

IMPLEMENTAÇÃO DE MÉTODO DE ANÁLISE POR FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X

Roveratti, G., Silva, J. M., Bonotto, D. M.

LARIN - UNESPetro - Centro de Geociências Aplicadas ao Petróleo

RESUMO: As técnicas analíticas empregando os raios X enfocam a região do espectro eletromagnético compreendida entre 0,1 e 100 Å. No caso específico das análises por fluorescência de raios X, o processo de excitação está associado à irradiação da amostra por um feixe primário emanado do tubo de raios X. Tal método é amplamente utilizado em Geociências para a determinação da concentração de elementos em amostras de rochas, minerais, solos, sedimentos, etc. Mais um laboratório com este propósito, designado de LARIN - Laboratório de Radiações Ionizantes, foi instalado no UNESPetro - Centro de Geociências Aplicadas ao Petróleo, IGCE-Instituto de Geociências e Ciências Exatas, UNESP/Campus de Rio Claro (SP), a partir de suporte financeiro da Petrobrás. No LARIN foi instalado o equipamento *S8 Tiger* da firma alemã *Bruker*, o qual realiza análises pela técnica de fluorescência de raios X, visando a quantificação de elementos desde o berílio (Be) até urânio (U). A potência utilizada é de 1 kW, não sendo necessário o uso de refrigeração externa com água, conforme adotado por outros instrumentos. O *S8 Tiger* foi adquirido juntamente com dois softwares de análise: um para amostras prensadas (em pó), *QuantExpress*, e outro para amostras fundidas, *GeoMaj*. Neste trabalho são apresentados os resultados obtidos visando a implantação de um novo método pelo usuário de maneira a ampliar a capacidade analítica do instrumento sem o emprego dos softwares fornecidos. Isto para se conseguir a análise de elementos específicos em faixas de concentração diversas daquelas previstas pelos dois softwares. Os testes foram realizados com amostras fundidas, utilizando-se as mesmas condições experimentais anteriores de tensão e corrente, isto é, máximo de 50 kV e 50 mA. No software do equipamento *Application Wizard* foi feita a seleção dos elementos de interesse, inserção dos padrões e das concentrações dos elementos neles presentes, definindo-se as variáveis do método de preparação (parâmetros adotados, dimensão do padrão, possível contaminação, etc.). Então, levantaram-se as curvas de calibração a partir de parâmetros como correção de desvio, ajuste de sobreposições, seleção da unidade/intervalo das concentrações, apresentação dos resultados, dentre outros. Para a implantação do método foram utilizados dez padrões: cimento, argila, feldspato, calcário, dolomita, silimanita, mangasita, sedimentos e rochas (2). Os padrões exibiram concentrações conhecidas (em %) de SiO₂ (0,712 – 91,526), Al₂O₃ (0,103 – 61,100), TiO₂ (0,010 – 1,920), Fe₂O₃ (0,056 – 6,507), Mn₃O₄ (0,007 – 0,134), CaO (0,193 – 97,880), MgO (0,030 – 95,769), Na₂O (0,035 – 7,439), K₂O (0,024 – 15,364), P₂O₅ (0,011 – 0,137), SO₃ (0,019 – 2,250) e LOI-perda ao fogo (0 - 46,8). Excelentes correlações lineares (significativos coeficientes de correlação de Pearson) foram obtidas para os óxidos analisados: SiO₂ ($r^2 = 0,9999$), Al₂O₃ ($r^2 = 0,9995$), TiO₂ ($r^2 = 0,9986$), Fe₂O₃ ($r^2 = 0,9993$), Mn₃O₄ ($r^2 = 0,9934$), CaO ($r^2 = 0,9999$), MgO ($r^2 = 0,9994$), Na₂O ($r^2 = 0,9953$), K₂O ($r^2 = 0,9999$), P₂O₅ ($r^2 = 0,9934$) e SO₃ ($r^2 = 0,9835$). Os resultados obtidos indicaram que o procedimento adotado para a calibração instrumental a partir do usuário mostrou-se adequado, incrementando a potencialidade analítica do espectrômetro para elementos de interesse nos estudos geoquímicos.

PALAVRAS-CHAVE: RAIOS X, ANÁLISES, MÉTODOS.