

# APLICAÇÃO DA ANÁLISE POR ATIVAÇÃO A ESTUDOS DE CERÂMICAS E ARGILAS DA AMAZÔNIA CENTRAL

Fábio A. Luz e Casimiro S. Munita  
Centro do Reator de Pesquisas - CRPq

## INTRODUÇÃO

A análise elementar de artefatos cerâmicos e argilas utiliza, comumente, diversas técnicas analíticas. A técnica da análise por ativação com nêutrons, AAN, é uma das mais usadas nesta área, pois apresenta várias vantagens, por ter boa precisão e exatidão e a possibilidade de determinação simultânea de vários elementos químicos. A facilidade na preparação das amostras, alta sensibilidade analítica e o fato da técnica ser não destrutiva são outras das vantagens. [1]

O método de AAN consiste no bombardeamento de uma pequena massa da amostra por nêutrons. Uma vez ativados, os átomos passam a emitir radiação gama. Cada radioisótopo presente na amostra tem por característica emitir radiação gama com energia específica. A medida desta atividade gama para um elemento é comparada com a atividade para o mesmo elemento presente em um material de referência de concentração conhecida. Relacionando-se a atividade na amostra com a atividade no padrão é possível determinar a massa do elemento presente na amostra. [2]

## OBJETIVO

O objetivo do projeto é caracterizar, por meio de elementos inorgânicos ao nível de traço e ultra-traço, 50 amostras de cerâmica do sítio arqueológico Lago Grande, localizado na Amazônia Central, por meio da AAN.

## METODOLOGIA

Inicialmente, os fragmentos cerâmicos foram limpos externamente, removendo-se a superfície externa com uma escova de cerdas finas e com lima rotativa de carbeto de tungstênio adaptada a uma furadeira com velocidade variável. A seguir, cerca de 500 mg de amostra foram obtidos por meio de orifícios feitos por meio de broca de W em pontos aleatórios na parte interna do fragmento, evitando que a broca atravessasse suas paredes. Esse pó foi então recolhido e seco em estufa a 100°C por 24 horas e armazenado em dessecador.

Cerca de 120 mg de amostra foram pesados em invólucros de polietileno e selados com ferro para solda. Em seguida, foram embrulhados em papel alumínio e irradiados no Reator IEA-R1m do IPEN/CNEN-SP por 8 horas sob fluxo neutrônico  $10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ , juntamente com o material de referência Standard Reference Material, Constituent Elements in Coal Fly Ash NIST-SRM-1633b, usado como padrão. Além deste padrão, foi irradiado como padrão secundário o material IAEA Soil 7 Trace Elements in Soil para realizar o controle de qualidade analítico.

Após 7 dias de decaimento, foram determinadas as concentrações de As, K, La, Lu, Na, Nd, Sb, Sm, U e Yb; e depois de 25 a 30 dias, determinaram-se Ba, Ce, Co, Cr, Cs, Eu, Fe, Hf, Rb, Sc, Ta, Tb, Th e Zn. Para isto, fez-se uso de um detector de Ge hiperpuro para medida da atividade gama induzida e do programa Genie 2000 NAA

Processing Procedure para obtenção dos espectros e das concentrações, ambos desenvolvidos pela Canberra.

## RESULTADOS

Para estudos de precisão e exatidão foram analisadas 47 amostras do material de referência IAEA Soil 7 Trace Elements in Soil. Simultaneamente, foram analisadas 50 amostras de cerâmica. Para fazer esta avaliação foram usados como parâmetros estatísticos a média, o desvio padrão, o desvio padrão da média, e o nível de confiança da média.

Por meio do desvio padrão e desvio padrão da média foi possível obter os cálculos de precisão e através do nível de confiança da média obteve-se a exatidão.

A maioria dos elementos apresentou uma precisão  $\leq 10\%$ , mostrando que o método tem uma boa precisão.

O procedimento experimental foi aplicado na determinação de 50 amostras de cerâmica. Inicialmente os dados foram transformados em  $\log_{10}$  para compensar as diferenças em magnitudes de elementos determinados em ppm e em porcentagem. A seguir, por meio da distância Mahalanobis usando como valor crítico o critério  $\lambda$  Wilks, foi verificada a existência de outliers. Os resultados mostraram que não há amostras discrepantes (outliers). Para identificar a existência ou não de grupos de composição química similar, os resultados de cerâmica foram estudados por meio da análise por agrupamento. Realizada a classificação, os dados foram estudados por meio da análise discriminante.

A Figura 1 mostra o gráfico da função discriminante 1 vs. a função discriminante 2. Na Figura pode-se ver, claramente, a existência de três grupos de cerâmicas com diferente composição química, o que está

mostrando que a matéria-prima utilizada na fabricação da cerâmica foi diferente.

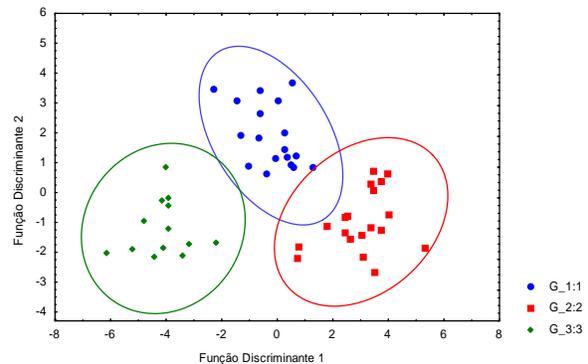


Figura 1. Funções discriminantes

## CONCLUSÕES

Os estudos do material de referência analisado comprovam que a técnica da análise por ativação com nêutrons possui boa precisão e exatidão para elementos químicos de interesse em estudos envolvendo fragmentos cerâmicos.

O uso de métodos estatísticos multivariados no tratamento dos resultados obtidos por meio do método AAN, permitiu classificar os objetos de acordo com a similaridade química, podendo-se identificar a existência de três fontes distintas de matéria usada na fabricação das cerâmicas.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] GLASCOCK, M. D.; NEFF, H.; VAUGHN, K. J. *Hyperfine Interactions*, 154: 95-105, 2004.

[2] TÖLGYESSY, Y.; KYRS, M. *Radioanalytical Chemistry II*. Ed. John Wiley & Sons, New York, 21-27, 1989.

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq/PROBIC e FAPESP