

DETERMINAÇÃO DE ^{210}Pb EM ÁGUA POTÁVEL PELA TÉCNICA DO CONTADOR PROPORCIONAL DE FLUXO GASOSO

Alberto Pereira Neto, Crescêncio Filho, Emerson Farias, Kaio Freitas, Elvis França.

CRCN-NE¹

nibbering4@gmail.com

INTRODUÇÃO

^{210}Pb é um radionuclídeo de ocorrência natural no ambiente, pois é um radioisótopo resultante do decaimento do gás ^{222}Rn , um radionuclídeo de relevância radiológica, pois é emissor beta e apresenta uma meia-vida biológica maior que 100 dias (Thomas et al., 2001).

No Brasil, a Portaria MS n°. 2914/2011 dispõe sobre a qualidade da água para o consumo humano e estabelece como níveis de triagem os valores máximos de concentração de 1,0 Bq/L para atividade beta total.

A contribuição ^{210}Pb para a exposição é muito pequena com atividades em água potável variando entre 3,5 mBq/L a 780 mBq/L. Do ponto de vista do risco à saúde, são mais significativos os aspectos de toxicidade química.

Dada a relevância do radionuclídeo, o objetivo deste trabalho foi demonstrar a capacidade analítica do CRCN-NE para a quantificação de ^{210}Pb em água utilizando a técnica do Contador Proporcional de Fluxo Gasoso - CPFG.

MATERIAL E MÉTODOS

O estudo foi realizado a partir das amostras fornecidas pelo Programa Nacional de Intercomparação - PNI, promovido pelo Instituto de Radioproteção e Dosimetria - IRD da Comissão Nacional de Energia Nuclear. Após o recebimento, mediu-se o pH de cada amostra, as quais foram diluídas para um volume final de 1000 mL e submetidas ao procedimento radioquímico para a quantificação de ^{210}Pb .

Procedimento radioquímico

- Adicionar 1,0 mL de carregador de Pb^{2+} (20 mg mL^{-1}), solução indicadora de vermelho de metila e 5,0 mL de ácido cítrico 1M (com 1% de fenol) a 1000 mL da amostra
- Adicionar solução de NH_4OH até a viragem para o meio básico (Vermelho/Amarelo)
- Aquecer a mistura até a ebulição
- Retirar a mistura da chapa quando a solução estiver em ebulição
- Adicionar 50,0 mL da solução de ácido sulfúrico 3 M
- Aguardar por 24 horas
- Retirar a solução sobrenadante, utilizando pipetas volumétricas
- Transferir o precipitado para tubo de centrifuga

- Centrifugar por 5 minutos, adicionar 10 mL 0,09 M e agitar
- Adicionar 15,0 mL de Titriplex 1
- Aquecer os tubos em banho-maria por 15 minutos
- Ainda em banho, adicionar 1,0 mL do ácido sulfúrico 0,9 M, corrigir o pH com ácido acético glacial à (4,5 e 5,0) e manter em banho Maria por 24 horas
- Transferir para o tubo da centrifuga, adicionar 2,0 mL de sulfeto de sódio 1M, para precipitar o chumbo como sulfeto
- Dissolver o precipitado com ácido nítrico p.a.
- Filtrar a solução e ajustar o pH entre 4,5 e 5,0 com acetato de amônio 40%
- Depois de ajustar o pH, aquecer a solução em chapa aquecedora com adição de 2,5 mL de solução de Na_2CrO_4 30% para precipitar o Pb como PbCrO_4
- Calcular o rendimento químico a partir da equivalência de 100% a 31,19635 mg do precipitado

Determinação do ^{210}Pb

Após o procedimento radioquímico, foram realizadas as medições no Detector Proporcional de Fluxo Gasoso, modelo Series 5 XLB da Canberra. O sistema utiliza o gás P-10, uma mistura de 90% de argônio e 10% metano, para a realização das análises.

A concentração de atividade (A) de ^{210}Pb de cada amostra foi medida, decorridos 10 dias da precipitação de ^{210}Pb como cromato, segundo a Equação 1:

$$A = \frac{R_m - R_o}{60 \times R_q \times m \times E\beta \times (1 - e^{-\lambda \times t})} \quad (1)$$

- R_m = Taxa de contagem da amostra (contagem por minuto)
- R_o = Taxa de contagem do background (contagem por minuto)
- R_q = Rendimento químico
- m = Quantidade de amostra em L
- $E\beta$ = Eficiência de contagem β do ^{210}Pb a partir de um padrão ^{210}Pb com atividade de 4 Bq
- λ = Constante de decaimento do ^{210}Bi em dias ($\lambda = 0,1383 \text{ d}^{-1}$)
- t = Tempo entre a precipitação e a contagem (dias)

Qualidade do procedimento analítico

O cálculo do desvio normalizado (D) foi a medida de dispersão dos dados relativamente à média utilizada pelo PNI para a verificação da performance dos participantes nas rodadas de intercomparação:

$$D = \frac{X - U}{su/\sqrt{n}} \quad (2)$$

X = Média dos valores obtidos ($n = 3$)
 U = Média de referência da rodada
 su = Desvio-padrão da média de referência
 n = Número de repetições

O cálculo do Índice z foi empregado para averiguar o controle estatístico de qualidade em nível de 95% de confiança (valores entre -2 e 2):

$$Z = \frac{X - U}{su} \quad (3)$$

X = Média dos valores obtidos ($n = 3$)
 U = Média de referência da rodada
 su = Desvio-padrão da média de referência

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os valores obtidos e de referência das análises pertencentes às rodadas do Programa Nacional de Intercomparação - PNI estão na Tabela 1.

Tabela 1 - Valores obtidos e de referência das amostras pertencentes às rodadas de Intercomparação. DP = Desvio Padrão. U = Valor de Referência. su = Desvio Padrão de Referência.

| Rodada | Ano | Valor obtido (Bq L ⁻¹) | | Valor de referência (Bq L ⁻¹) | |
|----------|------|---------------------------------------|------|----------------------------------------------|------|
| | | Média | DP | U | su |
| Abril | 2012 | 0,73 | 0,05 | 0,50 | 0,10 |
| Agosto | 2012 | 1,08 | 0,03 | 0,86 | 0,17 |
| Dezembro | 2012 | 2,13 | 0,15 | 2,03 | 0,41 |
| Abril | 2013 | 0,60 | 0,05 | 0,70 | 0,14 |
| Agosto | 2013 | 0,96 | 0,03 | 0,91 | 0,18 |
| Dezembro | 2013 | 1,85 | 0,09 | 2,03 | 0,41 |
| Abril | 2014 | 0,54 | 0,05 | 0,76 | 0,15 |
| Agosto | 2014 | 0,54 | 0,05 | 0,76 | 0,15 |
| Dezembro | 2014 | 1,75 | 0,16 | 2,26 | 0,45 |
| Abril | 2015 | 0,84 | 0,10 | 0,73 | 0,15 |
| Agosto | 2015 | 2,13 | 0,44 | 1,52 | 0,30 |
| Agosto | 2016 | 1,02 | 0,08 | 1,13 | 0,23 |

A Figura 1 mostra os valores de desvio normalizado (D) para as análises realizadas. Apenas dois resultados foram considerados não aceitáveis de acordo com os limites de controle (Dezembro/2013 e abril/2015).

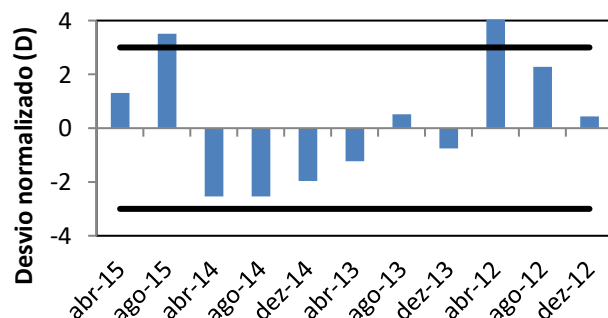


Figura 1: Desvios normalizados das determinações de ²¹⁰Pb nas amostras do PNI

É válido afirmar que variações na tensão elétrica durante o período de medição, a calibração das balanças e a qualidade dos reagentes podem interferir nas análises.

A partir dos resultados do índice z (Figura 2), apenas um resultado foi considerado fora do controle estatístico em nível de 95% de confiança (agosto/2015)

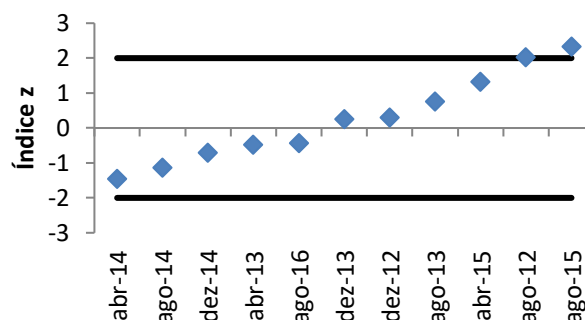


Figura 2: Índice z para as rodadas do PNI quanto à performance do CRCN-NE na determinação de ²¹⁰Pb em água.

CONCLUSÕES

Foi demonstrada a capacidade analítica do CRCN-NE para quantificação do ²¹⁰Pb em água utilizando a técnica do Contador de Fluxo Proporcional Gasoso - CFPG

REFERÊNCIAS

- Brasil, "Portaria MS n.º 2914, de 12 de dezembro de 2011. Dispõe sobre os procedimentos de controle e vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade." Diário Oficial da União, (2011). Brasília, DF, 14 Dez. 2011. Seção 1, p. 39-46.
- Silva, E. V. ²¹⁰Pb e ²¹⁰Po em águas subterrâneas da região fosfática de Pernambuco. 1995. 47 p. Dissertação (Mestrado em tecnologias energéticas e nucleares), Departamento de Energia Nuclear, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 1995
- Tauhata, M. E. C. M. Vianna, A. E. De Oliveira, A. C. Ferreira, M. J. C. Bragança, A. F. Clain, and R. Q. Faria, "The Brazilian National Intercomparison Program (PNI/IRD/CNEN): evaluation of 15 years of data," J. Environ. Radioact, vol. 86, pp. 384 - 390, 2006.