



IDENTIFICAÇÃO DE METAIS EM PROPRIEDADES CRIADORAS DE BOVINOS UTILIZANDO UM EQUIPAMENTO PORTÁTIL DE EDXRF.

Luana Cristina Wouk (IC-Voluntária/UNICENTRO), Gabriel E. V. de Biase, Jayme A. Peres, Osmar R. Antunes Junior, Fabio Luiz Melquiades (Orientador), e-mail: fmelquiades@unicentro.br.

Universidade Estadual do Centro-Oeste/Departamento de Física/Guarapuava, PR.

Ciências Exatas e da Terra - Física

Palavras-chave: chumbo, amostras ambientais, fluorescência de raios-X.

Resumo:

Para realizar análises de elementos em amostras ambientais, a técnica de Fluorescência de Raios X com Dispersão em Energia (EDXRF) vem sendo bastante utilizada pelos pesquisadores. Nesse trabalho foi utilizado um equipamento portátil que emprega o método, visando análise qualitativa e quantitativa dos elementos - especificamente o chumbo – em amostras de solo, sal, capim e ração de propriedades criadoras de bovinos na cidade de Guarapuava. Nas amostras de água foram identificados Ca, Fe e Cu, de sedimento K, Ca, Ti, Mn, Fe, Cu, Zn, Rb, Sr, Y, Zr, Pb, de capim K, Ca, Ti, Mn, Fe, Cu, Rb, Zr, Pb, de ração Cl, K, Ca, Ti, Mn, Fe, Cu, Zn, Br, Rb, Sr, Zr, Nb, Pb, e de sal Cl, K, Ca, Fe, Br, Sr. As amostras de água e capim foram quantificadas usando padrões MicroMatter. Já nas amostras de sedimento foi possível quantificar somente Ti, Fe e Zr, em função dos padrões disponíveis para obtenção dos valores de sensibilidade necessários para se determinar a concentração dos mesmos.

Introdução

Com a técnica XRF, pode-se obter uma análise qualitativa e quantitativa da presença de elementos químicos, em amostras ambientais (água, solo, sedimento, capim, ração). Neste trabalho foram analisadas amostras provenientes de regiões de criação de bovinos, na área rural da cidade de Guarapuava, utilizando um equipamento de Fluorescência de Raios X (XRF) portátil. O equipamento opera pelo princípio de Fluorescência de Raios X por Dispersão em Energia (EDXRF), onde a energia dos raios X característicos emitidos pelos componentes da amostra, após sua excitação por uma radiação incidente (raios X ou raios gama), é analisada diretamente em um detector (NASCIMENTO, 1999).

Foram coletados amostras de água, sal, ração, sedimento e capim nas propriedades próximas à cidade de Guarapuava. Os locais estão situados na bacia hidrográfica do Rio das Pedras, em que segundo a literatura a qualidade das águas relata focos pontuais de poluição, contento concentrações de óleos e graxas durante sua constituição (Battistelli et. AL,



2004). Segundo Battistelli et AL (2004), o solo que circunda pequenos corpos de água e seus efluentes, são pouco desenvolvidos e rasos, e a vegetação não é mais remanescente de floresta Araucária.

Materiais e métodos

Preparação das amostras

As amostras de água foram coletadas em frascos de polietileno. Em laboratório, um litro da amostra foi dividido em dois. Cada 500 ml foi filtrado em um sistema de filtragem com auxílio de uma bomba de vácuo, utilizando uma membrana de ésteres de celulose de 47 mm de diâmetro e 0,45 μm de tamanho de poro (Millipore Inc.), resultando em uma área efetiva de aproximadamente 9,6 cm^2 . Após, a água foi dividida em três partes de 300ml. Regulando o pH da água com NaOH e HNO_3 , foi adicionado um agente quelante denominado APDC. Tendo agitado a amostra por 10 min, a água foi filtrada novamente. Posteriormente as membranas foram levadas para análises em EDXRF (Melquiades et al, 2007).

As amostras de solo, capim, sal e ração foram secas em estufa à 60°C, durante 24h. Após, foram maceradas por um minuto e coletadas duas colheres de sopa da amostra e reservado. O restante foi peneirado em 125 μm e coletado para análise no equipamento. As amostras foram acondicionadas em recipientes específicos para análise por EDXRF, recobertos com filme de Mylar. Para o capim foi utilizado 0,2g da amostra. Para o sedimento, sal e ração, 3 g.

Sistema de Medidas e Análise dos Dados

Os instrumentos necessários para a realização deste trabalho foram um mini tubo de raios X com anodo de Ag, 40kV, 100mA, 0.7 mm de tamanho de foco para excitar a amostra e um sistema de detecção composto por um detector de raios X tipo SI-PIN (resolução de 221 eV para a linha de 5,9 keV do ^{55}Fe) com janela de Be de 25 μm acoplado a um pré-amplificador e resfriados termoeletricamente, modelo PX2CR, analisador multicanal modelo MCA8000A e um notebook para aquisição e armazenamento dos dados.

Os espectros de fluorescência de raios X foram adquiridos usando o software PMCA, que acompanha o sistema de detecção. A desconvolução do espectro de raios X e análise dos picos foi realizada com o programa AXIL, na versão Winxas, da Agência Internacional de Energia Atômica (AIEA). Outros softwares também foram usados em etapas intermediárias deste processo, tais como o SPEDAC, também da AIEA e o Excel.

Resultados e Discussão

Os resultados obtidos estão nas figuras 1 e 2.

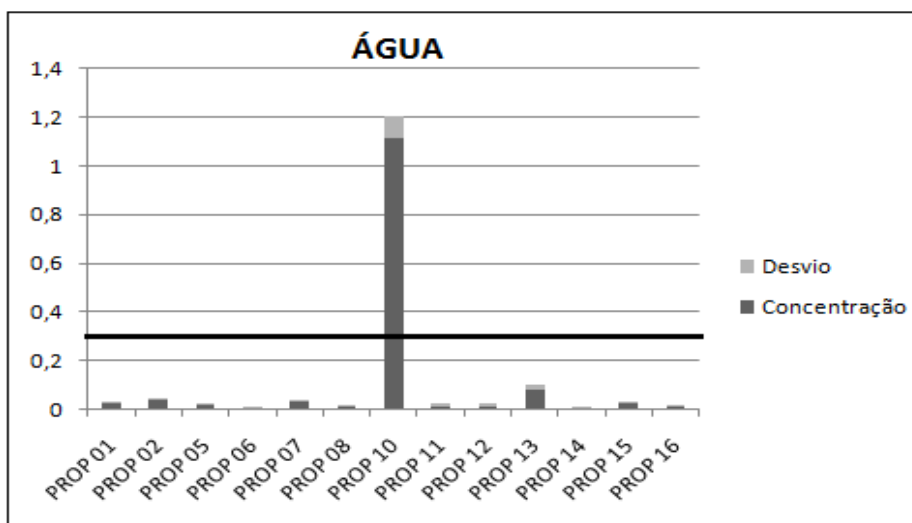


Figura 1 – Gráfico da análise quantitativa de Fe em amostras de água. As medidas são em mg/L e desvios de 95% de confiabilidade. A linha em 0,3 mg/L representa o limite máximo permitido de acordo com resolução nº 375 CONAMA (BRASIL, 2005).

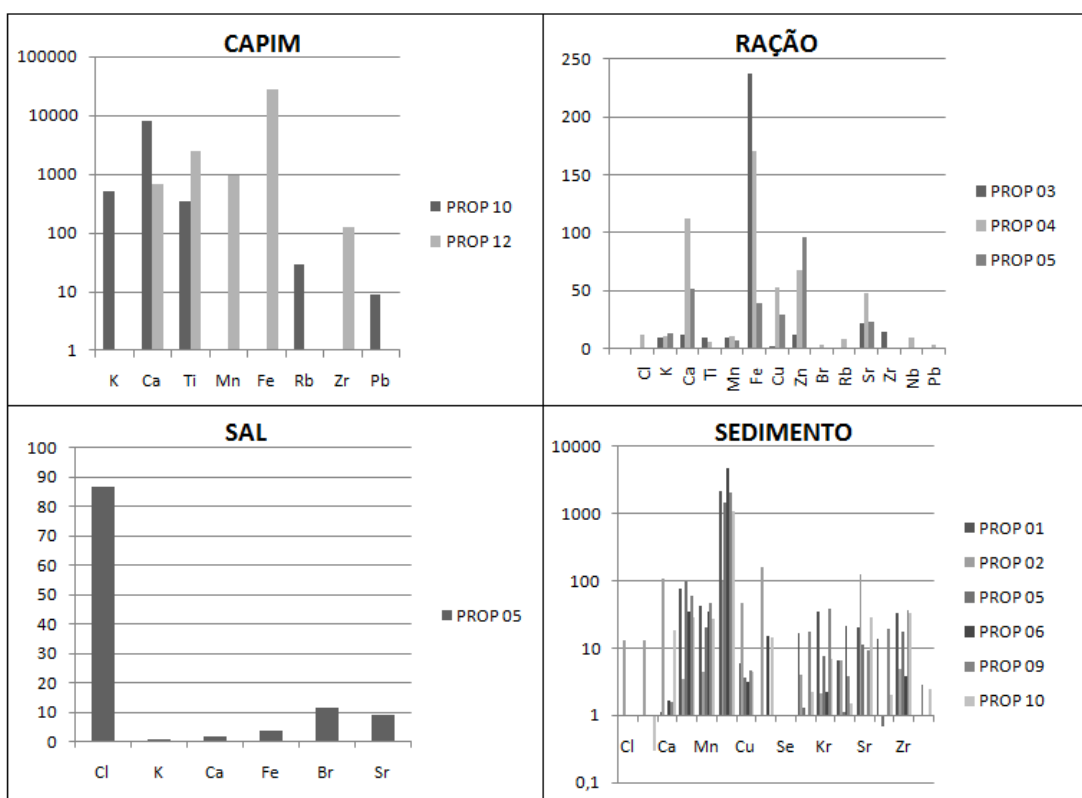


Figura 2 – Gráficos da análise quantitativa dos elementos presentes em 2 amostras de capim, e qualitativa em 3 amostras de ração, 1 amostra de sal e 6 amostras de sedimento. As medidas são em µg/g para o capim e contagem por segundo para as demais amostras.

Uma das vantagens da metodologia é que todos os elementos foram quantificados/identificados simultaneamente, na amostra in natura, com exceção da água, e com um procedimento simples de preparação de amostra.



As amostras de água e capim foram quantificadas usando padrões MicroMatter para obtenção dos valores de sensibilidade do equipamento. Já nas amostras de sedimento foi possível quantificar somente Ti, Fe, Zr, em função dos padrões disponíveis para obtenção dos valores de sensibilidade necessária para se determinar a concentração dos mesmos. Os demais elementos foram identificados qualitativamente.

Conclusões

Foram identificados nas amostras de água Ca, Fe, e Cu, de sedimento K, Ca, Ti, Mn, Fe, Cu, Zn, Rb, Sr, Y, Zr, Pb, de capim K, Ca, Ti, Mn, Fe, Cu, Rb, Zr, Pb, de ração Cl, K, Ca, Ti, Mn, Fe, Cu, Zn, Br, Rb, Sr, Zr, Nb, Pb, e de sal Cl, K, Ca, Fe, Br, Sr.

Uma das amostras de água apresentou contaminação por ferro. Foi identificado chumbo nas amostras de capim, sedimento e ração, em algumas áreas da bacia hidrográfica do Rio das Pedras.

A continuidade do trabalho será o desenvolvimento de uma metodologia para quantificação de Pb nas diferentes matrizes onde o mesmo foi identificado.

Agradecimentos

Ao Prof. Dr. Carlos Roberto Appoloni coordenador do LFNA da UEL e ao MEC pelo fornecimento da bolsa ao grupo Pet - Física.

Referências

BATTISTELLI, M.; CAMARGO FILHO, M.; HEERDT, B. Proteção Manejo da Bacia do Rio das Pedras. IN:QUINÁIA, S.P.; MACIEL, J.M.; ROSA, M.R. Levantamento e análise dos pontos de coleta das águas da rede hidrográfica do Rio das Pedras. Guarapuava – PR. Ed. Gráfica B 7 D, p. 35- 42, 2004.

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente, Conselho Nacional do Meio Ambiente. Resolução n 375, de 17 de março de 2005. Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providências. Brasília, 2005.

MELQUIADES, F. L et al., Factorial design for Fe, Cu, Zn, Se and Pb preconcentration optimization with APDC and analysis with a portable X-Ray fluorescence system, 2007,73, 121-126.

NASCIMENTO FILHO, V.F. Técnicas analíticas nucleares de fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDXRF) e por reflexão total (TXRF). *Piracicaba: ESALQ*, 1999. 32.