

# **AVALIAÇÃO DO MÉTODO DE PREPARO DE AMOSTRAS LÍQUIDAS PARA ANÁLISE POR ATIVAÇÃO NEUTRÔNICA**

*Luiz F. L. Teixeira*

Laboratório de Radiometria Ambiental – Centro de Metrologia das Radiações – IPEN-CNEN/SP  
Av. Professor Lineu Prestes, 2242  
05508-000 São Paulo – SP  
lfteixeira@ipen.br

## **RESUMO**

A análise por ativação neutrônica de amostras líquidas pode apresentar diversos contratempos durante a etapa de irradiação: a amostra pode vazar do suporte de amostra causando perda de massa, levando a resultados não confiáveis. Uma forma de evitar esta situação é estabelecer um método de preparo da amostra que elimine a fase aquosa, permanecendo apenas a fase sólida no suporte de amostra. O método proposto neste trabalho utiliza um suporte de amostra de polipropileno moldado no formato de copo, onde a amostra é aquecida por uma lâmpada infravermelha para evaporar a fase líquida. Este método de preparo foi avaliado para a determinação de urânio e tório utilizando amostras do Programa Nacional de Intercomparação (PNI) fornecidas pelo Instituto de Radioproteção

e Dosimetria (IRD/CNEN). Os resultados obtidos são considerados satisfatórios dentro do critério de avaliação do PNI.

## 1. INTRODUÇÃO

A análise por ativação neutrônica (AAN) é uma técnica analítica muito versátil. Esta técnica tem como princípio a conversão de elementos estáveis em radionuclídeos instáveis, por meio de reações nucleares causadas por um bombardeamento de nêutrons. Os radionuclídeos instáveis produzidos possuem características únicas, como constante de decaimento, tipo de radiação emitida e sua respectiva energia, que possibilitam sua caracterização e quantificação, por meio da espectrometria gama, possibilitando a análise simultânea de diversos radionuclídeos. Além disso, a AAN não necessita que as amostras sejam submetidas a processos químicos de separação, eliminando uma fonte de perda dos elementos a serem analisado [1-2]. Portanto, esta técnica se torna uma importante ferramenta para análise de amostras ambientais, onde muitas vezes a complexidade da matriz das amostras são uma dificuldade para se obter resultados confiáveis.

Contudo, a análise de amostras líquidas apresenta alguns contratempos, tanto na etapa de preparação quanto durante a irradiação. Primeiramente, a amostra em estado líquido não deve ser irradiada, uma vez que durante o bombardeamento com nêutrons pode ocorrer o aumento de sua temperatura e formação de gases dentro do suporte de amostra. Isto pode causar o rompimento do suporte de amostra e conseqüentemente a perda de massa de amostra, prejudicando a análise. Para evitar este problema uma solução simples é eliminar a fase aquosa, mantendo apenas a parte sólida no suporte de amostra. Para solucionar esta questão, este trabalho propõe o uso de um suporte de amostra com formato de copo, onde a amostra é adicionada e seca. Desta forma todos os sólidos da amostra ficam depositados no suporte de amostra, evitando qualquer perda de massa.

## 2. METODOLOGIA

**Figura 1** – Suporte de amostra confeccionado com formato de copo.



O suporte de amostra (Figura 1) foi confeccionado aquecendo-se um filme de polipropileno (PP) até que fosse possível moldá-lo no formato de copo, com aproximadamente 1,2 cm de diâmetro e 0,5 cm de profundidade.

A amostra, aproximadamente 0,5 g, foi adicionada ao suporte de amostra e eliminou-se a fase líquida utilizando uma lâmpada infravermelha (Figura 2). Esta etapa foi repetida, quando necessário, até atingir a massa desejada de amostra a ser irradiada. O suporte de amostra foi selado e enviado ao reator IEA-R1 para ser irradiado com um fluxo de nêutrons de aproximadamente  $1 \times 10^{12} \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$  por 6 horas. Após cinco dias os espectros gama foram obtidos em detectores de germânio hiperpuro (HPGe), contando cada amostra por um período de 3600 s.

**Figura 2** – Eliminação da fase líquida da amostra utilizando uma lâmpada de infravermelho.



Para a avaliação de desempenho do método de preparo foram analisadas amostras de urânio e de tório de 3 diferentes rodadas do PNI do IRD/CNEN. Soluções diluídas de urânio e tório preparadas a partir de soluções padrões para

ICP da SPECSOL foram irradiadas juntamente com as amostras e utilizadas como padrões de referência para cada análise.

Para avaliação dos resultados seguiu-se os parâmetros estabelecidos pelo PNI, o qual avalia se o módulo do Desvio Normalizado (D) (Equação 1) é menor do que 3, e se a média dos resultados está dentro do Limite de Controle (LC) (Equação 2) e do Nível de Advertência (NA) (Equação 3) [3-4].

$$|D| = \left| \frac{(X - U)}{\frac{su}{\sqrt{n}}} \right| \quad (1)$$

$$LC = U \pm 3 \cdot \frac{su}{\sqrt{n}} \quad (2)$$

$$NA = U \pm 2 \cdot \frac{su}{\sqrt{n}} \quad (3)$$

Onde:

D = Desvio Normalizado;

X = Valor médio das análises realizadas; U = Valor de referência da amostra;

su = Desvio padrão do valor de referência;

n = Número de repetições da análise realizada; LC = Limite de Controle;

NA = Nível de Advertência.

### 3. RESULTADOS

As Tabelas 1 e 2 apresentam os resultados obtidos para a análise em triplicata das amostras de urânio e tório do PNI das rodadas de agosto de 2017, abril de 2018 e agosto de 2018. Todas as análises apresentaram resultados satisfatórios segundo os parâmetros estabelecidos pelo PNI.

**Tabela 1** – Resultados das análises em triplicata das amostras de urânio do PNI, seus respectivos valores de referência e parâmetros de avaliação

<b>Urânio (mg/L)</b>			
	<b>PNI 08/2017</b>	<b>PNI 04/2017</b>	<b>PNI 08/2018</b>
Média das análises (X)	0,060	0,065	0,118
Valor de referência (U)	0,056	0,063	0,121
Desvio padrão da referência (su)	0,008	0,009	0,018
Desvio normalizado ( D )	0,79	0,32	0,26
Intervalo do Limite de Controle (LC)	0,070–0,042	0,079–0,047	0,152–0,090
Intervalo do Nível de Advertência (NA)	0,065–0,047	0,073–0,053	0,142–0,100

**Tabela 2** – Resultados das análises em triplicata das amostras de tório do PNI, seus respectivos valores de referência e parâmetros de avaliação

<b>Tório (Bq/L)</b>			
	<b>PNI 08/2017</b>	<b>PNI 04/2017</b>	<b>PNI 08/2018</b>
Média das análises (X)	0,140	0,221	0,305
Valor de referência (U)	0,119	0,230	0,300
Desvio padrão da referência (su)	0,018	0,035	0,045
Desvio normalizado ( D )	1,99	0,43	0,21
Intervalo do Limite de Controle (LC)	0,150–0,088	0,291–0,169	0,378–0,222
Intervalo do Nível de Advertência (NA)	0,140–0,098	0,270–0,190	0,352–0,248

## 4. CONCLUSÕES

O novo método de preparo de amostras líquidas para análise por ativação apresentou resultados satisfatórios, segundo os parâmetros do PNI. Sua aplicação com amostras ambientais se apresenta promissora, necessitando a realização de testes com amostras ambientais para avaliar seu desempenho em situações reais. O método deverá ser avaliado para análise de outros radionuclídeos para ampliar sua aplicação.

## REFERÊNCIAS

- Greenberg, R. R.; BODE, P.; FERNANDES, E. A. N. Neutron Activation Analysis: a primary method of measurement. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, v. 66, p. 193-241, 2011.
- DAMATTO, S. R. *Radionuclídeos naturais das séries do  $^{238}\text{U}$  e  $^{232}\text{Th}$ , elementos traço e maiores determinados em perfis de sedimento da Baixada Santista para a avaliação de áreas impactadas*. 2010. 254 p. Tese (Doutorado em Tecnologia

Nuclear – Aplicações) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), Universidade de São Paulo (USP), São Paulo, 2010. DOI: 10.11606/T.85.2010.tde-29082011-104225.

3. NATRELLA, M. G. *Experimental statistics*. Washington DC: National Bureau of Standards Handbook, n. 91, 1963.

4. JARVIS, N. A.; SIU, L. *Environmental radioactivity: laboratory intercomparison studies program: fiscal year 1980-1981. Interim report 1980-81*. Las Vegas: Environmental Protection Agency (EPA), 1981.