

# Preparação de amostras em pó para análise quantitativa por DRX

Anabela Oliveira (anabela.oliveira@hidrografico.pt)  
Milton Cabral, João Duarte e Joaquim Pombo

4as JORNADAS DE ENGENHARIA HIDROGRÁFICA  
21, 22 e 23 de junho de 2016

## 1. MOTIVAÇÃO

Na difração de raios X (DRX) a preparação de amostras em pó é um dos passos mais críticos para determinar a composição relativa das diferentes fases cristalinas (minerais) presentes na amostra. Neste trabalho apresenta-se os procedimentos realizados para otimizar o processo de moagem de amostras para a análise de DRX, de forma a tornar os resultados estatisticamente representativos.

## 2. MÉTODOS

- 7 amostras de areia silicosa com conteúdos variáveis em carbonatos;
- 1 amostra rica em minerais pesados (Am.151);
- Moagem (moinho de pilão e moinho de bolas planetário);
- Granulometria (Malvern 2000);
- Análise mineralógica semi-quantitativa por DRX.
- Análise estatística (10 replicados por amostra)



Testes experimentais realizados por Krug & Alexander (1974) mostram que para medir corretamente a intensidade do pico do quartzo<sub>(101)</sub>, as partículas devem ter dimensões <5 µm (desvio padrão=1.2%). Assim é essencial identificar o nível ótimo de moagem da amostra, de modo a que todas as fases cristalinas estejam bem representadas e sem danos estruturais no cristal (que provocam alargamento dos picos).

## 3. RESULTADOS

A eficácia do moinho de bolas planetário em relação ao moinho de pilão é observado através da evolução das curva granulométricas e dos percentis, em função dos tempos de moagem, da amostra 144 (fig.1 e fig.2). Observa-se que, com o aumento do tempo de moagem, os percentis D90, D50 e D10 têm um decréscimo considerável nos primeiros 10 min. A partir daí o decréscimo do tamanho das partículas é mais lento, principalmente nas dimensões menores (D10).

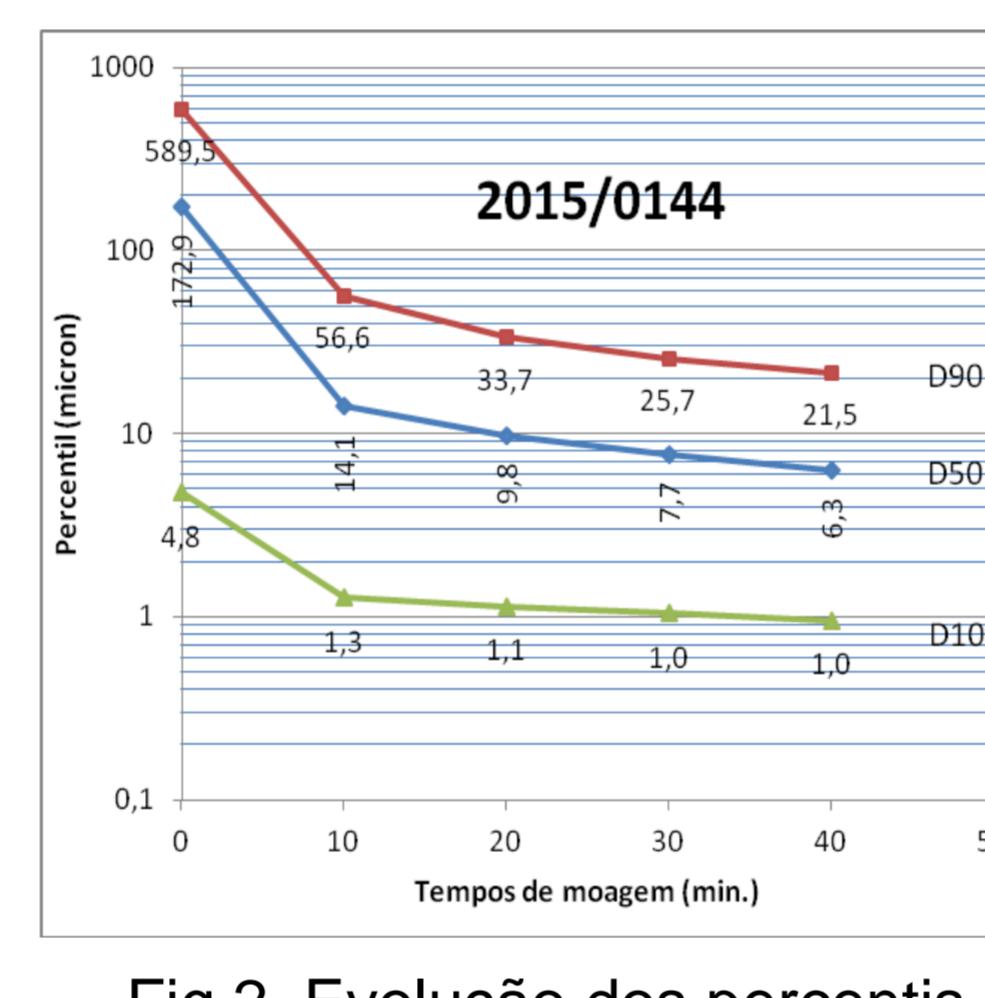
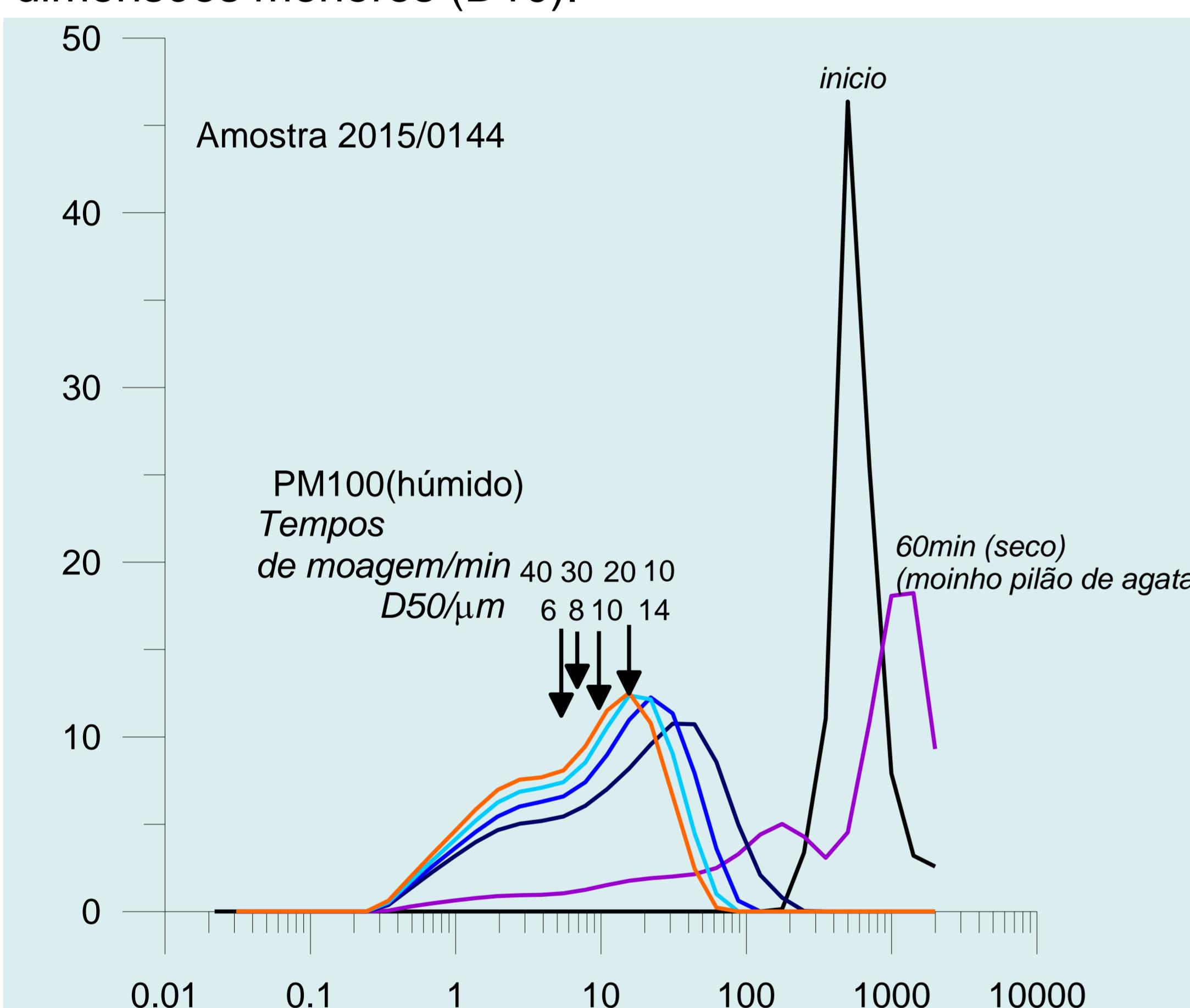


Fig.1. Curvas granulométricas obtidas com a moagem da amostra 144.

Nas figuras 3 e 4 apresentam-se dois difratogramas obtidos após moagem no moinho de bolas planetário (10 e 40 min.). Permitem verificar a grande variabilidade composicional inter-amostras e a importância da moagem no tamanho e na definição dos picos.

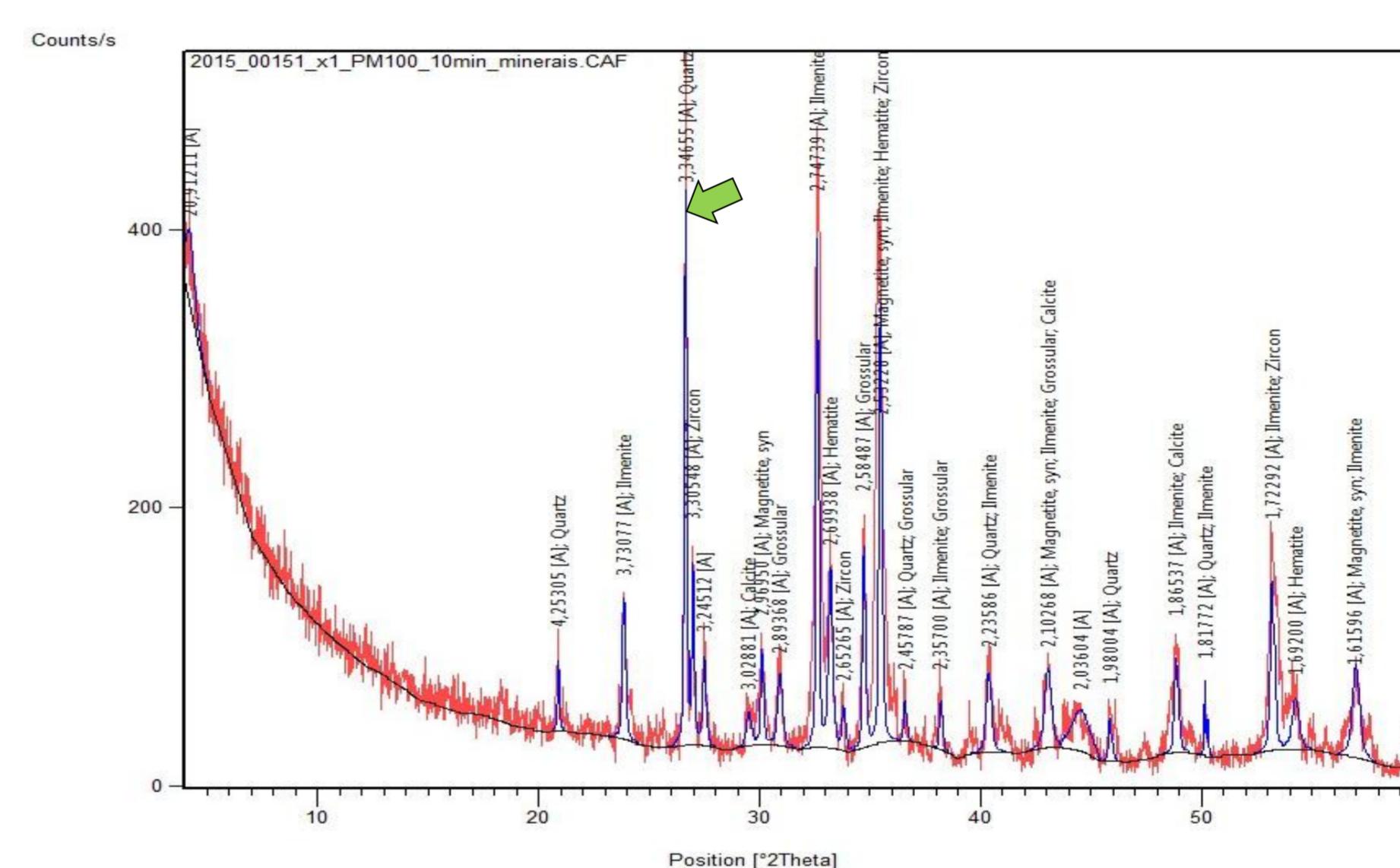


Fig. 3. Análise mineralógica da amostra 151, rica em minerais pesados e baixo conteúdo em quartzo (seta a verde).

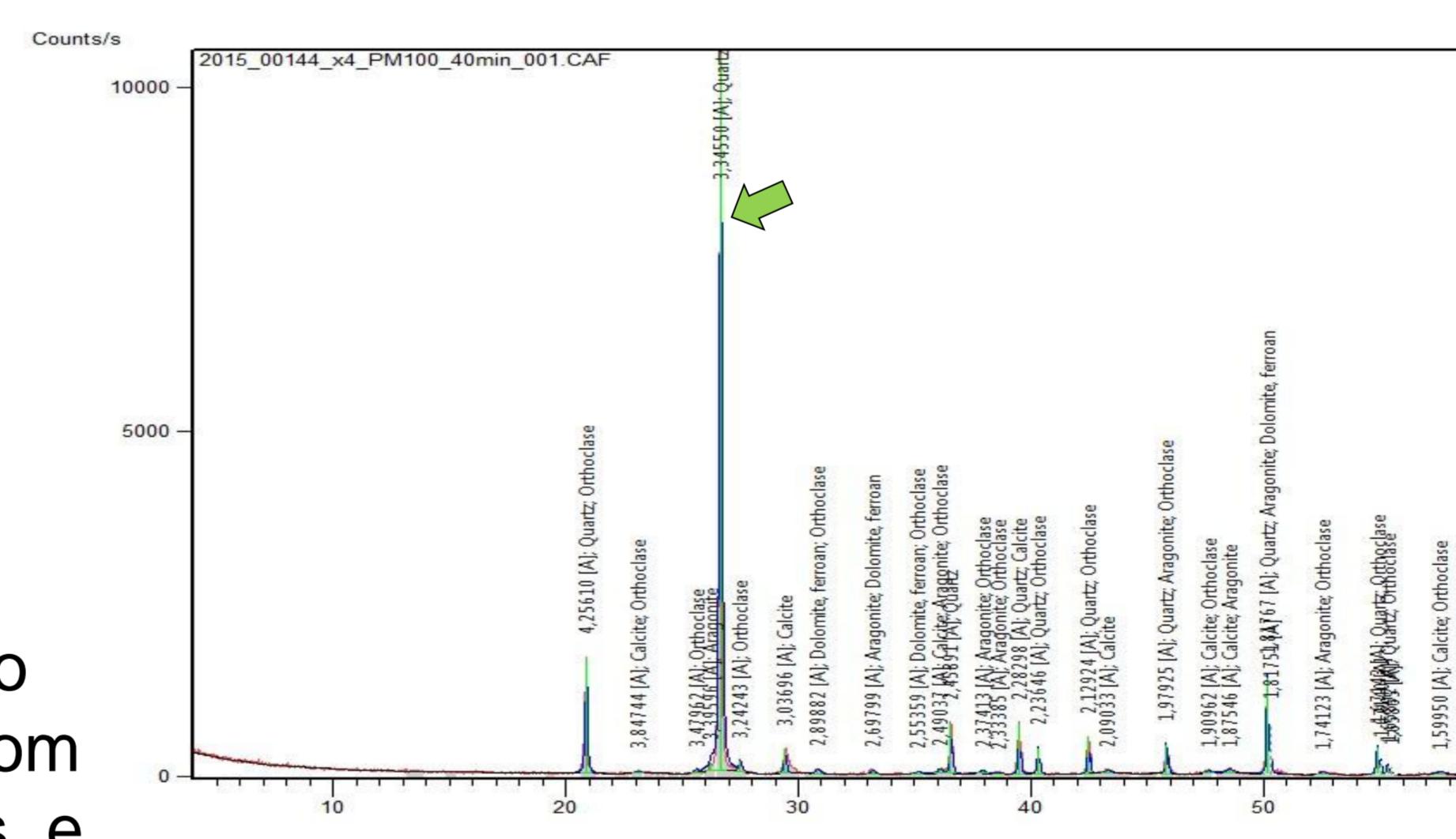


Fig. 4. Análise mineralógica da amostra 144, rica em quartzo (seta a verde) e carbonatos (calcite, aragonite e dolomite). Notar a diferença de escala do eixo dos Y entre esta figura e a fig.3.

Nas tabelas I e II representam-se os resultados estatísticos obtidos na semi-quantificação do pico do quartzo (101), utilizando os pós obtidos com as duas moagens. Observou-se que com o pó do moinho de pilão o Dp varia entre 3 e 6, enquanto que com o pó do moinho de bolas, e com tempos de moagem de 40 min o Dp passa a ser de 1,4, o que reflete uma melhoria substancial na semi-quantificação do pico de quartzo.

Moinho de pilão			Parâmetros granulométricos (µm)			Pico Qz <sub>101</sub> (%)		
Am.	Min.	%<5µm	D10	D50	D90	Md	Dp	Cv
143	~60	12	2.6	102	536	81	3	4
144	~60	10	4.8	173	589	74	4	5
150	~60	12	2.7	118	378	71	6	8
151	~60	7	6.5	241	465	10	5	53

Tabelas I e II. Parâmetros granulométricos e estatísticos após moagem no moinho de pilão e de bolas planetário, obtidos com a análise semi-quantitativa por DRX para o pico do Quartzo (Qz). Md = média; Dp=desvio padrão e Cv=Coeficiente de variação.

Tabela I

Tabela II

Moinho bolas planetário			Parâmetros granulométricos (µm)			Pico Qz <sub>101</sub> (%)		
Am	Min.	%<5µm	D10	D50	D90	Md	Dp	Cv
143	6	26	1.2	14	58	83	1.7	2
	10	26	1.3	14	56	82	1.9	2
	40	38	1	6	22	86	1.4	1.6
150	12	29	1.1	11	44	79	2.8	3.5
151	10	23	1.5	15	58	13	4	29

## 4. CONCLUSÕES

- As moagens com o moinho de pilão são muito demorada (>50 min.) e não se obtém o tamanho de partículas necessário para a análise semi-quantitativa por DRX (Tabela I).
- As moagens com moinho de bolas planetário, com tempos de moagem de 30-40 minutos, são eficientes para amostras maioritariamente silicosas (Qz > 80%), assinalada a azul na tabela II.
- Na análise mineralógica, quanto menor é a percentagem de quartzo na amostra de pós, maior é a sua variabilidade estatística e o respetivo Dp associado (Tabela II, amostra 151).
- Para amostras com conteúdos em sílica inferiores a 50%, os tempos de moagem têm que ser superiores a 30-40 minutos para se conseguir obter um maior número de partículas com dimensões inferiores a 5µm e consequentemente uma boa representatividade estatística dos cristais.

### REFERÊNCIAS

- Klug, H.P. e Alexander, L.E. (1974). X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials. Wiley, New York, 966 pp.
- Manual Planetary Ball Mill PM100 / PM200 / PM 100 CM (2015). RETSCH, Germany, 60pp.

Conhecer o mar para que todos o possam usar