

## QUANTIFICAÇÃO DE LANTÂNIO POR EDXRF EM SOLOS E SEDIMENTOS TROPICAIS

Thiago Oliveira dos Santos<sup>1\*</sup>, Mechele da Silva Santos<sup>1</sup>, Elvis Joacir De França<sup>1</sup>

<sup>1</sup>CRCN-NE/CNEN

\*email: thiago\_cbufpe@yahoo.com.br

### INTRODUÇÃO

Elementos terras raras formam um grupo de elementos químicos com características e propriedades semelhantes. Encontrados em mais de 250 minérios são amplamente utilizados como matéria-prima insubstituível para a tecnologia de ponta (Westin, 2013). Um dos elementos químicos de menor peso atômico do grupo terras raras é o lantânio. Por meio da quantificação deste elemento químico é possível construir um modelo de predição para os demais elementos do grupo. Das técnicas analíticas utilizadas para quantificação deste elemento químico a Fluorescência de Raios-X por Dispersão de Energia é a menos difundida. Esta baseia-se na medida das intensidades dos raios-X característicos emitidos pelos elétrons excitados de uma determinada amostra. Como principais vantagens associadas a essa técnica analítica é destacada a dispensa de dissolução química das amostras, proporcionando resultados de forma mais rápida e a um baixo custo. Entretanto, as análises não podem ser realizadas de maneira generalizada; cada amostra deve ser avaliada com base em curvas previamente constituídas com materiais de referência certificados. Este trabalho tem por objetivo o estabelecimento de curva analítica para a quantificação de lantânio em solos e sedimentos tropicais por meio da técnica EDXRF.

### MATERIAL E MÉTODOS

#### EDXRF

Amostras acondicionadas em recipientes específicos são submetidas a um feixe de raios-X ocasionando a excitação dos elétrons dos átomos presentes nas amostras. Esses elétrons excitados emitem raios-X característicos que são medidos por um detector semicondutor. O sinal é amplificado e o espectro de raios-X analisado em um software específico para identificação dos elementos químicos presentes na amostra a partir de suas linhas de energia (Figura 1). Desta maneira, é possível realizar análises qualitativas e quantitativas a partir de curvas de calibração previamente construídas (ANJOS et al., 2002; MARGUÍ et al., 2005; JOSHI et al., 2006; SOUSA et al., 2013).

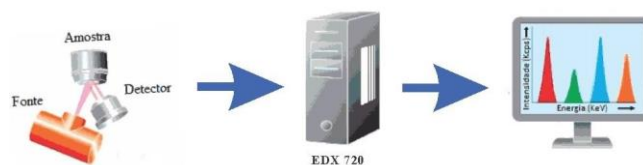


Figura 1. Metodologia de análise por EDXRF.

#### Preparação e análise dos materiais de referência

Porções teste de aproximadamente 0,5 g foram acondicionadas em cápsulas de polietileno cilíndricas e vedadas com filme de polipropileno específico para análise por EDXRF. As análises foram realizadas no espectrômetro EDX 720 da Shimadzu, sob atmosfera com pressão menor que 30 Pa e a tensão de 15 kV utilizada para a determinação do elemento químico La (Figura 2). Todas as medidas foram realizadas em triplicata.



Figura 2. Cápsulas preparadas para análises e equipamento EDXRF.

#### Curva analítica

Inicialmente foram desenvolvidos testes com os filtros de alumínio, molibdênio, molibdênio/níquel, prata e titânio, com o objetivo de reduzir a influência de elementos com níveis de energia similares ao do lantânio. Dentre os filtros estudados o de Ti demonstrou-se mais apropriado para as análises. Após a seleção do filtro, foi construída a curva analítica para quantificação de La em matrizes geológicas utilizando os materiais de referência SRM 2710, SRM 1944, IAEA-SL-1 e IAEA-SOIL-7.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Com a nova curva analítica foi possível otimizar a metodologia de análise utilizada no Serviço de Monitoração Ambiental (SEAMB) do Centro Regional de Ciências Nucleares do Nordeste (CRCN/NE) para a quantificação de La por EDXRF (Figura 3).

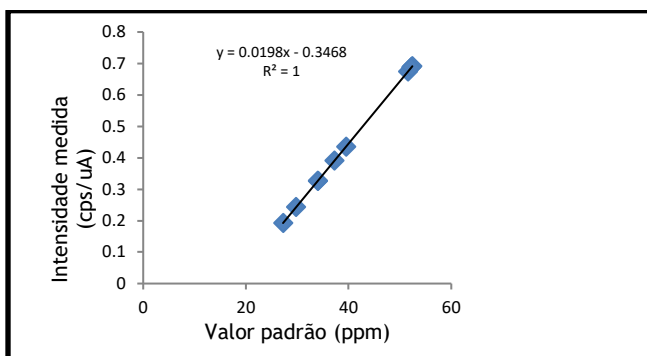


Figura 3 - Curva analítica para análise de lantânio por EDXRF.

Para avaliar a qualidade do procedimento analítico foram analisados os materiais de referência IAEA Soil 7 e SRM 2710. Os valores observados e aqueles de referência são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Concentrações médias de valores observados e certificados, intervalos de confiança e incertezas expandidas em nível de significância de 95% para Lantânio obtidas utilizando a nova curva analítica do EDXRF.

Material de Referência	Valor de referência (mg.kg-1)	Valor observado (mg.kg-1)
SRM 2710	34	34 ± 6
IAEA Soil 7	28 (27 - 29)	28 ± 5

A qualidade do procedimento analítico foi comprovada a partir dos resultados obtidos para os materiais de referência em nível de 95% de confiança.

## CONCLUSÕES

Com a nova curva analítica foi possível otimizar o protocolo analítico reduzindo-se as interferências espectrais para a realização da determinação de La por EDXRF em matrizes geológicas.

## REFERÊNCIAS

- ANJOS, M. J.; LOPES, R. T.; JESUSB, E. F. O.; ASSISC, J. T.; CESAREOD, R.; BARROSA, R. C.; BARRADASE, C. A. A. Elemental concentration analysis in soil contaminated with recyclable urban garbage by tube-excited energy-dispersive X-ray fluorescence. *Radiation Physics and Chemistry*, v. 65, p. 495-500, 2002.
- JOSHI, G. C.; AGRAWAL, H. M.; MOHANTA, B.; SUDARSHAN, M.; SINHA, A. K. Elemental study of Nainital Lake water by EDXRF. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, v.251, p. 223-226, 2006.
- MARGUÍ, E.; QUERALT, I.; CARVALHO, M. L.; HIDALGO, M. Comparison of EDXRF and ICP-OES after microwave digestion for element determination in plant specimens from an abandoned mining area. *Analytica Chimica Acta*, v. 549, p. 197-204, 2005.
- SOUSA, E. E.; PAIVA, J. D. S.; FRANÇA, E. J.; ALMEIDA, M. E. S.; CANTINHA, R. S.; HAZIN, C. A. Qualidade nas análises químicas de matrizes biológicas pela fluorescência de raios-X por dispersão de energia. *International Nuclear Atlantic Conference - INAC 2013*. Recife, 2013. 1 DVD-Rom.
- WESTIN, R. Brasil entre na corrida pelas terras-raras, *Jornal do Senado*, Brasília, 15 abril. 2013. C&T, p. 4-5.