

METODOLOGIA DE PREPARAÇÃO DE PADRÕES PARA FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X DE BANCADA

Manfredi, T. R.¹; Blaskowski, A. E.¹; Almeida, R. C.¹

¹CPRM – Serviço Geológico do Brasil;

RESUMO: A Fluorescência de Raios X (FRX) é uma técnica de baixo custo, rápida, de fácil acesso e, tem sido utilizada em geologia para realizar análises de rochas, solos e sedimentos. O Serviço Geológico do Brasil (CPRM) tem investido na utilização de FRX portáteis de modo a auxiliar na prospecção de minérios e selecionar amostras a serem estudadas com mais detalhamento. A FRX é uma técnica quali-quantitativa, não destrutiva e que realiza análises multi-elementares, baseada na medida de intensidades dos raios X característicos emitidos pelos elementos que constituem a amostra. Quando os elétrons são excitados por raios X eles saltam para uma camada mais interna liberando energia em forma de fótons característicos e definidos para cada elemento. Dependendo da camada de origem do elétron, a energia emitida vai ser proporcional ao seu nível de energia. A FRX de bancada tem se mostrado precisa, mas com baixa exatidão nos elementos leves, pois estes elementos têm energia tão baixa que os fótons têm dificuldades de serem propagados pelo ar. Por este motivo, elementos com número atômico entre H e Na não podem ser medidos por este equipamento e elementos entre Mg e P necessitam de vácuo ou gás inerte para uma determinação mais próxima da real. Outro problema encontrado é o chamado efeito matriz, causado pela variação da intensidade dos raios X secundários de acordo com a matriz da amostra devido a mineralogia, granulometria, entre outros fatores (absorção ou aprimoramento da radiação de outros átomos). Por isso, parâmetros de calibração devem ser usados para melhorar a acurácia dos resultados. Devido a dificuldade de se obter padrões certificados para cada tipo geológico, testes para criação de padrões para cada domínio específico foram iniciados a partir da reanálise de amostras de projetos finalizados que já possuem análises químicas certificadas em laboratórios confiáveis. As alíquotas são processadas a uma granulometria de 200 μ , quarteadas e colocadas na estufa por 1 hora a 105°C. Posteriormente, são separados 8 g de material que são colocados em porta-amostra de plástico e cobertos por um filme de polipropileno. Esta pastilha é colocada em dissecador de modo que a umidade da amostra não retorne. As pastilhas são analisadas com a FRX de Bancada Niton, que utiliza espectrometria de energia dispersiva (EDS). Gráficos binários de dispersão para cada elemento são gerados a partir do resultado fornecido pela FRX versus resultados de ICP/OES-MS. Pelos menos cinco amostras de cada domínio devem ter resultados químicos para a criação dos padrões. Os parâmetros gerados a partir da equação da reta são levados ao equipamento para criar uma curva de calibração, que servirá como padrão para as demais amostras daquela região. Observou-se que esta correção foi útil principalmente para elementos maiores e leves. Portanto, a FRX de bancada é uma ferramenta rápida e de baixo custo que possibilita uma melhor triagem das amostras. Problemas na exatidão dos resultados podem ser reduzidos com a prensagem das amostras, utilização de gás He acoplado ao equipamento e utilização de padrões de acordo com cada domínio geológico.

PALAVRAS-CHAVE: FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X, CALIBRAÇÃO, PADRÕES