



LABORATÓRIO NACIONAL  
DE ENGENHARIA CIVIL

DEPARTAMENTO DE GEOTECNIA  
Núcleo de Geologia de Engenharia e Geotecnia  
Ambiental

Proc. 504/11/16146

# **IMPLEMENTAÇÃO DA METODOLOGIA DE ANÁLISE DE SOLOS E DE RESÍDUOS MINEIROS COM ANALISADOR PORTÁTIL DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X**

**Validação dos resultados das análises *in situ***

Lisboa • Fevereiro de 2008

**I&D** GEOTECNIA

**RELATÓRIO 375/2007 – DG/NGEA**



**IMPLEMENTAÇÃO DA METODOLOGIA DE ANÁLISE DE SOLOS E DE  
RESÍDUOS MINEIROS COM ANALISADOR PORTÁTIL DE FLUORESCÊNCIA  
DE RAIOS-X**

Validação dos Resultados das Análises *In Situ*

**IMPLEMENTATION OF THE ANALYSIS METHODOLOGY OF SOILS AND  
MINING WASTES WITH X-RAY FLUORESCENCE FIELD PORTABLE  
ANALYZER**

Validation of *In Situ* Results



## RESUMO

No âmbito do Processo de Investigação designado por *Metodologias para Estudo e Reabilitação Geotécnica e Geo-Ambiental de Áreas Mineiras Degradadas*, têm vindo a ser desenvolvidos estudos com o Analisador Ambiental NITON Série XLi 700, existente no LNEC, com o objectivo de proceder à implementação da metodologia de análise de solos, de sedimentos e de resíduos mineiros. Numa primeira fase do estudo, foram avaliadas as potencialidades do equipamento e foi estimada a qualidade dos dados produzidos pelo analisador, em termos de repetibilidade e de reprodutibilidade, a partir da análise, em laboratório, de amostras recolhidas em áreas mineiras nacionais. No presente trabalho, correspondente à segunda fase do estudo, pretende-se avaliar o desempenho do analisador em campo, a partir do rastreio da área mineira de Santo António – Penedono e da comparação dos resultados, assim obtidos, com os produzidos em laboratório, com o mesmo método analítico e equipamento.

## ABSTRACT

Under the Research Process designated as *Methodologies for the Geotechnical and Geo-Environmental Study and Rehabilitation of Degraded Mining Areas*, some studies have been developed with the Field Portable XRF Analyzer of LNEC, to implement a methodology to conduct the analysis of soils, sediments and mining wastes. In a first approach, the potentialities of the analyzer were studied and it was, also, evaluated the analytical quality (repeatability and reproducibility) of the data obtained by analyzing, at the laboratory, some samples collected at national degraded mining sites. In a second approach, which is presented in this work, it is intended to evaluate the performance of the analyzer in the field, by screening the Santo António – Penedono mining site and by comparing the results obtained in the field with the corresponding results obtained, with the same analytical method and equipment, at the laboratory.



## INDÍCE DE TEXTO

1. INTRODUÇÃO -----	01
1.1 Enquadramento do Trabalho -----	01
1.2 Objectivos -----	02
1.3 Estrutura do Relatório -----	02
2. ESTUDO AMBIENTAL DAS ÁREAS MINEIRAS DEGRADADAS -----	03
2.1 Impactes Geoquímicos -----	03
2.2 Vantagens das Ferramentas de Rastreo Rápido -----	04
3. METODOLOGIA ADOPTADA -----	07
3.1 Introdução -----	07
3.2 Análises <i>In Situ</i> -----	08
3.3 Análises <i>Ex Situ</i> -----	09
3.4 Tratamento dos Dados -----	11
4. APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS -----	13
5. CONCLUSÕES -----	25
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS -----	27



## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> – Enquadramento geográfico da área mineira de Santo António – Penedono -----	07
<b>Figura 2</b> – Mina de Santo António: a) escombreira 1; b) escombreira 2; c) escombreira 3; d) zona das lavarias -----	08
<b>Figura 3</b> – Demonstração da utilização do analisador <i>in situ</i> -----	09
<b>Figura 4</b> – Realização do ensaio <i>in situ</i> e posterior recolha do material para ensaio de laboratório -----	10
<b>Figura 5</b> – Cápsulas para ensaios <i>ex situ</i> (três réplicas para cada amostra) -----	11
<b>Figura 6a</b> – Comparação dos resultados <i>in situ</i> e <i>ex situ</i> para cada elemento (ppm) -----	18
<b>Figura 6b</b> – Comparação dos resultados <i>in situ</i> e <i>ex situ</i> para cada elemento (ppm) (continuação) -----	19
<b>Figura 7a</b> – Representação gráfica dos resultados da <i>Análise Regressiva</i> para cada elemento (ppm) e respectivos valores de $R^2$ -----	20
<b>Figura 7b</b> – Representação gráfica dos resultados da <i>Análise Regressiva</i> para cada elemento (ppm) e respectivos valores de $R^2$ (continuação) -----	21



## INDÍCE DE QUADROS

<b>Quadro I</b> – Concentrações elementares (ppm) das análises realizadas <i>in situ</i> -----	14
<b>Quadro II</b> – Concentrações elementares médias (ppm) <i>ex situ</i> ; valores de Cv (%) e principais parâmetros estatísticos -----	15
<b>Quadro III</b> – Concentrações elementares médias (ppm) <i>ex situ</i> ; valores de Cv (%) e principais parâmetros estatísticos ( <i>continuação</i> ) -----	16
<b>Quadro IV</b> – Concentrações elementares médias (ppm) <i>ex situ</i> ; valores de Cv (%) e principais parâmetros estatísticos ( <i>continuação</i> ) -----	17



# IMPLEMENTAÇÃO DA METODOLOGIA DE ANÁLISE DE SOLOS E DE RESÍDUOS MINEIROS COM ANALISADOR PORTÁTIL DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X

## Validação dos Resultados das Análises *In Situ*

### 1 . INTRODUÇÃO

#### 1.1 Enquadramento do Trabalho

O presente relatório surge na continuidade dos trabalhos que têm vindo a ser desenvolvidos com o Analisador Ambiental NITON Série XLi 700, adquirido pelo Laboratório Nacional de Engenharia Civil – LNEC. Estes trabalhos tiveram o objectivo de implementar a metodologia de análise de solos contaminados, de sedimentos e de resíduos mineiros com os equipamentos portáteis de análise por Espectrometria de Fluorescência de Energia Dispersiva de Raios-X (FRX).

Numa primeira fase do estudo, foram exploradas as potencialidades do analisador referido para ser utilizado nos estudos de caracterização das áreas mineiras degradadas (AMDs). Nessa fase, foi, ainda, estimada a repetibilidade dos dados obtidos com este método na análise *ex situ* de amostras de solo recolhidas em AMDs nacionais e a sua reprodutibilidade, por comparação desses dados com os produzidos pelo método de referência de Espectrometria de Emissão com Plasma Condutivo (ICP) na análise das mesmas amostras, no laboratório do Instituto Nacional de Energia, Tecnologia e Inovação – INETI (ex-IGM) em São Mamede Infesta.

Deste primeiro estudo foi possível inferir que os analisadores portáteis de FRX apresentam promissoras potencialidades para a caracterização da contaminação e da constituição dos resíduos das AMDs. As conclusões conseguidas deram origem à elaboração de um Relatório LNEC [1] e encorajaram a realização de novos trabalhos, nomeadamente no que respeita à análise de solos e de escombreciras *in situ* na área mineira de Santo António (Penedono), que se concretizam no presente relatório.

## 1.2 Objectivos

No presente relatório pretendem apresentar-se as conclusões obtidas num estudo realizado na área mineira degradada de Santo António (Penedono). Neste estudo realizaram-se análises de rastreio *in situ* utilizando o analisador referido e a posterior recolha de amostras, para, mediante preparação prévia, segundo o protocolo proposto pela NITON Corporation, serem analisadas em laboratório utilizando o mesmo método analítico e equipamento (*ex situ*). O objectivo deste procedimento foi o de avaliar o desempenho do analisador numa situação real de contaminação, analisando os dados obtidos em campo, onde existem uma série de causas de interferência que condicionam a qualidade dos resultados produzidos e a sua correcta quantificação. A comparação dos dados obtidos em campo com os correspondentes dados produzidos na análise das amostras preparadas e ensaiadas *ex situ*, cujos resultados já se demonstrou terem uma boa qualidade analítica (repetibilidade e reprodutibilidade), permitem, agora, concluir quanto ao grau de interferência de diversos factores que podem existir e a confiança que pode ser depositada nas acções de rastreio.

## 1.3 Estrutura do Relatório

No presente capítulo é feita a introdução do trabalho, são apresentados os seus objectivos e é referida a estrutura do relatório.

No **Capítulo 2** são abordados, de forma sucinta, os problemas mais relevantes do ponto de vista geoquímico que têm origem nas AMDs, assim como as potencialidades que as ferramentas de rastreio rápido, como é o caso dos analisadores portáteis de FRX, apresentam como método auxiliar de diagnóstico no estudo destes locais contaminados.

No **Capítulo 3** apresenta-se a metodologia adoptada para a realização dos ensaios *in situ* e *ex situ* e a metodologia considerada para a apresentação e para o tratamento dos dados obtidos, em ambos os casos.

No **Capítulo 4** são apresentados e discutidos os resultados dos ensaios de campo e dos ensaios de laboratório, após o respectivo tratamento estatístico.

No **Capítulo 5** encontram-se as principais conclusões do estudo realizado, assim como algumas considerações sobre a utilização dos analisadores de FRX no estudo dos locais contaminados, em geral, e das áreas mineiras degradadas, em particular.

## 2 . ESTUDO AMBIENTAL DAS ÁREAS MINEIRAS DEGRADADAS

### 2.1 Impactes Geoquímicos

Do ponto de vista geoquímico, é a presença sistemática de elementos nocivos persistentes, nomeadamente os metais pesados, os metalóides<sup>1</sup> e outros metais que, mais frequentemente, se encontram associados à degradação ambiental das áreas mineiras.

Em Portugal a actividade mineira está, essencialmente, associada à obtenção de metais e é a partir do momento da sua extracção que se inicia o ciclo de vida destes elementos químicos, que tende a ser muito longo e com consequências nefastas para os seres vivos, devido às elevadas concentrações em que são acumulados à superfície em condições muito deficientes e/ou inapropriadas.

A extracção dos minerais que contêm os metais está, geralmente, relacionada com a exploração de sulfuretos polimetálicos (usualmente metais básicos, ouro e prata) ou de outros minérios metálicos, também eles, associados a sulfuretos de diversos tipos. Ao serem extraídos do seu ambiente redutor natural e expostos às condições atmosféricas oxidantes, na presença de água, os minerais sulfuretados sofrem uma série de reacções químicas que resultam, entre outros efeitos, na produção das designadas drenagens ácidas. A estas drenagens estão associadas águas com pH baixo e elevada carga metálica, sendo, por isso, susceptíveis de degradar a qualidade do meio hídrico superficial, ao circularem livremente, atingindo as ribeiras e, ao infiltrarem-se no subsolo, conduzindo à contaminação dos sistemas aquíferos e consequente degradação do meio hídrico subterrâneo.

Grande parte do material extraído não tem viabilidade económica e é rejeitado, embora este material, designado por estéril, ainda possa conter uma quantidade significativa de minério. As fracções restantes, enriquecidas em minério, necessitam de processamento mineralúrgico e metalúrgico de modo a obter o metal ou as substâncias pretendidas, do que resulta uma grande quantidade de resíduos, nomeadamente escórias. Do referido, conclui-se que a indústria extractiva está associada à geração de grandes volumes de resíduos. Estes resíduos encontram-se carregados de metais e de minerais sulfuretados e são, geralmente, acumulados nas escomboreiras e/ou barragens de rejeitados (lamas), sem qualquer tipo de cobertura superficial ou isolamento basal. Estas estruturas são, por isso, vulneráveis à percolação pelas águas pluviais, culminando na geração das já

---

<sup>1</sup> Como metalóide bastante comum nas AMDs, apresenta-se o exemplo do arsénio (As).

referidas águas ácidas e no arraste de partículas por escorrência superficial, estando, ainda, sujeitas a erosão eólica que promove a dispersão aérea de partículas finas e de metais, contribuindo assim para o alastramento do impacte geoquímico nas áreas envolventes.

A dimensão do problema relatado estende-se a todos os países com actividades associadas à extracção mineira, tomando uma escala quase mundial. Sabe-se que o número de escombreiras e de barragens de rejeitados, constituídas por volumes muito variáveis de resíduos reactivos, é bastante elevado. Dados do Parlamento Europeu revelam que só a indústria extractiva gera mais de 400 milhões de toneladas de resíduos por ano, representando cerca de 30% do total de resíduos produzidos na UE<sup>2</sup> [2].

Dadas as repercussões nefastas produzidas na saúde pública e na capacidade de subsistência dos ecossistemas que são potenciadas pela exposição aos metais que provêm das escombreiras e das barragens de rejeitados, por diversas vias, e atendendo ao elevado número e volume destes corpos, facilmente se infere a urgência em reabilitar as AMDs, dando especial ênfase aos impactes geoquímicos devido à sua grande dispersão espacial, tendo em conta a direcção dos ventos dominantes e os sistemas de drenagem superficial e subterrâneo.

## **2.2 Vantagens das Ferramentas de Rastreio Rápido**

As preocupações com a preservação do ambiente são, actualmente, mais cuidadas. Por este motivo, introduziu-se, nos diversos sectores da actividade industrial, o conceito de desenvolvimento sustentável e, como consequência da consciencialização sobre os impactes negativos que resultaram de anos e anos de actividades industriais desregradas, os termos recuperação e reabilitação são cada vez mais referidos e, em muitos casos, são considerados objectivos a alcançar.

Neste contexto, a indústria extractiva não tem sido excepção. Os estudos que visam a reabilitação ambiental (e também geotécnica), destes locais, têm-se tornado cada vez mais uma realidade, sobretudo ao nível dos países mais desenvolvidos.

A necessidade de diagnosticar o estado de degradação ambiental das áreas mineiras parecer ser evidente, para que seja possível proceder à sua respectiva reabilitação, sendo para tal imprescindível o desenvolvimento de estudos de caracterização ambiental nestes locais.

---

<sup>2</sup> UE – União Europeia.

A obtenção de dados de caracterização ambiental fiáveis em tempo útil e com baixos custos associados é, sem dúvida, uma mais valia para o sucesso do projecto de reabilitação e para uma tomada de decisão dirigida e bem planeada.

Neste contexto surgem as Ferramentas de Rastreio Rápido (FRR), que oferecem claras vantagens relativamente aos métodos analíticos laboratoriais habituais, uma vez que facilitam o rastreio da área num curto período de tempo, quando comparadas com os métodos tradicionais.

As FRR permitem um acesso praticamente imediato à distribuição espacial de uma série de parâmetros indicadores do grau de contaminação, como são exemplos a condutividade dos solos e a concentração em metais pesados e, assim, fazer uma primeira abordagem ao estado de degradação dos solos e dos valores de concentração dos elementos nocivos que os resíduos possam apresentar. Estes dados permitem conhecer a perigosidade que a área degradada possa representar para uma comunidade próxima e para os ecossistemas, em tempo útil.

Com os dados obtidos durante o rastreio da área, é possível otimizar as tarefas subsequentes do projecto de reabilitação, ajustando os programas de amostragem às necessidades específicas de cada local e, assim, evitar programas demasiado extensos, dispendiosos e desnecessários.

Os equipamentos portáteis de análise por FRX, como o Analisador Ambiental NITON Série XLi 700, são excelentes exemplos de sucesso das FRR, oferecendo resultados analíticos de qualidade na pesquisa e na quantificação de metais pesados e metalóides em solos, em sedimentos e em resíduos *in situ*, num curto período de tempo, para uma resposta quase imediata.

O funcionamento do analisador assenta no princípio geral da produção de fluorescência de Raios-X [1]. Por este motivo, o equipamento integra três fontes seladas de isótopos radioactivos (Cd-109, Fe-55 e Am-241) e possui programas apropriados de aquisição, registo e processamento informático de dados que interpretam os espectros fluorescentes recebidos, permitindo a identificação e a quantificação dos elementos químicos que compõem as amostras. As características e as potencialidades deste equipamento encontram-se descritas em trabalhos anteriores [1] e [3].

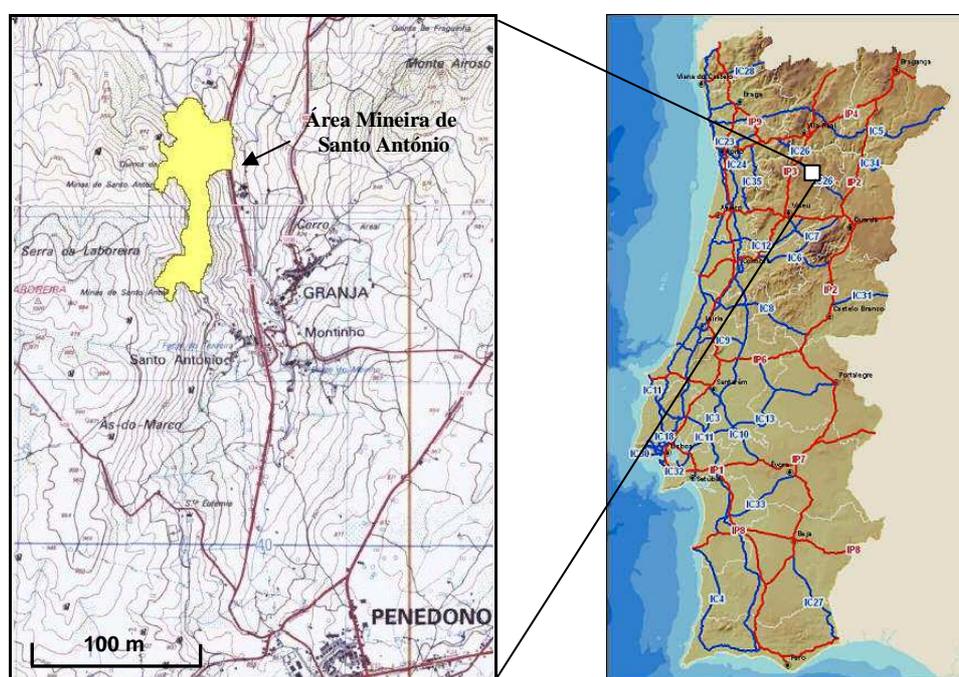


### 3 . METODOLOGIA ADOPTADA

#### 3.1 Introdução

Afim de ser avaliado o desempenho do analisador portátil de FRX no estudo de situações reais de AMDs, foi seleccionada uma área mineira nacional, como *caso de estudo*, que se sabe, à partida, estar contaminada com elementos químicos nocivos para o ambiente, nomeadamente metais pesados e metalóides e, potencialmente, radionuclídeos.

A AMD seleccionada para o estudo foi a antiga exploração de Ouro de Santo António, em Penedono, actualmente desactivada, que se localiza no Distrito de Viseu (Figura 1).



**Figura 1** – Enquadramento geográfico da área mineira de Santo António – Penedono.

Na área da antiga exploração foram identificados diversos problemas ambientais devido à presença, em concentrações elevadas, de metais pesados, como tal, este local apresentava potencialidades para ser utilizado como *caso de estudo*.

A metodologia adoptada incluiu a realização de uma série de ensaios de rastreio *in situ* sobre os materiais que compõem as três escomboreiras existentes no local (Figuras 2a, 2b e 2c) e os solos que rodeiam as lavarias (Figura 2d), de acordo com uma malha de amostragem pré-estabelecida e após a confirmação, em campo, da possibilidade de realizar as análises nos pontos definidos. Em quinze desses locais, recolheram-se

amostras dos materiais para que, após tratamento adequado de acordo com o Método EPA 6200 [4], esses fossem ensaiados *ex situ* (em laboratório).



Figura 2 – Mina de Santo António: a) escombreira 1; b) escombreira 2; c) escombreira 3; e d) zona das lavarias.

### 3.2 Análises *In Situ*

O rastreio da contaminação geoquímica da área foi realizado com o analisador referido e foi efectuada uma série de análises, de acordo com uma malha quadrada. A dimensão da malha escolhida foi definida para cada um dos locais, consoante se tratasse de uma zona de escombreira ou de solo contaminado (zona das lavarias). Os espaçamentos considerados foram os seguintes:

- Zona das lavarias, onde se registam evidências de solos muito degradados e onde se previa a existência de uma grande variedade de contaminantes: 10 m x 10 m.
- Zona das escombreyras, onde não se previa uma grande heterogeneidade superficial de composição: 20 m x 20 m.

O analisador foi utilizado, tendo em consideração as recomendações da EPA (Environmental Protection Agency) e da NITON Corporation, seguindo os procedimentos descritos no Relatório LNEC [1].

O rastreio (Figura 3) foi iniciado com a realização de análises, em todos os pontos de amostragem considerados, utilizando o *Modo de Teste Padrão de Solos* (modo TPS), com o objectivo de detectar os elementos químicos presentes e quantificar aqueles que se encontrassem em concentrações inferiores a 10 000 ppm. Sempre que a concentração em arsénio (As) se apresentou com concentração superior a 1% (10 000 ppm), repetiu-se o ensaio recorrendo, então, ao *Modo de Teste Industrial Zn, Cu e Pb* (modo TI), com o intuito de aferir as concentrações desses elementos, uma vez que o modo TI foi concebido especificamente para a análise de concentrações elementares superiores a 1% em condições industriais, o que está de acordo com as condições em que se desenvolvem as actividades da indústria extractiva.



**Figura 3** – Demonstração da utilização do analisador *in situ*.

Quanto às condições em que decorreram as análises, cada ensaio teve a duração de 90 s e foram utilizadas as três fontes isotópicas (Cd-109, Fe-55 e Am-241) activas em simultâneo, com uma rotatividade de 30 s. O motivo pelo qual se utilizaram as três fontes activas, simultaneamente, baseou-se no facto da composição química dos materiais dos locais a amostrar ser totalmente desconhecida e o objectivo do estudo consistir em rastrear a presença de todos os elementos químicos passíveis de detectar.

### **3.3 Análises *Ex Situ***

Os ensaios *ex situ* foram realizados com o principal objectivo de confirmar os resultados de campo, uma vez que em laboratório é possível garantir condições específicas que permitem a obtenção de dados com uma qualidade e fiabilidade superior. A qualidade

analítica dos dados produzidos por FRX em condições laboratoriais já foi demonstrada em [1] e em [5].

Com este objectivo, e como já foi referido anteriormente, foram colectadas quinze amostras (Figura 4) que foram cuidadosamente armazenadas e referenciadas. O material recolhido corresponde a nove amostras das três escombreyras, a cinco amostras dos solos que rodeiam as lavarias e a uma amostra de uma pilha de resíduos de pequenas dimensões localizada perto das lavarias.



**Figura 4** – Realização do ensaio *in situ* e posterior recolha de material para ensaio de laboratório.

As amostras de material foram recolhidas nos locais exactos onde tinham, previamente, sido realizadas as análises *in situ*, para que os resultados dos ensaios de campo e de laboratório pudessem ser devidamente comparados, com a garantia de que o material analisado nos dois casos era o mesmo.

A partir do material de cada uma das amostras, foram preparadas três cápsulas de ensaio (réplicas), de acordo com os procedimentos apresentados em [1], tendo-se obtido um total de quarenta e cinco provetes (Figura 5).



**Figura 5** – Cápsulas para ensaios *ex situ* (três réplicas para cada amostra).

Cada uma das três réplicas, de cada amostra, foi ensaiada, em condições de repetibilidade, 5 vezes consecutivas com o modo TPS, seguidas de outras 5 vezes consecutivas com o modo TI, tendo-se, por isso, obtido um total de 30 ensaios por amostra. Cada ensaio teve a duração de 90 s e, tal como nos ensaios *in situ*, decorreu mantendo as três fontes isotópicas activas em simultâneo e com a mesma rotatividade (30 s).

### 3.4 Tratamento dos Dados

Após a observação do conjunto de valores obtidos para cada uma das amostras, optou-se por, de entre os 24 elementos passíveis de serem detectados pelo analisador, se considerarem para efeitos de estudo, apenas, os seguintes:

Pb – chumbo	Sb – antimónio
Cu – cobre	Sn – estanho
Fe – ferro	Ag – prata
As – arsénio	Zn – zinco
Sr – estrôncio	Cd – cádmio
Rb – rubídio	Hg – mercúrio

A razão pela qual se seleccionaram apenas estes 12 elementos químicos deve-se ao facto de, após uma primeira abordagem aos dados, se ter verificado que estes elementos são os comuns à maioria das amostras, o que é fundamental para efeitos comparativos. Os restantes 12 elementos analisáveis pelo detector apenas se encontram em 2 ou 3 amostras.

Relativamente aos dados obtidos *in situ*, não foi proposto qualquer tipo de tratamento estatístico, uma vez que em cada ponto de amostragem seleccionado só foi realizada uma única análise<sup>3</sup>.

Quanto ao tratamento estatístico dos dados dos ensaios *ex situ*, a metodologia adoptada foi semelhante à apresentada no Relatório LNEC [1]. Assim, foram realizados os seguintes passos:

- 1 - Aplicação do *Teste de Grubb*, para rejeição dos valores anómalos [6].
- 2 - Determinação dos *Principais Parâmetros Estatísticos* (média, desvio-padrão, mediana, máximo e mínimo), para caracterização estatística das amostras.
- 3 - Determinação do *Coefficiente de Variação (Cv)*, para verificação da repetibilidade dos dados.

No que respeita à comparação dos resultados produzidos em campo com os correspondentes resultados laboratoriais foram realizados gráficos de barras e, de acordo com o Método EPA 6200 [4], foi realizada uma *Análise Regressiva*, utilizando uma regressão linear pelo método dos mínimos quadrados, com determinação dos respectivos *Coefficientes de Correlação (R<sup>2</sup>)*.

---

<sup>3</sup> Foi realizada uma única análise em cada local, uma vez que o objectivo do presente trabalho, era apenas o de fazer um rastreio preliminar da área e ver a aplicabilidade deste método a uma situação real. Acrescenta-se que, a EPA considera que uma análise de 90 s realizada *in situ* é suficiente no caso de haver recolha de material, no mesmo local, para posterior confirmação dos resultados através da realização de análises *ex situ*.

#### 4 . APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Os resultados obtidos nos ensaios realizados em campo e os correspondentes valores conseguidos em laboratórios, no ensaio das réplicas, são apresentados em quadros que se seguem. Nesses quadros encontram-se as concentrações multi-elementares de cada uma das amostras analisadas. Os valores registados são, ainda, apresentados sob a forma de gráficos de barras e de correlação.

Assim, no Quadro I apresentam-se as concentrações multi-elementares, em ppm (parte por milhão), que se obtiveram nos ensaios realizados *in situ*. Nos Quadros II, III e IV encontram-se as concentrações multi-elementares médias (ppm) determinadas nos ensaios *ex situ*, os resultados dos parâmetros estatísticos que permitem caracterizar cada uma das amostras e os valores de Cv (%), obtidos para cada elemento. Nas Figuras 6a e 6b apresentam-se, então, os gráficos de barras correspondentes aos resultados dos ensaios *in situ* e dos *ex situ* e nas Figuras 7a e 7b apresenta-se a expressão gráfica dos resultados da *Análise Regressiva* realizada.

**Quadro I** – Concentrações elementares (ppm) das análises realizadas *in situ*.

AMOSTRAS	ELEMENTOS (ppm)											
	<i>Pb</i>	<i>Cu</i>	<i>Fe</i>	<i>As</i>	<i>Sr</i>	<i>Rb</i>	<i>Sb</i>	<i>Sn</i>	<i>Ag</i>	<i>Zn</i>	<i>Cd</i>	<i>Hg</i>
<b>Am 1</b>	26,61	63,82	5386,8	1066,06	15,33	60,89	n.d.	n.d.	n.d.	31,01	n.d.	14,72
<b>Am 2</b>	93,44	n.d.	18500	7145,20	11,73	68,17	125,01	100,47	n.d.	55,16	n.d.	18,75
<b>Am 3</b>	24,29	55,28	5839,39	1703,6	n.d.	66,73	n.d.	n.d.	n.d.	23,43	n.d.	15,38
<b>Am 4</b>	n.d.	159,42	58529,75	46674,01	n.d.	59,74	498,94	364,55	44,59	n.d.	113,39	n.d.
<b>Am 5</b>	154,83	68,37	18500	8653,52	16,36	106,88	137,24	146,64	20,6	40,2	n.d.	n.d.
<b>Am 6</b>	n.d.	56,19	4727,37	1498,95	9,53	61,38	208,14	92,75	41,86	43,88	50,00	n.d.
<b>Am 7</b>	162,23	85,73	32900	4133,94	32,67	114,02	177,57	212,39	24,83	n.d.	65,02	n.d.
<b>Am 8</b>	37,28	71,88	9047,48	4329,17	n.d.	85,02	n.d.	83,46	n.d.	35,73	n.d.	n.d.
<b>Am 9</b>	69,61	104,42	57100	13940,93	n.d.	100,45	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
<b>Am 10</b>	60,65	113,54	87200	27800	n.d.	88,57	183,18	119,91	n.d.	55,32	n.d.	25,62
<b>Am 11</b>	n.d.	2646,88	203604,50	109246,80	18,84	44,13	916,99	603,11	90,68	n.d.	218,3	n.d.
<b>Am 12</b>	59,83	93,00	61200	24000	n.d.	101,41	327,96	291,63	44,14	n.d.	73,08	n.d.
<b>Am 13</b>	n.d.	n.d.	162100	15000	n.d.							
<b>Am 14</b>	796,93	850,26	383300	48300	23,37	41,16	594,19	n.d.	114,07	n.d.	121,66	n.d.
<b>Am 15</b>	n.d.	n.d.	27200	20400	n.d.							

n.d. – não determinado

**Quadro II – Concentrações elementares médias (ppm) ex situ; valores de Cv (%) e principais parâmetros estatísticos.**

AMOSTRAS		ELEMENTOS (ppm)											
		Pb	Cu	Fe	As	Sr	Rb	Sb	Sn	Ag	Zn	Cd	Hg
Am 1	média	32,88	n.d.	8172,07	1658,76	19,34	94,36	101,21	n.d.	n.d.	44,37	n.d.	26,30
	d.padrão	5,21	n.d.	1204,83	241,36	2,77	4,84	18,78	n.d.	n.d.	20,50	n.d.	10,02
	máximo	41,29	n.d.	10186,56	2004,28	22,52	101,40	131,53	n.d.	n.d.	92,32	n.d.	40,12
	mínimo	22,44	n.d.	6998,27	1331,58	14,36	86,19	71,50	n.d.	n.d.	24,05	n.d.	14,65
	mediana	32,83	n.d.	7596,69	1660,75	20,18	95,68	97,48	n.d.	n.d.	35,93	n.d.	26,69
	Cv (%)	15,85	n.d.	14,74	14,55	14,35	5,13	18,56	n.d.	n.d.	46,20	n.d.	38,10
Am 2	média	146,93	n.d.	20340,00	7016,23	21,56	114,93	110,97	81,45	n.d.	58,80	n.d.	35,05
	d.padrão	8,85	n.d.	620,83	329,11	3,12	4,83	25,72	10,40	n.d.	9,06	n.d.	6,91
	máximo	159,60	n.d.	21100,00	7440,38	28,16	123,14	159,16	105,11	n.d.	75,70	n.d.	50,06
	mínimo	129,93	n.d.	18900,00	6452,66	16,77	105,82	77,93	72,01	n.d.	42,98	n.d.	19,99
	mediana	147,75	n.d.	20500,00	7155,01	21,51	115,18	110,83	79,00	n.d.	59,71	n.d.	34,04
	Cv (%)	6,02	n.d.	3,05	4,69	14,46	4,20	23,17	12,77	n.d.	15,41	n.d.	19,73
Am 3	média	33,43	n.d.	14633,33	4554,33	11,07	83,06	120,80	91,98	n.d.	40,38	n.d.	24,86
	d.padrão	6,24	n.d.	777,05	217,87	1,13	4,20	24,71	18,06	n.d.	7,76	n.d.	4,23
	máximo	42,74	n.d.	15800,00	4885,20	13,43	89,52	164,50	118,84	n.d.	53,30	n.d.	31,04
	mínimo	18,64	n.d.	13300,00	4233,34	8,75	74,09	83,12	69,87	n.d.	27,37	n.d.	19,34
	mediana	33,48	n.d.	14700,00	4539,03	10,85	83,52	113,25	85,38	n.d.	39,32	n.d.	23,69
	Cv (%)	18,66	n.d.	5,31	4,78	10,20	5,05	20,45	19,63	n.d.	19,21	n.d.	17,02
Am 4	média	n.d.	256,12	100813,33	150393,33	n.d.	80,80	813,13	460,77	130,55	n.d.	296,23	187,94
	d.padrão	n.d.	58,68	4140,03	6233,83	n.d.	10,39	82,26	73,84	12,95	n.d.	25,67	36,37
	máximo	n.d.	353,91	106800,00	159800,00	n.d.	94,72	956,35	568,77	158,99	n.d.	346,02	234,34
	mínimo	n.d.	179,99	93800,00	139200,00	n.d.	62,92	693,12	335,92	109,96	n.d.	241,70	118,66
	mediana	n.d.	252,91	102400,00	151500,00	n.d.	85,11	807,93	457,03	128,24	n.d.	293,70	193,68
	Cv (%)	n.d.	22,91	4,11	4,15	n.d.	12,86	10,12	16,02	9,92	n.d.	8,67	19,35
Am 5	média	173,31	n.d.	24513,33	17206,67	19,35	136,52	151,82	113,34	26,77	41,77	n.d.	32,44
	d.padrão	12,67	n.d.	669,61	710,60	2,52	6,75	27,93	16,01	5,09	3,15	n.d.	6,18
	máximo	197,31	n.d.	25500,00	18600,00	23,54	150,71	193,46	142,19	33,79	48,93	n.d.	38,81
	mínimo	152,52	n.d.	23500,00	16100,00	15,14	127,52	91,96	85,72	19,98	38,17	n.d.	22,20
	mediana	178,71	n.d.	24400,00	17100,00	19,24	135,39	157,42	112,54	28,67	40,35	n.d.	34,30
	Cv (%)	7,31	n.d.	2,73	4,13	13,04	4,94	18,40	14,12	19,02	7,55	n.d.	19,05

n.d. – não determinado

**Quadro III –** Concentrações elementares médias (ppm) *ex situ*; valores de Cv (%) e principais parâmetros estatísticos (continuação).

AMOSTRAS		ELEMENTOS (ppm)											
		Pb	Cu	Fe	As	Sr	Rb	Sb	Sn	Ag	Zn	Cd	Hg
Am 6	média	31,68	n.d.	8024,37	3603,80	12,26	109,31	105,26	93,74	n.d.	n.d.	n.d.	18,15
	d.padrão	7,48	n.d.	222,01	127,12	1,83	5,07	20,53	12,12	n.d.	n.d.	n.d.	3,00
	máximo	50,30	n.d.	8392,59	3847,01	16,20	117,62	146,24	113,50	n.d.	n.d.	n.d.	23,14
	mínimo	22,20	n.d.	7604,75	3417,21	9,31	99,54	79,44	68,46	n.d.	n.d.	n.d.	13,81
	mediana	29,79	n.d.	7977,27	3606,09	12,34	109,26	104,97	93,92	n.d.	n.d.	n.d.	18,14
	Cv (%)	23,62	n.d.	2,77	3,53	14,92	4,64	19,50	12,93	n.d.	n.d.	n.d.	16,54
Am 7	média	179,88	n.d.	33860,00	6730,30	32,65	171,45	115,31	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	26,94
	d.padrão	14,64	n.d.	420,54	165,25	3,89	7,15	19,71	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	5,01
	máximo	200,61	n.d.	34600,00	6930,33	39,53	184,57	152,30	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	34,21
	mínimo	157,33	n.d.	32800,00	6501,54	27,16	157,74	86,33	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	18,74
	mediana	184,11	n.d.	33800,00	6818,95	32,71	170,37	112,78	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	27,32
	Cv (%)	8,14	n.d.	1,24	2,46	11,90	4,17	17,10	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	18,61
Am 8	média	72,99	n.d.	16066,67	5082,79	15,48	124,67	110,42	92,98	n.d.	n.d.	n.d.	21,37
	d.padrão	8,56	n.d.	720,78	217,24	2,56	5,29	20,75	20,51	n.d.	n.d.	n.d.	4,17
	máximo	88,71	n.d.	17100,00	5525,75	19,40	134,32	149,36	140,98	n.d.	n.d.	n.d.	28,82
	mínimo	60,18	n.d.	14700,00	4843,74	10,84	116,52	81,81	70,00	n.d.	n.d.	n.d.	15,12
	mediana	70,31	n.d.	16000,00	4961,65	15,07	124,93	106,62	88,95	n.d.	n.d.	n.d.	22,13
	Cv (%)	11,72	n.d.	4,49	4,27	16,54	4,24	18,79	22,05	n.d.	n.d.	n.d.	19,54
Am 9	média	243,23	110,56	106513,33	38253,33	17,14	137,72	236,94	n.d.	42,27	n.d.	65,26	51,57
	d.padrão	34,76	11,83	3133,89	846,73	3,84	7,96	44,89	n.d.	5,81	n.d.	8,96	7,13
	máximo	316,74	123,93	111700,00	39500,00	24,36	154,17	303,73	n.d.	52,22	n.d.	76,18	61,44
	mínimo	181,47	82,84	100500,00	36600,00	12,27	121,79	162,58	n.d.	33,27	n.d.	43,27	42,70
	mediana	239,08	114,03	106700,00	38300,00	16,39	137,98	233,86	n.d.	42,05	n.d.	67,07	51,45
	Cv (%)	14,29	10,70	2,94	2,21	22,41	5,78	18,95	n.d.	13,75	n.d.	13,73	13,82
Am 10	média	63,03	109,71	32793,33	28420,00	n.d.	112,54	176,35	148,57	28,96	64,97	51,07	63,96
	d.padrão	10,37	30,44	1331,20	1641,51	n.d.	4,46	29,57	28,38	4,45	17,62	7,84	7,92
	máximo	81,38	152,37	34400,00	30600,00	n.d.	123,77	212,43	191,09	36,87	98,16	60,73	75,81
	mínimo	46,49	57,48	30500,00	26300,00	n.d.	106,05	106,64	100,49	22,66	48,44	35,25	52,97
	mediana	63,83	122,35	33300,00	28200,00	n.d.	112,04	176,64	148,31	29,17	58,21	52,01	64,08
	Cv (%)	16,44	27,75	4,06	5,78	n.d.	3,94	16,77	19,10	15,35	27,11	15,36	12,38

n.d. – não determinado

**Quadro IV – Concentrações elementares médias (ppm) ex situ; valores de Cv (%) e principais parâmetros estatísticos (continuação).**

AMOSTRAS		ELEMENTOS (ppm)											
		<i>Pb</i>	<i>Cu</i>	<i>Fe</i>	<i>As</i>	<i>Sr</i>	<i>Rb</i>	<i>Sb</i>	<i>Sn</i>	<i>Ag</i>	<i>Zn</i>	<i>Cd</i>	<i>Hg</i>
Am 11	média	n.d.	3266,64	294900,00	520846,67	n.d.	57,63	3196,55	1328,70	466,74	n.d.	1207,59	n.d.
	d.padrão	n.d.	495,29	8594,60	26021,17	n.d.	12,85	472,13	194,76	97,91	n.d.	174,73	n.d.
	máximo	n.d.	4032,10	307300,00	560200,00	n.d.	79,27	3969,18	1630,00	680,10	n.d.	1552,16	n.d.
	mínimo	n.d.	2466,77	274400,00	461900,00	n.d.	37,81	2466,75	927,73	367,18	n.d.	942,84	n.d.
	mediana	n.d.	3338,85	297400,00	525300,00	n.d.	57,20	3156,63	1326,67	423,67	n.d.	1163,80	n.d.
	Cv (%)	n.d.	15,16	2,91	5,00	n.d.	22,30	14,77	14,66	20,98	n.d.	14,47	n.d.
Am 12	média	154,49	134,67	85760,00	48193,33	n.d.	117,79	288,79	149,22	51,54	n.d.	75,36	65,99
	d.padrão	21,08	27,00	1598,57	1618,41	n.d.	9,48	31,93	23,91	9,71	n.d.	13,13	14,96
	máximo	201,50	182,68	88000,00	51200,00	n.d.	136,19	347,17	200,39	72,24	n.d.	98,19	100,98
	mínimo	113,47	105,43	83200,00	45700,00	n.d.	104,65	230,12	105,47	39,60	n.d.	53,35	49,90
	mediana	150,47	120,07	85500,00	47600,00	n.d.	112,91	285,16	151,45	49,29	n.d.	72,70	63,81
	Cv (%)	13,65	20,05	1,86	3,36	n.d.	8,05	11,06	16,02	18,85	n.d.	17,42	22,67
Am 13	média	1034,64	562,11	261140,00	35900,00	32,21	196,50	207,65	n.d.	144,01	n.d.	n.d.	n.d.
	d.padrão	124,42	90,24	19845,43	1376,85	7,12	14,93	49,87	n.d.	21,27	n.d.	n.d.	n.d.
	máximo	1223,04	712,04	284000,00	37600,00	44,81	222,50	328,08	n.d.	180,91	n.d.	n.d.	n.d.
	mínimo	851,84	387,33	233800,00	33700,00	21,17	172,88	155,39	n.d.	107,71	n.d.	n.d.	n.d.
	mediana	1048,72	560,06	266300,00	36200,00	30,34	198,19	188,47	n.d.	146,71	n.d.	n.d.	n.d.
	Cv (%)	12,03	16,05	7,60	3,84	22,09	7,60	24,02	n.d.	14,77	n.d.	n.d.	n.d.
Am 14	média	876,94	1203,92	491380,00	79440,00	n.d.	59,50	459,94	n.d.	180,90	n.d.	162,19	n.d.
	d.padrão	93,61	134,30	10311,59	2769,94	n.d.	13,78	102,61	n.d.	34,20	n.d.	27,81	n.d.
	máximo	1107,17	1491,75	515600,00	85300,00	n.d.	88,60	605,88	n.d.	254,92	n.d.	208,30	n.d.
	mínimo	761,40	988,49	474100,00	75600,00	n.d.	43,28	281,24	n.d.	130,84	n.d.	110,22	n.d.
	mediana	868,88	1216,17	490200,00	78400,00	n.d.	57,53	494,54	n.d.	183,37	n.d.	169,59	n.d.
	Cv (%)	10,67	11,16	2,10	3,49	n.d.	23,16	22,31	n.d.	18,91	n.d.	17,15	n.d.
Am 15	média	37,95	n.d.	24246,67	25233,33	n.d.	146,24	162,08	139,70	n.d.	n.d.	44,90	41,16
	d.padrão	6,89	n.d.	814,04	796,12	n.d.	5,91	28,02	27,28	n.d.	n.d.	11,33	9,28
	máximo	46,90	n.d.	25800,00	26800,00	n.d.	158,25	198,55	195,72	n.d.	n.d.	65,62	55,01
	mínimo	25,97	n.d.	23100,00	24200,00	n.d.	135,49	115,82	91,98	n.d.	n.d.	31,53	26,11
	mediana	39,21	n.d.	24100,00	24900,00	n.d.	146,79	164,97	140,93	n.d.	n.d.	41,28	41,84
	Cv (%)	18,16	n.d.	3,36	3,16	n.d.	4,04	17,29	19,53	n.d.	n.d.	25,24	22,55

n.d. – não determinado

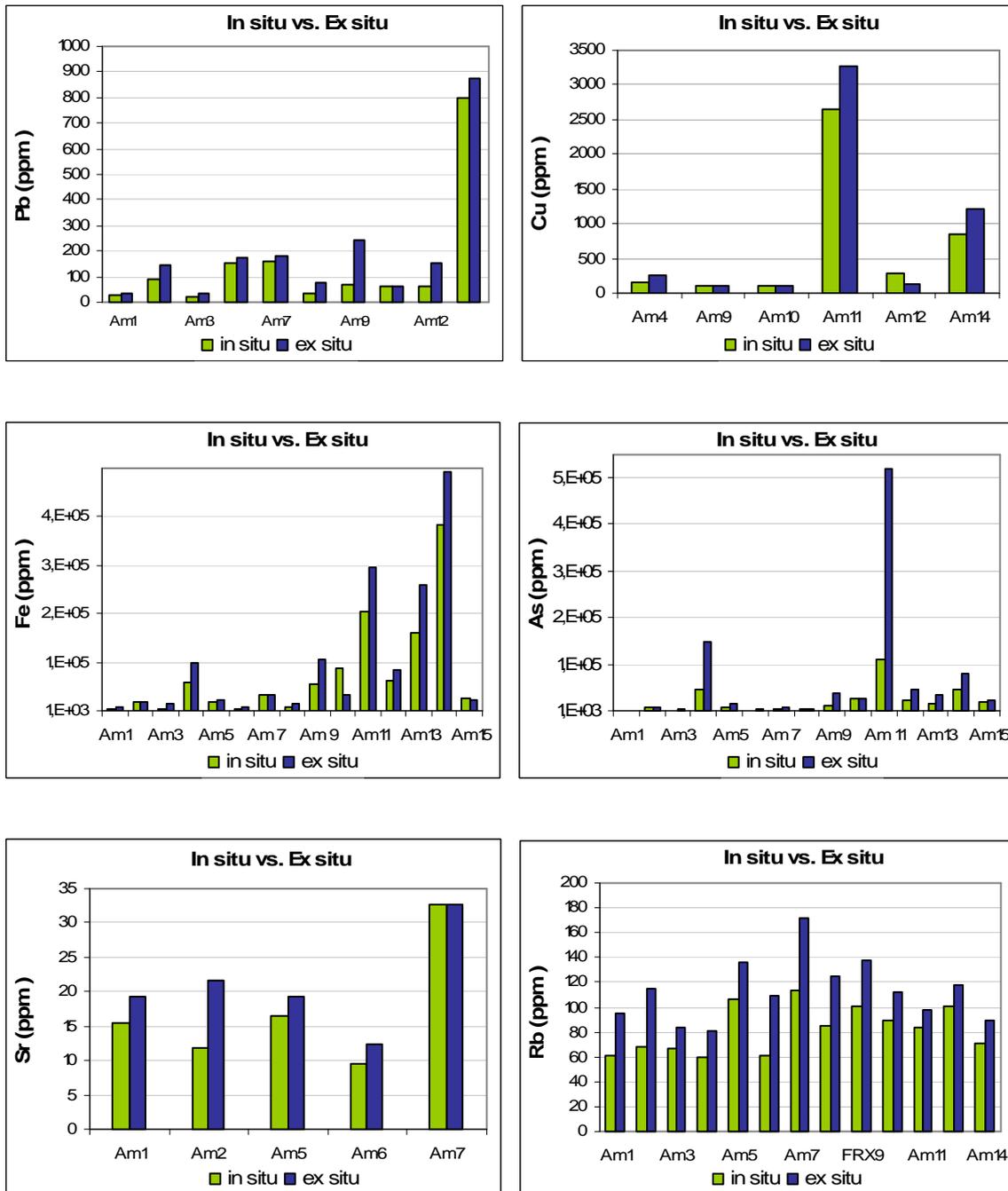


Figura 6a – Comparação dos resultados *in situ* e *ex situ* para cada elemento (ppm).

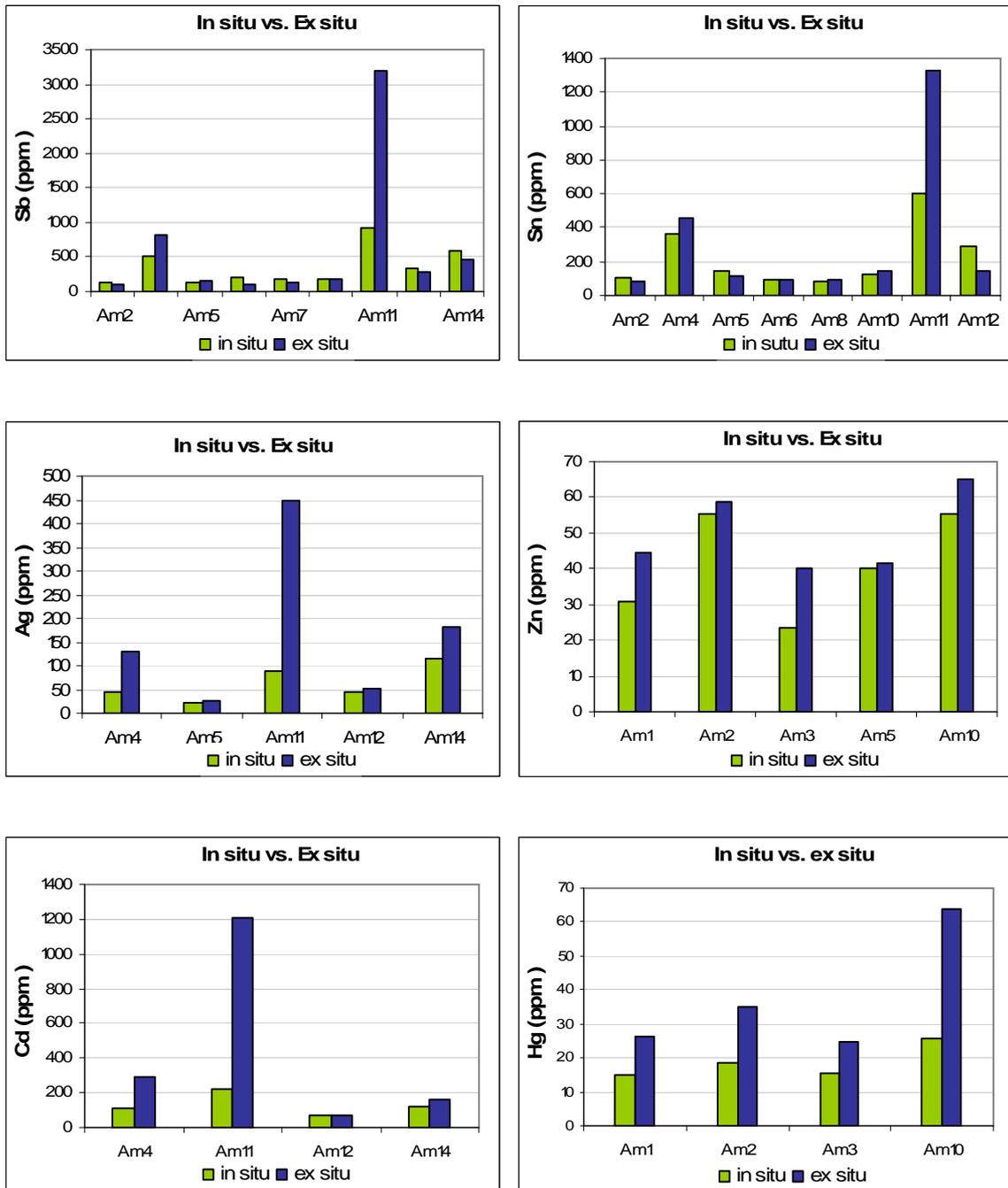


Figura 6b – Comparação dos resultados *in situ* e *ex situ* para cada elemento (ppm) (continuação).

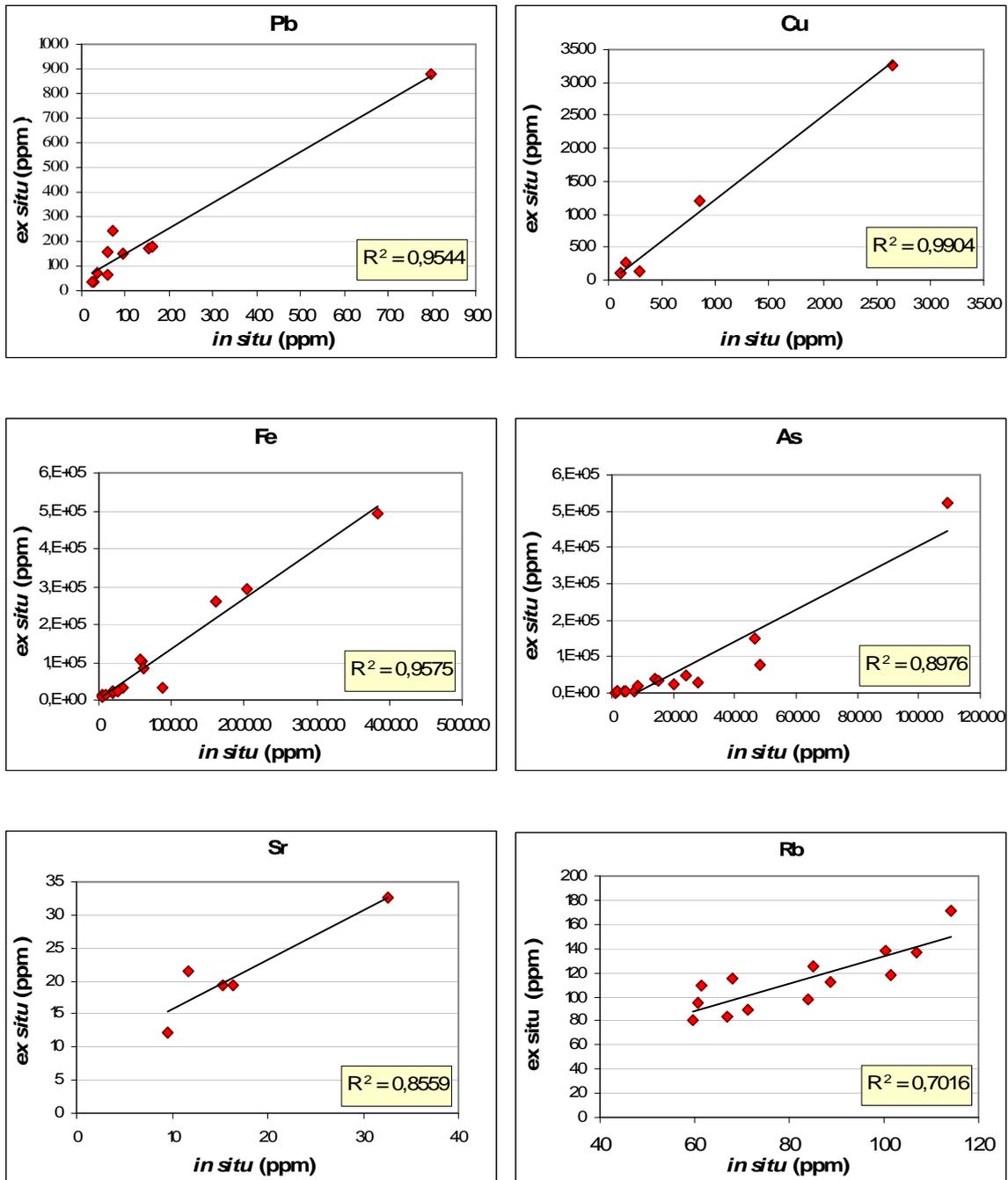
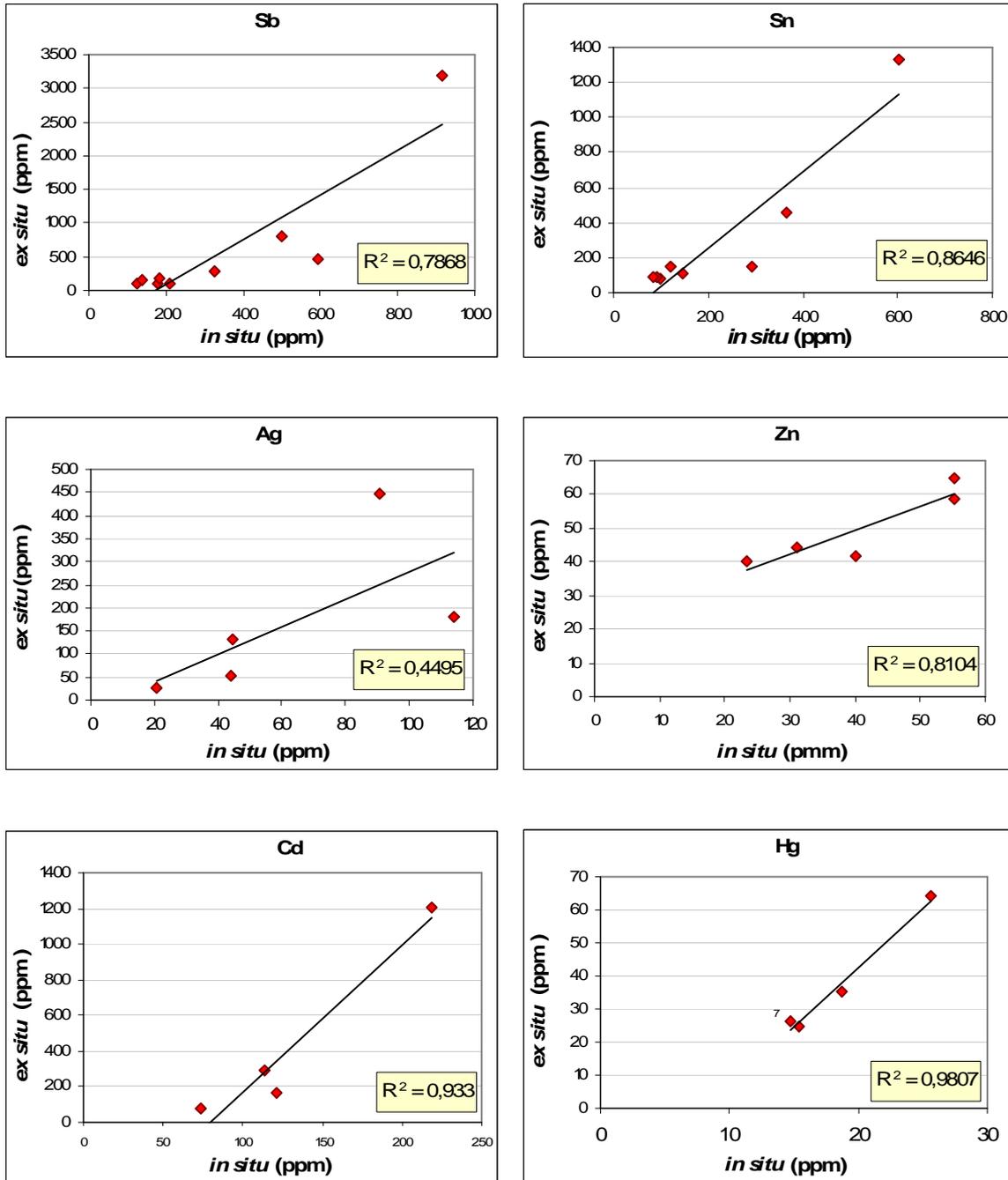


Figura 7a – Representação gráfica dos resultados da *Análise Regressiva* para cada elemento (ppm) e respectivos valores de  $R^2$ .



**Figura 7b** – Representação gráfica dos resultados da *Análise Regressiva* para cada elemento (ppm) e respectivos valores de  $R^2$  (continuação).

Da observação dos quadros e dos gráficos elaborados, após a rejeição dos valores anómalos pelo teste de Grubb e depois do tratamento estatístico necessário, é possível não só comprovar a eficiência do método analítico, como também, verificar uma boa correlação entre os resultados de campo e os de laboratório.

Analisando os Quadros II, III e IV, onde se apresentam as concentrações médias (ppm) multi-elementares de cada uma das amostras, assim como os respectivos valores de Cv (%) obtidos para cada elemento, conclui-se que a grande maioria dos resultados obedece ao critério de repetibilidade proposto pela EPA [4]. Isto é, para os diferentes elementos químicos obtiveram-se quase sempre valores de Cv inferiores a 20% e, mesmo nas exceções registadas (sombreadas a rosa), esse valor apenas excede os 28% em dois casos particulares: 1) Zn - 46,20% na amostra Am 1 e 2) Hg - 38,10% na mesma amostra. Apesar das exceções registadas, os dados podem ser considerados repetíveis, segundo o critério adoptado, uma vez que se tratam de resultados produzidos por um método analítico expedito, cuja principal utilidade é a de realizar análises de rastreio.

Relativamente à comparação dos dados de campo com os correspondentes dados laboratoriais, através da confrontação dos valores apresentados no Quadro I (valores obtidos *in situ*) com os expressos nos Quadros II, III e IV (valores médios obtidos *ex situ*), é possível constatar a ocorrência de cinco situações consideradas anómalas (sombreadas a verde). As situações consideradas anómalas correspondem ao facto de na amostra Am 6 os elementos Ag e Cd, e na amostra Am 7 os elementos Ag, Cd e Sn, apenas terem sido detectados nas análises realizadas *in situ* e não terem sido detectados em nenhuma das três réplicas analisadas *ex situ*. O sucedido pode estar relacionado com a hipótese de, no local onde se ensaiaram *in situ* estas amostras, existirem partículas de Cd, Sn e Ag aglutinadas e acumuladas junto à superfície de amostragem ou dispostas em camada, formando uma fina “couraça”, aumentando, anormalmente, as concentrações destes elementos naquele ponto, o que permitiu a sua detecção e quantificação. Após a preparação das amostras, de acordo com os procedimentos descritos em [1], para serem ensaiadas *ex situ*, ocorreu provavelmente uma das seguintes hipóteses:

- As partículas aglutinadas, ou dispostas em forma de camada, foram rejeitadas durante o processo de quarteamento das amostras.
- Ocorreu a desagregação dos aglutinados ou da “couraça” durante o processo de moagem e, devido à homogeneização das amostras, as partículas desagregadas

dispersaram-se no seio dos restantes elementos, passando a estar presentes em concentrações abaixo do limite de detecção do analisador para estes elementos.

Quanto à análise dos gráficos de barras apresentados nas Figuras 6a e 6b, verifica-se que os resultados *ex situ* são, geralmente, superiores aos *in situ* (excepto no caso do Sn, na Am 12), mas mantendo-se, quase sempre, na mesma ordem de grandeza. Existem, no entanto, algumas situações em que os resultados *ex situ* são quase o dobro dos valores obtidos *in situ*, registando-se estes casos para os elementos As, Sn e Ag na Am11, o que é uma situação mais fácil de explicar do que a anteriormente referida (elementos detectados apenas nas análises realizadas *in situ*).

O facto dos dados de campo serem inferiores aos obtidos *ex situ* é uma ocorrência esperada, uma vez que, em campo, é comum ocorrerem algumas situações que justificam este acontecimento, como sejam:

- 1 - *Efeito de diluição* dos elementos no solo, que, só por si, justifica as concentrações inferiores registadas nos ensaios de campo relativamente às obtidas em laboratório. Este efeito é minimizado durante a realização dos ensaios em laboratório, devido à preparação prévia das amostras, com moagem e peneiração.
- 2 - *Efeito físico da matriz*, que está relacionado com a heterogeneidade dos materiais a analisar e com o modo de distribuição de partículas com dimensões diferentes numa mesma amostra. Nos ensaios realizados *ex situ* a ocorrência desta situação é reduzida, uma vez que neste tipo de ensaios se consideram apenas as fracções granulométricas inferiores a 125  $\mu\text{m}$  [1].
- 3 - *Dispersão de Raios-X fluorescentes* (por absorção pelo ar) antes de atingirem o detector, devido ao incorrecto posicionamento do analisador. O uso da plataforma de chumbo, nos ensaios *ex situ*, obriga ao correcto posicionamento do equipamento [7], pelo que a possibilidade de dispersão de Raios-X é, praticamente, nula.

No que respeita à avaliação das rectas de regressão e dos respectivos *Coefficientes de Correlação* ( $R^2$ ), ilustrados nas Figura 7a e 7b, pode considerar-se que se obteve uma boa correlação entre os dados de campo e os correspondentes dados laboratoriais. Para quase todos os elementos foram conseguidos valores de  $R^2$  situados entre 0,78 e 0,98, com excepção feita para a Ag, em que se obteve uma correlação muito baixa ( $R^2 = 0,45$ ).

De acordo com o Método EPA 6200, apenas são considerados bons resultados, para um procedimento de análise expedito, valores de  $R^2$  superiores a 0,70 [4].

A justificação mais plausível encontrada para o facto de se ter obtido um valor de  $R^2$  tão baixo, no caso do elemento Ag, pode estar relacionada, simplesmente, com a capacidade de resolução do equipamento para a análise deste elemento específico. Os limites de detecção inferiores foram determinados para a Ag, numa matriz SMR (Standard Reference Materials) com tempos de ensaios de 60 e 120 s, respectivamente em 190 e em 130 ppm [7], o que significa que os valores de concentração de Ag detectados em quase todas as amostras analisadas se situam ou abaixo ou muito próximo dos respectivos limites de detecção. Este facto, só por si, poderá, ser suficiente para produzir resultados menos exactos na leitura deste elemento. No entanto, uma conclusão definitiva para este fenómeno só poderá ser conseguida após a análise das mesmas amostras com um método analítico de referência, como por exemplo o ICP, mais rigoroso na detecção do elemento Ag.

## 5 . CONCLUSÕES

As conclusões obtidas com a realização do presente trabalho, acrescidas às conseguidas na primeira fase do estudo, sustentam a teoria de que o Analisador Ambiental NITON Série XLi 700 permite obter resultados fiáveis no que respeita à análise de metais pesados e metalóides em amostras de material de áreas contaminadas, como é o caso das AMDs.

A capacidade de produzir dados repetíveis e reprodutíveis em condições laboratoriais, associada à boa correlação exibida entre os dados obtidos *in situ* e os dados obtidos, com o mesmo método e equipamento, *ex situ*, demonstra que os analisadores de FRX podem, seguramente, constituir uma mais valia para os estudos de caracterização a desenvolver nas AMDs.

Estes equipamentos ao serem utilizados como ferramenta auxiliar de diagnóstico permitem efectuar um rastreio rápido de toda a área, facilitando assim um zonamento preliminar da contaminação, definindo *hot spots* e possibilitando o delineamento das fronteiras da área contaminada. Com estes dados torna-se mais fácil gerir fases posteriores dos projectos de caracterização ambiental das AMDs, nomeadamente a optimização dos programas de amostragem que passam a ser dirigidos, especificamente, às condições particulares de cada local, à avaliação de volumes de material a mobilizar e a confinar, à delimitação de áreas contaminadas e de resíduos, etc..

Laboratório Nacional de Engenharia Civil, em Fevereiro de 2008

**VISTOS**

O Chefe do Núcleo de Geologia de  
Engenharia e Geotecnia Ambiental



F. Telmo Jeremias

**AUTORIA**



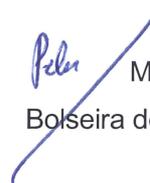
Celeste Jorge  
Investigadora Auxiliar

A Directora do Departamento de Geotecnia



L. Caldeira



 Magda Roque  
Bolsreira de Doutoramento FCT

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] - JORGE, C.; ROQUE, M. (2005) – *Implementação da Metodologia de Análise de Solos com Analisador Portátil de Fluorescência de Raios-X – Avaliação da Qualidade Analítica dos Dados*. Relatório LNEC 439/05 – DG/NGE, 53p.
- [2] - PARLAMENTO EUROPEU (2006) – *Gestão dos Resíduos da Indústria Extractiva*. Consultado em Julho de 2007 em [www.europarl.europa.eu/news/expert/briefing\\_page/3842-010-01-02-20051219](http://www.europarl.europa.eu/news/expert/briefing_page/3842-010-01-02-20051219)
- [3] - JORGE, C.; ROQUE, M. (2006) – *Avaliação Expedita por FRX de Áreas Mineiras Degradadas*. Actas do 10º Congresso Nacional de Geotecnia, 711-720 p.
- [4] - EPA (1998) – *Field Portable X-Ray Fluorescence Spectrometry for the Determination of Elemental Concentration in Soil and Sediment*, Method 6200, U.S. Environmental Protection Agency, Washington D.C., 28 p.
- [5] - ROQUE, M; JORGE, C. (2006) – *Avaliação da Qualidade dos Dados Obtidos por FRX em Áreas Mineiras Degradadas*. Actas do 10º Congresso Nacional de Geotecnia, 843-848 p.
- [6] - ISO (1994) – *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – basic method for the determination of repeatability and reproducibility of standard measurement method*. ISO 5725-2, 12-13 p.
- [7] - NITON (2002) – *NITON XLi 700 Series Environmental Analyzer User's Guide*, NITON Corporation, Billerica, Massachusetts, 118 p.

