

Desenvolvimento e validação de determinação de urânio e tório em amostras de água por ICP-MS

Bianca dos Reis Rodrigues, João Cristiano Ulrich, Jorge Eduardo de Souza Sarkis
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN/CNEN-SP)

INTRODUÇÃO

A água potável é utilizada em várias atividades diárias para o ser humano, no entanto, para o consumo deve corresponder aos padrões de qualidade. Segundo o Artigo 5, da Portaria Nº 2.914, do Ministério da saúde [1], a água para consumo humano é água potável destinada à ingestão, preparação e produção de alimentos e à higiene pessoal, independentemente da sua origem e deve atender ao padrão de potabilidade estabelecido e que não ofereça riscos à saúde, contendo um conjunto de valores permitidos como parâmetro da qualidade da água. No Artigo 37, é definido que água potável deve estar em conformidade com o padrão de substâncias químicas que representam risco à saúde e assim, é expresso que para urânio (U) o valor máximo permitido (VMP) é igual a 0,03 mg L⁻¹. Já no Artigo 38, a potabilidade da água do ponto de vista radiológico são valores de concentração de atividade que não excedem 0,5 Bq/L (Bequerel por litro) para atividade alfa total e 1 Bq/L para beta total, porém neste artigo somente estão inseridos os nuclídeos Ra²²⁶ e Ra²²⁸. Cabe salientar, que a portaria não estabelece qualquer VMP para tório.

Os elementos urânio (U) e tório (Th) presentes em solos, rochas e outros materiais podem ser transferidos para a água e conseqüentemente incorporados aos seres humanos. A importância desses elementos está baseada em toxicidade química e radiológica e em seus produtos de decaimento [2]. Dessa forma, tendo em vista as conseqüências causadas por tais elementos determinamos a presença e concentração dos mesmos na água

utilizando a técnica de espectrometria de massas com fonte de plasma indutivamente acoplada (ICP-MS).

OBJETIVO

Desenvolver e validar ensaio de determinação de U e Th em água, por meio da técnica ICP-MS.

METODOLOGIA

Método de validação: Os parâmetros utilizados para a validação do método foram linearidade, seletividade, limites de detecção e quantificação e participação em comparação interlaboratorial. A linearidade foi testada com a obtenção da curva de calibração. A curva foi preparada com soluções padrão de U e Th de várias concentrações (1, 5, 10, 20, 30 e 40 µg kg⁻¹) com solução de HNO₃ 1 % em água Milli-Q (18,2 cm MΩ, Millipore). Estas soluções foram feitas por diluição, em massa, de soluções padrões certificadas com 1000 µg g⁻¹ U e Th (soluções padrão ICP, SPEX Industries).

Preparou-se outra curva com os mesmos pontos, mas utilizando água de torneira com solução de HNO₃ 1%, para confirmar a seletividade do método. A solução padrão de referência NIST (SRM 1640a) foi analisada.

Participação em comparação interlaboratorial: As amostras analisadas foram provenientes do Instituto de Radioproteção e Dosimetria (IRD, Brasil). A preparação recomendada pelo fornecedor consistiu de diluição na proporção de 1:8. Em seguida, em um tubo plástico, foram

adicionados 0,3 g de solução de índio (In) (padrão interno) com concentração igual a 50 $\mu\text{g kg}^{-1}$ e completada até 10 g com a amostra de água diluída.

RESULTADOS

A linearidade foi comprovada através dos cálculos de validade de regressão linear, análise dos resíduos e eficiência de regressão [3], com obtenção do coeficiente de determinação (R^2) igual a 0,9981.

O teste de seletividade foi avaliado através dos resultados obtidos pelas determinações com a curva de calibração com água de torneira e água Milli-Q e a análise com o material de referência. Os resultados obtidos mostram que método é seletivo e não há interferência da matriz. Isso foi confirmado através da aplicação do teste t.

Na tabela 1, são mostrados os limites de detecção e quantificação calculados para cada elemento analisado.

TABELA 1. Resultados de Validação

	Urânio (U)	Tório (Th)
Limite de Detecção ($\mu\text{g kg}^{-1}$)	0,12	0,63
Limite de Quantificação ($\mu\text{g kg}^{-1}$)	0,29	1,7

Na tabela 2, são mostrados os resultados obtidos na análise de U na solução padrão de referência.

TABELA 2. Valor de Referência

	Valor de Referência
Alíquota analisada U ²³⁸ ($\mu\text{g kg}^{-1}$)	19.85 \pm 0.07
Recuperação ((valor observado / valor certificado)x100) (%)	79
Valor Certificado U ²³⁸ ($\mu\text{g kg}^{-1}$)	25.15

Em relação às amostras analisadas da comparação interlaboratorial, todas elas ficaram dentro da faixa dos limites de máxima e mínima concentração.

CONCLUSÕES:

A elevada precisão obtida tanto para validação quanto da parte experimental das amostras, mostrou que a técnica por ICP-MS é eficaz para a determinação de U e Th em amostras de água. Os resultados das amostras do IRD estão dentro da faixa de erro declarado, o que comprova o bom desempenho do método utilizado. O valor encontrado para a recuperação do material de referência mostrou a exatidão utilizando esta metodologia para U. No caso de Th, foram analisadas amostras simuladas, com adição de concentrações conhecidas do elemento, e todas as determinações foram satisfatórias, obtendo-se recuperação na faixa de 90 – 100 %.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Portaria MS nº2914 de 12/12/2011. Procedimentos de controle e vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade.
- [2] Rozmaric, M.; Ivšic, A.G.; Grahek, Z(s). Determination of uranium and thorium in complex samples using chromatographic separation, ICP-MS and spectrophotometric detection. *Talanta*, Vol. 80, pp.352-362, (2009).
- [3] Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia – INMETRO, DOQ-CGCRE-008 - Orientação sobre validação de métodos analíticos, ver. 04, (2011).

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e REMAEX-Formação e Estruturação da Rede de Monitoramento Ambiental com foco em Exportações.