

Determinação de elementos químicos em plásticos pelo método de análise por ativação com nêutrons

Janaina Rocha Ponciano e Mitiko Saiki
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

INTRODUÇÃO

Os plásticos são considerados poluentes de grande preocupação devido aos efeitos prejudiciais no meio ambiente e na saúde humana. Assim, pesquisas sobre este material têm despertado grande interesse e, dentre estes estudos destaca-se a análise elementar de polímeros para a identificação das suas origens, de seus elementos contaminantes e das impurezas que podem afetar suas propriedades e aplicações. Os materiais poliméricos podem conter elementos tóxicos originários de sua própria síntese ou produção, dos aditivos acrescidos para melhorar as suas propriedades, da adsorção de contaminantes do meio ambiente e da reciclagem.

Face ao exposto, julgou-se de grande importância analisar os materiais poliméricos quanto ao conteúdo dos elementos químicos para a identificação das suas origens que podem ser dos aditivos, da contaminação ambiental ou da sua síntese.

Neste trabalho são apresentados os resultados das análises de material de referencia certificado (MRC) e de três amostras de poli(cloreto de vinila) (PVC) adquiridos pós síntese, determinados pelo método de análise por ativação com nêutrons (NAA).

OBJETIVO

O objetivo desta pesquisa foi aplicar o método de ativação com nêutrons na análise do MRC de polietileno para avaliar a precisão e exatidão dos resultados e analisar amostras de polímero PVC.

METODOLOGIA

Materiais: O MRC analisado foi o BCR-681 Polyethylene (low level), em forma de pellets adquirido da European Joint Research Centre. As três amostras de PVC analisadas designadas de PVC K65, PVC homopolímero e PVC copolímero adquiridas virgens na forma de pó foram analisadas sem nenhum tratamento prévio de limpeza.

Procedimento da NAA: Alíquotas de 150 a 230 mg de cada material pesadas em invólucro de polietileno foram irradiadas no reator nuclear IEA-R1, juntamente com os padrões sintéticos de elementos sob fluxo de nêutrons térmicos da ordem de $4,5 \times 10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$. Os tempos de irradiação de longa duração foram de 8 ou 16h e as de curta foram de 5 a 60s. A medição das atividades gama dos padrões e amostras foi realizada utilizando detector de HGe da Canberra acoplado a um analisador digital de espectro. Foram realizadas pelo menos duas séries de contagens para diferentes tempos de decaimento. Os radioisótopos dos espectros gama foram identificados pela meia vida e energias dos raios gama. Os teores de elementos foram calculados pelo método comparativo [1].

RESULTADOS

Na TABELA 1, estão os resultados de elementos determinados no MRC BCR-681 juntamente com valores do certificado. Nesta TABELA 1, os valores de Z_{score} foram calculados segundo Konieczka e Namiesnik [2]. Os resultados indicam boa precisão e exatidão com DPR e ER inferiores a 14,6% e a 16,5%, respectivamente. Os resultados de Z_{score} obtidos foram menores que 2,

demonstrando a boa exatidão dos dados obtidos, segundo o critério [2].

TABELA 1. Frações Mássicas Médias de Elementos (em $\mu\text{g g}^{-1}$) Obtidos no Material de Referência Certificado BCR-681 e Valores da Literatura

Elementos	F \pm DP*	DPR, %	ER, %	Z _{score}	Ref [3]
Al	20,1 \pm 2,5	12,6	-	-	(19)**
As	3,54 \pm 0,14	4,0	-9,9	-1,2	3,93 \pm 0,15
Ba	302,4 \pm 6,0	2,0	-	-	(306)
Br	100,1 \pm 5,1	5,1	2,1	0,19	98 \pm 5
Cd	20,7 \pm 1,2	5,9	-4,6	-0,40	21,7 \pm 0,7
Cl	97,9 \pm 8,4	8,7	-4,2	-0,23	92,9 \pm 2,8
Cr	16,38 \pm 0,83	5,1	-7,5	-0,75	17,7 \pm 0,6
Cu	15,3 \pm 2,2	14,6	-	-	(13,6)
Hg	5,24 \pm 0,70	13,4	16,5	0,53	4,50 \pm 0,15
Sb	0,866 \pm 0,056	6,5	-	-	(0,82)
Ti	534 \pm 53	9,9	-	-	(534)

*F \pm DP - média da fração mássica e desvio padrão de 2 a 5 determinações; ** - números entre parênteses indicam valores informativos, não certificados

Na TABELA 2, os resultados de PVC indicam que além do Cl, dependendo da amostra pode conter As, Ba, Br, Cd, Cr e Sb em teores muito baixos da ordem de ng g^{-1} . Resultados de Zn variaram de 0,124 a

4,076 $\mu\text{g g}^{-1}$. Os resultados de PVC, não apresentaram uma boa reprodutibilidade devido principalmente às baixas quantidades de elementos nas amostras.

TABELA 2. Frações Mássicas Médias de Elementos das Amostras de Poli(cloreto de vinila)

Elementos	PVC K65		PVC Homopolímero		PVC Copolímero	
	F \pm DP	DPR, %	F \pm DP	DPR, %	F \pm DP	DPR, %
As, ng g^{-1}	2,14 \pm 0,26 (*)	-	2,54 \pm 0,19	-	ND	-
Ba, ng g^{-1}	700 \pm 130	18,0	960 \pm 190	-	990 \pm 60	5,7
Br, ng g^{-1}	161 \pm 14	8,9	97,0 \pm 7,1	7,3	368 \pm 44	11,9
Cd, ng g^{-1}	ND	-	310 \pm 44	-	ND	-
Cl, %	62,1 \pm 5,1	8,2	62,4 \pm 4,0	6,4	52,30 \pm 0,76	-
Cr, ng g^{-1}	ND	-	ND	-	46 \pm 11	23,4
Sb, ng g^{-1}	3,23 \pm 0,68	21,1	4,6 \pm 2,4	52,0	2,50 \pm 0,42	16,8
Zn, $\mu\text{g g}^{-1}$	3,92 \pm 0,18	4,5	4,076 \pm 0,046	-	0,124 \pm 0,018	14,7

ND = não detectado; (*) em negrito itálico - resultado de uma única determinação com valor da incerteza

CONCLUSÕES

Os resultados obtidos indicaram a viabilidade da aplicação da NAA na análise de polímeros, visto que os dados do MRC apresentaram uma boa precisão e exatidão. As amostras de PVC apresentaram As, Ba, Br, Cd, Cr, Sb e Zn em baixos teores.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] De Soete, D; Gijbels, R.; Hoste, J. Neutron activation analysis, Wiley Interscience, 1972.

[2] Konieckca, P.; Namiesnik, J. Quality assurance and quality control in the analytical chemical laboratory, CRC Press, 2009.

[3] Lamberty, A.; Van Borm, W.; Quevauviller, P. Fresenius Journal Analytical Chemistry, v. 370, p. 811-818, 2001.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPQ e IPEN (Projeto Intercentros).