

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 - CPGF.

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}Pb 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 referencia

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 referencia

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).

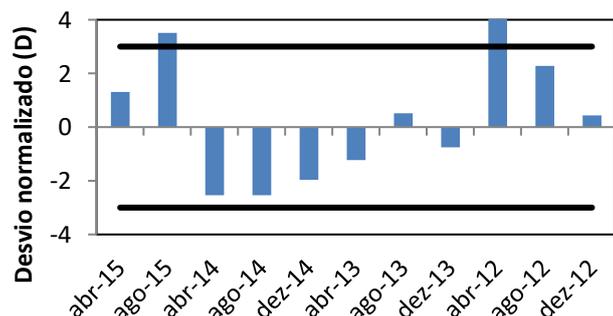


Figura 1: Desvios normalizados das determinações de ²¹⁰Pb nas amostras do PNI

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)

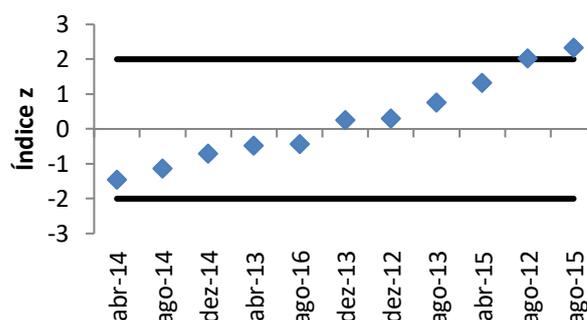


Figura 2: Índice z para as rodadas do PNI quanto à performance do CRCN-NE na determinação de ²¹⁰Pb em água.

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.