

## CALIBRAÇÃO DE UM SISTEMA DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X POR REFLEXÃO TOTAL COM MÓDULO REFLETOR DUPLO

*Nascimento Filho<sup>1,2</sup>, V. F.; Parreira<sup>1,3</sup>, P. S.; Espinoza V.<sup>1</sup>, E. P.; Navarro<sup>1</sup>, A. A.*

A técnica de fluorescência de raios X por reflexão total (TXRF) é uma variante da técnica convencional de fluorescência de raios X por dispersão de energia, permitindo uma análise química instrumental e multielementar, através da medida das intensidades dos raios X característicos, emitidos pelos elementos constituintes da amostra. Esta técnica se baseia em incidir sobre um suporte (por exemplo, quartzo) sobre o qual está depositada a amostra a ser analisada, um feixe de raios X em um ângulo suficiente pequeno, denominado ângulo crítico de reflexão total. Nesta condição o feixe incidente se propaga paralelamente à superfície do suporte, sendo totalmente utilizado na excitação dos elementos da amostra, e conseqüente produzindo raios X característicos, e não provocando a produção de espalhamentos Rayleigh ou Compton.

O resultado disto é a obtenção de um espectro com baixa intensidade dos picos de espalhamento coerentes e incoerente, provenientes da fonte de excitação, bem como uma redução da região do contínuo sob os picos característicos, elevando consideravelmente a razão *pico-background*, com conseqüente diminuição nos limites de detecção. Outra característica desta técnica, em relação a técnica convencional, está na utilização de pequenos volumes de amostras líquidas (da ordem de microlitros) ou pequenas massas (da ordem de microgramas) de amostras sólidas, após digestão química, sendo portanto adequada na análise de elementos traços em amostras de monitoramento ambiental, fluidos biológicos e controle de qualidade de produtos de alta pureza.

Para excitação das amostras foi utilizado um tubo de raios X com alvo de Mo, operado a 45 kV e 20 mA, com filtro de Zr, e a condição de ângulo de reflexão total foi obtida com um módulo refletor duplo. Para a detecção dos raios X foi utilizado um espectrômetro de alta resolução, com detector semicondutor de Si(Li), acoplado a um analisador de pulsos multicanal.

A calibração do sistema foi feita a partir de uma solução estoque padrão, contendo 100 ppm de Cr, Fe, Cu, Zn e Pb, preparando-se quatro soluções de trabalho, nas concentrações de 2,17; 8,33; 15,38 e 31,25 ppm, respectivamente. Com a intenção de corrigir possíveis erros de geometria e instabilidades do sistema, a estas soluções foi adicionado ítrio como padrão interno, nas concentrações de 4,35; 8,33; 7,69 e 6,25 ppm, respectivamente, a partir de uma solução estoque padrão contendo 100 ppm. Os limites de detecção alcançados foram de 19, 9, 5 e 4 ppb para os elementos Cr, Fe, Cu e Zn, respectivamente, analisados através dos raios X característicos K e 7 ppb para o Pb, analisado pelos raios X L, considerando-se amostra de 50 microlitros depositada e seca sobre suporte de quartzo e tempo de excitação/detecção de 1000 segundos.

<sup>1</sup> Seção Metodologia de Radioisótopos/CENA/USP

<sup>2</sup> Deptº de Física e Meteorologia/ESALQ/USP

<sup>3</sup> Deptº de Física/CCE/UEL

[FAPESP, CNPq, CIAMB/PADCT, CAPES]