

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA SUPERIOR DE AGRICULTURA "LUIZ DE QUEIROZ"

ESPECTROMETRIA GAMA MONOCANAL PARA
DETECÇÃO CONJUNTA DE ^{54}Mn , ^{65}Zn E ^{59}Fe
EM SOLUÇÕES E TECIDO VEGETAL

MARIA NAZARETH STOLF MONTANHEIRO
LICENCIADA EM FÍSICA

EPAMINONDAS S. B. FERRAZ
ORIENTADOR

Dissertação apresentada à Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz" da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Mestre no Curso de Pós-Graduação em Energia Nuclear na Agricultura,

PIRACICABA
EST. DE SÃO PAULO — BRASIL
1975

Para

meus pais, meu marido

e minhas filhas

A G R A D E C I M E N T O S

Externamos nossos agradecimentos a todos aqueles que direta ou indiretamente contribuíram para este trabalho, principalmente às seguintes pessoas e entidades:

- Prof. Dr. Epaminondas Sansígolo de Barros Ferraz, pela orientação.
- Eng^o Agr^o Virgílio Franco do Nascimento Filho, pela colaboração valiosa e constante.
- Prof. Dr. Iuda Dawid Goldman vel Leijbman, pelo estímulo e interesse.
- Licenciados em Física Maria Guiomar Carneiro e Fernando Antonio Pinto, pelas sugestões apresentadas.
- Prof. Dr. Valdomiro Correa Bittencourt, pela concessão de seus laboratórios.
- Bibliotecária Janete Lourdes Bombini de Moura e Maria Eliana Porta, pelo auxílio na revisão bibliográfica.
- Centro de Energia Nuclear na Agricultura (CENA).
- Comissão Nacional de Energia Nuclear (CNEN).

Í N D I C E

| | <u>página</u> |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|
| 1. INTRODUÇÃO | 01 |
| 2. REVISÃO DA LITERATURA | 03 |
| 3. FUNDAMENTOS | 09 |
| 3.1. Interação da radiação gama com a matéria | 09 |
| 3.2. Detector de cintilação | 11 |
| 3.3. Analisador de amplitude de pulso | 13 |
| 3.4. O espectro de energia | 19 |
| 3.5. Abertura da janela e a razão S/B | 21 |
| 3.6. Determinação de três radioisótopos emissores gama pe- lo método das equações simultâneas | 26 |
| 4. MATERIAL E MÉTODO | 30 |
| 4.1. Instrumental | 30 |
| 4.2. Radioisótopos seleccionados | 31 |
| 4.3. Energias seleccionadas para detecção | 33 |
| 4.4. Razão S/B e seleção dos canais de contagem | 33 |
| 4.5. Atividade mínima detectável | 35 |
| 4.6. Mistura de radioisótopos | 36 |
| 4.7. Resolução do espectro composto | 36 |
| 4.8. Aplicação: absorção de manganês, zinco e ferro por raízes destacadas de feijoeiro | 38 |
| 4.8.1. Obtenção das raízes | 38 |
| 4.8.2. Soluções | 39 |
| 4.8.3. Ensaio de absorção | 39 |
| 4.8.4. Determinação da atividade | 40 |

| | <u>página</u> |
|----------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|
| 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO | 41 |
| 5.1. Calibração do analisador | 41 |
| 5.2. Seleção das janelas de contagem | 43 |
| 5.2.1. Escolha do canal para detecção do ^{54}Mn | 43 |
| 5.2.2. Escolha do canal para detecção do ^{65}Zn | 43 |
| 5.2.3. Escolha do canal para detecção do ^{59}Fe | 50 |
| 5.3. Atividade mínima detectável | 51 |
| 5.4. Misturas de radioisótopos | 51 |
| 5.5. Absorção de manganês, zinco e ferro pelas raízes des- tacadas de feijoeiro | 58 |
| 5.5.1. Absorção de manganês | 58 |
| 5.5.2. Absorção de zinco | 58 |
| 5.5.3. Absorção de ferro | 59 |
| 6. CONCLUSÕES | 63 |
| 7. RESUMO | 65 |
| 8. SUMMARY | 66 |
| 9. BIBLIOGRAFIA | 67 |

LISTA DE TABELAS

| <u>Tabela</u> | <u>página</u> |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|
| 01 - Algumas características dos radioisótopos ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe (WEAST, 1973) | 32 |
| 02 - Atividades (nCi) de cada radioisótopo contidas nas diferentes misturas | 37 |
| 03 - Razão S/B e coeficiente de variação (C%) para o fotopico de 835 keV do ^{54}Mn , em diversas aberturas de janela e discriminadores inferiores (D.I.) | 44 |
| 04 - Razão S/B e coeficiente de variação (C%) para o fotopico de 1116 keV do ^{65}Zn , em diversas aberturas de janela e discriminadores inferiores (D.I.) | 44 |
| 05 - Razão S/B e coeficiente de variação (C%) para os fotopicos de 1099 (a) e 1292 keV (b) do ^{59}Fe , em diversas aberturas de janela e discriminadores inferiores (D.I.) | 45 |
| 06 - Posições escolhidas para contagem do ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe e respectivas contagens de fundo, eficiências e atividades mínimas detectáveis | 52 |
| 07 - Misturas de ^{54}Mn e ^{65}Zn : valores calculados e valores reais das atividades | 54 |
| 08 - Misturas de ^{54}Mn e ^{59}Fe : valores calculados e valores reais das atividades | 55 |
| 09 - Misturas de ^{65}Zn e ^{59}Fe : valores calculados e valores reais das atividades | 56 |
| 10 - Misturas de ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe : valores calculados e valores reais das atividades | 57 |
| 11 - Teor de manganês absorvido pelas raízes destacadas de feijoeiro após 2 horas de absorção | 60 |

| <u>Tabela</u> | | <u>página</u> |
|---------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|
| 12 | - Teor de zinco absorvido pelas raízes destacadas de feijoeiro após 2 horas de absorção | 60 |
| 13 | - Teor de ferro absorvido pelas raízes destacadas de feijoeiro, após 2 horas de absorção | 61 |

LISTA DE FIGURAS

| <u>Figura</u> | <u>página</u> |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|
| 01 - Representação esquemática do processo efeito Compton | 12 |
| 02 - Produção de um par elétron-positron e aniquilação <u>su</u> cessiva deste último | 12 |
| 03 - Esquema dos mais importantes processos para transfor <u>m</u> mação de raio gama em fótons da região do visível, em cristal cintilador NaI(Tl) | 14 |
| 04 - Comparação entre o espectro de emissão do NaI(Tl) e a sensibilidade espectral do fotocatodo (<i>WANG &</i> <i>WILLIS, 1965</i>) | 15 |
| 05 - Coeficientes de atenuação do efeito Compton, efeito fotoelétrico e produção de pares para NaI(Tl) em fun <u>ç</u> ção da energia da radiação gama (<i>ATTIX & ROESCH, 1968</i>) | 16 |
| 06 - Diagrama de blocos de um analisador diferencial de altura de pulso | 18 |
| 07 - Espectros obtidos com uma fonte de ^{137}Cs , com cris- tais de NaI(Tl) de 3 dimensões (<i>HEATH, 1957</i>) | 20 |
| 08 - Curva de distribuição de altura de pulso: a resolu- ção R% é usualmente calculada pela expressão $(\Delta H/H)$ 100% | 22 |
| 09 - Forma esquemática do fotopico. E é a energia do raio gama, ΔE é a largura da janela com o centro em E, e $A_{\Delta E}$ é a área sob o pico limitada pela janela ΔE . . | 24 |
| 10 - Forma esquemática do espectro da radiação de fundo de um espectrômetro gama | 24 |
| 11 - Taxa de contagem no fotopico e da radiação de fundo em função da abertura da janela centrada no ponto máximo E da curva do fotopico | 25 |

| <u>Figura</u> | <u>página</u> |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|
| 12 - Razão sinal-irradiação de fundo (S/B) em função da abertura da janela sob o fotopico | 25 |
| 13 - Intensidades e energias dos raios gamas principais de ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe | 34 |
| 14 - Espectro de altura de pulso para os radioisótopos em estudo (cristal NaI(Tl), de 3" x 3", tipo poço) . . | 42 |
| 15 - Razão sinal-irradiação de fundo (S/B) e coeficiente de variação (C%) para o pico de 835 keV do ^{54}Mn , em função do discriminador inferior para as janelas de 150, 120, 90 e 60 keV | 46 |
| 16 - Razão sinal-irradiação de fundo (S/B) e coeficiente de variação (C%) para o pico de 1116 keV do ^{65}Zn , em função do discriminador inferior para as janelas de 150, 120, 90 e 60 keV | 47 |
| 17 - Razão sinal-irradiação de fundo (S/B) e coeficiente de variação (C%) para os picos de 1099 e 1292 keV do ^{59}Fe , em função do discriminador inferior para as janelas de 375, 300, 225 e 150 keV | 48 |
| 18 - Razão sinal-irradiação de fundo (S/B) e coeficiente de variação (C%) para o pico de 1292 keV do ^{59}Fe , em função do discriminador inferior para as janelas de 180, 150, 120 e 90 keV | 49 |
| 19 - Atividade mínima detectável (nCi) em função do tempo total de detecção T, com 1% e 5% de coeficiente de variação, para ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe | 53 |
| 20 - Taxa relativa de manganês (a), zinco (b) e ferro (c) absorvido, na ausência e presença dos demais elementos, por raízes destacadas de feijoeiro | 62 |

1. INTRODUÇÃO

A utilização de isótopos radioativos como traçadores em pesquisas biológicas, cresce dia a dia. Nos estudos de nutrição vegetal e animal, fertilidade e química de solos e em outras áreas de pesquisas agronômicas, são comumente empregados ^3H , ^{14}C , ^{32}P , ^{35}S , ^{36}Cl , ^{42}K , ^{45}Ca , ^{51}Cr , ^{54}Mn , ^{57}Co , ^{60}Co , ^{59}Fe , ^{64}Cu , ^{65}Zn , ^{75}Se , ^{85}Sr , ^{86}Rb e ^{131}I .

Particularmente nos estudos de disponibilidade, absorção, translocação, acúmulo e interferência de micronutrientes, os radioisótopos são imprescindíveis. Nos problemas de interação entre micronutrientes, todavia, comumente utiliza-se apenas um radioisótopo

como traçador, pois o emprego de dois ou mais radioisótopos conjuntamente torna a detecção mais trabalhosa, e exige uma técnica mais apurada.

O objetivo deste trabalho foi o de desenvolver uma metodologia de espectrometria gama com analisador monocanal e detector de cintilação de NaI(Tl), capaz de identificar qualitativamente e quantitativamente a presença de ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe . Como exemplo de aplicação, estudou-se a absorção conjunta e isolada dos micronutrientes manganês, zinco e ferro por raízes destacadas de feijoeiro (*Phaseolus vulgaris*, L.).

2. REVISÃO DA LITERATURA

Várias técnicas e métodos foram desenvolvidos para determinação simultânea de radioisótopos por espectrometria gama.

PUTMAN & TAYLOR (1957) apresentaram uma técnica denominada subtração sucessiva ("stripping") para resolução de misturas contendo isótopos emissores gama. Neste procedimento, os espectros gama padrões dos radioisótopos são sucessivamente subtraídos do espectro composto, começando com os fotopicos de maior energia até que toda mistura tenha sido resolvida. Este método requer um catálogo de espectros gama. Devido as subtrações sucessivas o erro é maior para os radioisótopos emissores de raios gama de menores energias.

ADAMS; WOODWARD; CRANE; HOLLOWAY (1958) apresentaram um método para discriminação de ^{51}Cr e ^{131}I . A instrumentação empregada incluía um detector de cintilação sólido operando dois analisadores diferenciais de altura de pulso (amplitude).

ÖBRINK & ULFENDAHL (1959) mostraram a possibilidade de se determinar baixas atividades de isótopos radioativos em misturas, com um analisador monocanal. Foram feitas aplicações do método em misturas de $^{51}\text{Cr} + ^{131}\text{I}$ e $^{22}\text{Na} + ^{42}\text{K}$. As taxas de contagens obtidas em dois canais são colocadas num sistema de duas equações e a quantidade de cada isótopo é calculada.

COVELL (1959) desenvolveu um método para determinação da atividade de radioisótopos em misturas a partir de dados obtidos com um analisador multicanal. Da base do fotopico é subtraída a área de um trapézio, área esta que pode representar as contagens devidas a contribuição Compton de outras energias. Este método teve muita aplicação na análise de espectros gama obtidos por ativação de neutrons (FER & FOURCY, 1969; JOHANSEN & STEINNES, 1969).

BILL; ÖBRINK; UNFENDAHL (1959) fizeram uma simplificação no método algébrico descrito por ÖBRINK & ULFENDAHL (1959). Descreveram um circuito analógico para computar os dados espectrométricos obtidos, resolvendo automaticamente o sistema de duas equações.

GILBERT (1960), fazendo estudos sobre estimativa simultânea de vários radioisótopos, apresentou um método baseado na detecção de partículas beta e raios gama. Relatou o caso dos radioisótopos ^{59}Fe e ^{32}P e o uso de dois detectores, cintilação sólida e Geiger-Muller. Uma extensão é feita para outros casos.

WALKER; SPARLING; MERCER (1961) descreveram um método para detecção de ^{51}Cr e ^{59}Fe em misturas contendo esses dois isótopos, usando um cintilador sólido. Através do uso adequado da alta voltagem, pode-se selecionar um ou outro radioisótopo, sendo a conta-

gem acumulada em um escalímetro ("scaler") com discriminador de entrada.

ELLEMAN; HOWES Jr.; SUNDERMAN (1961) descreveram uma técnica simples aplicada em misturas de ^{134}Cs e ^{137}Cs , com um espectrômetro gama monocanal. Foram selecionados dois canais onde as misturas e amostras padrões de ^{134}Cs e ^{137}Cs são contadas. Duas equações simultâneas são resolvidas para determinação da quantidade de cada radioisótopo na mistura.

SALMON (1961) e *HEATH (1962)* utilizando um analisador monocanal descreveram o método dos quadrados mínimos para análise de espectro de raios gama que pode ser usado para aqueles radioisótopos cujos fotopicos são superpostos. *SALMON (1963)* discutiu a validade do método, apresentando resultados com precisão e as fontes de erro.

DeHAAN Jr.; LEVENTHAL; BENSON (1965) fizeram estudos comparativos de alguns métodos para resolução de espectros gama: método da subtração sucessiva ("stripping"), método das equações simultâneas e método dos quadrados mínimos. Estes métodos foram testados empregando-se misturas de $^{40}\text{K} + ^{137}\text{Cs}$, $^{59}\text{Fe} + ^{60}\text{Co}$ e $^{65}\text{Zn} + ^{54}\text{Mn} + ^{137}\text{Cs}$.

PRESSMAN & PRESSMAN (1965) desenvolveram programas para calcular as quantidades de cada radioisótopo em experimentos marcados com dois ou três radioisótopos. Os programas foram testados usando-se amostras duplamente marcadas com ^{131}I e ^{125}I e triplamente marcadas com ^{131}I , ^{125}I e ^{130}I , elementos estes de particular importância nos estudos de imunquímica. Os programas foram escritos em Fortran II e IV para serem usados com os computadores IBM 1620, 7040, 7044, etc.

TANAKA (1965) descreveu um método gráfico de determinação da janela ótima de um analisador diferencial, aplicado a detecção de baixa atividade de um único radioisótopo, quando a radiação de

fundo e o espectro da amostra são conhecidos.

HEATH (1966) examinou com detalhes os métodos para análise de espectros complexos de raios gama obtidos com detectores de NaI (Tl) e Ge(Li). São desenvolvidos programas computacionais para análise dos espectros complexos.

PHILLIPS; STEWART; ATHEY (1966) escreveram um programa em linguagem Fortran II e Fortran IV para computadores IBM 1620 e 7040-1401, respectivamente, para análises de espectros de raios gama pelo método dos quadrados mínimos. O método é acurado, de acordo com os desvios padrões estimados e é sensível para ser usado na análise de rotina de espectros de raios gama de amostras de baixa atividade.

BROWN & DAVIS (1968), usando detector NaI(Tl) de 4,62 x 4,62 cm, automatizaram a análise de radioisótopos por espectrometria gama utilizando um programa de computação desenvolvido por *SALMON (1964)*. Resultados obtidos concordaram com aqueles após separação radioquímica.

LIEBSCHER & SMITH (1968) descreveram um método para interpretação de espectros gama que denominaram método de fração de pico. Consiste em determinar os pontos de inflexão da curva obtida pelo espectrômetro gama e traçar-se uma linha reta entre os pares de pontos de inflexão. Esta linha reta é subtraída ponto por ponto da curva acima dela e as diferenças são somadas dando a área da fração de pico calibrada. Os resultados encontrados são comparados com os obtidos pelo método de *COVELL (1959)*.

PALMER (1968) apresentou um programa em linguagem Fortran IV que localiza fotopicos e mede a energia do pico de espectros de raios gama obtidos de um analisador multicanal. O programa é desenvolvido para analisador multicanal de grande capacidade conectado a um detector de Ge(Li) de alta resolução.

PRUITT; PRESTWOOD; PARKER (1968) empregaram o método dos

quadrados mínimos para resolução de espectro gama complexos obtidos com detectores NaI(Tl). O método é aplicável para determinação de um único radioisótopo e em misturas complexas. Correlações são feitas entre dados obtidos por resolução espectral e por análises radioquímicas convencionais.

KEEFER; GOODWIN; ENNIS (1969) desenvolveram um programa para pequeno computador, para resolução de espectro gama composto de nove ou mais radioisótopos; o uso de computador para solução de nove equações diminui consideravelmente o tempo gasto e minimiza os possíveis erros que podem ser introduzidos.

KOLLÁR; CHORVÁT; KLEMOVA (1970) descreveram uma técnica para determinação de ^{59}Fe e $^{144}\text{Ce} + ^{144}\text{Pr}$ em misturas, com um espectrômetro gama monocanal onde duas janelas são selecionadas. As atividades dos radioisótopos são calculadas resolvendo duas equações simultâneas.

LOPES & GRAHAM (1970), empregando simultaneamente ^{54}Mn , ^{65}Zn , ^{59}Fe , determinaram por troca isotópica a concentração de equilíbrio de manganês, ferro e zinco na solução do solo e a reserva destes elementos na fase sólida de solos do México. A atividade das amostras foi determinada empregando-se um espectrômetro gama multicanal com um cristal NaI(Tl) de 5 x 5 pol. As atividades de ^{54}Mn ; ^{65}Zn e ^{59}Fe foram calculadas pelo método de razão de canal. Estes autores (*LOPES & GRAHAM, 1972*) usaram a mesma técnica para determinação do reservatório label de solos e posteriormente (*LOPES & GRAHAM, 1973*) para estudos de absorção por plantas de *Trifolium repens*.

VEGLIA & KECKES (1971) examinaram técnicas e procedimentos para aplicação simultânea de ^{54}Mn , ^{57}Co , ^{59}Fe e ^{65}Zn como traçadores em experimentos biológicos. Na resolução do espectro composto foi empregado o método das equações simultâneas, baseando-se no cálculo matricial.

AGUDO (1973) usou um computador Hewlet Packard 9810-A na solução de espectros gama obtidos nas análises por ativação. Três diferentes programas foram desenvolvidos: a) cálculo da energia de área dos picos obtidos; b) cálculo de concentração e c) análise de curvas de decaimento.

LIMA & ATALLA (1973) apresentaram um programa em linguagem básica para análise de espectros gama obtidos por intermédio de detectores de Ge(Li) e registrados em analisadores multicanais acoplados a minicomputadores. O programa localiza os picos e determina as energias dos raios gama detectados, calcula as áreas dos picos e os desvios padrões.

FURLER & POPPE (1974) discutiram, com fundamentos estatísticos, a escolha da largura da janela em função do poder de resolução e da energia do gama usado. Compara 19 diferentes conjuntos cristal-fotomultiplicadora e mostra resultados calculados para energias deste 0,32 e 2,0 MeV.

SINGH & STEENBERG (1974) estudaram a interação do manganês e zinco em plantas de milho e cevada, usando ^{54}Mn e ^{65}Zn simultaneamente, determinando suas atividades por espectrometria gama.

3. FUNDAMENTOS

3.1. Interação da radiação gama com a matéria

Quando um raio gama atinge um material pode interagir principalmente por três mecanismos: efeito Compton, efeito fotoelétrico e produção de par (*PRICE, 1958; CROUTHAMEL, 1960; BIRKS, 1964; MAFRA, 1970; O'KELLEY, 1970; TANARRO SANZ, 1970*).

O efeito Compton, representado esquematicamente na Figura 1, é uma colisão elástica entre um fóton de raio gama e um elétron que está essencialmente livre (ou seja, a energia do fóton é muito maior que a energia de ligação do elétron no átomo). O fóton incidente de energia $E = h\nu$ (onde h é a constante de Planck, ν é a frequência) colide com um elétron considerado inicialmente em repouso. O elé-

tron recua com energia T_c fazendo um ângulo ϕ com a direção do raio gama incidente; o fóton espalhado tem uma energia reduzida $E' = h\nu'$, e é espalhado de um ângulo θ da direção do foton incidente. Aplicando-se os princípios de conservação da energia e do momento para a colisão, as seguintes relações podem ser tiradas (BIRKS, 1964):-

$$E' = \frac{E}{1 + \alpha (1 - \cos \theta)}$$

onde $\alpha = E/m_0 c^2$, sendo $m_0 c^2 = 0,51 \text{ MeV}$. A energia do elétron Compton recuado é:

$$T_c = E - E' = \frac{\alpha E (1 - \cos \theta)}{1 + \alpha (1 - \cos \theta)}$$

As energias dos elétrons recuados nas colisões Compton variam de zero ($\theta = 0^\circ$, $\phi = 90^\circ$) até um valor máximo T_{cm} ($\theta = 180^\circ$, $\phi = 0^\circ$) dado por:

$$T_{cm} = \frac{E}{1 + \frac{1}{2\alpha}}$$

A máxima energia dos elétrons Compton recolhidos, T_{cm} , é conhecida como corte Compton ("Compton edge").

O efeito fotoelétrico pode ocorrer se o elétron está inicialmente ligado num átomo. No processo fotoelétrico um fóton de energia E incide sobre um átomo e é absorvido, sendo um elétron (fotoelétrico) ejetado do átomo, usualmente da camada K ou L, com uma energia:

$$T_p = E - B_e$$

onde B_e é a energia de ligação do elétron. A energia B_e subsequente aparece como raios X característico e elétrons Auger, devido ao preenchimento da vacância deixada pela ejeção de um elétron. Esta energia B_e é usualmente absorvida pelo cristal cintilador, de modo que no processo fotoelétrico toda energia do fóton incidente é absorvida pelo material.

A produção de par, esquematizada na Figura 2, ocorre quando a energia E do fóton incidente excede $2 m_0 c^2 = 1,02$ MeV. Neste processo, que ocorre somente no campo de uma partícula carregada, normalmente do núcleo, o fóton é completamente absorvido e sua energia convertida em energia de massa de repouso ($2 m_0 c^2$) e energia cinética T_{pp} de um par elétron-positron. A energia cinética total do par é:

$$T_{pp} = E - 2 m_0 c^2$$

No final de seu percurso, o positron interage com um elétron, produzindo dois "quanta" de radiação devido à aniquilação, cada uma com energia 0,51 MeV. Um ou ambos destes fótons da aniquilação podem escapar (escape simples ou escape duplo) ou podem ser absorvidos pelo cintilador pelos processos Compton ou fotoelétrico.

3.2. Detector de cintilação

Quando um raio gama interage, por um dos três processos acima descritos, com certas substâncias denominadas de fluors, uma pequena cintilação (fótons visíveis) é produzida. O processo de transformação de raios gama em fótons visíveis constitui o princípio de operação dos detectores de cintilação.

O detector geralmente usado para radiação gama é o cristal

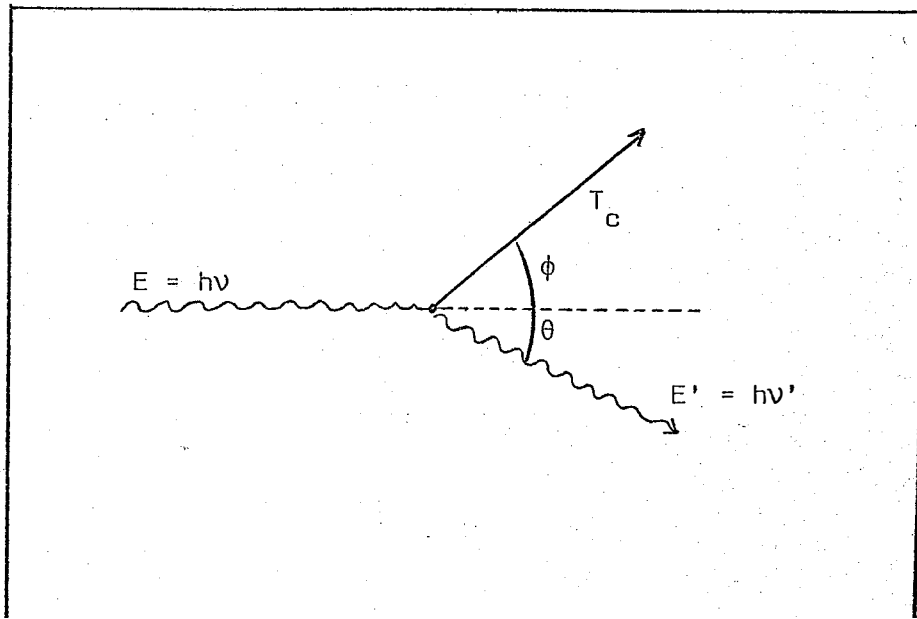


Figura 1 - Representação esquemática do processo efeito Compton.

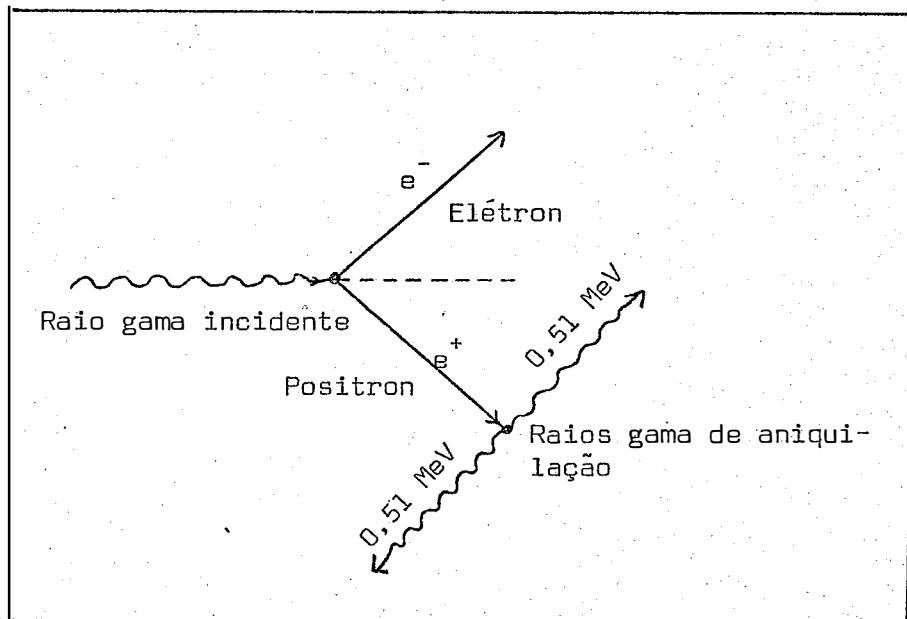


Figura 2 - Produção de um par elétron-positron e aniquilação sucessiva deste último.

de iodeto de sódio contendo traços de tálio, cristal NaI(Tl) (BLANC; COMMANAY; TEYSSIER, 1969). A grande vantagem de se usar o cristal NaI(Tl) é sua grande densidade ($d = 3,667$). O uso de absorvedores mais densos implica na maior taxa de absorção e portanto maior eficiência de detecção. Na Figura 3, está esquematizada a transformação de raio gama em fótons visíveis no cristal cintilador.

Uma grande porção da luz produzida pelas cintilações é transmitida para o fotocátodo de um tubo fotomultiplicador que está ópticamente acoplado ao cristal. Os fotoelétrons emitidos pelo fotocátodo são multiplicados pelos dinodos da fotomultiplicadora por meio de emissão secundária da seção multiplicadora de elétrons do tubo. (A Figura 4 ilustra o espectro de emissão de um cristal NaI(Tl) e a sensibilidade espectral do fotocátodo). Um pulso de corrente chega ao anodo, resultando um pulso de voltagem que será amplificado, analisado e posteriormente contado. A amplitude do pulso é proporcional ao número de fótons produzidos no cristal, que por sua vez é proporcional a energia da radiação gama liberada no cristal.

No cristal de NaI(Tl), o efeito fotoelétrico é predominante para raios gama com energia menores que 260 keV e o efeito Compton para energias entre 260 e 6900 keV. A produção de par adquire importância somente para raios gama com energia maiores que 6900 keV (ATTIX & ROESCH, 1968). A Figura 5 mostra os coeficientes de absorção devido aos três fenômenos em função da energia da radiação gama.

3.3. Analisador de amplitude de pulso

Então, quando um raio gama é absorvido pelo cristal cintilador, a intensidade da luz produzida é proporcional a energia dissipada da radiação gama e esta é, portanto, proporcional a amplitude do pulso de saída do sistema detector. Isto permite o estudo da

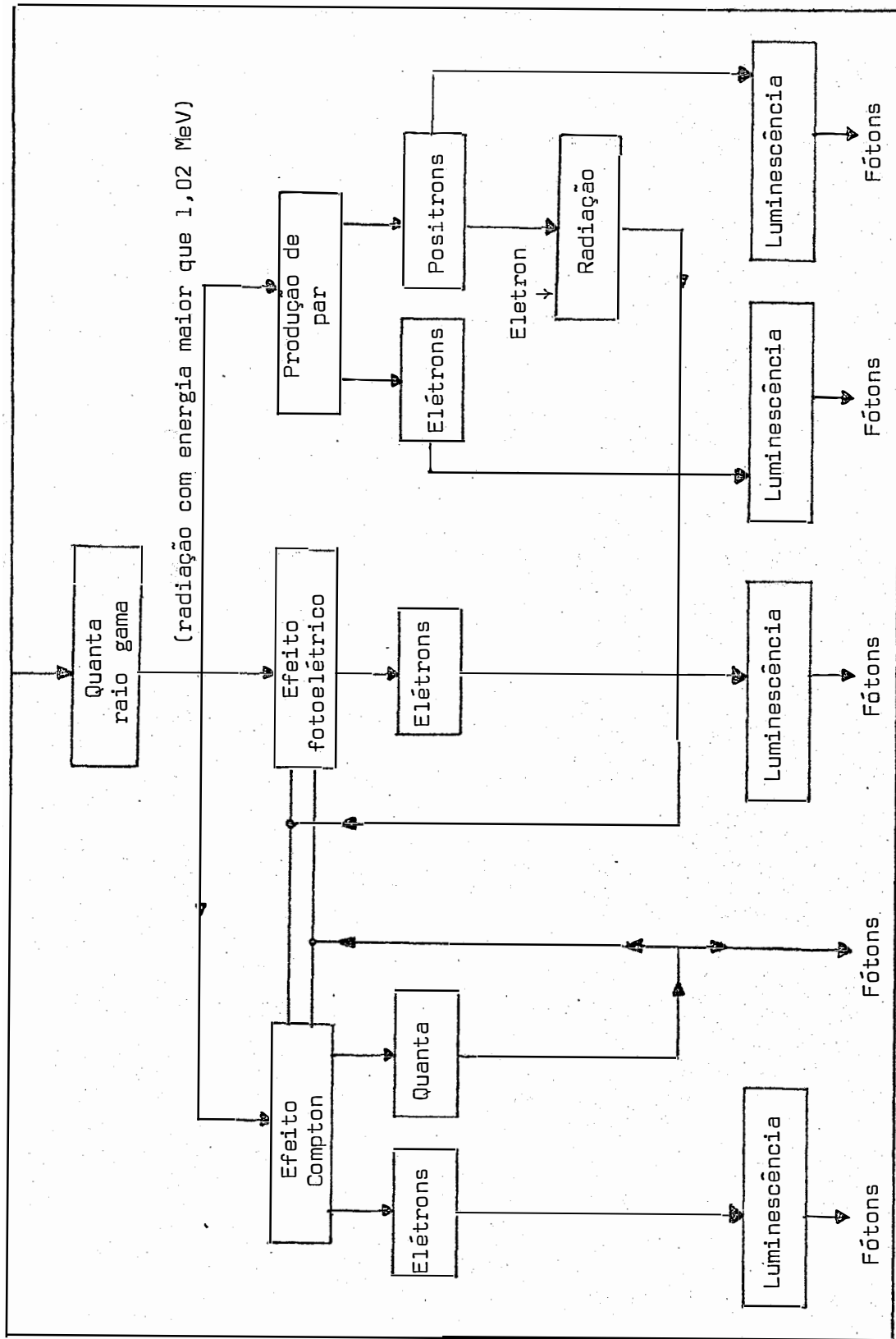


Figura 3 - Esquema dos mais importantes processos para transformação de raio gama em fótons da região do visível, em cristal cintilador NaI(Tl).

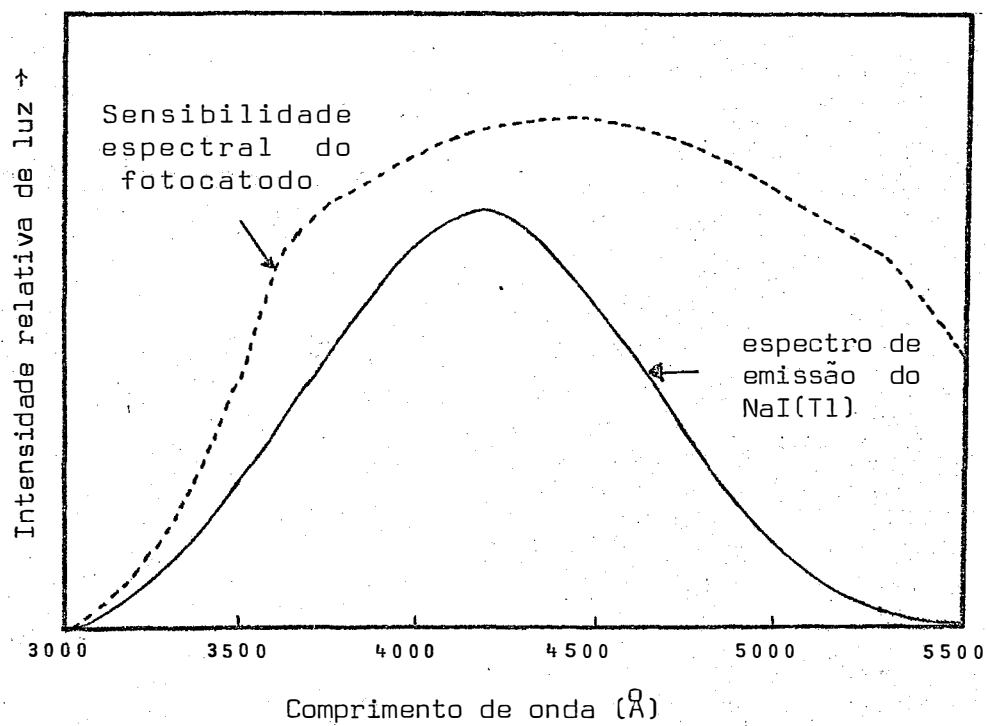


Figura 4 - Comparação entre o espectro de emissão do NaI(Tl) e a sensibilidade espectral do fotocátodo (WANG & WILLIS, 1965).

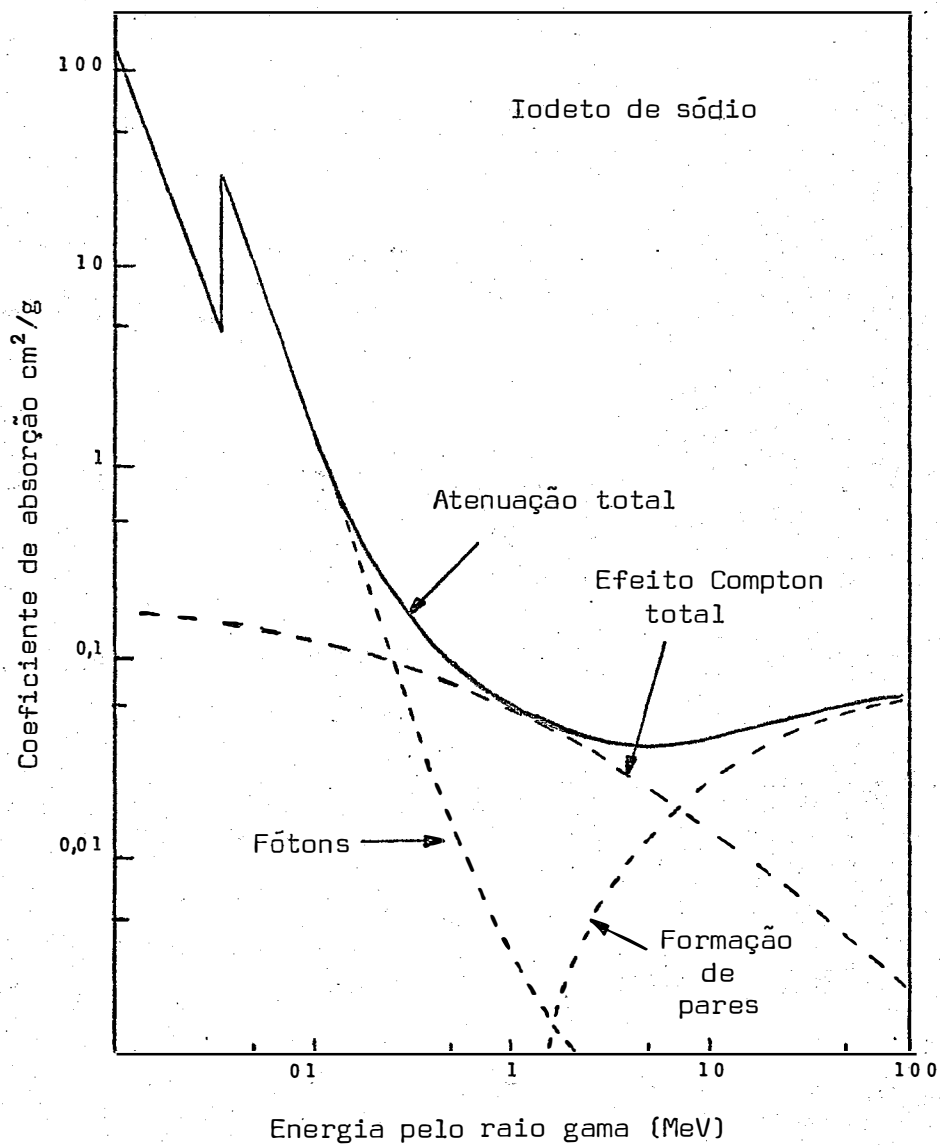


Figura 5 - Coeficientes de atenuação do efeito Compton, efeito fotoelétrico e produção de pares para NaI em função da energia da radiação gama (ATTIX & ROESCH, 1968).

distribuição espectral da radiação gama. Dois tipos de distribuição espectral são possíveis: a integral e a diferencial (*WANG & WILLIS, 1965*).

Numa curva integral de distribuição de energia, a taxa de ocorrência de partículas $N(E)$ com energia igual ou maior do que E é colocada em função da energia E . Numa curva diferencial dN/dE é colocada em função da energia E . Este último tipo de curva de distribuição é o mais frequente.

As curvas de distribuição de energia podem ser obtidas medindo-se a distribuição da amplitude de pulso na saída do sistema detector. O instrumento capaz de discriminar a distribuição é chamado analisador de amplitude de pulso. A Figura 6 mostra um diagrama de blocos de um instrumento deste tipo.

O analisador diferencial é constituído de dois analisadores de amplitude de pulso: um que discrimina pulsos maiores do que E e outro que discrimina os pulsos maiores do que $E + \Delta E$. Um circuito de coincidência deixa passar os pulsos não coincidentes, possibilitando a contagem somente dos pulsos de amplitude entre E e $E + \Delta E$. Este intervalo ΔE é chamado de janela do analisador (ou canal de contagem).

Portanto, no analisador diferencial somente os pulsos cujas amplitudes estão entre E e $E + \Delta E$ é que são contados. Variando-se os níveis dos discriminadores e mantendo-se fixa a janela ΔE , pode-se determinar diretamente o espectro diferencial de pulsos de $\Delta N/\Delta E$ versus E . Adotando-se um ΔE tão pequeno quanto possível, pode-se obter uma curva diferencial de amplitude de pulso que pode ser usada para determinar o espectro de energia das radiações gama incidentes.

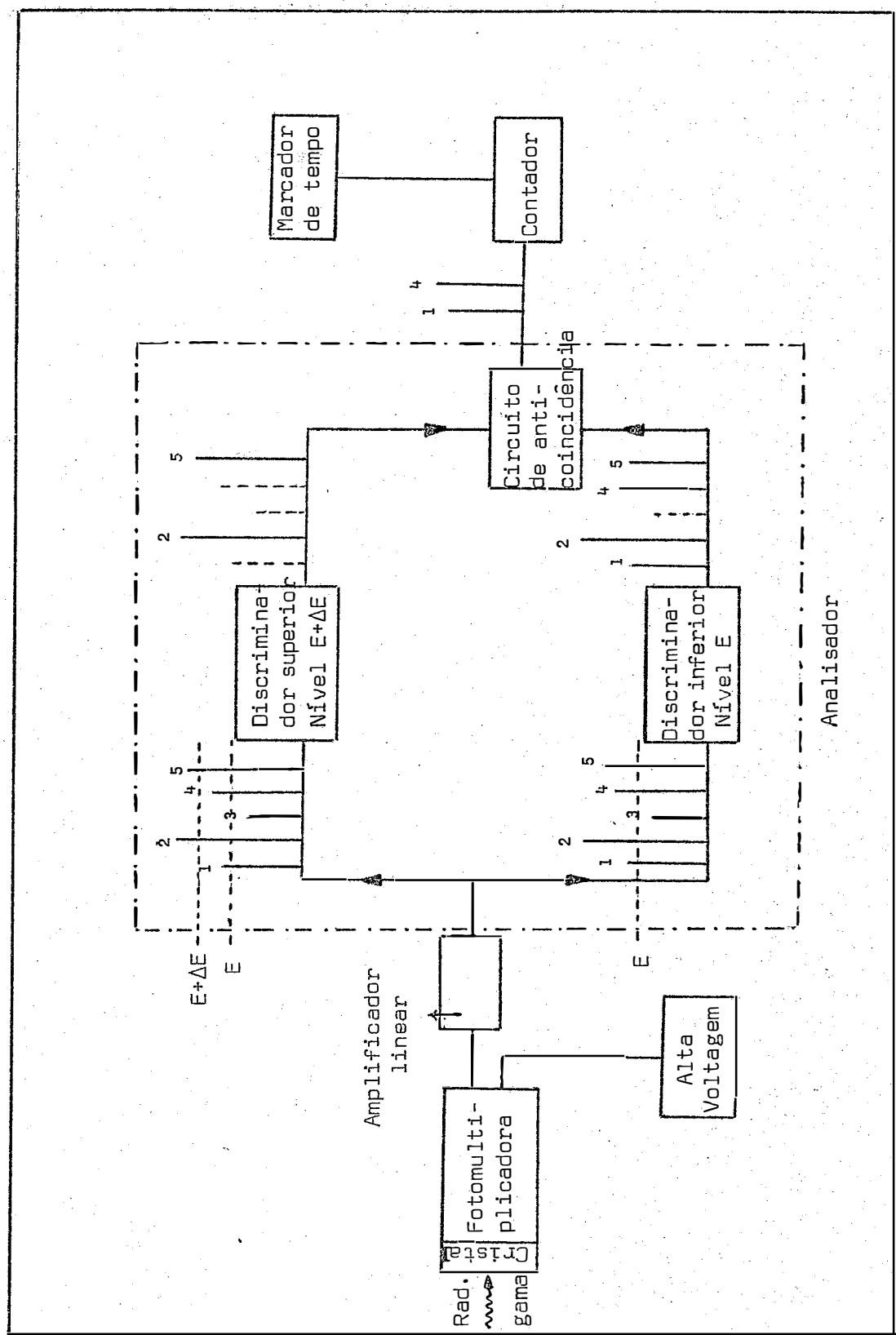


Figura 6 - Diagrama de blocos de um analisador diferencial de altura de pulso.

3.4. O espectro de energia

A Figura 7 mostra os espectros obtidos para ^{137}Cs com cristais de NaI(Tl) de três diferentes dimensões. Todos os espectros estão normalizados com o fotopico. Estão representados o fotopico, a distribuição Compton e o pico de retroespalhamento ("backscatter"). Este pico é causado pela radiação gama que passa através do cristal sem interação. No entanto, é espalhada de um ângulo de 180° pelas partes do sistema detector e sendo posteriormente absorvida pelo cristal. A energia E_r do pico de retroespalhamento pode ser calculada (CHASE & RABINOWITZ, 1968):

$$E_r = E - T_{cm}$$

onde E é energia do raio gama e T_{cm} é o corte Compton (item 3.1).

Nota-se pela Figura 7, que a medida que o tamanho do cristal aumenta, a distribuição Compton torna-se uma menor fração do total. A razão entre a altura do fotopico e da distribuição Compton é aproximadamente duas vezes maior para um cristal de 3 x 3 pol. do que para um cristal de 2 x 2 pol., ou 1,5 x 1 pol. Portanto, quanto maior for o cristal, mais fótons serão absorvidos totalmente por ele.

Os raios gama absorvidos totalmente pelo cristal produzem pulsos de corrente na saída do tubo fotomultiplicador que teoricamente deveriam ter a mesma amplitude. No entanto os pulsos de saída tem uma distribuição em amplitude que assemelha-se a uma curva gaussiana (FRIEDLAND, KENNEDY, MILLER, 1966; O'KELLEY, 1970). Esta distribuição é devida em parte às flutuações na eficiência de conversão de luz em fotoelétrons e em parte atribuída à variação na razão de emissão secundária no tubo fotomultiplicador.

A distribuição da altura de pulso pode ser expressa em termos de resolução $R\%$ (OVERMAN & CLARK, 1960), que é a largura do fo-

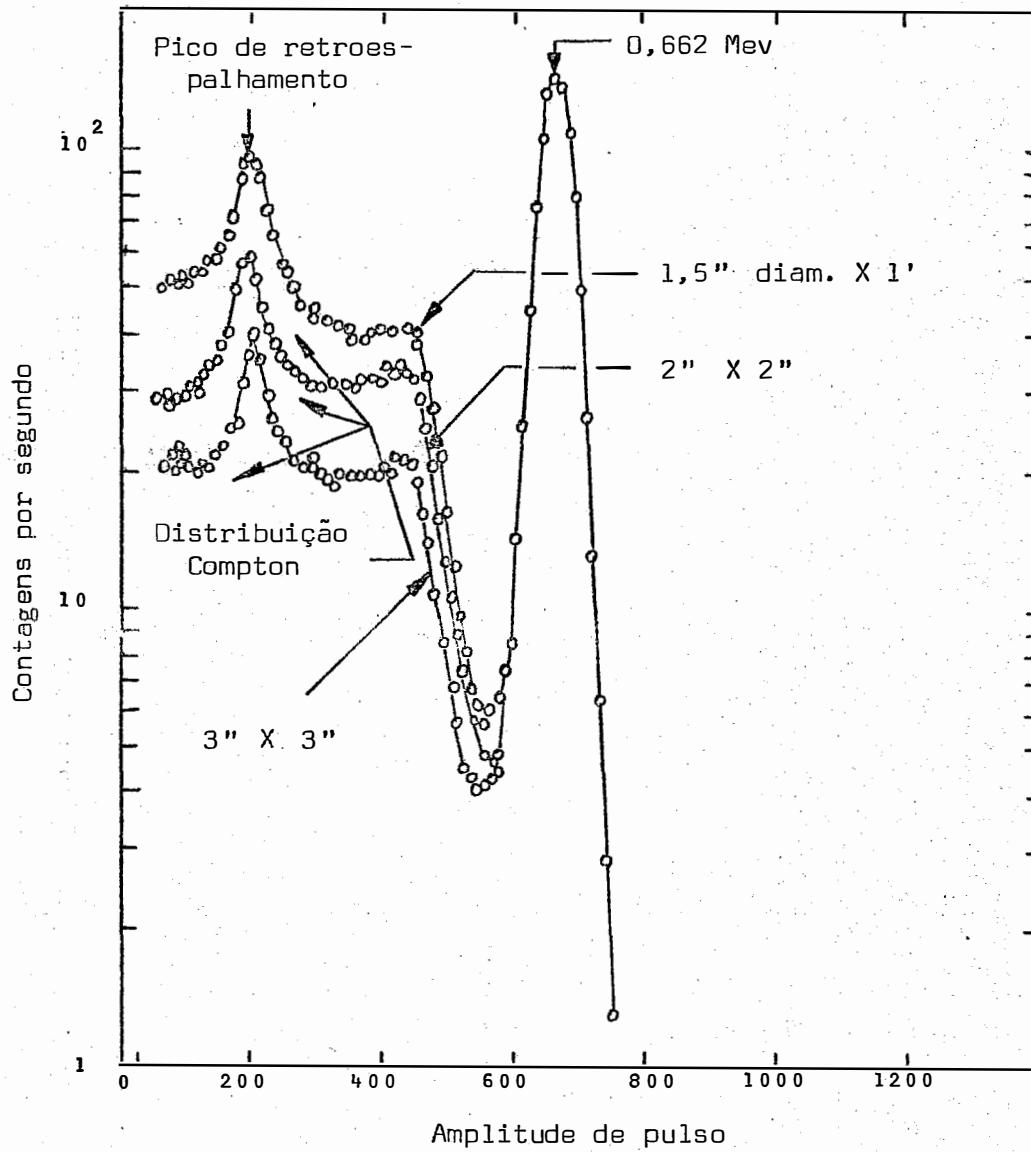


Figura 7 - Espectros obtidos com uma fonte de ¹³⁷Cs, com cristais de NaI(Tl) de 3 dimensões (HEATH, 1957).

topico na metade do seu máximo (Figura 8). A resolução R, em porcentagem, é calculada pela expressão:

$$R\% = \frac{\Delta H}{H} \cdot 100$$

onde:

H = amplitude do pulso correspondente ao máximo da taxa de contagem relativa;

ΔH = intervalo de amplitude de pulso entre os pontos na metade do valor máximo.

Existem também numerosos fatores que podem fazer decrescer a capacidade de resolução do detector de cintilação e dentre outros, destaca-se imperfeições óticas no cristal, não uniformidade do fotocátodo, instabilidade na fotomultiplicadora, flutuações na alta voltagem aplicada a fotomultiplicadora e ruído excessivo na fotomultiplicadora.

3.5. Abertura da janela e a razão S/B

Na figura 9, o pico de absorção total está esquematizado como uma curva de distribuição normal, onde E é a energia da radiação gama.

Num espectro de raios gama, a area sob a curva é proporcional ao número de contagens. Ainda na Figura 9, tomando-se uma janela de abertura ΔE e centrando-a no pico E, os pulsos contados estarão entre $E - \frac{1}{2} \Delta E$ e $E + \frac{1}{2} \Delta E$ e o número de pulsos contados é proporcional a área $A_{\Delta E}$ sob a curva limitada pelos valores acima.

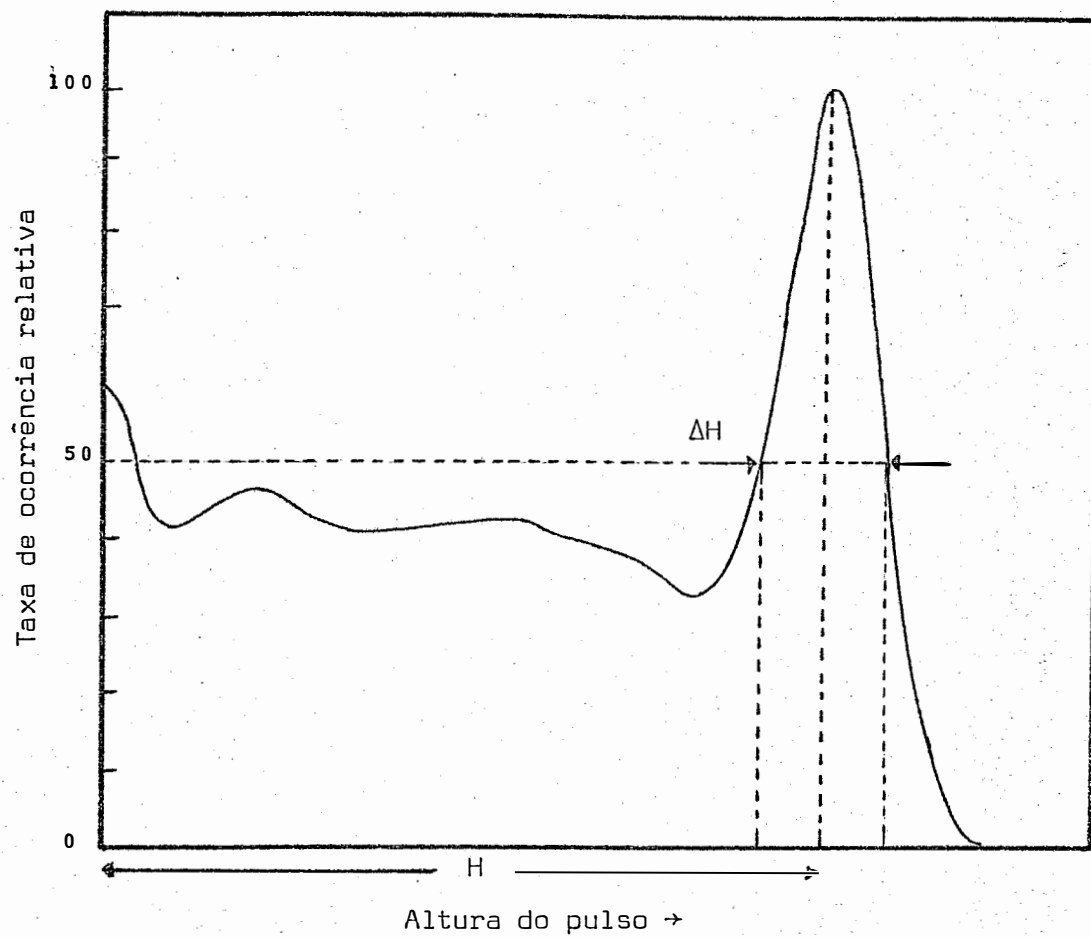


Figura 8 - Curva de distribuição da altura de pulso: a resolução R% é usualmente calculada pela expressão $(\Delta H/H) 100\%$.

Tomando-se agora uma janela dobrada, $2 \Delta E$, e mantendo-a centrada em E , os pulsos contados estarão entre $E - \Delta E$ e $E + \Delta E$ e o número de pulsos contados é proporcional a área $A_{2 \Delta E}$ sob a curva entre os limites acima.

Considerando-se aberturas de janela $3 \Delta E$, $4 \Delta E$, $n \Delta E$, sendo $n \Delta E$ a janela que abrange todo o fotopico, e as respectivas contagens, pode-se construir um gráfico, contagem obtida versus abertura de janela. A contagem relativa, proporcional a área sob a curva, pode ser estimada integrando-se a curva de distribuição normal a partir do seu ponto máximo:

Outro aspecto importante que deve ser considerado é quanto ao ruído de fundo de um espectrômetro. Ruído são pulsos de baixa amplitude que interferem na detecção de raios gama de baixa energia. Portanto, ele é alto para baixas energias e vai decrescendo para energias mais altas (*TANAKA, 1965*). Assim, o espectro da radiação de fundo está esquematizado na Figura 10. No fotopico, a área sob a curva da radiação de fundo aproxima-se de um retângulo. Neste caso, aumentando-se a janela sob o fotopico, a taxa de contagem da radiação de fundo aumentará proporcionalmente.

Na Figura 11 estão mostrados os gráficos da contagem relativa versus abertura da janela para fotopico (obtida por integração da curva de distribuição normal) e para radiação de fundo. A curva de contagem no fotopico é crescente tendendo a um valor constante que é a área total sob o fotopico. A curva da contagem da radiação de fundo é linear com a abertura da janela.

A razão entre contagem no fotopico S e a contagem da radiação de fundo B , S/B , está colocada em função da abertura da janela sob o fotopico na Figura 12. Vê-se por ela que a medida que se diminua a abertura da janela do espectrômetro, aumenta-se a razão S/B .

Conseguir-se uma razão S/B alta por meio do controle da ja-

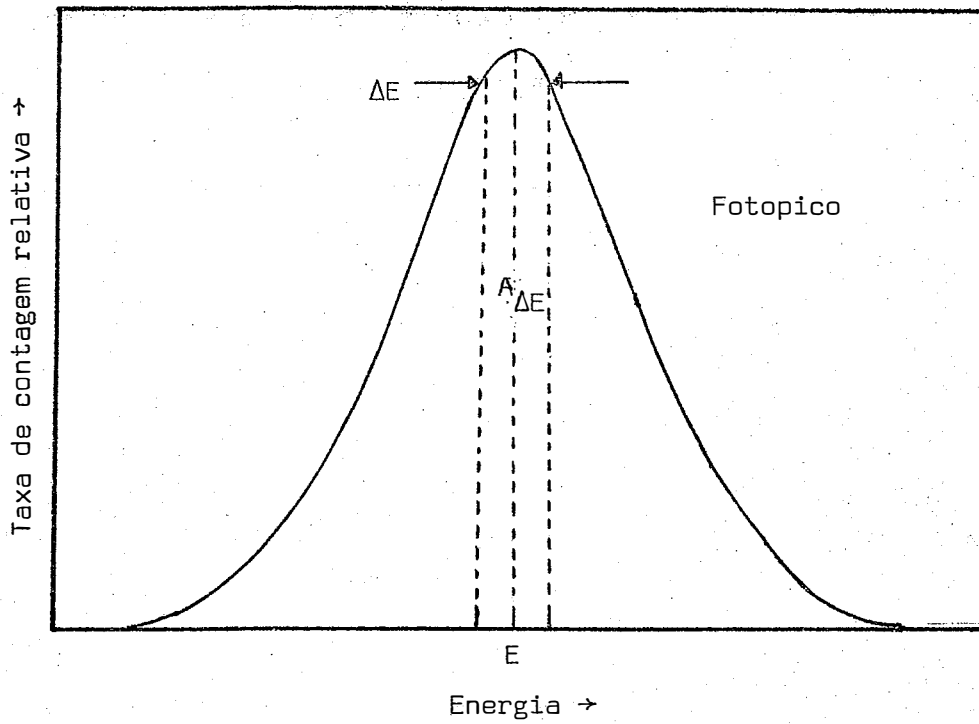


Figura 9 - Forma esquemática do fotopico. E é a energia do raio gama, ΔE é a largura da janela com o centro em E , e $A_{\Delta E}$ é a área sob o pico limitada pela janela ΔE .

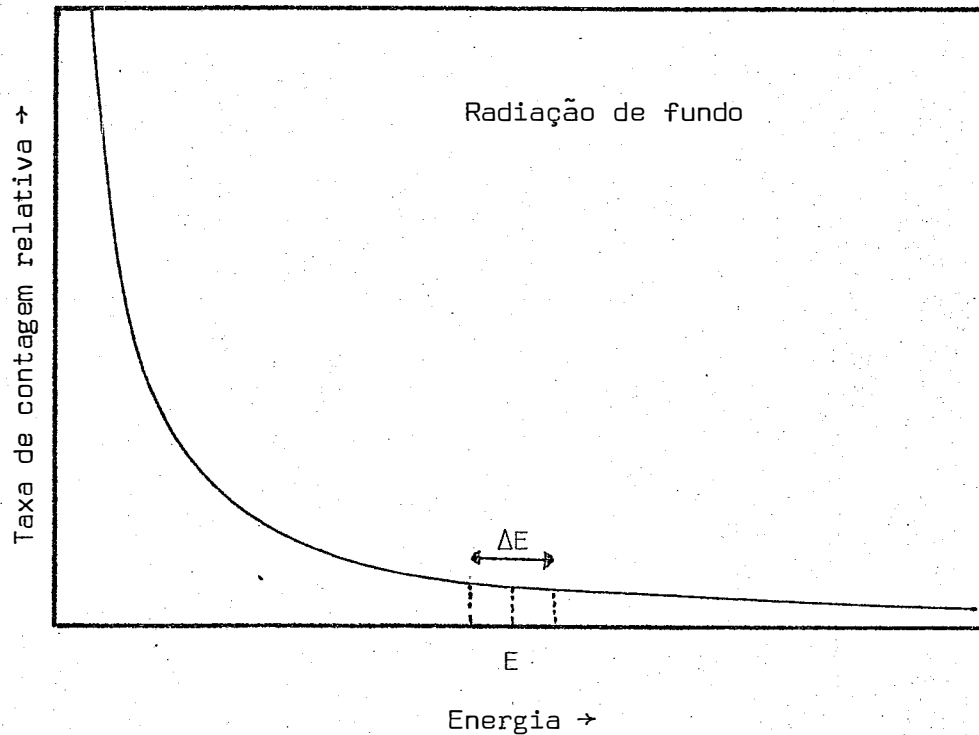


Figura 10 - Forma esquemática do espectro da radiação de fundo de um espectrômetro gama.

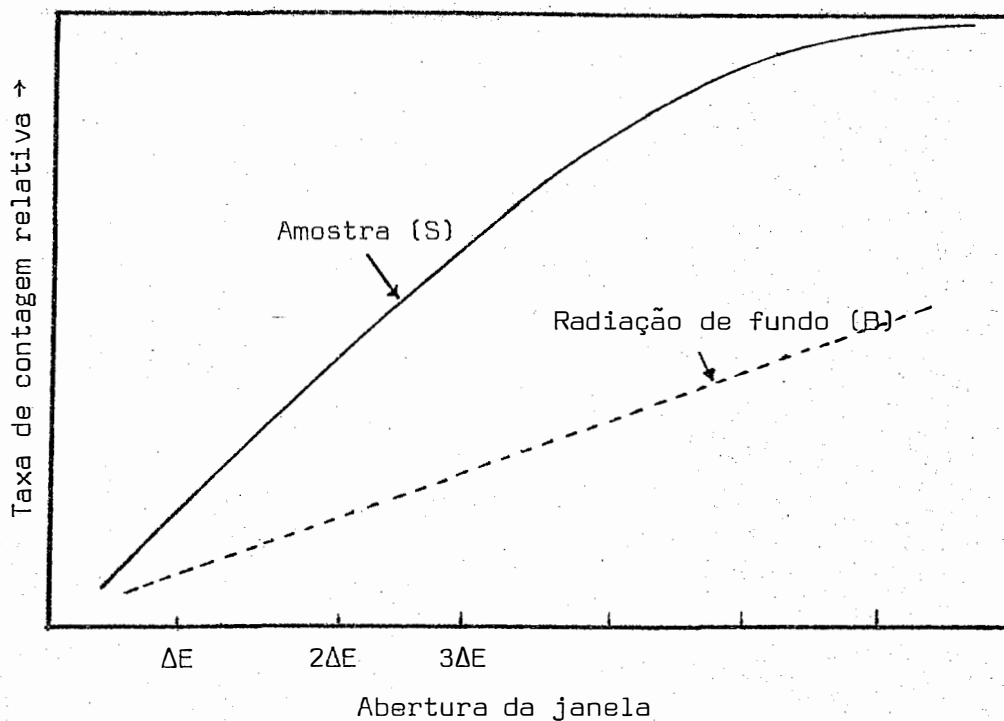


Figura 11 - Taxa de contagem no fotopico e da radiação de fundo em função da abertura da janela centrada no ponto máximo E da curva do fotopico.

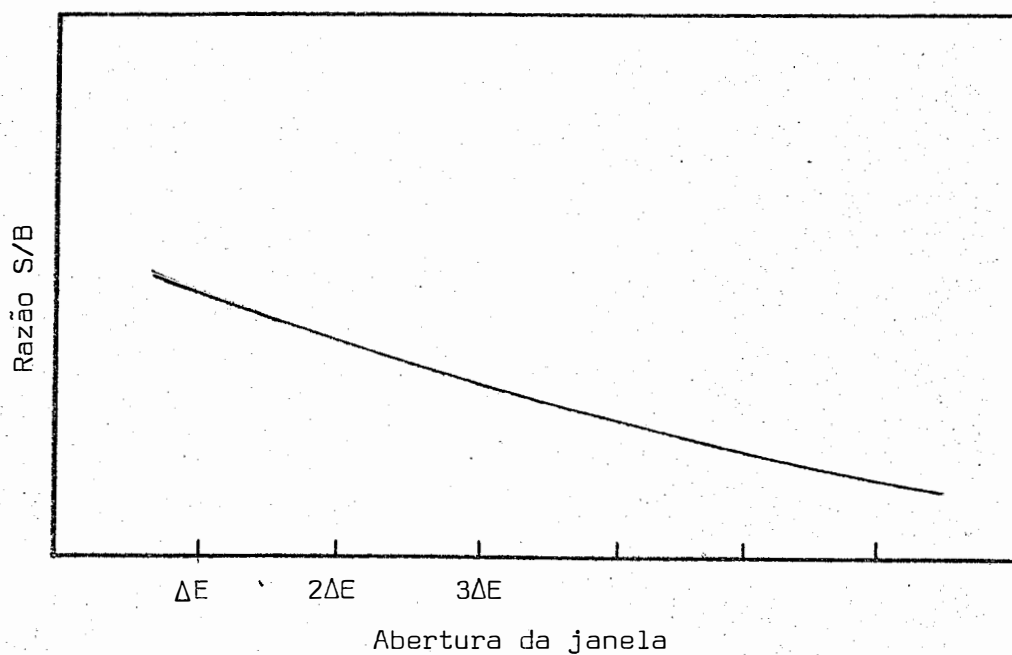


Figura 12 - Razão sinal - radiação de fundo (S/B) em função da abertura da janela sob o fotopico.

nela do espectrômetro significa uma melhoria das condições de contagem, visto que a radiação de fundo terá sua influência diminuída. No entanto, deve-se observar que o fechamento da janela, embora beneficie a razão S/B, acarreta uma diminuição na taxa de contagem; além do mais, quando uma janela é muito estreita, pequenas flutuações no fotopico acarretam variações significativas na taxa de contagem.

3.6. Determinação de três radioisótopos emissores gama pelo método das equações simultâneas

Cada radioisótopo emissor gama possui um espectro característico. Uma amostra contendo três radioisótopos emissores gama possui um espectro composto. Resolver um espectro composto significa determinar a atividade de cada um dos radioisótopos.

Segundo *VEGLIA & KECKES (1971)*, o espectro composto para três radioisótopos cujas energias defiram pelo menos 20%, pode ser resolvido determinando-se contagens nos três fotopicos, as radiações de fundo correspondentes e as contribuições fracionais de cada radioisótopo nos fotopicos selecionados dos outros. Este método pode ser aplicado quando se pretende resolver misturas contendo ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe . Um sistema de três equações simultâneas pode ser montado:

$$N_m = M + f_{mZ} Z + f_{mF} F$$

$$N_Z = f_{Zm} M + Z + f_{Zf} F$$

$$N_f = f_{fm} M + f_{fZ} Z + F$$

onde, respectivamente,

$$N_m, N_Z \text{ e } N_f = \text{contagens líquidas nos fotopicos do } ^{54}\text{Mn}, \\ ^{65}\text{Zn e } ^{59}\text{Fe};$$

M, Z e F = contagens líquidas nos fotopicos do ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe considerando um determinado radioisótopo;

z_m^f e m_z^f = contribuições fracionárias do ^{65}Zn e ^{59}Fe para o fotopico do ^{54}Mn ;

z_m^f e z_f^f = contribuições fracionais do ^{54}Mn e ^{59}Fe para o fotopico do ^{65}Zn ;

f_m^f e f_z^f = contribuições fracionais do ^{54}Mn e ^{65}Zn para o fotopico do ^{59}Fe .

O determinante principal do sistema é:

$$\Delta = \begin{vmatrix} 1 & m_z^f & m_f^f \\ z_m^f & 1 & z_f^f \\ f_m^f & f_z^f & 1 \end{vmatrix}$$

e as soluções são:

$$Z = \frac{D_z}{\Delta} ; M = \frac{D_m}{\Delta} \quad \text{e} \quad F = \frac{D_f}{\Delta}$$

onde os valores de D_z , D_m e D_f são dados pelos determinantes:

$$D_z = \begin{vmatrix} 1 & N_m & m_f^f \\ z_m^f & N_z & z_f^f \\ f_m^f & N_f & 1 \end{vmatrix}$$

$$D_m = \begin{vmatrix} N_m & m^f_z & m^f_f \\ N_z & 1 & z^f_f \\ N_f & f^f_z & 1 \end{vmatrix}$$

$$D_f = \begin{vmatrix} 1 & m^f_z & N_m \\ z^f_m & 1 & N_z \\ f^f_m & f^f_z & N_f \end{vmatrix}$$

As contribuições fracionais são calculadas a partir das contagens líquidas dos fotopicos selecionados quando os padrões são separadamente contados. Portanto, a contribuição fracional do ^{54}Mn para o fotopico do ^{65}Zn (f_m) é a razão das contagens líquidas registradas na posição do fotopico do ^{65}Zn (x) e as contagens do fotopico do ^{54}Mn (y) quando somente o padrão de ^{54}Mn for contado.

Portanto:

$$z^f_m = \frac{x}{y}$$

As frações são consideradas constantes para um tempo relativamente longo, mas devido as oscilações do sistema detector, os padrões e a radiação de fundo devem ser contados antes e depois de cada série não maior do que dez amostras radioativas desconhecidas.

As contagens líquidas de ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe podem ser trans-
formadas em atividade com o uso da eficiência de detecção do cris-
tal cintilador para estes radioisótopos.

4. MATERIAL E MÉTODO

4.1. Instrumental

O espectrômetro gama monocanal usado neste trabalho é composto de:

1. Conjunto selado modelo 12AW12, fabricado pela Harshaw Chemical Company, constituído por um cristal NaI(Tl) de 3 x 3 pol. tipo poço (1 1/2 pol. de profundidade e 7/8 pol. de diâmetro) e um tubo fotomultiplicador tipo 8054.
2. Divisor de tensão ORTEC modelo 266.
3. Fonte de alta voltagem fixada em 1000 V, modelo 456.

4. Preamplificador ORTEC modelo 113.
5. Amplificador ORTEC modelo 451.
6. Analisador monocanal ORTEC modelo 730.
7. Contador ORTEC modelo 430 e marcador de tempo ORTEC modelo 719.

Os dados obtidos pelo analisador foram processados numa calculadora Hewlett-Packard modelo 9810 A.

4.2. Radioisótopos selecionados

Na escolha dos radioisótopos foram levados em consideração dois aspectos:

1. O espectro de energia de cada um deles, de forma a permitir a discriminação dos pulsos no espectro composto.
2. A utilidade no estudo de problemas agronômicos.

Dentro destes aspectos enquadram-se o ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe . As características principais destes três radioisótopos selecionados são mostrados na Tabela 1. A última coluna desta tabela (intensidade dos raios gama%) representa a fração de decaimento multiplicada por 100.

Tabela 1 - Algumas características dos radioisótopos ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe (WEAST, 1973).

| RADIOISÓTOPO | MEIA VIDA (dias) | DECAÍ- MENTO | RAIOS GAMAS (keV) | INTENSIDADE DOS RAIOS GAMA (%) |
|------------------|---------------------|-----------------|----------------------|-----------------------------------|
| ^{54}Mn | 303 | CE* | 834,795 | 100 |
| ^{59}Fe | 45,1 | β^- | 192,23 | 2,5 |
| | | | 1099,27 | 56 |
| ^{65}Zn | 243,6 | β^+ , CE* | 1291,58 | 44 |
| | | | 1115,51 | 50,6 |

* Captura de elétrons.

4.3. Energias selecionadas para detecção

Na Figura 13 estão esquematizadas as intensidades e energias dos raios gama principais do ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe (com os dados da Tabela 1).

A energia de 835 keV do ^{54}Mn não coincide com nenhuma das energias do ^{65}Zn e ^{59}Fe . Assim o ^{54}Mn foi detectado no fotopico de 835 keV.

O ^{59}Fe possui dois raios gama principais, 1099 keV e 1292 keV. O de energia de 1099 keV tem interferência com o de 1116 keV do ^{65}Zn , então a detecção do ^{59}Fe foi feita em 1099 keV quando na ausência do ^{65}Zn e 1292 keV na presença do ^{65}Zn .

O ^{65}Zn foi detectado em 1116 keV. Embora o ^{65}Zn seja emissor de β^+ , com conseqüente produção de radiação de 511 keV por aniquilação, essa emissão é de baixa intensidade, não sendo conveniente a sua utilização para detecção do ^{65}Zn .

Portanto, as energias selecionadas foram: para ^{54}Mn , 835 keV; para ^{65}Zn , 1099 keV; e para ^{59}Fe , 1099 keV (na ausência do ^{65}Zn) e 1292 keV (na presença de ^{65}Zn).

4.4. Razão S/B e seleção dos canais de contagens

Prepararam-se amostras de 1 ml contendo separadamente ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe , na forma de cloreto. Estas amostras eram de baixa atividade, ou seja, amostras com contagem ao nível de radiação de fundo. As determinações de taxas de contagem líquida (S) e da radiação de fundo (B) foram feitas em várias aberturas de posições da janela, nos fotopicos principais: ^{54}Mn em 835 keV; ^{65}Zn em 1116 keV e ^{59}Fe em 1099 keV e 1292 keV. Estas aberturas e posições de janelas são mostradas nas Tabelas 3, 4 e 5.

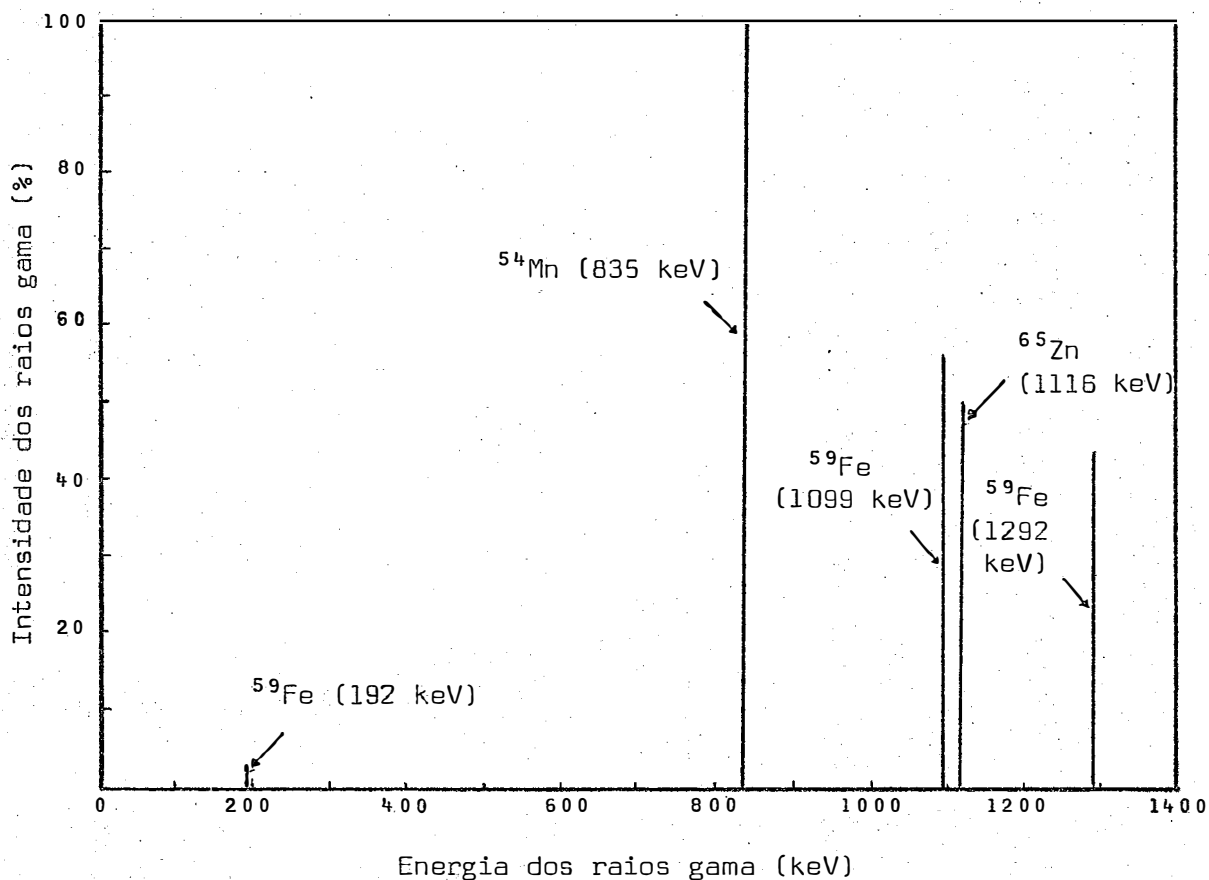


Figura 13 - Intensidades e energias dos raios gamas principais de ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe .

As razões S/B foram calculadas e o coeficiente de variação C% foi determinado pela expressão (OVERMAN & CLARK, 1960; GUINN, 1965):

$$C\% = \frac{100}{S} \sqrt{\frac{S + B}{t_s} + \frac{B}{t_b}}$$

onde t_s e t_b são tempo de contagem da amostra e tempo de contagem da radiação de fundo.

Neste experimento foi tomado $t_s = t_b = 10$ minutos. As condições que apresentaram maior S/B foram selecionadas como canais para contagem dos três radioisótopos.

4.5. Atividade mínima detectável

Após selecionados os canais para contagem do ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe foram calculadas as atividades mínimas detectáveis para cada radioisótopo através da equação (NASCIMENTO & WIENDL, 1972):

$$A = \frac{1 + 2C \sqrt{TB}}{eC^2T}$$

onde:

A = atividade mínima detectável.

C = coeficiente de variação da medida.

T = $t_s + t_b$, onde t_s é o tempo de contagem da amostra e t_b é tempo de contagem da radiação de fundo.

B = taxa de contagem da radiação de fundo.

e = eficiência do sistema de contagem.

O tempo total T disponível para contagem da amostra e radiação de fundo foi distribuído segundo a equação (CHASE & RABINOWITZ,

1968; KRUG, ANGELOCCI, NASCIMENTO, 1974):

$$\frac{t_s}{t_b} = \sqrt{\frac{S}{B}}$$

As eficiências do cristal NaI(Tl) utilizado, para os três radioisótopos, foram determinadas baseando-se em valores teóricos relatados por VERHEIJKE (1962).

4.6. Mistura de radioisótopos

Foram preparadas as seguintes amostras radioativas:

- a. 9 diferentes misturas de ^{54}Mn e ^{65}Zn .
- b. 9 diferentes misturas de ^{54}Mn e ^{59}Fe .
- c. 9 diferentes misturas de ^{65}Zn e ^{59}Fe .
- d. 8 diferentes misturas de ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe .

O volume final das amostras a, b e c foi 4 ml e das amostras d, 6 ml. As atividades de cada radioisótopo contidas nas misturas são apresentadas na Tabela 2. Juntamente com essas amostras foram preparadas amostras padrões (3 repetições) para cada radioisótopo.

4.7. Resolução do espectro composto

A contagem líquida correspondente a cada elemento contido nas amostras da Tabela 2 foi determinada resolvendo-se o espectro composto pelo método das equações simultâneas (item 2.5).

Tabela 2 - Atividades (nCi) de cada radioisótopo contidas nas diferentes misturas.

| Amostra | ^{54}Mn | ^{65}Zn | ^{59}Fe |
|---------|------------------|------------------|------------------|
| 1.a | 15,6 | 91,4 | - |
| 2.a | 15,6 | 47,4 | - |
| 3.a | 15,6 | 23,5 | - |
| 4.a | 7,0 | 91,4 | - |
| 5.a | 7,0 | 47,4 | - |
| 6.a | 7,0 | 23,5 | - |
| 7.a | 3,7 | 91,4 | - |
| 8.a | 3,7 | 47,4 | - |
| 9.a | 3,7 | 23,5 | - |
| 1.b | 16,2 | - | 50,3 |
| 2.b | 16,2 | - | 25,4 |
| 3.b | 16,2 | - | 12,6 |
| 4.b | 6,4 | - | 50,3 |
| 5.b | 6,4 | - | 25,4 |
| 6.b | 6,4 | - | 12,6 |
| 7.b | 3,5 | - | 50,3 |
| 8.b | 3,5 | - | 25,4 |
| 9.b | 3,5 | - | 12,6 |
| 1.c | - | 92,2 | 46,8 |
| 2.c | - | 92,2 | 23,4 |
| 3.c | - | 92,2 | 9,5 |
| 4.c | - | 45,4 | 46,8 |
| 5.c | - | 45,4 | 23,4 |
| 6.c | - | 45,4 | 9,5 |
| 7.c | - | 23,2 | 46,8 |
| 8.c | - | 23,2 | 23,4 |
| 9.c | - | 23,2 | 9,5 |
| 1.d | 14,1 | 41,1 | 31,4 |
| 2.d | 14,1 | 41,1 | 15,4 |
| 3.d | 14,1 | 22,3 | 31,4 |
| 4.d | 14,1 | 22,3 | 15,4 |
| 5.d | 6,9 | 41,1 | 31,4 |
| 6.d | 6,9 | 41,1 | 15,4 |
| 7.d | 6,9 | 22,3 | 31,4 |
| 8.d | 6,9 | 22,3 | 15,4 |

4.8. Aplicação: absorção de manganês, zinco e ferro por raízes destacadas de feijoeiro

A fim de se conhecer a aplicabilidade do método desenvolvido, foi montado, como exemplo, um experimento de interação de micronutrientes na absorção por raízes destacadas de feijoeiro. A finalidade portanto desse exemplo é mostrar a possibilidade de aplicação simultânea de ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe como traçadores em estudos de nutrição mineral de plantas sem contudo ter a pretensão de conseguir resultados conclusivos, pois esse não é o escopo do presente trabalho. Mesmo assim, os dados obtidos serão analisados e comparados com aqueles de alguns especialistas no assunto.

4.8.1. Obtenção das raízes

Sementes de feijoeiro (*Phaseolus vulgaris*, L.), variedade carioca, foram postas para germinar em areia lavada. Após 12 dias, as plantas foram colocadas em vasos com solução nutritiva diluída (1/5) de HOAGLAND & ARNON (1950) sem os micronutrientes B, Mn, Cu, Zn, Mo e Fe, e mantidas em constante aeração. No 22º dia as raízes foram lavadas, destacadas e secas entre folhas de papel toalha.

4.8.2. Soluções

As seguintes soluções foram utilizadas:

- Solução 10^{-4} M MnCl_2 , contendo ^{54}Mn com atividade específica de 149 nCi/mg Mn.
- Solução 10^{-4} M ZnCl_2 , contendo ^{65}Zn , com atividade específica de 193 nCi/mg Zn.
- Solução 10^{-4} M FeCl_3 , contendo ^{59}Fe , com atividade específica de 89 nCi/mg Fe.

Como se pretende conhecer interações entre os elementos, foram preparadas soluções contendo as combinações entre eles, na concentração de 10^{-4} M em cada elemento.

Em resumo, utilizando-se das soluções radioativas descritas acima, foram montados os seguintes tratamentos:

Tratamento Mn: solução 10^{-4} M MnCl_2

Tratamento Zn: solução 10^{-4} M ZnCl_2

Tratamento Fe: solução 10^{-4} M FeCl_3

Trat. Mn + Zn: solução 10^{-4} M MnCl_2 + 10^{-4} M ZnCl_2

Trat. Mn + Fe: solução 10^{-4} M MnCl_2 + 10^{-4} M FeCl_3

Trat. Zn + Fe: solução 10^{-4} M ZnCl_2 + 10^{-4} M FeCl_3

Trat. Mn + Zn + Fe: solução 10^{-4} M MnCl_2 + 10^{-4} M ZnCl_2 +
+ 10^{-4} M FeCl_3

4.8.3. Ensaio de absorção

Porções de aproximadamente 0,5 g de raízes destacadas foram

colocadas em frascos de vidro contendo 100 ml das soluções dos tratamentos (item 4.8.2). O tempo de contacto foi de duas horas, com arejamento contínuo e foram feitas três repetições para cada tratamento.

Após esse tempo, as raízes foram retiradas e lavadas com água destilada e 10^{-4} N HCl (por 10 segundos aproximadamente), e novamente com água destilada. Em seguida, secas entre folhas de papel toalha e colocadas no fundo de tubos de vidro para detecção no espectrômetro gama monocanal.

4.8.4. Determinação da atividade

As atividades do ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe nas raízes foram determinadas detectando-se as amostras nos três canais selecionados (item 4.4/5.2) do espectrômetro gama.

Os teores de manganês, zinco e ferro nas raízes foram determinados comparando a atividade das raízes com a atividade de 1 ml das soluções de $^{54}\text{MnCl}_2$, $^{65}\text{ZnCl}_2$ e $^{59}\text{FeCl}_3$, usados no experimento, cujas atividades específicas de manganês, zinco e ferro são conhecidas.

Após a detecção, as raízes foram retiradas dos tubos e postas para secar em estufa a 70°C , durante 24 horas e com isso determinou-se o peso seco das amostras.

A partir destes dados foi calculada a quantidade absorvida dos nutrientes manganês, zinco e ferro, por unidade de massa de matéria seca.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Calibração do analisador

Fixando-se a janela do analisador em 0,1 volt, foram obtidos os espectros dos raios gamas dos radioisótopos em estudo. A relação entre a energia do fotopico e a voltagem do discriminador inferior mais meia janela foi linear, obtendo-se uma calibração de 149,77 keV/volt e um coeficiente de correlação de 0,99947.

Com o uso da equação de regressão obtida, pôde-se expressar os espectros em termos de energia, ao invés de voltagem do discriminador inferior.

A Figura 14 mostra estes espectros obtidos para cada ra-

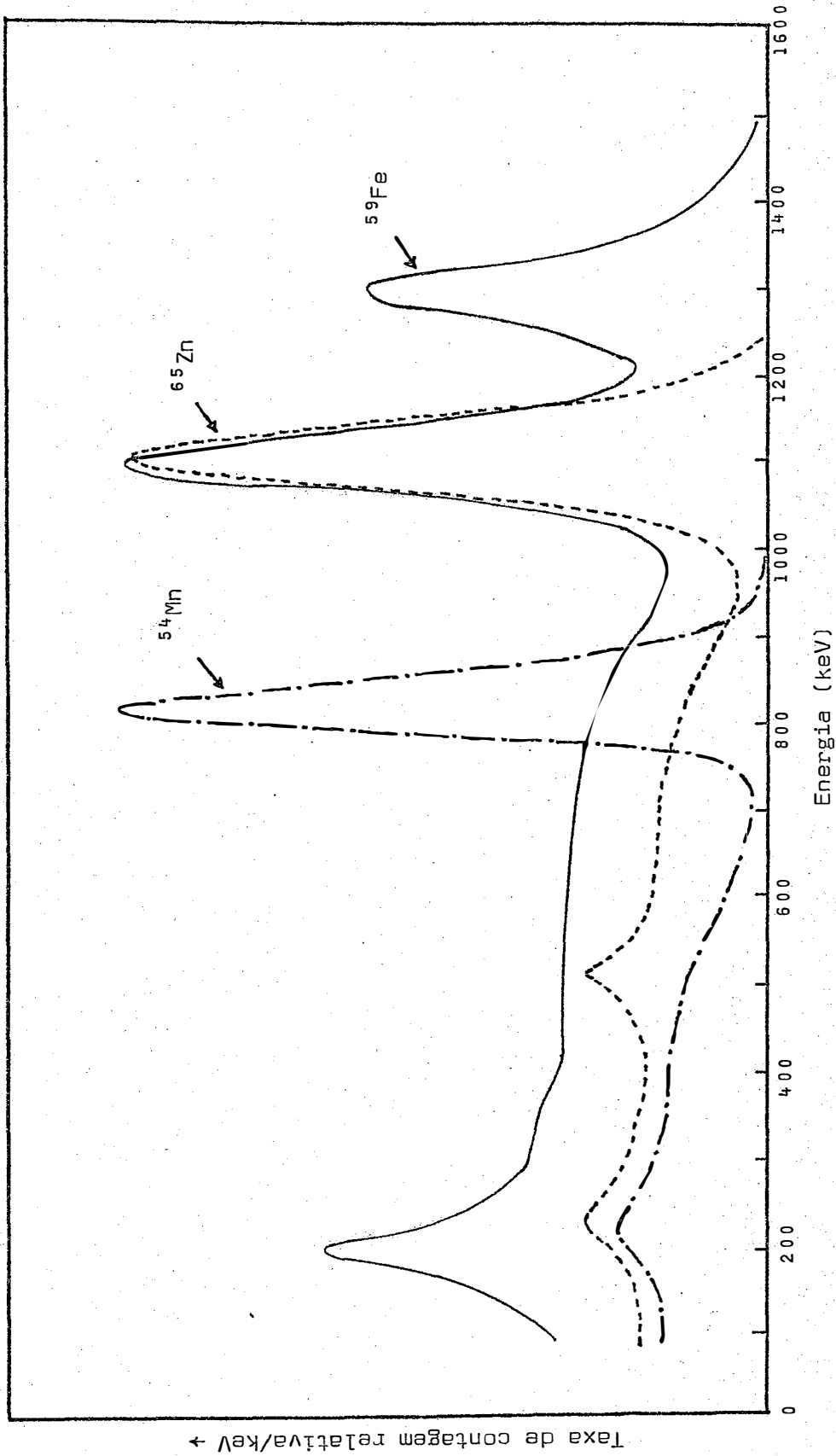


Figura 14 - Espectro de altura de pulso para os radioisótopos em estudo (cristal NaI(Tl), 3" X 3", tipo poço).

diisótopo; a resolução do espectrômetro foi de 9% (para o 835 keV do ^{54}Mn) concordando com a literatura (PRICE, 1958).

5.2. Seleção das janelas de contagem

Os valores calculados de S/B e dos coeficientes de variação C% para diferentes janelas nos fotopicos estão mostrados nas Tabelas 3, 4 e 5, para ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe , respectivamente.

Para melhor visualização, os valores de S/B e coeficiente de variação foram colocados em gráfico, em função do discriminador inferior de cada canal (Figuras 15, 16, 17 e 18). Observa-se que em todas as aberturas de janela existe um valor máximo de S/B, correspondente a um valor mínimo de coeficiente de variação.

5.2.1. Escolha do canal para detecção do ^{54}Mn

Observando-se a Figura 15, onde estão os valores de S/B e coeficiente de variação para as aberturas de janela de 150, 120, 90 e 60 keV, vê-se que o maior valor S/B ocorre para a abertura de 90 keV e discriminador inferior em 815 keV, coincidindo com o menor coeficiente de variação. O canal escolhido para a contagem do ^{54}Mn foi portanto a região do espectro compreendida entre 815 e 905 keV.

5.2.2. Escolha do canal para detecção do ^{65}Zn

De acordo com a Figura 16, os maiores valores de S/B ocorreram nas aberturas de 90 e 60 keV. No entanto, a abertura de 60 keV é considerada muito estreita pois pequenas flutuações na temperatura, na alta voltagem, no amplificador e no analisador acarretam variações grandes na contagem da amostra. Por outro lado, o menor

Tabela 3 - Razão S/B e coeficiente de variação (C%) para o fotopico de 835 keV do ^{54}Mn , em diversas aberturas de janela e discriminadores inferiores (D.I.).

| D.I. (keV) | ABERTURA DE JANELA | | | | | | | |
|---------------|--------------------|------|---------|------|--------|-------|--------|------|
| | 150 keV | | 120 keV | | 90 keV | | 60 keV | |
| | S/B | C% | S/B | C% | S/B | C% | S/B | C% |
| 740 | 1,20 | 7,04 | 0,96 | 9,21 | - | - | - | - |
| 755 | 1,31 | 6,59 | 1,40 | 7,13 | 1,10 | 10,14 | - | - |
| 770 | 1,38 | 6,47 | 1,73 | 6,05 | 1,30 | 8,11 | - | - |
| 785 | 1,57 | 5,75 | 1,80 | 5,90 | 1,52 | 7,46 | 1,73 | 8,70 |
| 800 | 1,53 | 5,89 | 1,85 | 5,65 | 2,19 | 5,85 | 2,14 | 7,34 |
| 815 | 1,49 | 6,25 | 2,12 | 5,43 | 2,70 | 5,40 | 2,13 | 7,08 |
| 830 | - | - | 1,82 | 6,10 | 1,93 | 6,29 | 2,51 | 6,52 |

Tabela 4 - Razão S/B e coeficiente de variação (C%) para o fotopico de 1116 keV do ^{65}Zn , em diversas aberturas de janela e discriminadores inferiores (D.I.).

| D.I. (keV) | ABERTURA DE JANELA | | | | | | | |
|---------------|--------------------|------|---------|------|--------|------|--------|-------|
| | 150 keV | | 120 keV | | 90 keV | | 60 keV | |
| | S/B | C% | S/B | C% | S/B | C% | S/B | C% |
| 1025 | 2,61 | 4,70 | 2,42 | 5,13 | 1,77 | 7,56 | 1,39 | 11,55 |
| 1040 | 2,72 | 4,39 | 2,72 | 4,69 | 2,37 | 5,75 | 2,06 | 8,30 |
| 1055 | 2,80 | 4,33 | 3,32 | 4,26 | 3,24 | 4,88 | 3,44 | 6,02 |
| 1070 | 2,83 | 4,41 | 2,78 | 4,68 | 3,67 | 4,28 | 3,61 | 5,36 |
| 1085 | 2,58 | 4,67 | 2,63 | 4,86 | 3,49 | 4,71 | 4,23 | 5,11 |

Tabela 5 - Razão S/B e coeficiente de variação (C%) para os fotopicos de 1099 (a) e 1292 keV (b) do ^{59}Fe , em diversas aberturas de janela e discriminadores inferiores (D.I.).

| D.I. (keV) | ABERTURA DA JANELA | | | | | | | |
|---------------|--------------------|------|---------|------|---------|------|---------|------|
| | 375 keV | | 300 keV | | 225 keV | | 150 keV | |
| | S/B | C% | S/B | C% | S/B | C% | S/B | C% |
| 995 | 1,34 | 5,09 | 1,20 | 6,03 | 1,17 | 6,71 | 1,61 | 6,54 |
| 1025 | 1,48 | 4,79 | 1,51 | 5,19 | 1,60 | 5,51 | 1,80 | 5,89 |
| (a) 1055 | 1,40 | 5,07 | 1,75 | 4,76 | 1,58 | 5,72 | 2,17 | 5,43 |
| 1070 | 1,28 | 5,33 | 1,59 | 4,94 | 1,68 | 5,60 | 1,87 | 5,97 |
| 1085 | 1,33 | 5,27 | 1,58 | 5,07 | 1,62 | 5,54 | 1,40 | 7,12 |

| D.I. (keV) | ABERTURA DA JANELA | | | | | | | |
|---------------|--------------------|------|---------|-------|---------|-------|--------|-------|
| | 180 keV | | 150 keV | | 120 keV | | 90 keV | |
| | S/B | C% | S/B | C% | S/B | C% | S/B | C% |
| 1190 | 1,11 | 9,50 | 0,96 | 10,61 | 1,19 | 10,35 | 1,23 | 11,98 |
| 1205 | 1,26 | 8,55 | 1,17 | 9,56 | 1,56 | 8,67 | 1,34 | 10,92 |
| (b) 1220 | 1,32 | 8,41 | 1,50 | 8,74 | 1,48 | 9,34 | 2,04 | 8,44 |
| 1235 | 1,29 | 8,49 | 1,58 | 8,58 | 1,45 | 9,29 | 1,91 | 8,87 |
| 1250 | 1,28 | 8,51 | 1,54 | 8,70 | 1,22 | 10,31 | 1,85 | 9,51 |

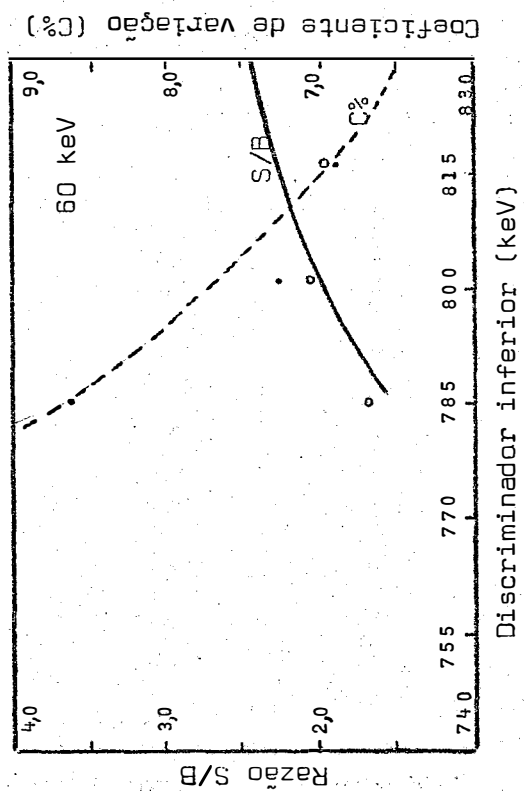
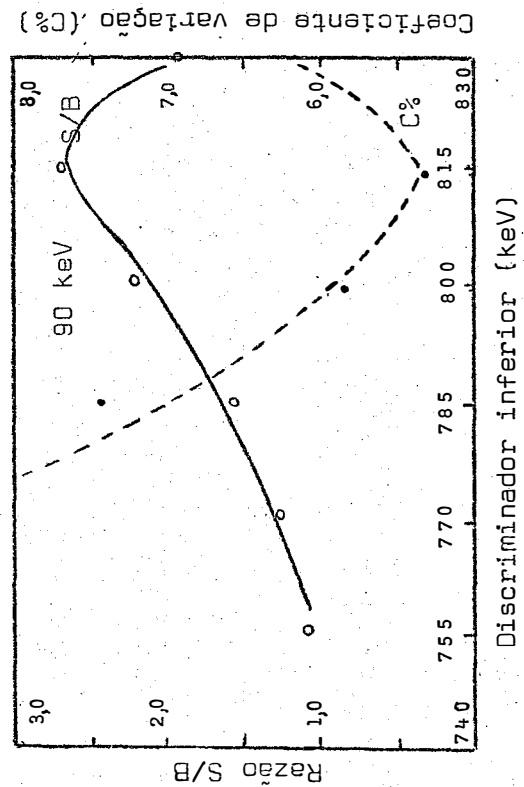
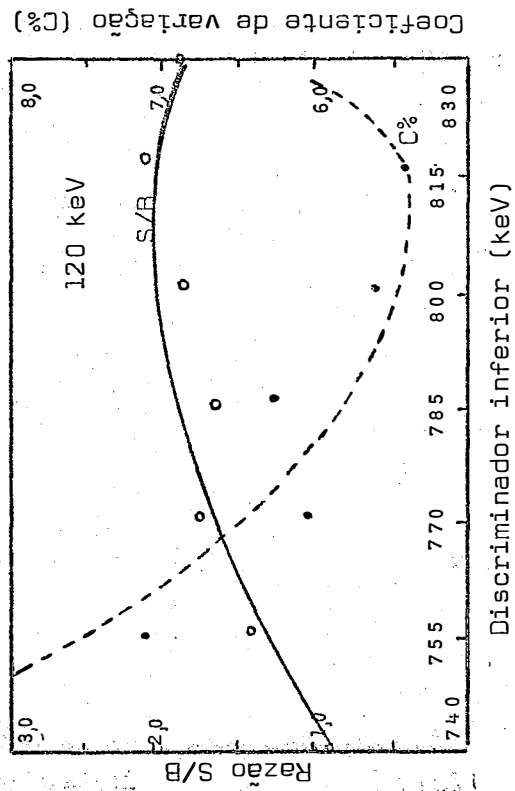
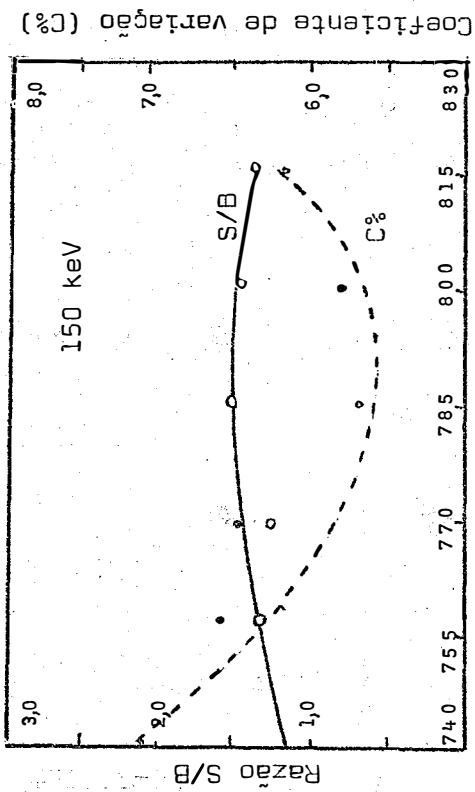
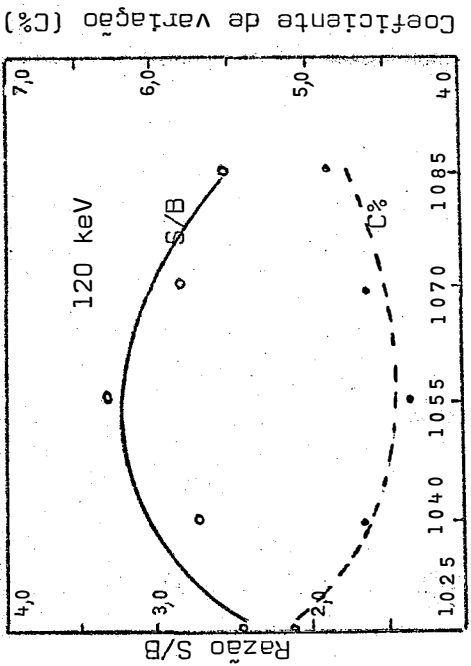
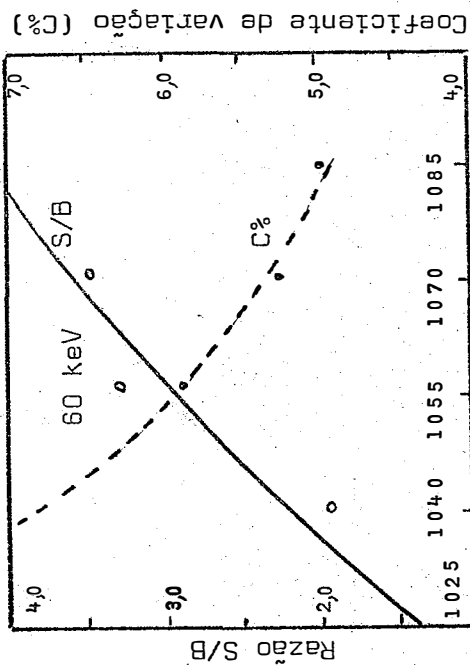


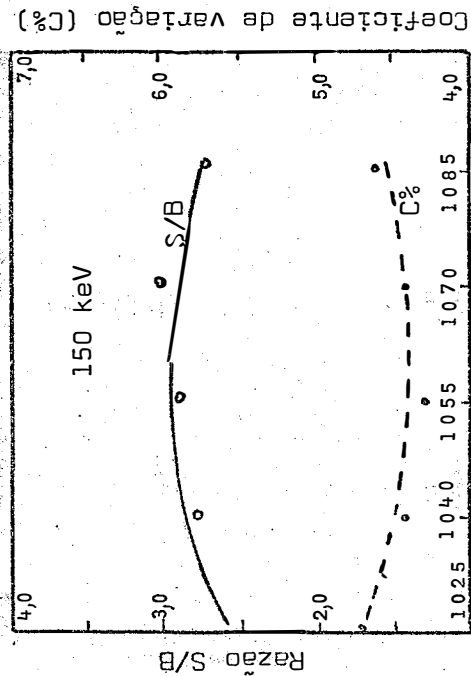
Figura 15 - Razão sinal - radiação de fundo (S/B) e coeficiente de variação (C%) para o pico de 835 keV do ^{54}Mn , em função do discriminador inferior para as janelas de 150, 120, 90 e 60 keV.



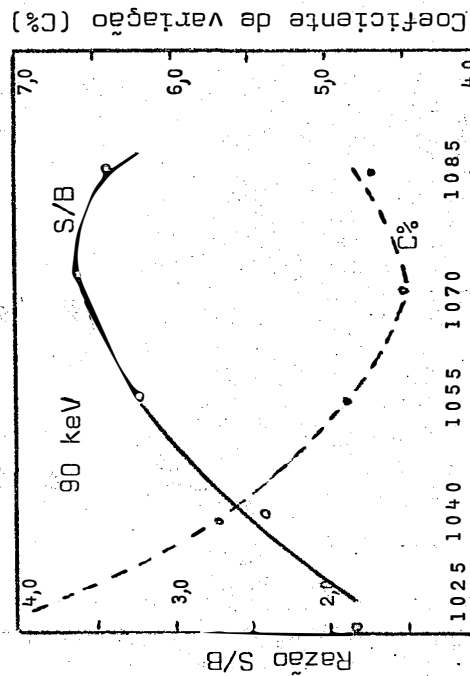
Discriminador inferior (keV)



Discriminador inferior (keV)



Discriminador inferior (keV)



Discriminador inferior (keV)

Figura 16 - Razão sinal - radiação de fundo (S/B) e coeficiente de variação (C%) para o pico de 1116 keV do ⁶⁵Zn, em função do discriminador inferior para as janelas de 150, 120, 90 e 60 keV.

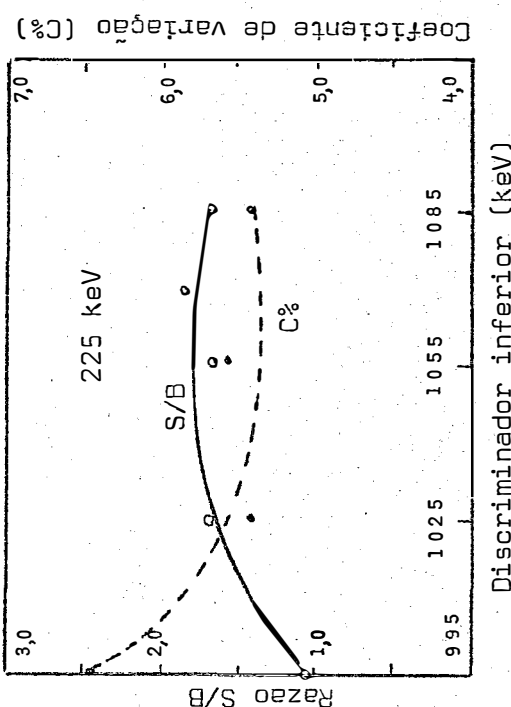
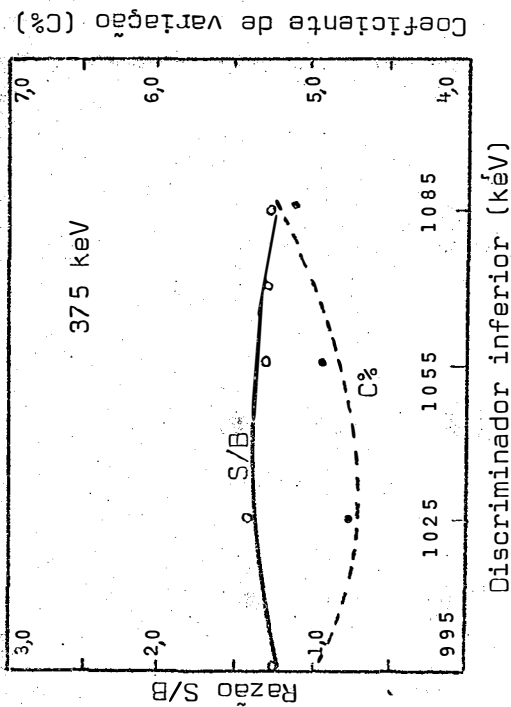
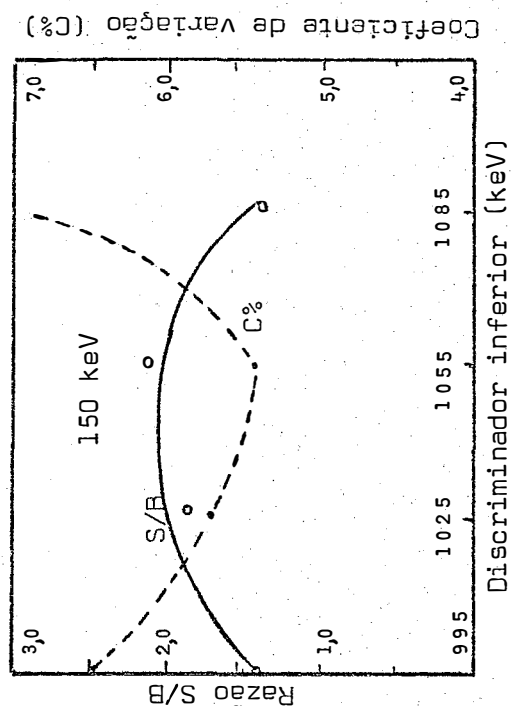
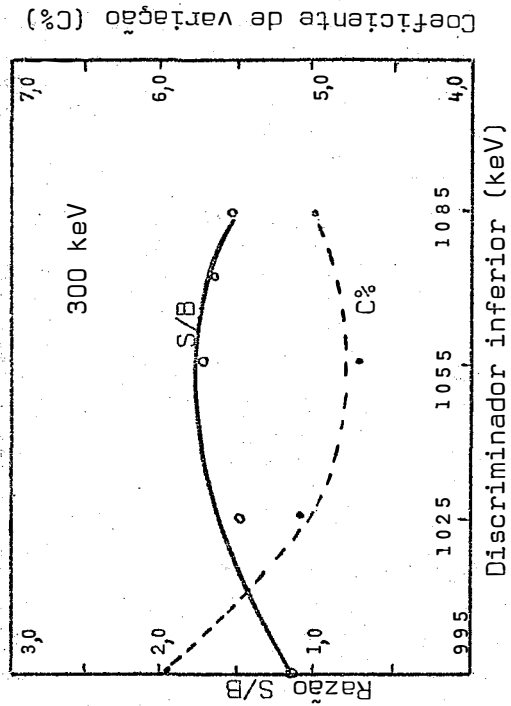


Figura 17 - Razão sinal-radiação de fundo (S/B) e coeficiente de variação (C%) para o pico de 1099 e 1292 keV do ^{59}Fe , em função do discriminador inferior para as janelas de 375, 300, 225 e 150 keV.

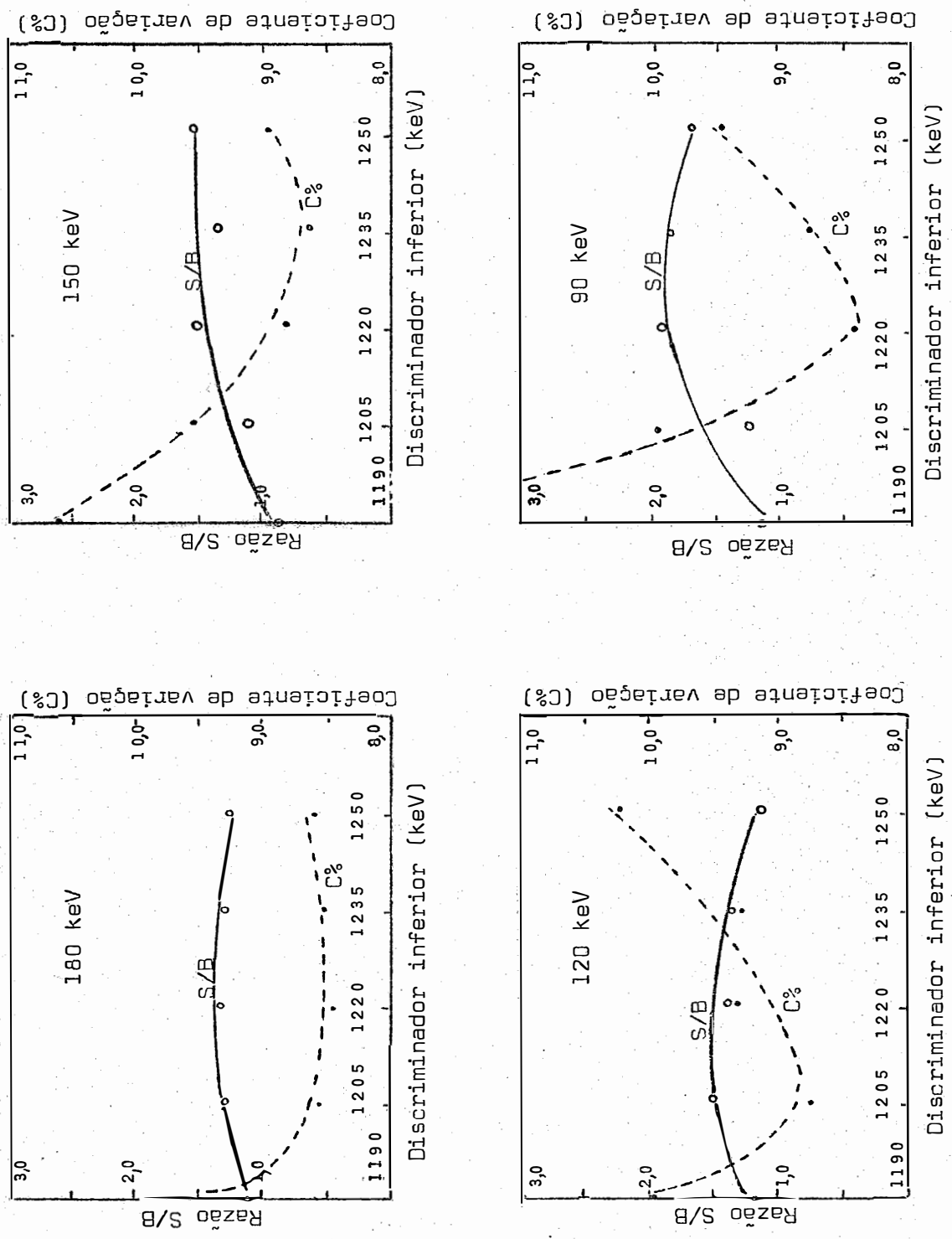


Figura 18 - Razão sinal - radiação de fundo (S/B) e coeficiente de variação (C%) para o pico de 1292 keV do ⁵⁹Fe, em função do discriminador inferior para as janelas de 180, 150, 120 e 90 keV.

valor do coeficiente de variação ocorreu com a abertura de 90 keV com a base inferior em 1070 keV. Portanto, o canal selecionado foi 1070 a 1160 keV.

5.2.3. Escolha do canal para detecção do ^{59}Fe

A Tabela 4, contendo as razões S/B e o coeficiente de variação para o ^{59}Fe , está dividida em duas partes: 4.a (englobando os dois fotopicos) e 4.b (englobando o pico mais energético).

Na Tabela 4.a estão os resultados de S/B e coeficiente de variação para as aberturas de 375, 300, 225 e 150 keV, e graficamente representados na Figura 17. A abertura de 375 keV abrange os dois fotopicos, 1099 e 1292 keV. O maior valor de S/B deu-se com a abertura de 150 keV e a base inferior de 1055 keV. Portanto, o canal selecionado está entre 1055 e 1205 keV e, como pode-se verificar na Figura 14, localiza-se sobre o pico de 1099 keV. Como a finalidade do trabalho é selecionar a posição de contagem de um único elemento, no caso ^{59}Fe , para posterior utilização na contagem deste elemento em misturas contendo ^{54}Mn e ^{65}Zn , convém acrescentar que a posição 1055-1205 keV coincide com o fotopico do ^{65}Zn , 1116 keV. Portanto, o canal 1055-1205 só poderá ser utilizado na ausência de ^{65}Zn na mistura. Para contagem do ^{59}Fe em misturas contendo ^{65}Zn , utilizar-se-á o pico de 1292 keV.

Na Tabela 4.b estão os valores S/B e coeficiente de variação para as aberturas de 180, 150, 120 e 90 keV. A maior abertura, 180 keV, abrange o fotopico de 1292 keV. Na Figura 18, onde estão representados os resultados da Tabela 4.b, nota-se que o maior valor S/B foi para a janela de 90 keV com base inferior em 1220 keV. O canal selecionado para o ^{59}Fe foi, portanto, 1220-1310 keV. Este canal é somente usado quando o ^{59}Fe está presente em misturas contendo ^{65}Zn ou outro radioisótopo cujo fotopico coincida com o fotopico de 1116 keV do ^{59}Fe .

Na Tabela 6 estão colocados os canais selecionados para ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe e as respectivas eficiências e taxas de contagem da radiação de fundo nestes canais.

5.3. Atividade mínima detectável

Nas posições escolhidas para ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe , as atividades mínimas detectáveis (item 4.5) foram calculadas em função do tempo total T para cada radioisótopo separadamente. Os valores da atividade mínima detectável para o tempo total de detecção entre 1 e 120 minutos e o coeficiente de variação de 1 e 5%, estão mostrados na Figuras 19.

Na Tabela 6 estão acrescentados os valores da atividade mínima detectável para o tempo total 30 minutos e coeficientes de variação 1 e 5%, nos canais de contagem selecionados.

5.4. Misturas de radioisótopos

Usando o método das equações simultâneas, descrito em 3.4 foram calculadas as atividades das amostras contendo misturas de ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe .

Nas Tabelas 7, 8 e 9 (misturas de dois radioisótopos) e Tabela 10 (misturas de três radioisótopos) as atividades calculadas estão colocadas ao lado das correspondentes atividades reais. Feitas as correlações entre atividade calculada e atividade real foram encontrados valores de r sempre maiores que 0,97 (teste t: significância ao nível de 0,1%). O método das equações simultâneas mostrou-se portanto, bastante satisfatórios na determinação de ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe . Resultados satisfatórios também foram encontrados por ADAMS *et alii* (1958); WALKER *et alii* (1961) e VEGLIA & KECKES (1971).

Tabela 6 - Posições escolhidas para contagem do ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe e respectivas contagens de fundo, eficiências e atividades mínimas detectáveis.

| Radioisótopo | Fotopico (keV) | Posição da janela (keV) | Radiação de fundo (cpm) | Eficiência* | Atividade mínima detectável ** (nCi) | |
|------------------|----------------|-------------------------|-------------------------|-------------|--------------------------------------|-------|
| | | | | | 1% | 5% |
| ^{54}Mn | 835 | 815 a 905 | 22,9 | 0,161 | 1,421 | 0,135 |
| ^{65}Zn | 1116 | 1070 a 1160 | 20,1 | 0,06325 | 3,539 | 0,328 |
| ^{59}Fe | 1099 | 1055 a 1205 | 29,9 | 0,07910 | 3,035 | 0,303 |
| ^{59}Fe | 1292 | 1220 a 1310 | 13,6 | 0,04530 | 4,656 | 0,400 |

* Razão entre o número de raios gamas detectados e o número de desintegrações da amostra.

** Atividades mínimas detectáveis considerando-se um tempo total de 30 minutos e ao nível de 1% e 5% de coeficiente de variação.

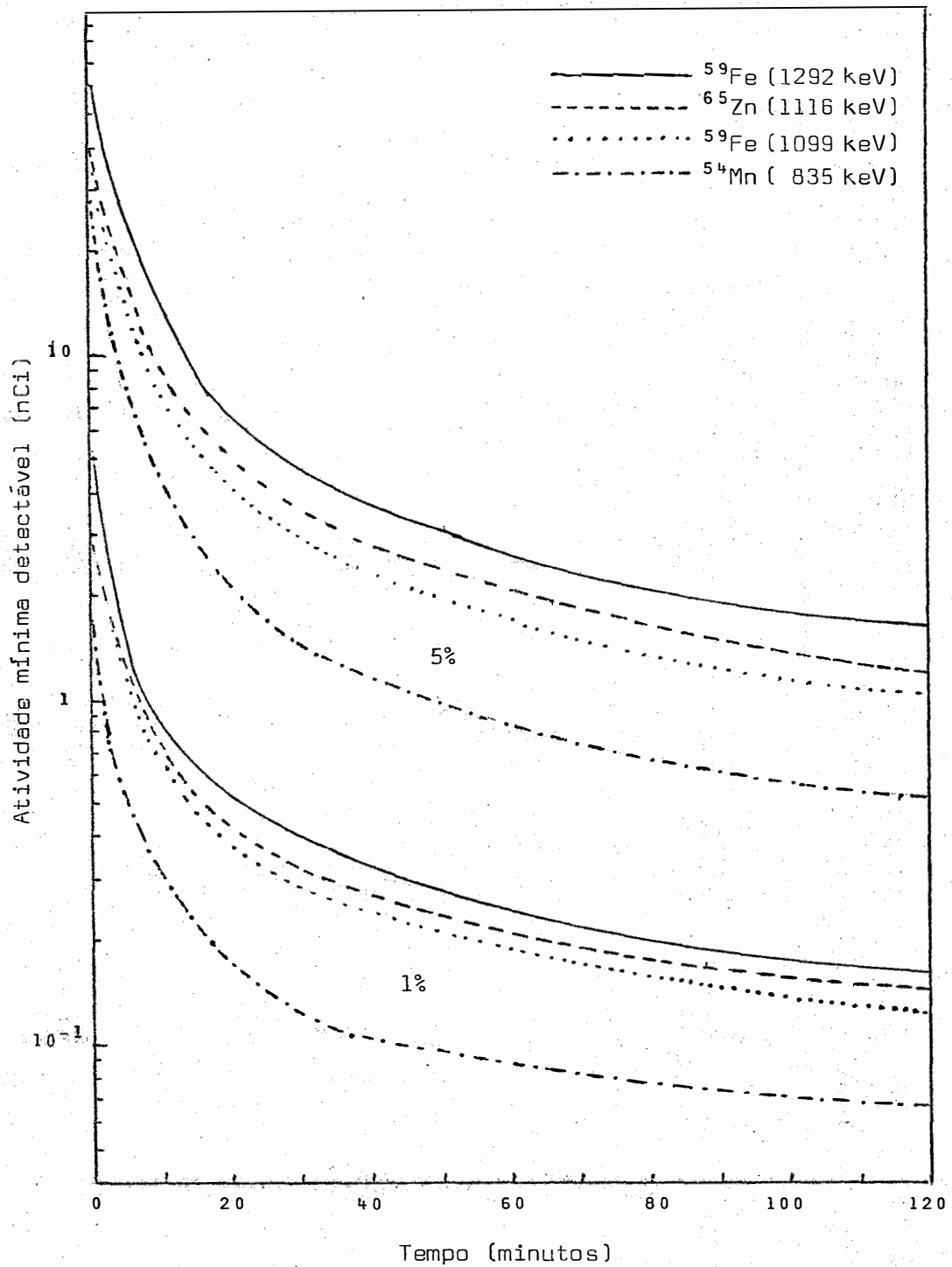


Figura 19 -- Atividade mínima detectável (nCi) em função do tempo total de detecção T, com 1% e 5% de coeficiente de variação, para ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe .

Tabela 7 - Misturas de ^{54}Mn e ^{65}Zn : valores calculados e valores reais das atividades.

| Mistura nº | Atividade de ^{54}Mn | | Atividade de ^{65}Zn | |
|---------------|-------------------------------|-------------|-------------------------------|-------------|
| | Calculada nCi | Real nCi | Calculada nCi | Real nCi |
| 1.a | 15,6 | 15,6 | 95,6 | 91,4 |
| 2.a | 14,9 | 15,6 | 47,9 | 47,4 |
| 3.a | 15,0 | 15,6 | 24,5 | 23,5 |
| 4.a | 8,3 | 7,0 | 94,1 | 91,4 |
| 5.a | 7,1 | 7,0 | 47,7 | 47,4 |
| 6.a | 7,0 | 7,0 | 24,4 | 23,5 |
| 7.a | 3,5 | 3,7 | 87,9 | 91,4 |
| 8.a | 3,4 | 3,7 | 47,9 | 47,4 |
| 9.a | 3,4 | 3,7 | 24,5 | 23,5 |
| Correlação | r = 0,99373 t = 23,5** | | r = 0,99725 t = 35,6** | |

Tabela 8 - Misturas de ^{54}Mn e ^{59}Fe : valores calculados e valores reais das atividades.

| Mistura nº | Atividade de ^{54}Mn | | Atividade de ^{59}Fe | |
|---------------|-------------------------------|-------------|-------------------------------|-------------|
| | Calculada nCi | Real nCi | Calculada nCi | Real nCi |
| 1.b | 15,7 | 16,2 | 50,6 | 50,3 |
| 2.b | 15,5 | 16,2 | 27,7 | 25,4 |
| 3.b | 14,4 | 16,2 | 12,2 | 12,6 |
| 4.b | 6,7 | 6,4 | 49,3 | 50,3 |
| 5.b | 6,8 | 6,4 | 25,1 | 25,4 |
| 6.b | 6,9 | 6,4 | 12,7 | 12,6 |
| 7.b | 3,4 | 3,5 | 49,3 | 50,3 |
| 8.b | 3,5 | 3,5 | 24,2 | 25,4 |
| 9.b | 3,3 | 3,5 | 12,3 | 12,6 |
| Correlação | r = 0,99595 t = 29,3** | | r = 0,99855 t = 49,1** | |

Tabela 9 - Misturas de ^{65}Zn e ^{59}Fe : valores calculados e valores reais das atividades.

| Mistura n ^o | Atividades de ^{65}Zn | | Atividades de ^{59}Fe | |
|---------------------------|--------------------------------|-------------|--------------------------------|-------------|
| | Calculada nCi | Real nCi | Calculada nCi | Real nCi |
| 1.c | 91,5 | 92,2 | 47,0 | 46,8 |
| 2.c | 94,8 | 92,2 | 22,2 | 23,4 |
| 3.c | 97,3 | 92,2 | 9,4 | 9,5 |
| 4.c | 44,2 | 45,4 | 47,8 | 46,8 |
| 5.c | 45,5 | 45,4 | 22,1 | 23,4 |
| 6.c | 46,1 | 45,4 | 9,6 | 9,5 |
| 7.c | 22,6 | 23,2 | 47,8 | 46,8 |
| 8.c | 22,9 | 23,2 | 23,1 | 23,4 |
| 9.c | 21,8 | 23,2 | 9,3 | 9,5 |
| Correlação | r = 0,97784 t = 12,4** | | r = 0,97856 t = 12,6** | |

Tabela 10 - Misturas de ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe : valores calculados e valores reais das atividades.

| Mistura nº | Atividade de ^{54}Mn | | Atividade de ^{65}Zn | | Atividade de ^{59}Fe | |
|---------------|-------------------------------|-------------|-------------------------------|-------------|-------------------------------|-------------|
| | Calculada nCi | Real nCi | Calculada nCi | Real nCi | Calculada nCi | Real nCi |
| 1.d | 14,2 | 14,1 | 41,1 | 41,1 | 32,0 | 31,4 |
| 2.d | 13,7 | 14,1 | 40,2 | 41,1 | 15,5 | 15,4 |
| 3.d | 13,9 | 14,1 | 20,8 | 22,3 | 33,6 | 31,4 |
| 4.d | 13,5 | 14,1 | 22,0 | 22,3 | 15,4 | 15,4 |
| 5.d | 6,8 | 6,9 | 38,1 | 41,1 | 33,3 | 31,4 |
| 6.d | 6,7 | 6,9 | 39,4 | 41,1 | 16,0 | 15,4 |
| 7.d | 7,0 | 6,9 | 21,6 | 22,3 | 36,5 | 31,4 |
| 8.d | 6,8 | 6,9 | 21,0 | 22,3 | 15,5 | 15,4 |
| Correlação | r = 0,97860 t = 11,6** | | r = 0,97861 t = 11,6** | | r = 0,97183 t = 10,1** | |

5.5. Absorção de manganês, zinco e ferro pelas raízes destacadas de feijoeiro

Nas Tabelas 11, 12 e 13 estão os resultados dos teores (em $\mu\text{g/g}$ de matéria seca) de manganês, zinco e ferro nas raízes destacadas de feijoeiro. O delineamento experimental foi de blocos ao acaso e a análise estatística foi feita pelo teste Tukey.

Os teores de manganês, zinco e ferro foram transformados em taxas relativas de absorção e estão mostrados na Figura 20. A absorção de cada elemento separadamente, na ausência de outros, foi tomada como sendo 100%:

5.5.1. Absorção de manganês

De acordo com a Tabela 11 e Figura 20, verifica-se que a presença de zinco na solução de manganês diminuiu 60% a absorção deste; a presença de ferro também diminuiu 60% a absorção do manganês; zinco e ferro juntos também diminuíram 72% a absorção de manganês. *SOMMERS & SHIVE (1942)* e *WALLIHAM & MILLER (1968)* verificaram que a presença de ferro causava deficiência de manganês em plantas; *HEWITT (1953)* estudando a interação de alguns metais na nutrição de plantas verificou que o zinco induzia a deficiência de manganês em cana de açúcar.

5.5.2. Absorção de zinco

Como pode-se verificar na Tabela 12 e Figura 20, a absorção do zinco sofreu influência do manganês e ferro. Quando havia manganês na solução, a absorção de zinco diminuiu 38%; quando havia ferro, a absorção diminuiu 62%; e quando havia manganês e ferro, a absorção diminuiu 75%. *WARNACK (1970)* verificou tendências semelhantes

tes, constatando deficiência de zinco em altas concentrações de ferro nas folhas e hastes de milho e verificou também que a mobilidade de ferro e manganês está inversamente relacionada com a do zinco.

5.5.3. Absorção de ferro

O ferro mostrou comportamentos diversos aos do manganês e zinco. Como vemos pela Tabela 13 e Figura 20 a máxima absorção de ferro ocorreu quando este se encontrava na presença do manganês (houve um aumento de 48% na absorção de ferro). O zinco, só e com o manganês não influenciou na absorção do ferro. Estes resultados não concordam com os de *HANGER (1965)*, que observou diminuição no teor de ferro com adição de altas doses de manganês em plantas, e de *THORNE (1957)* que constatou a influência de doses elevadas de zinco na deficiência de ferro.

Tabela 11 - Teor de manganês absorvido pelas raízes destacadas de feijoeiro após 2 horas de absorção.

| Tratamento | Concentração de Mn ($\mu\text{g/g}$ de raiz seca) | | | |
|---------------------|----------------------------------------------------|------|------|-------|
| | Repetição | | | Média |
| | I | II | III | |
| Mn | 2645 | 2749 | 2478 | 2624 |
| Mn + Zn | 1084 | 960 | 1045 | 1030 |
| Mn + Fe | 1062 | 1021 | 1006 | 1029 |
| Mn + Zn + Fe | 682 | 635 | 646 | 654 |
| F (1%) | 382,72** | | | |
| Média | 1334 | | | |
| C.V. | 5,82% | | | |
| d.m.s. (Tukey a 5%) | 203 | | | |
| d.m.s. (Tukey a 1%) | 278 | | | |

Tabela 12 - Teor de zinco absorvido pelas raízes destacadas de feijoeiro após 2 horas de absorção.

| Tratamento | Concentração de zinco ($\mu\text{g/g}$ de raiz seca) | | | |
|----------------------|-------------------------------------------------------|------|------|-------|
| | Repetição | | | Média |
| | I | II | III | |
| Zn | 3481 | 4203 | 3180 | 3621 |
| Zn + Mn | 2735 | 2147 | 2268 | 2380 |
| Zn + Fe | 1442 | 1447 | 1271 | 1387 |
| Zn + Mn + Fe | 1042 | 721 | 983 | 915 |
| F (1%) | 42,12** | | | |
| Média | 2076 | | | |
| CV | 15,39% | | | |
| d.m.s. (Tuckey a 5%) | 836 | | | |
| d.m.s. (Tuckey a 1%) | 1144 | | | |

Tabela 13 - Teor de ferro absorvido pelas raízes destacadas de feijoeiro, após 2 horas de absorção.

| Tratamento | Concentração de ferro ($\mu\text{g/g}$ de raiz seca) | | | Média |
|----------------------|-------------------------------------------------------|------|------|-------|
| | I | II | III | |
| Fe | 2337 | 2270 | 2002 | 2203 |
| Fe + Mn | 3398 | 3505 | 2895 | 3266 |
| Fe + Zn | 2076 | 2916 | 2395 | 2462 |
| Fe + Mn + Zn | 2364 | 2039 | 2196 | 2199 |
| F (1%) | 8,87** | | | |
| Média | 2533 | | | |
| C.V. | 11,57% | | | |
| d.m.s. (Tuckey a 5%) | 767 | | | |
| d.m.s. (Tuckey a 1%) | 1048 | | | |

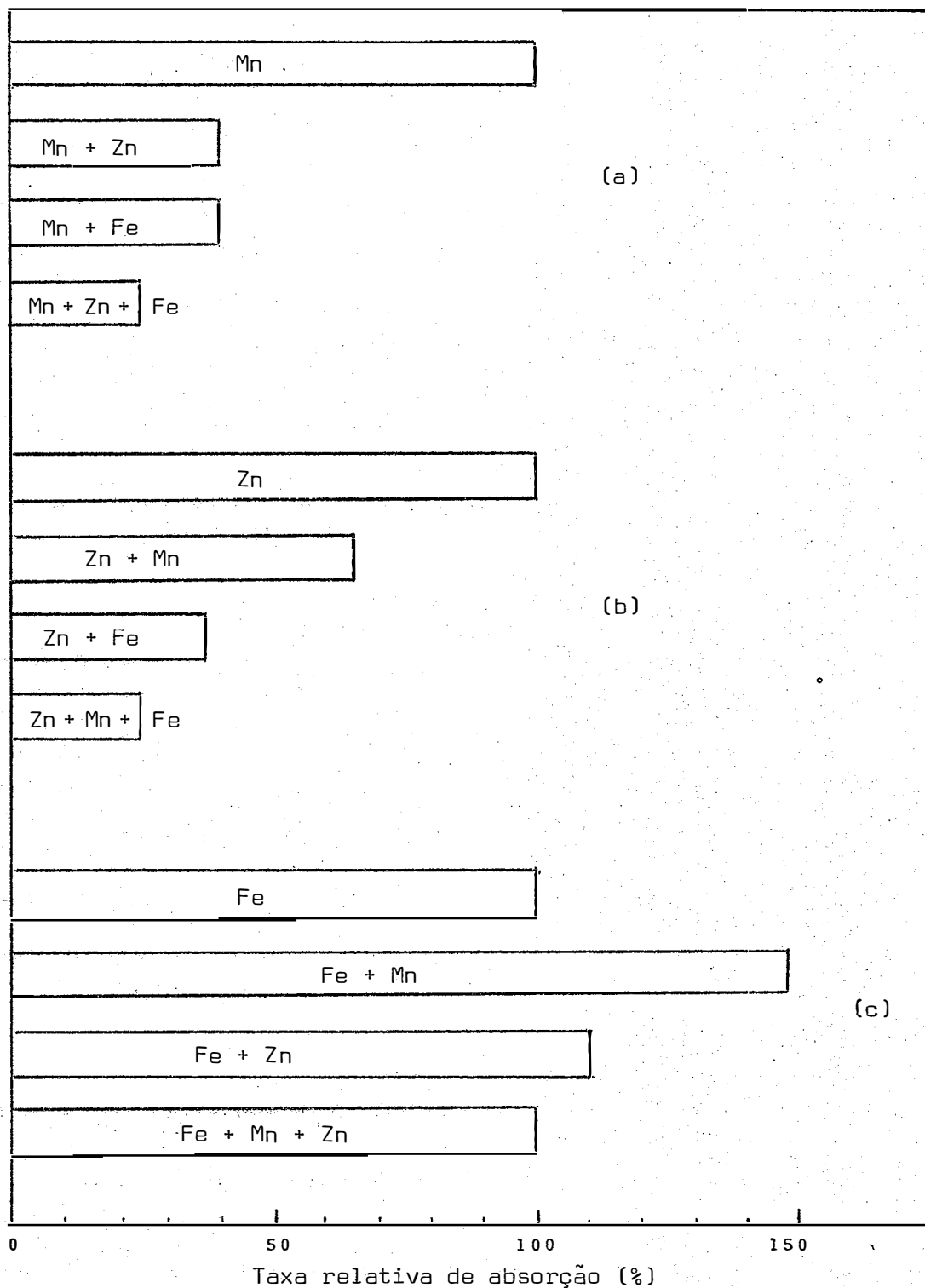


Figura 20 - Taxa relativa de manganês (a), zinco (b) e ferro (c) absorvido, na ausência e presença dos demais elementos, por raízes destacadas de feijoeiro.

6. CONCLUSÕES

Do presente trabalho pode-se concluir que:

1. A metodologia de escolha de canais de contagem através da determinação do valor ideal da relação sinal-irradiação de fundo, permite um melhor aproveitamento do espectrômetro monocanal, com detectores de NaI(Tl).
2. A técnica empregada permite a utilização conjunta de três traçadores: ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe . O confronto entre os valores das atividades detectadas com as esperadas, resultaram elevados coeficientes de correlação ($r > 0,97$), e o Teste t mostrou significância ao nível de 1%.

3. Tendo em vista a experiência adquirida, pode-se sugerir o emprego da metodologia desenvolvida, ao estudo de outras séries de radioisótopos, tais como: ^{75}Se , ^{58}Co e ^{22}Na ; ^{75}Se , ^{55}Co e ^{22}Na ; ^{51}Cr , ^{59}Fe e ^{65}Zn ; ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{60}Co ; ^{203}Hg , ^{51}Cr e ^{58}Co ; ^{58}Co , ^{65}Zn e ^{59}Fe ; ^{42}K , ^{54}Mn e ^{86}Rb ; ^{57}Co , ^{58}Co e ^{60}Co .
4. O melhor posicionamento para contagem do ^{54}Mn , mostrou ser o canal situado entre 815 e 905 keV.
5. O melhor posicionamento para contagem de ^{65}Zn , mostrou ser o canal situado entre 1070 e 1160 keV.
6. O melhor posicionamento para contagem do ^{59}Fe , mostrou ser o canal situado entre 1055 e 1205 keV, quando na ausência do ^{65}Zn . Em misturas de ^{59}Fe e ^{65}Zn , o melhor canal para a contagem do ^{59}Fe , é entre 1220 e 1310 keV.
7. A atividade mínima detectável dos três radioisótopos estudados, quando detectados isoladamente é de 1 a 5 nCi, ao nível de 1% e de 0,1 a 0,4 nCi, ao nível de 5% de confiabilidade. Essa facilidade de se trabalhar com baixas atividades, ou seja, ao nível de radiação de fundo, abre novas perspectivas no campo das pesquisas biológicas.
8. Através do estudo de absorção conjunta dos micronutrientes manganês, zinco e ferro, por raízes destacadas de feijoeiro, foi possível observar-se a competição entre eles. Um estudo detalhado a esse respeito poderá ser conduzido por especialistas em nutrição vegetal, utilizando-se da técnica aqui desenvolvida.

7. RESUMO

É desenvolvida uma metodologia para detectar as atividades de ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe numa mesma amostra, empregando um espectrômetro gama monocanal e um detector de cintilação de NaI(Tl), 3" x 3" , tipo poço.

Inicialmente, foi feita uma seleção dos canais de energia segundo o critério de maximização da razão sinal-irradiação de fundo, e conseqüentemente, de minimização do coeficiente de variação. Nestes canais, foi realizado um estudo das atividades mínimas detectáveis para cada radioisótopo.

Em seguida, amostras contendo diferentes combinações destes radioisótopos foram preparadas e suas atividades foram determinadas pelo método equações simultâneas.

Finalmente, como exemplo de aplicação, foi realizado um experimento para observar a interação entre os micronutrientes manganês, zinco e ferro na absorção iônica por raízes destacadas de feijoeiro (*Phaseolus vulgaris*, L.).

8. SUMMARY

A methodology to detect the activities of ^{54}Mn , ^{65}Zn e ^{59}Fe in the same sample, with a single channel spectrometer coupled to a cintilator detector of NaI(Tl), 3" x 3", well type, has been developed.

Initially a selection of the energy channel was made based on the criteria of maximizing the signal-background ratio and consequently, the minimization of the variation coefficient. In the channels, a study of minimal detectable activities in conducted for each radioisotope.

Secondly samples containing different combinations of these radioisotopes were prepared and their activities were calculated using simultaneous equations.

As a mean of demonstrating the practical utility of this methodology, an experiment was developed in wich the roots, isolated from bean plants (*Phaseolus vulgaris*, L.) were examined to determine levels of ionic absortion interference among micronutrients (Mn, Zn e Fe).

9. BIBLIOGRAFIA

ADAMS, R.; WOODWARD, I.C.; CRANE, M.G.; HOLLOWAY, J.E. Two-channel gamma counting of ^{51}Cr and ^{131}I . *int. J. appl. Rad. Isotopes*, 3:156-160, 1958.

AGUDO, E.G. Processing of gamma-spectra in activation analysis with a programable calculator. São Paulo, IEA, 1973. 29p. Publicação IEA n° 299).

ATTIX, F.H. & ROESCH, W.C., ed. *Radiation dosimetry*. 2^a ed. New York, Academic Press, 1968. v.1

- BILL, A.; ÖBRINK, K.L.; ULFENDAHL, H.R. An easy way of calculating the composition of a two-component system from two-channel spectrometry. *int. J. appl. Rad. Isotopes*, 7:152-154, 1959.
- BIRKS, J.B. *The theory and practice of scintillation counting*. London, Pergamon Press, 1964. 662p.
- BLANC, D.; COMMANAY, L.; TEYSSIER, J.L. La détection des particules par scintillation. *Onde Électrique*, 508/509:1-8, 1969.
- BROWN, P.E. & DAVIS, I.J. Experience in radionuclide analysis by gamma-ray spectrometry and computer, *Sonderdruck Radioch. Acta*, 9:41-47, 1968.
- CHASE, G.D. & RABINOWITZ, J.L. *Principles of radioisotope methodology*. 3^d ed. Minneapolis, Burgess, 1968. 633p.
- COVELL, D.F. Determination of gamma-ray abundance directly from the total absorption peak. *Anal. Chem.*, 31: 1785-1790, 1959.
- CROUTHANEL, C.E., ed. *Applied gamma-ray spectrometry*. London, Pergamon Press, 1960. 443p.
- DeHAAN Jr., A.; LEVENTHAL, L.; BENSON, P. A comparative study of the methods used for the computer resolution of composite gamma-ray spectra. In: SYMPOSIUM ON RADIOISOTOPE SAMPLE MEASUREMENT TECHNIQUES IN MEDICINE and BIOLOGY, Vienna, 1965. *Annals*. Vienna, IAEA, 1965. p.169-185.
- ELLEMAN, T.S.; HOWES Jr., J.E.; SUNDERMAN, D.N. A technique for resolution of complex gamma spectra using a single-channel gamma-ray spectrometer. *int. J. appl. Rad. Isotopes*, 12: 142-144, 1961.

- FER, A. & FOURCY, A. Rapid simultaneous determination of traces of bromine and arsenic in plant materials, using neutron activation and distillation. *Nuclear Appl.* 6:360-364, 1969.
- FRIEDLAND, G.; KENNEDY, J.W.; MILLER, J.M. *Nuclear and radiochemistry*. 2^a ed. New York, John Willey, 1966. cap.6, p.166-190.
- FURLER, R. & POPPE, H. A statistical approach to the choice of channel-width in gamma-ray spectrometry using empirical relations between resolution and gamma-ray energy. *J. Radioanal. Chem.*, 22:45-62.
- GILBERT, C.W. Simultaneous estimation of several radioactive nuclides. *int. J. appl. Rad. Isotopes*, 8:230-232, 1960.
- GUINN, V.G. Optimization of gamma-ray counting and spectrometry in biomedical tracers studies. In: SYMPOSIUM ON RADIOISOTOPE SAMPLE MEASUREMENT TECHNIQUES IN MEDICINE AND BIOLOGY, Vienna, 1965. *Anais*. Vienna, IAEA, 1965. p.17-31.
- HANGER, B.C. The influence of iron upon the toxicity of manganese, molybdenum, copper and boron in red clover (*Trifolium pratense*, L.). *J. Aust. Inst. Agr. Sci.*, 31:315-317, 1965.
- HEATH, R.L. Scintillation spectrometry gamma-ray spectrum catalogue. Idaho Falls, Phillips Petroleum Company, Atomic Energy Division, 1957 (IDO-16408).
-
- _____ Data analysis techniques for gamma-ray scintillation spectrometry. Idaho Falls, Phillips Petroleum Company, Atomic Energy Division, 1962 (IDO-16784).

- HEATH, R.L. Computer techniques for analysis of gamma-ray spectra obtained with NaI and lithium-ion drifted germanium detectors. *Nuclear Instr. Meth.*, 43:209-229, 1966.
- HEWITT, E.J. Metal interrelationships in plant nutrition. I- Effects of some metal toxicus on sugar beet, tomato, oat, potato and marrowstem kale grown in sand culture. *J. Exp. Bot.*, 4:59-64, 1953.
- HOAGLAND, D.R. & ARNON, D.I. The water-culture method for growing plants without soil. Berkeley Califor. Agric. Exp. Sta., 1950 [Circ. 347].
- JOHANSEN, O. & STEINNES, E. A simple neutron activation methods for mercury in biological material. *int. J. appl. Rad. Isotopes*, 20:751-755, 1969.
- KEEFER, D.H.; GOODWIN, H.F.; ENNIS, W.J. Gamma spectrum analysis computations using a small computer. *Health Physics*, 16:792-794, 1969.
- KOLLÁR, J.; CHORVÁT, D.; KLEMOVÁ, L. Estimation of radioactivity of biological samples containing a mixture of ^{144}Ce + ^{144}Pr and ^{59}Fe . *Atompraxis*, 16:1-3, 1970.
- KRUG, F.G.; ANGELOCCI, L.R.; NASCIMENTO FÓ., V.F. Estatística de contagem. Piracicaba, CENA, 1974. 19p. [Apostila mimeografada].
- LIEBSCHER, K. & SMITH, H. Quantitative interpretation of gamma-ray spectra. *Anal. Chem.*, 40:1999-2004, 1968.
- LIMA, F.W. & ATALLA, L.T. A program in "basic" language for analysis of gamma spectra, using on-line minicomputers. São Paulo, IEA, 1973. 13p. (Publicação IEA n° 317).

LOPES, P.L. & GRAHAM, E.R. Isotopic exchange studies of micronutrients in soils. *Soil Sci*, 110:24-30, 1970.

_____ & _____ Labile pool and plant uptake of micronutrients: I- Determination of labile pool of Mn, Zn, Co e Cu in deficient soils by isotopic exchange. *Soil Sci*. 114:295-299, 1972.

_____ & _____ Labile pool and plant uptake of micronutrients: II- Uptake of Mn, Fe e Zn by ladino clover (*Trifolium repens*) and its relation to soil labile pools. *Soil Sci.*, 115: 380-389, 1973.

MAFRA, O.Y. Manual experimental de técnicas e medidas nucleares. São Paulo, IEA, 1970. 141p. (Informações IEA nº 17).

NASCIMENTO FO, V.F. & WIENDL, F.M. Possibilidade de substituição do sistema detector Geiger-Muller pelo cintilador líquido, na medida da radioatividade da abelha africana "*Apis mellifera adansonii* (L)", marcada com ^{32}P . Piracicaba, CENA, 1972. 38p. (Boletim técnico nº 1).

ÖBRINK, K.J. & ULFENDAHL, H.R. Gammaspectrometry for analysis of mixtures of radioisotopes in biological and medical research. *int. J. appl. Rad. Isotopes*, 5:99-105, 1959.

O'KELLEY, G.D. Detection and measurement of nuclear radiation. Oak Ridge, USAEC, 1970. 138p.

OVERMAN, R. & CLARK, H.M. *Radioisotope techniques*. New York, McGraw-Hill, 1960. cap.7, p.247-283.

- PALMER, A.R.* Studies in computer coupled radiochemical analysis. Part 1. Peak location and peak energy measurement in scintillation spectrometry. Lucas Heights, Australian Atomic Energy Commission, 1968. 20p. (AAEC/TC 437)
- PHILLIPS, C.R.; STEWART, J.A.; ATHEY, T.W.* A computer program for the analysis of gamma-ray spectra by the method of least squares. Washington, Public Health Service. 1966. 23p. (Nº 999-RH-21).
- PRESSMAN, D. & PRESSMAN, R.* Computer programmes for multiple labelling techniques involving two or more radioiodines. In: SYMPOSIUM ON RADIOISOTOPE SAMPLE MEASUREMENT TECHNIQUES IN MEDICINE AND BIOLOGY. Vienna, IAEA, 1965. *Anais.* Vienna, IAEA, 1965. p.223-234.
- PRICE, W.J.* *Nuclear radiation detection.* New York, McGraw Hill. 1958. 382p.
- FRUIT, M.E.; PRESTWOOD, S.H.; PARKER, H.A.* Some practical applications of gamma-ray spectral resolution to radionuclide determination. *Nuclear Appl.*, 5:253-259, 1968.
- PUTMAN, J.L. & TAYLOR, W.H.* On the subtraction of gamma-ray spectra as a tool in radioactive analysis. *int. J. appl. Rad. Isotopes*, 1:315-316, 1957.
- SALMON, L.* Analysis of gamma-ray scintillation spectra by the method of least-squares. *Nuclear Instr. Meth.*, 14:193-199, 1961.
- _____ Computer analysis of gamma-ray spectra from mixtures of know nuclides by the method of least squares. Harwell, Atomic Energy Research Establishment, 1963. 27p. (AERE - M1140)

- SINGH, B.R. & STEENBERG, K. Plant response to micronutrients:
III- Interaction between manganese and zinc in maize and barley
plants. *Plant and Soil*, 40:655-667, 1974.
- SOMERS, I.I. & SHIVE, J.W. The iron-manganese relation in plant
metabolism. *Plant Physiol.*, 17:582-602, 1942.
- TANAKA, E. Optimum window setting in a spectrometer for low-level
activity counting. *int. J. appl. Rad. Isotopes*, 16:405-412,
1965.
- TANARRO SANZ, A. *Instrumentacion nuclear*. Madrid, J.E.N., 1970.
565p.
- THORNE, D.W. Zinc deficiency and its control. *Adv. Agron.*, 9:
31-65, 1957.
- VEGLIA, A. & KECKES, S. Simultaneous application of radionuclides
in tracer experiments. *int. J. appl. Rad. Isotopes*, 22:549-559,
1971.
- VERHEIJKE, M.L. Calculated efficiencies of a 3 x 3 in NaI(Tl)
well-type scintillation crystal. *int. J. appl. Rad. Isotopes*,
13:533-585, 1962.
- WALKER, L.A.; SPARLING, G.; MERCER, H. A simple method for the
differential counting of radioactive iron (^{59}Fe) and Chromium-51
in mixtures. *int. J. appl. Rad. Isotopes*, 10:17-21, 1961.
- WALLIHAM, E.F. & MILLER, M.P. Leaf symptoms of manganese
deficiency in avocado trees. *Proc. Amer. Soc. Hort. Sci.*, 93:
141-144, 1968.

WANG, C.H. & WILLIS, D.L. Measurement of radioactivity by the solid (external-sample) scintillation method, in *Radiotracer methodology in biological science*. New Jersey, Prentice-Hall, 1965. cap.5, p.88-103.

WARNACK, R.E. Micronutrient uptake and mobility within corn plants (*Zea mays*, L.) in relation to phosphorus - induces zinc deficiency. *Soil Sci. Soc. Amer. Proc.*, 34:765-769, 1970.

WEST, R.G., ed. *Handbook of chemistry and physics*. 50th ed. Cleveland, Chemical Rubber, 1970.