

ANÁLISE ELEMENTAR DE SEDIMENTO LACUSTRE POR PIXE

Luciana V. Gatti (PG) 1,3 , Antônio A. Mozeto (PQ) 1, Paulo Artaxo (pq) 2 e
Luciana F. Fonseca(IC) 1

1- Universidade Federal de São Carlos/Departamento de Química

2- Universidade de São Paulo/ Instituto de Física/ Dep. Física Aplicada/SP

3- Inst. de Pesq. Energética e Nuclear CNEN-SP/Divisão de Química Ambiental

palavra-chave: sedimento, pixe, metais

INTRODUÇÃO

Um novo método para identificação e medida de elementos traços e majoritários em amostras sólidas, tais como, sedimento e solos, consiste na técnica de Particle induced X-Ray Emission (PIXE). A técnica é não destrutiva e dispensa a digestão total da amostra, que é necessária nos métodos tradicionalmente utilizados para este tipo de amostra.

OBJETIVO

Realizar análise multielementar em sedimento lacustre.

MÉTODO

A técnica PIXE consiste no bombardeamento da amostra sólida por prótons acelerados de 2.4 MeV, que ioniza a amostra fazendo com que esta emita raio-x característico. Estes raio-x são coletados em dois detectores de Si(Li). O PIXE analisa, em 10 min de irradiação, simultaneamente cerca de vinte elementos que contemplam a maior parte dos elementos de interesse em estudos ambientais, tais como: Al, Si, P, S, K, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Pb, V, Cl, Br, Rb, Sr, Zr e Ba. O limite de detecção específico para cada elemento é de algumas unidades de $\mu\text{g/g}$.

A preparação da amostra pode ser feita por confecção de pastilha ou ressuspensão em filtro Nuclepore. Neste trabalho utilizamos a ressuspensão do material seco, moído e peneirado à $63\mu\text{m}$ e ressuspensionado em câmara fechada com ar comprimido filtrado e coletado em filtro Nuclepore $0.4\mu\text{m}$ de poro, fixado em um suporte e succionado através de bomba de vácuo. A quantidade amostrada foi em torno de 0.5 mg. A precisão da técnica está dentro de 7% e a exatidão em 10%.

RESULTADOS

Foram utilizados três padrões certificados de sedimento lacustre, o LKSD-3 (Canmet), SL-1 (International Atomic Energy Agency) e BRS (National Institute of Standards & Technology) para a validação da metodologia. Os resultados experimentais médios encontrados em $\mu\text{g/g}$, mostram uma margem de reprodutibilidade de 5% com os valores certificados para S, K, Ca, V, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Br, Rb, Sr, Ba, Pb. Foram analisadas cerca de 240 amostras de sedimento das Lagoas Infernã e Frutal, situadas na Estação Ecológica de Jataí, no município de Luiz Antônio. A reprodutibilidade obtida em pares de amostras foi de 5% para a lagoa Infernã e de 8% para lagoa Frutal.

CONCLUSÃO

A metodologia adotada apresenta varias vantagens em relação aos métodos usualmente empregados, tais como: dispensa a digestão total, é multielementar e o resultado obtido refere-se ao total contido na amostra.

IPEN-DOC-4726

9º Encontro Nacional de Química Analítica
São Carlos, SP, 31 de agosto - 3 de setembro,
1997