

4º Congresso Brasileiro de Geoquímica, 1993

## DETERMINAÇÃO DE OURO E ELEMENTOS DO GRUPO DA PLATINA EM ROCHAS POR ANÁLISE POR ATIVAÇÃO COM NÊUTRONS

C.A. Nogueira & A.M.G. Figueiredo

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN-CNEN/SP

**INTRODUÇÃO** A determinação de ouro e de elementos do grupo da platina (EGP) tem despertado grande interesse devido à sua crescente utilização industrial, em produtos como gasolina de alta octanagem, antibióticos, cristais laser, jóias, componentes eletrônicos, além de sua importância econômica. Do ponto de vista geoquímico, os EGP representam um coerente grupo de elementos siderófilos, a partir dos quais é possível deduzir aspectos da história da rocha (Oddone et al. 1990).

A determinação de irídio tem despertado particular interesse depois que estudos nas camadas sedimentares marcando a interface Cretáceo-Terciário revelaram concentrações anômalas de irídio, que foram interpretadas como resultantes de uma causa externa, isto é, um impacto meteorítico (Alvarez et al. 1980).

Os EGP se caracterizam por uma abundância crustal extremamente baixa, distribuição heterogênea e alta resistência ao ataque por reagentes químicos. Estas características requerem especial decomposição da amostra, uma pré-concentração dos EGP e uma técnica de medida sensível que possa medir com exatidão as concentrações elementares.

Dentre as técnicas analíticas usualmente empregadas para as medidas dos teores de EGP, a análise por ativação com nêutrons (NAA) apresenta, reconhecidamente, alta sensibilidade e resultados confiáveis. Além disso possibilita a determinação de vários elementos do grupo (Oddone et al. 1990).

A etapa de pré-concentração é determinante para a obtenção de bons resultados. Muitos procedimentos usuais são baseados no "fire-assay". Na última década, tem havido interesse no "fire assay" utilizando sulfeto de níquel, uma vez que possibilita a recuperação quantitativa de todos os metais preciosos em diferentes tipos de rochas.

Outros métodos alternativos utilizam por exemplo a fusão oxidante com uma mistura de  $\text{Na}_2\text{O}$  /  $\text{NaOH}$  para o ataque total da rocha, seguida de precipitação dos EGP com selênio ou telúrio (Stockman et al. 1983) e o ataque parcial da rocha com água régia (Gowing & Potts, 1991).

Em um trabalho prévio (Figueiredo et al. 1993), utilizou-se o ataque parcial com água régia, seguido da precipitação com telúrio, obtendo-se bons resultados para Au, Pd e Pt.

No presente trabalho apresenta-se um método de determinação de Au, Pd, Ir e Pt em rochas por análise por ativação com nêutrons, que consistiu em uma sinterização com  $\text{Na}_2\text{O}$  em cadinho de níquel, seguida pela precipitação de ouro e EGP com telúrio. O método foi aplicado ao padrão geológico SARM-7 (MINTEK - África do Sul), apresentando resultados concordantes com os valores recomendados.

### PARTE EXPERIMENTAL

#### 1. Preparação dos padrões de Au, Pt, Pd e Ir

Preparam-se soluções de concentração conhecida dos elementos Pd, Ir, Pt e Au a partir dos sais cloreto de paládio, tetracloreto de irídio, ácido hexacloroplatinico e ouro metálico.

#### 2. Preparação das soluções de carregadores de Pt, Au, Ir e Pd

Foram utilizados os mesmos compostos citados na preparação dos padrões. Prepararam-se soluções de concentração da ordem de 0,5 mg/mL de Pt, Au e Ir e de 1,0 mg/mL de Pd.

#### 3. Irradiação da Amostra

Tomaram-se cerca de 250 mg do padrão SARM-7, que foram irradiados por 8 horas em um fluxo de nêutrons térmicos de  $10^{12}$  n.cm<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup>, juntamente com os padrões de Au, Pd, Pt e Ir.

**4. Separação Radioquímica** Cerca de 48 horas após o final da irradiação, a amostra foi transferida para um cadinho de níquel e foi submetida ao processo de sinterização descrito por Enzweiler (1990). Terminada a sinterização, o cadinho foi colocado em um béquer de 400 mL, foram adicionadas alíquotas dos carregadores, 60 mL de água destilada aquecida a 60°C e 10 mL de HCl 5 M. Em seguida o cadinho foi retirado do béquer e lavado com água destilada.

A solução resultante foi levada à fervura e adicionaram-se 2 mL de solução de telúrio 1M, preparada pela dissolução de telúrio metálico conforme descrito por Stockman (1984). A seguir adicionaram-se 10 mL de solução de SnCl<sub>2</sub> 1 M. A solução foi levada à fervura para coagular o precipitado formado, adicionou-se mais 1 mL da solução de Te e a solução foi fervida por mais 5 minutos. O precipitado foi filtrado em funil de Büchner de 4 cm de diâmetro em papel Millipore, a vácuo, e foi lavado com HCl 1M. O papel de filtro foi seco sob lâmpada de raios infravermelhos e medido em um sistema de espectrometria gama.

**5. Medida da radiação gama** As medidas da radiação gama foram realizadas em um detector de Ge hiperpuro do tipo GMX acoplado a um módulo ADCAM, ligado a um microcomputador do tipo IBM/PC e eletrônica associada. Os tempos de contagem foram da ordem de 10 horas para a amostra e 1 hora para os padrões. Os radioisótopos utilizados e suas características nucleares estão na tabela 1. O tratamento dos dados foi feito por meio do programa de computação VISPECT2 desenvolvido na Divisão de Radioquímica.

**RESULTADOS E DISCUSSÃO** Na tabela 2, apresentam-se os resultados obtidos neste trabalho, correspondentes a uma série de 4 determinações e os valores da literatura. Para efeito de comparação, apresentam-se também os resultados obtidos em trabalho anterior, onde o procedimento adotado foi o ataque parcial da amostra com água régia, em lugar da sinterização com Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub> em cadinho de níquel. O procedimento de precipitação com telúrio foi o mesmo.

Pode-se observar que o método apresentou bons resultados para os elementos analisados, com erros inferiores a 15 % em relação aos valores certificados. O método se mostrou reprodutível dentro de um desvio máximo de 12 %.

Pode-se notar que para o ouro, o ataque parcial com água régia apresentou melhores resultados. Para o paládio, ambos os procedimentos apresentaram resultados semelhantes. Esse fato era esperado, por serem esses dois elementos favoravelmente lixiviados por água régia (Gowing et al. 1991).

Já para a platina, houve uma significativa melhora nos resultados, o que mostra que o ataque total da rocha é mais eficiente para esse elemento.

O que se deve ressaltar são os bons resultados obtidos para o irídio, que não havia sido determinado anteriormente, demonstrando as boas possibilidades do método para a análise desse elemento com boa exatidão (desvio de 3% em relação ao valor certificado).

## REFERÊNCIAS

- Alvarez, I.W.; Alvarez, W.; Asaro, F.; Michel, H.V. (1980) *Science*, 208:1905-1108
- Enzweiler, J. (1990) *Geochim. Brasil.* 4(2): 119-124, 1990.
- Figueiredo, A.M.G.; Nogueira, C.A.; Armelino, M.J.A. I Encontro Brasileiro sobre os elementos do grupo da platina - Brasília, abril 1993. *Anais SBG*, p.72-74, 1993.
- Gowing, C.J.B. & Potts, P.J. (1991) *Analyst*, 116:773-779.
- Oddone, M.; Meloni, S.; Vanucci, R. (1990) *J. Radioanal. Nucl. Chem. Articles*, 142(2):489-497.
- Steele, T.W.; Levin, J. Copelowitz, I. (1975) *National Institute for Metallurgy, South Africa, Report No.1696*.
- Stockman, H.W. (1983) *J. Radioanal. Chem.* 78(2):307-317.

Tabela 1. Radioisótopos utilizados nas análises.

RADIOISÓTOPO	FORMAÇÃO	MEIA-VIDA	ENERGIA (keV)
$^{198}\text{Au}$	$^{197}\text{Au}(n,\gamma)$	2,7d	411,8
$^{109}\text{Pd}$	$^{108}\text{Pd}(n,\gamma)$	13,5h	88,0
$^{199}\text{Au}$	$^{198}\text{Pt}(n,\gamma,\beta^-)$	3,15d	158,3
$^{192}\text{Ir}$	$^{191}\text{Ir}(n,\gamma)$	74,4d	316,5

Tabela 2. Concentração de ouro, paládio, platina e irídio no padrão SARM-7 (ppm)

Elemento	Este Trabalho	Figueiredo (1993)	Steele (1975)
Au	0,26 +- 0,02	0,29 +- 0,01	0,31 +- 0,015
Pd	1,4 +- 0,1	1,40 +- 0,09	1,53 +- 0,032
Pt	3,41 +- 0,03	3,21 +- 0,09	3,74 +- 0,045
Ir	0,076 +- 0,009	--	0,074 +- 0,012