

Desenvolvimento de metodologia para determinação de metais em solo por FRX.

Larissa Emanuela Côrtes Souza¹, Francisco Heriberto Martinez Luzardo², Lívia Oliveira Correia³

1. Estudante de IC da Universidade Estadual de Santa Cruz - UESC; *larissacortessouza@gmail.com

2. Docente do Curso de Bacharelado em Química na Universidade Estadual de Santa Cruz - DCET/UESC

3. Doutoranda em Desenvolvimento e Meio Ambiente - UESC

Palavras Chave: solo, metais tóxicos, bioacumulação.

Introdução

Os componentes ambientais (solo, água e ar) são importantes vias de transporte de contaminantes, como metais, para os organismos. A presença e o nível dos íons de metais tóxicos e potencialmente tóxicos nessas matrizes podem está associados com a capacidade de migrarem entre os compartimentos, de bioacumularem, e serem transferidos entre os níveis tróficos. Quando alcançam o solo, os metais podem ficar retidos e, de acordo com a sua biodisponibilidade, serem absorvidos pelas plantas, podendo atingir todos os níveis da cadeia alimentar.

Existem diversas técnicas analíticas para determinação dos teores desses elementos nas matrizes ambientais, e a escolha da técnica geralmente se baseia em aliar confiabilidade, validade, eficiência e baixo custo. Diante disso, o presente trabalho teve como objetivo desenvolver uma metodologia para preparação de amostras de solo para análise por Espectrometria de Fluorescência de Raios-X (FRX), considerando algumas características físicas como condutividade hidráulica, capacidade de campo (CC) e granulometria, além dos teores de elementos traço.

Resultados e Discussão

O primeiro ensaio realizado foi à determinação da condutividade hidráulica, onde foi analisada a intensidade do deslocamento da água no solo, utilizando o método de Klute e Dirksen (1986). Constatou-se que o solo estudado é de rápida saturação, e com granulometria de caráter argilo-arenosa. Além disso, foi feita uma identificação qualitativa dos elementos traços no FRX (Minipal4, Panalytical). Os resultados mais significativos dessa análise foram à observação da grande quantidade de ferro presente em todas as amostras e a baixa quantidade de chumbo. A capacidade de campo caracteriza-se como sendo a quantidade de água que pode ser retida pelo solo em condições normais. Esse fator foi medido em um teste feito pela Embrapa, na cidade de Cruz das Almas - BA. Os resultados desse ensaio estão apresentados na tabela 1.

Tabela 1. Capacidade de campo: Amostra de solo

Retenção de água – Ug* (%)		
CC	PMP**	Água disponível
20,81	15,74	5,07

*Ug = Unidade gravimétrica / ** PMP = Ponto de murcha permanente

Para avaliação quantitativa do chumbo pelo FRX, optou-se pelo uso de pastilhas. Elas proporcionam maior

confiabilidade nos resultados, conferindo maior homogeneidade nas amostras, pois ocorre um aumento na superfície de contato das mesmas (WASTOWSKI et al., 2010). Para preparação de uma pastilha com boa consistência, foram testados alguns aglutinantes como: parafina, celulose, amido e ácido bórico. Dentre esses, o uso do ácido bórico mostrou-se como o melhor resultado quanto à consistência e homogeneidade da superfície. As pastilhas foram feitas com 5 g de solo seco, 1,5 g de ácido bórico (99% puro – marca: Nuclear) e mais as respectivas quantidades de nitrato de chumbo definidas para cada ponto de contaminação. Utilizando uma pressão entre 5 – 8 ton, é possível preparar uma pastilha com espessura entre 4 e 5 mm e diâmetro entre 26 – 30 mm.

Para elaboração da curva de calibração para chumbo no FRX, foram definidos 7 pontos, com concentrações de Pb²⁺ variando de 0,00% a 0,098 % (m/m) em relação a massa de solo utilizada nas pastilhas. A adição nitrato de chumbo (99% puro) da marca Dinâmica Química Contemporânea Ltda, foi feita considerando um fator de bioacumulação de 100 dias. As leituras de cada ponto foram feitas em triplicata, sendo definida a curva através da média das concentrações identificadas em cada um deles. A curva de calibração calculada apresentou um coeficiente de correlação de 0,941, o que constitui uma linearidade considerada aceitável, porém que ainda precisa ser melhorada. Os limites de detecção e quantificação da curva corresponderam a respectivamente 0,00488 % e 0,00603%, sendo a mesma válida para concentrações de chumbo variando entre 0,00603% e 0,098%.

Conclusões

O solo coletado caracteriza-se por ser de rápida saturação, fazendo com que o transporte da água e conseqüentemente dos metais sejam dificultados. O uso de pastilhas para análises utilizando o espectrômetro de fluorescência por raios -x é aconselhável quando é preciso manter a estrutura original do material para análises posteriores, além de proporcionar maior rapidez no procedimento mantendo uma qualidade aceitável. Para obter uma melhor linearidade nas curvas de calibração, serão repetidos novos testes com um maior número de repetições.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, FAPESB, UESC.

KLUTE, A. & DIRKSEN, C. Hydraulic conductivity and diffusivity: laboratory methods. In: KLUTE, A., ed. Methods of soil analysis. Part 1. 2.ed. Madison, American Society of Agronomy, 1986.

WASTOWSKI, Arei; ARTUZO, Felipe; COSTA, Odilei; BAIRROS, Paulo. Aprimoramento de técnicas de preparação de amostras de solo para análise por Espectrometria por Fluorescência de Raios -X, Universidade Federal de Santa Maria. Trabalho apresentado na Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2010.