

Análisis y evaluación de sedimentos del río Chillón mediante técnicas espectroscópicas de rayos x

Bibiano Miramira¹, Elvira Zeballos¹, Heber Chui¹, Edilberto Valencia¹, Paula Olivera^{2,*},
Yezeña Huaypar¹

¹ Facultad de Ciencias Físicas, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Av. Venezuela S/N,
Lima 1, Perú

² Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470,
Lima 41, Perú

Resumen

El objetivo del presente trabajo es hacer un monitoreo primario a los sedimentos del río Chillón a lo largo de su cauce, desde la provincia de Canta hasta su cruce con la carretera Panamericana Norte, con la finalidad de evaluar su grado de contaminación sobre la base de elementos químicos potencialmente tóxicos. Las técnicas de caracterización físico-química de Difracción y Fluorescencia de Rayos X (DRX y FRX respectivamente) han permitido tanto la identificación de los componentes cristalinos de los sedimentos así como la determinación cuantitativa de elementos contaminantes, como Pb, Zn, y Cu además de otros elementos, propios de este tipo de material.

Palabras claves: DRX, FRX, sedimentos, contaminación, río chillón

Abstract

The purpose of the present work is to perform a primary monitoring on the sediments of Chillón river along its river bed, since Canta province to its crossing with the Pan-american Norte Highway, in order to evaluate its degree of contamination in base to potentially toxic chemical elements. Physical-chemistry characterization techniques such as Diffraction and Fluorescence of X-Rays (XRD and XRF respectively) allowed the identification of the crystalline components of the sediments as well as the quantitative analysis of elements contaminants, like Pb, Zn y Cu besides other elements typical from this type of material.

Keywords: DRX, FRX, sediments, pollution, Chillón river

1. Introducción

Son diversos los estudios de investigación, que se han desarrollado sobre el río Chillón considerando aspectos geográficos, geológicos, climáticos, ecológicos, etc. con resultados sobre los recursos y condiciones naturales topográficos, vegetación, clima, recursos humanos, actividad agraria y pecuaria. Especial atención ha merecido el aspecto ecológico y del medio ambiente, con resultados sobre las causas de la deforestación que produce el desequilibrio del ciclo hidrológico, la erosión acelerada, desaparición de agua y especies forestales, entre otros efectos.

La gran variedad de parámetros que se incluyen en el tema ambiental evidencia que éste no se encuentra circunscrito solamente a los problemas de contaminación si no que involucra aspectos relativos al uso y explotación de recursos naturales, salud

pública, variables demográficas y culturales, asentamientos humanos y actividades económicas, entre otros. Todos estos aspectos tienen que ver en la definición del marco de los procesos de un trabajo de campo integrado como el que pretendemos desarrollar y presentamos en esta propuesta, a fin de identificar lugares críticos de focos contaminantes del río durante su cauce desde Canta hasta Comas y determinar las causas y factores preponderantes de contaminación, mediante técnicas de campo y análisis físico, químico de muestras de sedimentos recolectadas en zonas estratégicas del río. Se procederá a la caracterización de los sedimentos por técnicas de rayos X, previa identificación de fases cristalinas y amorfas presentes en las muestras, lo cual nos permitirá determinar cualitativa y cuantitativamente las componentes

* Correspondencia autor: polivera@ipen.gob.pe

contaminantes. Los sedimentos del río Chillón son más finos y las gravas son de origen volcánico [1,2].

a. Difracción de Rayos X (DRX)

El material cristalino presenta un arreglo atómico característico para cada material, de manera que dos materiales no pueden presentar difractogramas idénticos [3,4,5]. El éxito en identificar una muestra desconocida radica tanto en la precisión de la medida así como en la pericia en el uso de los estándares. Cuando la calidad de estos últimos se incrementa, el problema de reconocimiento se hace más preciso. El refinamiento de un difractograma es efectuado en nuestro caso por el Método Rietveld [6].

b. Fluorescencia de rayos X (FRX)

Es una técnica química analítica multi-elemental, se basa en la irradiación de una muestra por un haz de fotones o partículas aceleradas de muy baja intensidad generando la emisión de rayos X característicos de los elementos presentes en la muestra, mediante su detección es posible identificar y cuantificar la concentración de los mismos.

La técnica de FRX es una excelente herramienta para caracterizar y evaluar la presencia de elementos químicos de $11 \leq Z < 90$. Como es el caso del presente trabajo donde nuestro interés particular está enfocado en el Pb, Zn, Cu, etc. en sedimentos de río.

2. Procedimiento experimental

2.1 Puntos de muestreo

Se eligió 6 puntos de muestreo a lo largo del río Chillón (Figura 1).

2.2 Muestreo

El muestreo se realizó según la siguiente secuencia:

2.2.1 Selección, limpieza y extracción de la muestra

Se extrae un puñado de arena en puntos diferentes de una superficie de aproximadamente 100 m^2 , se mezcla todas las muestras, se cuartea (divide en 4), se pasa por el cernidor de doble malla, todo ello se

cuartea nuevamente hasta obtener aproximadamente 1 kilogramo de muestra.

2.2.2 Tamizado y etiquetado de la muestra

Se utilizó adecuadamente un tamiz de 200 mesh para todas las muestras, seguidamente se guardaron en frascos de plástico una cantidad considerable (de 150 gramos aproximadamente), para analizar mediante las técnicas de DRX y FRX.

2.2.3 Preparación de la muestra para el análisis por DRX

Luego de obtener el tamaño de grano deseado de la muestra en polvo se procedió a verter el espécimen en un porta-muestras que proporciona el equipo y luego se ejerció pequeñas presiones sobre ésta con un mazo liso y plano, intentando lograr uniformidad y homogeneidad en la muestra; con esto se espera obtener una superficie nivelada con los bordes de la porta-muestra y perfectamente lisa. La comparación de medidas experimentales con estándares cristalográficos permitió la identificación de compuestos desconocidos. Se utilizó como base de comparación la JCPDS-ICDD Powder Diffraction File [1] que consta de información característica de materiales en polvo evaluados por difracción de rayos X.

2.2.4 Preparación de la muestra para el análisis por FRX

Se pesó 0,9 g de muestra y se agregó 0.1 g de aglutinante para preparar una pastilla de 2.5 cm de diámetro con la ayuda de una prensa hidráulica.

Se irradió la muestra por 3000 s con una fuente anular de Cd-109. La adquisición de datos se llevó a cabo con un sistema de espectrometría de rayos X, constituido principalmente por un detector de alta resolución, de Si (Li) marca ORTEC Modelo SLP 10190 (Resolución 190 eV para 5.89 KeV) y un Analizador Multicanal PCAII The Nucleus. La evaluación de espectros e identificación y cuantificación de los elementos presentes en las muestras se utilizó el Software Quantitative X Ray Analysis System (QXAS) proporcionado por el Organismo Internacional de Energía Atómica.

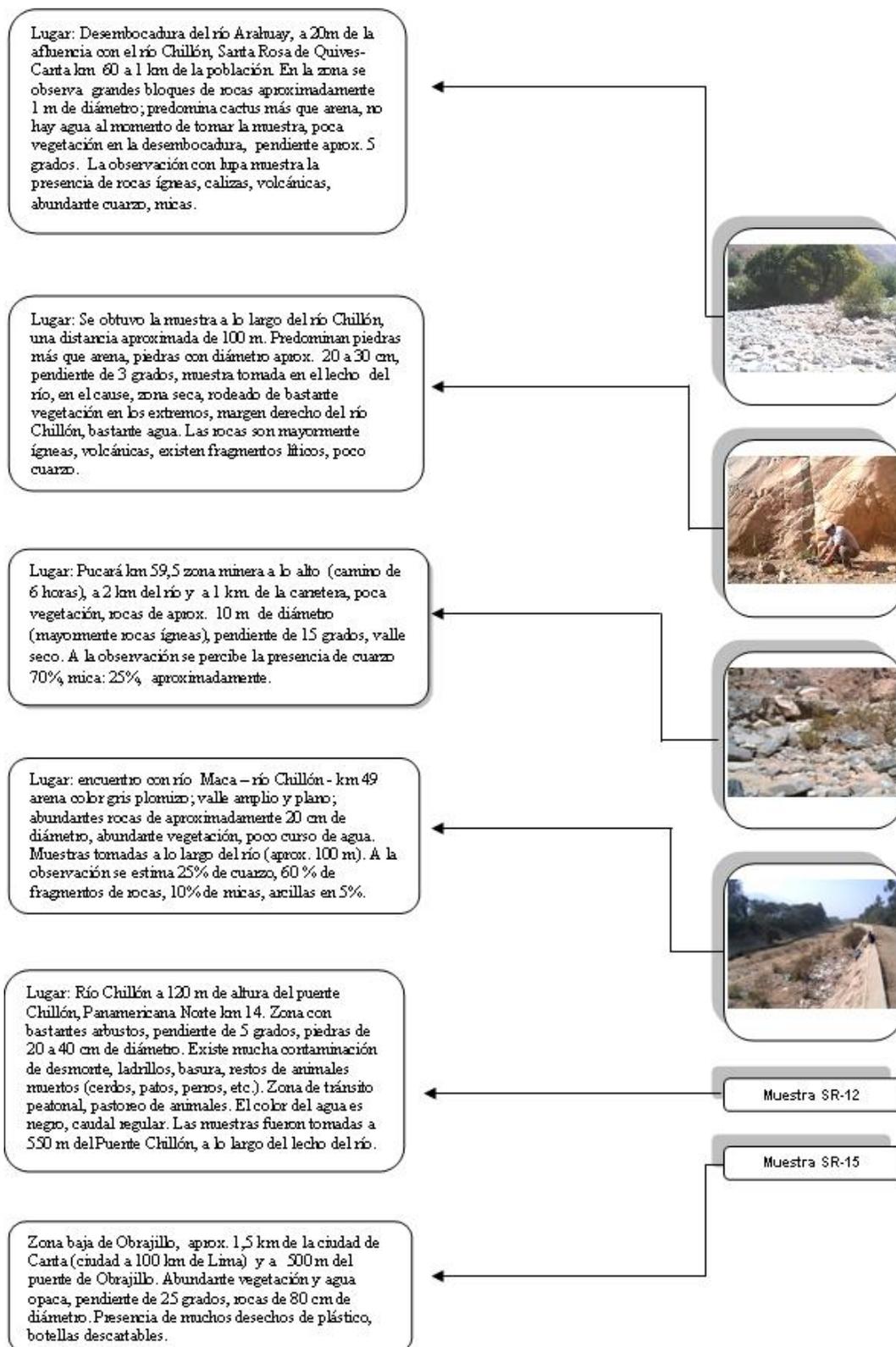


Figura 1. Puntos de muestreo y características de cada lugar.

3. Resultados y Discusión

3.1 Caracterización estructural por Difracción de Rayos-X

En los siguientes difractogramas presentamos las medidas de difracción para las muestras estudiadas. Aplicando el procedimiento presentado en la Sección 2, fueron identificadas las fases de las muestras con el uso de la base de datos JCPDS-ICDD Powder Diffraction File y el programa DRXwin.

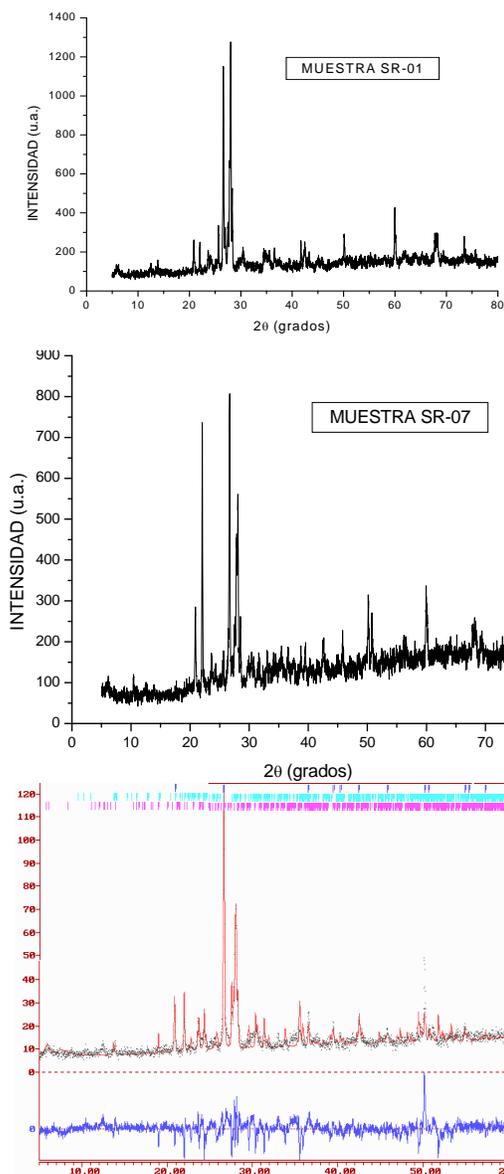


Figura 2. Difractogramas de las muestras SR-01, SR-07 y SR-09, respectivamente.

Se muestran también los resultados del refinamiento con el programa DBWS-9807^a del método Rietveld para las muestras SR-09, SR-11 y SR-12. Asimismo, fueron determinados por el método Rietveld los porcentajes en peso de cada fase presente en las muestras, los cuales presentamos en la Tabla 1.

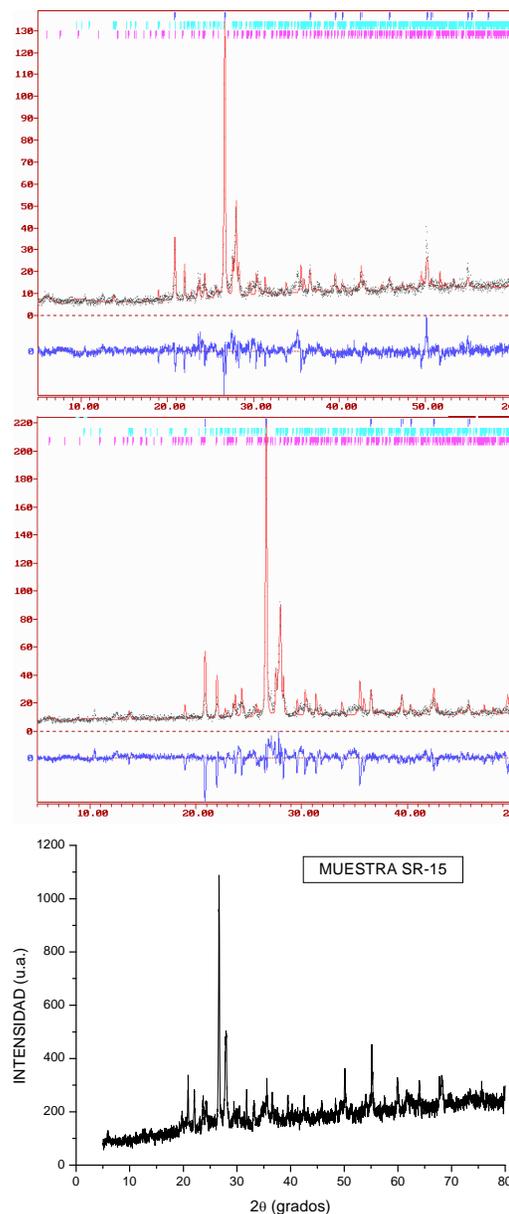


Figura 3. Difractogramas de las muestras SR-11, SR-12 y SR-13, respectivamente.

Tabla 1. Resultados del análisis de los difractogramas.

Muestras	Fases	Porcentaje en peso
SR-01	Quartz	17,76
	Anorthite	80,40
	Montmorillonite	1,84
SR-07	Quartz	17,51
	Anorthite	80,67
	Montmorillonite	1,81
SR-09	Quartz	15,45
	Anorthite	82,80
	Montmorillonite	1,75
SR-11	Quartz	28,86
	Anorthite	67,19
	Montmorillonite	3,95
SR-12	Quartz	22,81
	Anorthite	73,27
	Montmorillonite	3,92
SR-15	Quartz	24,46
	Anorthite	72,68
	Montmorillonite	2,86

Tabla 2. Análisis multi-elemental semi-cuantitativo por FRX.

Cod.Muestra	SR-01	SR-07	SR-09	SR-11	SR-12	SR-15
Cod.Lab.FRX	CD0135	CD0136	CD0146	CD0140	CD0141	CD0144
K (%)	1,5	1,5	1,5	1,5	1,6	1,2
Ca (%)	2,3	3,3	2,8	2,7	3,2	2,0
Ti K (%)	0,3	0,5	0,5	0,4	0,3	0,5
Mn (ppm)	565	826	504	486	453	422
Fe (%)	2,6	3,7	2,7	2,6	2,5	3,3
Co (ppm)	8,9	11,7	7,6	7,5	7,5	9,4
Cu (ppm)	24	13	< 11	< 11	< 11	< 11
Zn (ppm)	104	87	94	69	57	59
Rb (ppm)	102	78	83	79	74	64
Sr (ppm)	280	299	274	276	295	241
Y (ppm)	21	18	15	13	16	23
Zr (ppm)	204	144	198	170	147	181
Pb (ppm)	42	42	35	34	30	35

3.2 Medidas de Fluorescencia de Rayos X

Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla N° 2, hacemos notar que en las muestras SR-01 y SR-07 existe una importante concentración de plomo, este es un elemento potencialmente contaminante. Esta muestra SR-07 lo obtuvimos de Pucará km 59, zona minera a lo alto (camino de 6 horas), a 2 km del río y a 1 km de la carretera, poca vegetación, rocas de aproximadamente 10 m de diámetro (mayormente rocas ígneas), pendiente de 15 grados, valle seco.

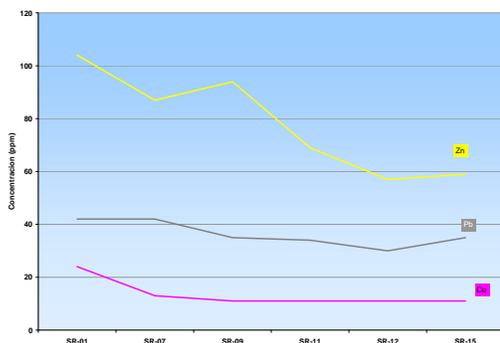


Figura 4. Distribución de las concentraciones de Zn, Pb y Cu en los diferentes puntos de muestreo.

4. Conclusiones

De la caracterización se obtuvo que en todas las muestras estudiadas están presentes las fases de cuarzo, anorthita y montmorillonita, en proporciones diferentes de una muestra a otra. La anorthita es la fase que predomina en todas las muestras, con porcentajes en peso que van desde 67% a 83% aproximadamente, en tanto que la montmorillonita está presente en proporciones inferiores al 4%, y la fase del cuarzo va desde 19% a 29 %.

A pesar de que en las muestras SR-01 y SR-07 se observa una concentración de plomo, elemento potencialmente contaminante de 42 ppm, valor mayor que los demás puntos de muestreo, teniendo en cuenta el carácter semicuantitativo de la técnica de FRX, cuyo error es de 9 %, se puede considerar que los niveles de plomo son homogéneos (Figura 4) y por debajo de los límites máximos permisibles para sedimentos de agua dulce que corresponde a 91,3 µg/g [8].

5. Bibliografía

[1] Guevara C. El Grupo Casma del Perú Central Entre Trujillo y Mala. Bol. Soc. Geol. Perú. 1980; 67: 73-83.

- [2] Trottereau G, Ortiz G. Geología de los Cuadrángulos de Chimbote y Casma. Com. Carta Geol. Nac. [Informe Interno]. 1963.
- [3] Klug HP, Alexander LE. X-ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials. New York: John Wiley & Sons; 1974.
- [4] Zachariasen WH. Theory of X-Ray Diffraction in Crystals. New York: John Willey and Sons. Chap.III; 1945.
- [5] Azároff LV. Elements of X-ray crystallography. New York: McGraw-Hill; 1968. p. 552.
- [6] Young RA, Larson AC y Paiva-Santos CO. User's guide to program DBWS-9807a for Rietveld analysis of X-ray and neutron powder diffraction patterns with a 'PC' and various other computers. School of Physics Georgia Institute of Technology Atlanta, GA 30332 (1999).
- [7] JCPDS-ICDD. JCPDS - International Centre for Diffraction Data. 2002.
- [8] Andrés Carsen, Perdomo A, Arriola M. Contaminación de Sedimentos del Río de la Plata y su Frente Marítimo. FREPLATA-Proyecto Protección Ambiental del Río de la Plata y su Frente Marítimo: Prevención y Control de la Contaminación y Restauración de Hábitats. "Casa de los Ximénez", Rbla. 25 de agosto de 1825 N° 580, CP 11000 Montevideo, Uruguay 2002.