



**APLICAÇÃO DO MÉTODO DE ANÁLISE POR ATIVAÇÃO
À DETERMINAÇÃO DE POLUENTES ATMOSFÉRICOS**

MITIKO MIYAMARU e F. W. LIMA

PUBLICAÇÃO IEA N.º 326
Fevereiro — 1974

INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA
Caixa Postal 11049 (Pinheiros)
CIDADE UNIVERSITÁRIA "ARMANDO DE SALLES OLIVEIRA"
SÃO PAULO — BRASIL

**APLICAÇÃO DO MÉTODO DE ANÁLISE POR ATIVAÇÃO
À DETERMINAÇÃO DE POLUENTES ATMOSFÉRICOS**

Mitiko Miyamaru e F. W. Lima

**Coordenadoria de Radioquímica
Instituto de Energia Atômica
São Paulo - Brasil**

**Publicação IEA Nº 326
Fevereiro - 1974**

Instituto de Energia Atômica

Conselho Superior

Eng^o Roberto N. Jafet – Presidente
Prof.Dr.Emilio Mattar – Vice-Presidente
Prof.Dr.José Augusto Martins
Dr.Affonso Celso Pastore
Prof.Dr.Milton Campos
Eng^o Helcio Modesto da Costa

Superintendente

Rômulo Ribeiro Pieroni

APLICAÇÃO DO MÉTODO DE ANÁLISE POR ATIVAÇÃO À DETERMINAÇÃO DE POLUENTES ATMOSFÉRICOS *

Mitiko Miyamaru e F. W. Lima

SUMÁRIO

Estuda-se a determinação dos elementos mercúrio, bromo, arsênio, antimônio e selênio presentes como aerossóis no "Campus" da Universidade de São Paulo, por meio de análise por ativação com neutrons térmicos. Compostos desses elementos são coletados em filtros "millipore", por meio de sucção de cerca de 40 m³ de ar através dos filtros.

Após irradiação, separam-se, por meio de destilação, o bromo elementar e brometos dos outros quatro elementos os quais são, posteriormente, retidos individualmente em resinas aniônicas. O arsênio e o selênio são retidos na mesma coluna de resina. São identificados também qualitativamente, vários outros elementos: zinco, sódio, escândio, ferro, cobre, samário, lantânio, potássio, tungstênio, crômio, ouro e urânio, os quais ficam como resíduo da destilação. Para as determinações qualitativas usou-se detector de Ge-Li e para as quantitativas cintilômetros de NaI(Tl), acoplados a analisador multicanal. As concentrações correspondentes dos elementos cuja determinação quantitativa foi feita (Hg, Br, As, Sb, Se) indica que o nível de tais elementos está abaixo do considerado máximo permissível.

INTRODUÇÃO

Nos últimos anos os problemas de poluição ambiental passaram a constituir preocupação séria por parte de autoridades governamentais e de entidades dedicadas à preservação do bem estar das populações. O problema é especialmente importante em grandes cidades e em áreas altamente industrializadas.

Basicamente os estudos analíticos referentes a problemas de poluição dizem respeito à determinação de elementos ou produtos químicos em pequenas concentrações, concentrações essas, em geral, muito baixas para serem determinadas pelos métodos analíticos clássicos, mas que, por outro lado, são suficientemente altas para constituírem perigo à saúde humana. Relativamente aos métodos usados para determinação dessas pequenas concentrações de elementos químicos já foi observado por Pillay e Thomas⁽¹⁾ que nenhuma técnica analítica, por si só, é suficiente para enfrentar todos os problemas ligados à determinação dos elementos poluentes da atmosfera.

A Análise por Ativação, devido a sua alta sensibilidade, é um dos métodos adequados para a determinação de elementos inorgânicos que se encontram em baixas concentrações em várias matrizes. Além disso, tal método apresenta a vantagem de ser praticamente independente do problema de contaminação das amostras com os próprios elementos que estão sendo analisados.

As aplicações do método de Análise por Ativação aos problemas de poluição podem ser classificadas em três grupos principais.

No primeiro grupo encontram-se os métodos rápidos de análise por ativação, sem

(*) De Dissertação aprovada pelo Instituto de Química da Universidade de São Paulo como parte dos requisitos necessários para obtenção do Título de "Mestre em Ciências Químicas".

processamento químico, com a finalidade de determinar pequeno número de elementos.

No segundo grupo estão os problemas em que a urgência não é o fator determinante, mas sim a maior sensibilidade do método a ser empregado, podendo as amostras serem coletadas e analisadas com bastante calma. Em geral as amostras são coletadas fazendo-se a sucção de grandes volumes de ar, da ordem de cinquenta metros cúbicos, e passando-se esses volumes através de materiais retentores, filtros ou soluções. Em seguida esses filtros ou soluções, que coletaram os elementos poluentes, são preparados para irradiação e, após a irradiação, passa-se ao processamento químico.

Num terceiro grupo entrariam aqueles problemas que podem, em alguns casos, ser resolvidos puramente por instrumentação, sem processamento químico, embora os resultados completos só possam ser obtidos, frequentemente, após um ou dois meses de contagens intermitentes a fim de esperar o decaimento da atividade correspondente aos elementos de meias-vidas curtas.

Em vista do grande interesse que os métodos nucleares tem despertado relativamente aos problemas de poluição apresenta-se, neste trabalho, um estudo da aplicabilidade do método de Análise por Ativação, associado a processos de separação química, na determinação dos elementos bromo, mercúrio, antimônio, arsênio e selênio, quando presentes na atmosfera.

A determinação desses mesmos elementos, em materiais biológicos, foi feita por Samsâhí^[2] e consiste numa destilação simultânea dos elementos da amostra ativada e subsequente separação por volatilização e por resinas trocadoras de íons.

Os resultados obtidos no presente trabalho mostram que o método é aplicável na determinação dos elementos mencionados quando existentes como aerossóis, sendo que o estudo do limite de detecção mostra a alta sensibilidade do método.

MATERIAIS e MÉTODO

a.) Coleta de Amostra de Ar a Ser Analisada

Os materiais presentes no ar foram coletados pelo processo de filtração. Para isso foi utilizada uma bomba de vácuo de capacidade de 4,6 metros cúbicos por hora e, como filtro, o papel de filtro "Millipore" tipo AA. Este papel de filtro para a coleta é colocado sobre uma tela de aço inoxidável com área filtrante de 9,6 cm², aproximadamente, estando a tela presa a um coletor ("Aerosol Open-Type Filter Holder"). O volume de ar succionado em cada coleta foi de cerca de 40 m³.

Todas as amostras foram coletadas durante o dia, num mesmo local, isto é, numa das janelas do 7º andar (face nordeste) do prédio denominado Bloco A do Instituto de Energia Atômica situado à Cidade Universitária Armando de Salles Oliveira, em São Paulo.

b.) Irradiação das Amostras e Padrões

Inicialmente foram feitos estudos relativos à determinação das melhores condições de irradiação das amostras coletadas, tais como tempo de irradiação das amostras, posição de

irradiação no reator, invólucro para irradiação e quantidade de material a ser irradiado.

Foram escolhidas ampolas de quartzo como recipientes de irradiação das amostras e padrões, visto que invólucros de plásticos não são próprios para irradiações longas e de elementos voláteis, pois que tais invólucros se carbonizam durante a irradiação.

Quanto ao tempo de irradiação para as amostras coletadas foi suficiente uma irradiação de cerca de oito horas num local do reator onde o fluxo de neutrons térmicos é da ordem de 10^{12} n/cm².s.

Relativamente à quantidade de material a ser analisado, como pouca informação é disponível sobre a uniformidade com que as partículas são depositadas sobre o papel, foi utilizada, para cada análise, a massa total do material depositado em um papel de filtro.

Nenhum tratamento químico das amostras foi feito antes da irradiação evitando, desse modo, a contaminação com os elementos a serem analisados.

Os padrões foram irradiados na forma de soluções preparadas a partir dos elementos ou compostos de interesse os quais são dissolvidos com gotas de reagentes e em seguida diluídos, até alcançar o volume desejado, com água desionizada. O volume de água das soluções correspondentes (250 microlitros) era insuficiente para dar termalização adicional de neutrons.

c.) Processamento Químico

Após a irradiação as ampolas de quartzo são lavadas externamente com ácido nítrico e água, resfriadas em nitrogênio líquido durante cerca de quinze minutos, quebradas com alicate e o material irradiado é então transferido para o aparelho Samsahl⁽²⁾ de destilação. A transferência da amostra irradiada da ampola de quartzo para o frasco de destilação é feita com solução de carregadores dos elementos (50 µg de cada um dos elementos As, Hg e Sb -200 µg de Se e 50 µl de ácido bromídrico 40%) e ácido nítrico 1:1. A dissolução é feita com 2 ml. ácido sulfúrico fumegante e 1,75 ml água oxigenada a 30%, com aquecimento.

Após a dissolução procede-se à destilação dos elementos. Os elementos são destilados na forma de bromo elementar e brometos dos elementos arsênio, antimônio, selênio e mercúrio.

A separação dos elementos após a destilação é feita como segue:

O bromo é separado por volatilização e absorção em solução de hidróxido de sódio num dos sifões do sistema de destilação. Os demais elementos mercúrio, antimônio, arsênio e selênio, após a volatilização do bromo, são separados pela retenção seletiva em três colunas de resinas aniônicas Dowex 2-X8 de granulometria 200 a 400 mesh. Para isto é preparada a solução-amostra com a concentração de aproximadamente 3,6 N em ácido sulfúrico e 0.1 N em ácido clorídrico. Ao passar a solução pela primeira coluna de resinas (15 mm x 6 mm) há retenção de mercúrio na forma sulfato. Com o efluente desta primeira coluna prepara-se uma solução de concentração 4,5 N em ácido clorídrico; passando numa segunda coluna de resinas (15 mm x 9 mm), o antimônio fica retido na forma cloreto. Finalmente com o efluente da segunda coluna prepara-se uma solução 4,5 N em ácido bromídrico e 2,3 N em ácido clorídrico. Quando essa solução passa numa terceira coluna de resinas (40 mm x 12 mm) há retenção de

arsênio e selênio nas formas cloreto e brometo.

Após a passagem da solução-amostra pelas colunas de resinas é feita a percolação da solução-lavagem, constituída por 10 ml de ácido clorídrico 0,1 N, sendo que essa solução passa sucessivamente nas demais colunas após o acerto de concentração; isto é, ácido clorídrico 4,5 N na segunda coluna, ácido bromídrico 4,5 N e ácido clorídrico 2,3 N na terceira coluna.

A velocidade de passagem das soluções através das colunas é da ordem de um mililitro por minuto.

d.) Contagens

Para a medida da atividade dos elementos separados, é utilizado um espectrômetro de raios gama, de 400 canais, acoplado a um cristal de cintilação de NaI(Tl), tipo poço, de 7,6 cm x 7,6 cm.

A medida da atividade do bromo-82, na solução de hidróxido de sódio, é feita após uma diluição adequada com água. Para a contagem são tomados apenas 2 ml desta solução.

Os elementos arsênio, mercúrio, antimônio e selênio, retidos nas resinas, são contados transferindo as resinas para os respectivos tubos de contagens.

RESULTADOS

a.) Aplicação do Método à Amostras Artificiais e Determinação dos Rendimentos Químicos

Para estudar a aplicabilidade do método analítico foram feitas as determinações das percentagens de recuperação dos elementos a serem analisados bem como da reprodutibilidade do processo completo através de amostras preparadas artificialmente.

Essas amostras artificiais foram preparadas a partir de soluções de concentrações conhecidas, de cada elemento, colocando de 20 a 60 microgramas de arsênio, bromo, mercúrio, antimônio e selênio sobre o papel de filtro "Millipore", sendo que para cada elemento usou-se 1/5 do total de cada papel de filtro "Millipore".

A princípio tentou-se aplicar o método, para as amostras artificiais, com o aparelhamento exatamente igual ao do trabalho de Samsahl⁽²⁾ porém, os resultados de recuperação e reprodutibilidade para o bromo e para o selênio, não foram bons. Foram então feitas as seguintes modificações:

- 1.) aumento da capacidade do sifão contendo a solução de hidróxido de sódio, do aparelho de destilação, para absorção completa do bromo.
- 2.) acréscimo de mais um sifão com solução de água oxigenada e ácido sulfúrico para destruição completa dos brometos de selênio.

Além disso foi necessário o uso de ácido sulfúrico fumegante em vez de ácido sulfúrico concentrado e aumentar a quantidade de carregador de selênio de 50 para 200 microgramas. A

sucção aplicada no fim do aparelho, por meio de trompa d'água, foi regularizada por meio de uma caixa d'água provida de bóia para manter constante o nível da água, caixa essa colocada a cerca de dois metros sôbre o aparelho.

Com essas modificações os resultados relativos ao rendimento do bromo e do selênio melhoraram apreciavelmente.

A Tabela I apresenta os resultados das percentagens de recuperação e reprodutibilidade obtidas pela comparação das respectivas atividades antes e depois da separação química, atividades essas referidas ao mesmo tempo de decaimento.

TABELA I

Percentagens de recuperação dos elementos nas amostras artificiais

Elemento	Radioisótopo Utilizado	Energia do Raio Gama Utilizado (MeV)	$\bar{x}^{(*)}$	s	sm	n
Br	⁸² Br	0,777	88	4	1	7
Hg	¹⁹⁷ Hg	0,0776	88	4	1	18
Sb	¹²² Sb	0,564	89	5	1	19
As	⁷⁶ As	0,559	92	8	2	15
Se	⁷⁵ Se	0,136	86	6	2	7

(*) - \bar{x} - percentagem de recuperação média; s, desvio padrão individual; sm, desvio padrão da média; n, número de determinações.

Após esses estudos de recuperação e de reprodutibilidade do método foram estabelecidas as condições de análise e foram analisadas amostras constituídas pelos elementos coletados do ar, bem como os papéis de filtro utilizados na coleta do material e os resíduos da destilação.

b.) Análise das Amostras Constituídas pelos Elementos Coletados do Ar

Na Tabela II são apresentadas as concentrações dos elementos bromo, mercúrio, antimônio e arsênio presentes no ar, já feitas as correções devidas às provas em branco (análise do papel de filtro) bem como às percentagens de recuperação média.

TABELA II

Resultados das Análises do Material Coletado nos filtros
(descontada a contribuição dos papéis "Millipore")

Data da Coleta	Concentração $\mu\text{g}/\text{m}^3$					
	Br	Hg	Sb	As	SE	Au
19.10.70	$9,7 \times 10^{-3}$	$0,4 \times 10^{-4}$	$14,2 \times 10^{-3}$	—	$<6 \times 10^{-4}$	—
15.10.70	$16,6 \times 10^{-3}$	— (*)	$16,6 \times 10^{-3}$	$30,4 \times 10^{-4}$	$<6 \times 10^{-4}$	—
18.11.70	$8,2 \times 10^{-3}$	$40,2 \times 10^{-4}$	$9,1 \times 10^{-3}$	$11,5 \times 10^{-4}$	$<6 \times 10^{-4}$	—
27.11.70	$4,5 \times 10^{-3}$	$29,6 \times 10^{-4}$	—	$73,7 \times 10^{-4}$	$<6 \times 10^{-6} **$	—
10.11.70	$10,0 \times 10^{-3}$	$35,8 \times 10^{-4}$	$15,9 \times 10^{-3}$	$1,5 \times 10^{-4}$	$<6 \times 10^{-4}$	—
12.11.70	$28,9 \times 10^{-3}$	$7,1 \times 10^{-4}$	$14,9 \times 10^{-3}$	$117,7 \times 10^{-4}$	$<6 \times 10^{-4}$	—
11.11.70	$0,6 \times 10^{-3}$	$6,7 \times 10^{-4}$	$11,6 \times 10^{-3}$	$20,2 \times 10^{-4}$	$<6 \times 10^{-4}$	$2,0 \times 10^{-5}$
06.11.70	$8,4 \times 10^{-4}$	$2,6 \times 10^{-4}$	$6,2 \times 10^{-3}$	$38,1 \times 10^{-4}$	$<6 \times 10^{-4}$	$8,9 \times 10^{-4}$
07.12.70	$9,6 \times 10^{-3}$	$52,9 \times 10^{-4}$	$19,0 \times 10^{-3}$	$0,7 \times 10^{-4}$	$<6 \times 10^{-4}$	$4,0 \times 10^{-4}$

— não foi calculado.

** radiação de 40 horas.

O elemento selênio não foi encontrado nas várias amostras analisadas. Foi feita então a determinação do limite de detecção ao nível de confiança correspondente a 95%, para todos os elementos, de acordo com Girardi e colaboradores⁽³⁾ por meio da relação (I) em que D é o

$$D = \frac{2 \sqrt{2C/t}}{\alpha} \quad (I)$$

limite de detecção, C é a contagem de fundo ("background") t é o tempo de contagem de fundo e α a atividade específica do isótopo do elemento em estudo. Os valores dos limites de detecção, nas condições de trabalho, isto é, tempo de irradiação de oito horas, fluxo de neutrons térmicos igual a $3,5 \times 10^{12}$ n/s.cm² e tempos de contagens iguais a dez minutos, estão apresentados na Tabela III. Durante o estudo da identificação de eventuais contaminações dos elementos separados, por outros elementos presentes na amostra, foi verificado que junto com o bromo, antimônio e arsênio nenhum outro elemento estava presente. Porém, junto com o mercúrio, na coluna de resina aniônica, foi identificado o elemento ouro e o qual também está presente nas amostras coletadas.

TABELA III

Limites de Detecção

Elemento	Limite de Detecção	
	(μg)	($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
Br	$2,6 \times 10^{-4}$	$6,6 \times 10^{-6}$
Hg	$6,2 \times 10^{-5}$	$1,6 \times 10^{-6}$
Sb	$5,5 \times 10^{-5}$	$1,4 \times 10^{-6}$
As	$4,0 \times 10^{-5}$	$1,0 \times 10^{-6}$
Se	$2,4 \times 10^{-2}$	$6,0 \times 10^{-4}$

Condições:

Irradiação: Tempo de Irradiação: 8 horas
Fluxo de Neutrons térmicos: $3,5 \times 10^{12}$ n/cm².s
Invólucro: Ampolas de Quartzo

Contagens: Aparelho: Analisador de Raios Gama de 400 canais
Detector: Cristal de NaI(Tl) de 7,6cm x 7,6 cm, tipo poço.
Tempo de decaimento após a irradiação: ~24 horas.

c.) Análise do Papel de Filtro "Millipore"

Os papéis de filtro foram analisados com a finalidade de determinar as impurezas neles presentes e que pudessem afetar os resultados como se fossem parte da amostra. Tais análises foram realizadas da mesma maneira que no caso das análises do material depositado sobre o filtro.

Na Tabela IV estão os resultados das análises de bromo, mercúrio, antimônio, arsênio e selênio do papel de filtro "Millipore", isto é, as provas em branco.

TABELA IV

Resultados das Análises do Papel de Filtro "Millipore"

Nº de Análise	Microgramas do Elemento por Papel "Millipore"				
	Br	Hg	Sb	As	Se
1	0,02697	0,00128	0,00217	$<4 \times 10^{-5}$	$<2,4 \times 10^{-2}$
2	0,03433	0,00234	0,00121	$<4 \times 10^{-5}$	$<2,4 \times 10^{-2}$
3	0,04662	0,00172	0,00268	$<4 \times 10^{-5}$	$<2,4 \times 10^{-2}$
4	0,03438	0,00168	0,00217	$<4 \times 10^{-5}$	$<2,4 \times 10^{-2}$
5	0,03591	0,00268	0,00119	$<4 \times 10^{-5}$	$<2,4 \times 10^{-2}$
Médias sm	0,036 0,003	0,0019 0,0003	0,0019 0,0003		

d.) Análise do Resíduo da Destilação

As análises do resíduo da destilação foram feitas para verificar se a dissolução da amostra e se a destilação dos elementos em estudo são completas. Essas análises efetuadas examinando o resíduo em analisador de raios gama de 4096 canais acoplado a contador de Ge-Li (25,6 ml; resolução para o pico de cobalto-60, de 1,33 MeV, igual a 2,7 keV; relação pico/Compton igual a 25).

A primeira contagem do resíduo da destilação foi feita após um decaimento de cerca de 2,8 dias. Nessa primeira contagem foi verificado que o resíduo apresentava ainda alta atividade em sódio-24. Para evitar que o efeito Compton do sódio-24 mascarasse os picos dos demais elementos, foram obtidos os espectros de raios gama após o decaimento do sódio-24, bem como espectros após subtração da atividade correspondente ao sódio-24 ("stripping" do sódio-24). A Figura 1 mostra o espectro dos raios gama do resíduo da destilação após subtração da maior parte da contribuição do sódio-24.

Quando o pico principal de um dos radioisótopos não pode ser usado para identificação dos elementos desse resíduo, devido à interferência dos picos vizinhos de outros radioisótopos, foi utilizado um outro pico ou um outro radioisótopo, a saber:

^{82}Br (0,776 MeV, 0,698 MeV, 1,044 MeV), ^{76}As (0,657 MeV e 1,215 MeV), ^{75}Se (0,264 MeV e 0,279 MeV), $^{69\text{m}}\text{Zn}$ (0,438 MeV), ^{122}Sb (0,692 MeV) e ^{203}Hg (0,279 MeV).

Foram feitas várias análises dos resíduos de destilação das amostras, quer das amostras preparadas artificialmente, quer das amostras propriamente ditas, fazendo-se contagens dos resíduos em diferentes tempos de decaimento. Em nenhum caso foi verificado, nos resíduos a presença dos cinco elementos em estudo, o que prova que tais elementos, isto é, o arsênio, bromo, mercúrio, antimônio e selênio são completamente destilados. No resíduo da destilação foi possível identificar os elementos: sódio, zinco, escândio, ferro, cobre, samário, lantânio, potássio, tungstênio e crômio.

DISCUSSÃO E CONCLUSÕES

Os resultados obtidos neste trabalho mostram que o método descrito pode ser aplicado no caso da análise dos elementos mencionados e coletados em papéis de filtro, pois a dissolução e destilação dos elementos são completas e os resultados das recuperações, constantes na Tabela I, mostram que recuperação é satisfatória.

As percentagens de recuperação são superiores a 86%, os desvios padrões da média inferiores a 2% e os desvios padrões individuais inferiores a 8%.

O selênio não foi encontrado nas várias amostras analisadas e por isso determinou-se o limite de detecção o que permitiu concluir que, se o selênio estiver presente nas amostras analisadas, a sua concentração será menor do que $6,0 \times 10^{-4}$ microgramas por metro cúbico de ar. Porém, não se deve tomar esse valor como a proporção mínima de selênio no ar que atravessou dos filtros visto que os trabalhos de Pillay e Thomas⁽¹⁾ indicam que mais de 50% do selênio presente no ar não é retido pelo papel.

Observando os valores das concentrações dos elementos na Tabela II, verifica-se que tais

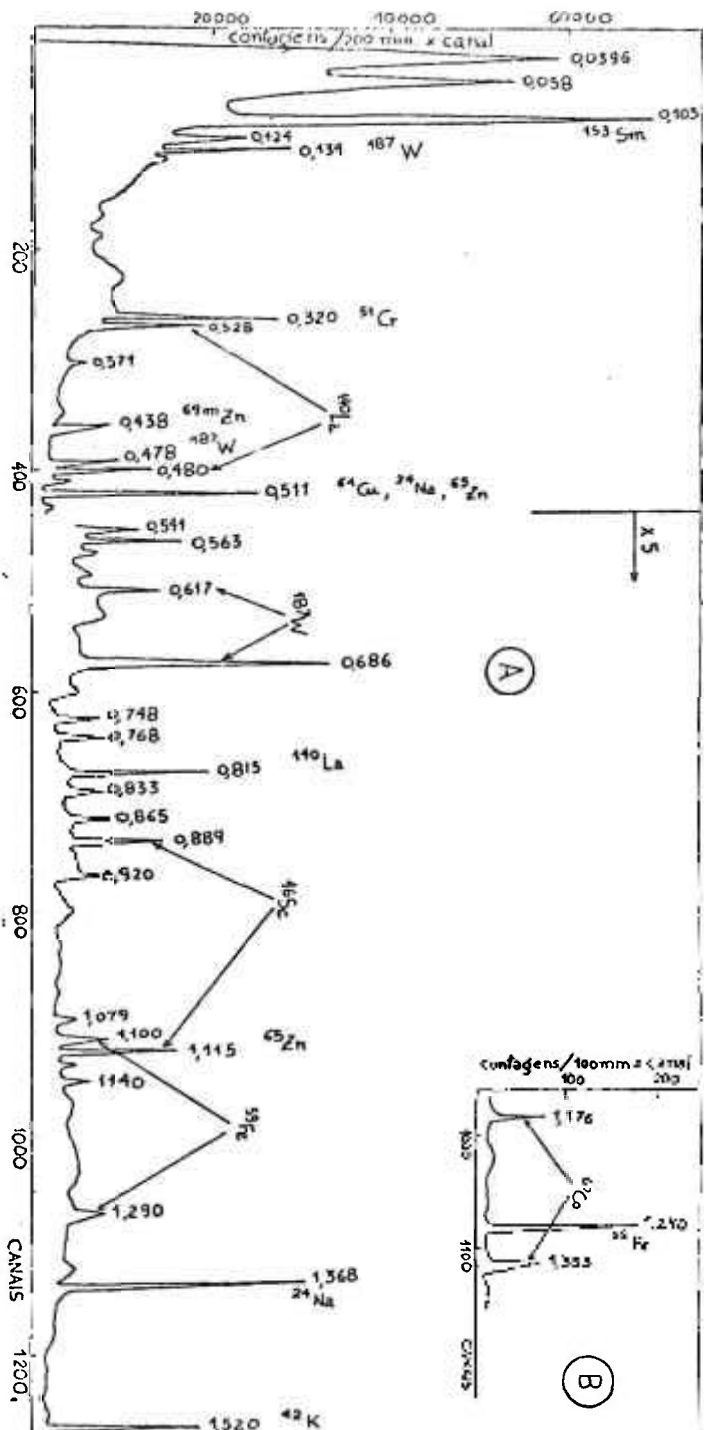


FIGURA 1 – ESPECTROS DO RESÍDUO DA DESTILAÇÃO
 (A) - APÓS SUBTRAÇÃO DO NA-24 (B) - APÓS DECAIMENTO DE 20,7 DIAS
 (Em cada pico está indicado o radioisótopo respectivo e a energia do raio gama correspondente em MeV)

concentrações variam com o dia da coleta, apesar de todas as amostras terem sido coletadas pelo mesmo processo e no mesmo local. Essas variações de concentrações de elementos para amostras coletadas no mesmo local em períodos diferentes têm sido verificadas também por vários outros pesquisadores.

Confrontando os resultados obtidos no presente trabalho com valores de "concentração máxima permissível (CPM)", de acordo com os valores apresentados na literatura^(4,5,6), verifica-se que as concentrações obtidas para os cinco elementos analisados estão abaixo dos valores relacionados como concentração máxima permissível.

A presença de bromo e antimônio nos papéis de filtro "Millipore", fabricados por "Millipore Corporation", foi também constatada por Keane e Fisher⁽⁷⁾, Zoller e Gordon⁽⁸⁾ e Pillay e Thomas⁽⁹⁾.

Nos papéis de filtro "Millipore" por nós utilizados não foram encontrados os elementos selênio e arsênio. No entanto a presença de selênio em papéis de filtro "Schleicher e Schull n.º 596" foi verificada por West e Cimerman⁽¹⁰⁾.

A formação de um composto volátil de ouro, e a retenção subsequente em resina aniônica, juntamente com o mercúrio, foi também verificada por Samsahl e colaboradores⁽¹¹⁾.

No que diz respeito aos resultados dos limites de detecção, é possível melhorar ainda mais tais limites alterando um pouco as condições de trabalho, tais sejam, maior tempo de irradiação, maior fluxo de neutrons térmicos e menor tempo de decaimento após a irradiação e início do processamento químico. De qualquer maneira os resultados apresentados na Tabela III mostram a alta sensibilidade do método.

Além das análises dos cinco elementos em estudo isto é o bromo, mercúrio, antimônio, arsênio e selênio foram feitas algumas análises para determinação de urânio, por ativação com neutrons epitérmicos seguida de análise instrumental, pelo método apresentado por Atalla⁽¹²⁾. Foi verificado que o urânio está sempre presente nas amostras de ar mas em quantidades bastante pequenas. Tais quantidades de urânio não são suficientes para alterar os valores constantes da Tabela II pela formação dos isótopos arsênio-76 e selênio-75 (produtos de fissão).

SUMMARY

Thermal neutron activation is used to analyse the elements mercury, bromine, arsenic, antimony and selenium, quantitatively, present in the atmosphere at the campus of the University of São Paulo. The elements are collected in "Millipore" filters by suctioning about 40 cubic meters of air through the filter. Chemical separation is achieved by distillation of bromine and bromides of the other four elements, which are, lately, retained individually in anion exchanger resins. Arsenic and selenium are collected in the same resin column.

Zinc, sodium, scandium, iron, copper, samarium, lanthanum, potassium, tungstenium and chromium were qualitatively identified in the residue of the distillation. Ge-Li counter was used for the qualitative analysis of the elements in the residue and NaI(Tl) for the quantitative determination of arsenic, bromine, antimony, selenium and mercury. All concentrations found are below maximum permissible levels for those five elements.

Gold and uranium were also identified in the various sample analysed.

REFERÊNCIAS

- (1) - Pillay, K. K. S., C. C. Thomas Jr., J. Radioanal. Chem., 7, 107-118 (1971).
- (2) - Samsal, K., Anal. Chem., 39 1480-1483 (1967).
- (3) - Girardi, F., G. Guzzit, J. Pauly - Data Handbook for Sensitivity Calculations in Neutron Activation Analysis - Euratom 1898 e 8 (1965).
- (4) - Leithe, W., The Analysis of Air Pollutants - An Arbor Humphrey Science Publishers, 269 (1970).
- (5) - Rollier, M. A., A. Brandone, N. Genova, Chim. Ind., 52 n° 10, 988-994 (1970).
- (6) - Truhout R., Pure Appl. Chem., 24 n° 4, 665-683 (1970).
- (7) - Keane, J. K., E. M. R. Fisher, Atmos. Environ. 2 n° 6, 603-614 (1968).
- (8) - Zoller, W. H., G. E. Gordon, Anal. Chem., 42, 257-265 (1970).
- (9) - Pillay, K. K. S., C. C. Thomas, C. M. Hyche, Nucl. Technol. 10, 224-231 (1971).
- (10) - West, P. W., Ch. Cimerman, Anal. Chem., 36, 2013-2016 (1964).
- (11) - Samsahl, K., P. O. Wester, O. Landstrun, Anal. Chem., 40, 181-187 (1968).
- (12) - Atalla, Laura T., Tese de Doutorado, Instituto de Química, Universidade de São Paulo, 1973.