

PARÂMETROS DE OTIMIZAÇÃO DE ESPECTRÔMETRO DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X

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

LARIN - UNESPetro - Centro de Geociências Aplicadas ao Petróleo

RESUMO: A técnica de análises por fluorescência de raios X é amplamente utilizada 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 espectrômetro de fluorescência de raios X *S8 Tiger* da firma alemã *Bruker*, o qual realiza 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 a partir da realização de vários ensaios com a amostra KMT (tantalita) da empresa Tantalite Extração de Minério Ltda. cuja composição química é: Ta₂O₅ (44,91%), Al₂O₃ (4,55%), Fe₂O₃ (13,47%), Mn₃O₄ (4,31%), MgO (6,29%), P₂O₅ (4,86%). Os testes foram realizados para amostras prensadas (em pó), empregando-se o software *QuantExpress* e considerando-se os óxidos maiores comumente utilizados nas investigações geoquímicas, isto é, SiO₂, Al₂O₃, TiO₂, Fe₂O₃, Mn₃O₄, CaO, MgO, Na₂O, K₂O e P₂O₅. As condições experimentais de tensão e corrente corresponderam a máximo de 50 kV e 50 mA, respectivamente. As análises foram conduzidas, variando-se inicialmente a massa de amostra (2 g, 4 g, 6 g, 8 g e 10 g), e depois o tempo de análise, que está relacionado com o método selecionado, isto é, *Fast* (3 minutos), *Full* (8 minutos) e *Best* (15 minutos). A partir das leituras espectrométricas realizadas, foi possível constatar que o método *Best* apresentou valores de concentração que tendem a ser menores do que os dos outros métodos (*Fast* e *Full*). Dessa forma, elas foram as melhores determinações, principalmente, para as maiores massas empregadas (8 g e 10 g). Um aspecto que se tornou evidente a partir dos ensaios realizados diz respeito à progressiva diminuição de concentração desde o método *Fast* para o *Full* e, posteriormente, para o método *Best*. Isto ocorreu porque no método *Best* alguns elementos foram evidenciados na leitura espectrométrica, o que não se verificou nos métodos *Fast* e *Full*. Por exemplo, Y₂O₃, V₂O₅, Sc₂O₃, UO₂ e ZrO₂ não puderam ser detectados nas leituras *Fast* e *Full*, diferentemente do que ocorreu no modo *Best*. Nele (método de análise *Best*), o sistema opera durante mais tempo, de maneira que a irradiação da amostra pelos raios X acaba evidenciando elementos que eram "invisíveis" nas leituras mais rápidas. Com o aparecimento dos novos elementos, o rearranjo das concentrações para a normalização a 100% acaba implicando em redução da concentração dos principais óxidos. Portanto, os resultados obtidos indicaram que a omissão de elementos traços nas análises por fluorescência de raios X acaba implicando em acréscimo nas concentrações dos principais óxidos.

PALAVRAS-CHAVE: FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X, ANÁLISES, OTIMIZAÇÃO.