênio em frascos de PTFE. Os frascos plásticos contendo a mistura foram levados para o banho em ultra-som e submetidos a ultrassonificação por um período de 36 min. Após este procedimento, a amostra foi então diluída para um volume final de 14 mL completados com água deionizada, resultando em meio ácido em torno de 8 % v/v. As suspensões foram deixadas em repouso por 24 horas até o momento da análise. O mesmo foi feito para o preparo do branco da amostra.

O fluxo do gás interno foi variado de 0,1 a 0,3 L.min<sup>-1</sup> e otimizado em função do aumento nas intensidades dos sinais para os isótopos estudados. O valor ótimo para este fluxo de gás foi de 0,3 L.min<sup>-1</sup>.

A potência da radiofrequência foi otimizada apresentando um valor ótimo de 1000 W.

As temperaturas de pirólise e vaporização foram de 1000 °C e 2800 °C respectivamente.

Os parâmetros de mérito e as determinações com calibração por adição do analito (a calibração externa com soluções aquosas não forneceu bons

resultados) estão apresentados nas Tabelas 1 e 2 respectivamente.

**Tabela 1.** Parâmetros de mérito das curvas de calibração para a determinação de Dy, Sm, Eu e Yb nas amostras LKSD-2, STSD-2 e SOIL-7 na forma de suspensão por ETV-ICP-MS. LODs calculados com os desvios-padrão de 10 medidas consecutivas do branco.

Isótopo	R <sup>2</sup>	LOD (ng.g <sup>-1</sup> )
<sup>164</sup> Dy	0,9975	0,20
<sup>152</sup> Sm	0,9996	0,03
<sup>153</sup> Eu	0,9999	0,02
<sup>174</sup> Yb	0,9993	0,01

**Tabela 2.** Concentrações obtidas (n = 5) e certificadas para a determinação dos elementos Dy, Sm, Eu e Yb nas suspensões das amostras LKSD-2, STSD-2 e SOIL-7.

LKSD-2		
Isótopos	Concentração obtida, µg.g <sup>-1</sup>	Concentração Certificada, µg.g <sup>-1</sup>
<sup>164</sup> Dy	7,20 ± 0,05	7,3 ± 0,7
<sup>152</sup> Sm	10,4 ± 0,1	11,0 ± 1,2
<sup>153</sup> Eu	2,10 ± 0,03	1,9 ± 0,2
<sup>174</sup> Yb	4,10 ± 0,08	4,0 ± 0,5
STSD-2		
	Concentração obtida, µg.g <sup>-1</sup>	Concentração Certificada, µg.g <sup>-1</sup>
<sup>164</sup> Dy	6,40 ± 0,02	6,5 ± 0,6
<sup>152</sup> Sm	7,80 ± 0,08	8,0 ± 0,8
<sup>153</sup> Eu	2,00 ± 0,01	2,0 ± 0,4
<sup>174</sup> Yb	3,7 ± 0,05	3,7 ± 0,6
SOIL-7		
	Concentração obtida, µg.g <sup>-1</sup>	Concentração Certificada, µg.g <sup>-1</sup>
<sup>164</sup> Dy	3,90 ± 0,01	3,9 (3,2-5,3)
<sup>152</sup> Sm	5,00 ± 0,07	5,1 (4,8-5,5)
<sup>153</sup> Eu	1,10 ± 0,02	1,0 (0,9-1,3)
<sup>174</sup> Yb	2,3 ± 0,1	2,4 (1,9-2,6)

## Conclusões

Foi possível determinar Dy, Sm, Eu e Yb nas amostras de sedimento e solo usando amostragem na forma de suspensão e calibração por adição do

*Sociedade Brasileira de Química ( SBQ)*

analito por ETV-ICP-MS. Os LODs obtidos foram baixos ficando evidente a aplicabilidade da técnica para a análise de REEs.

### **Agradecimentos**

Ao CNPq pelo apoio financeiro.