McePr09-001

Redução do efeito de orientação preferencial em hematita do tipo especularita: otimização da preparação de amostras usando um doe 2² completo

Brito, C.E.C.(1); Angélica, R.S.(1); Paz, S.P.A.(1);

(1) UFPA;

No fim da década de 60 do século XX, o Método de Refinamento Rietveld, criado por Hugo Rietveld usando difração de nêutrons, inovou e revolucionou o estudo da estrutura cristalina a partir de dados de difração de pó - exemplos de outras radiações possíveis: raios X, luz síncrotron, elétrons. Desde então, este tem sido o método mais popular e amplamente utilizado nas diferentes áreas do conhecimento e em aplicações industriais, seja na determinação da estrutura cristalina, na determinação da microestrutura ou seja na análise quantitativa de fases. A análise quantitativa é uma das mais importantes aplicações industriais da difratometria de raios X (DRX) pelo método do pó e, em muitos casos, tem um papel preponderante no controle de qualidade e/ou no controle de processos. De maneira geral, o princípio que rege uma quantificação de espécies (átomos, íons, minerais, ...) na matéria usando instrumentos eletrônicos, está quase sempre relacionado a codificar um sinal resposta de uma certa interação física muito bem estabelecida – de interesse agora é a interação da matéria com raios X – em pulsos elétricos. A contagem desses pulsos para cada espécie será proporcional a sua quantidade na amostra, intensidade proporcional a concentração. Porém, tornar essa proporcionalidade em igualdade nem sempre é tarefa fácil. No caso, da quantificação mineralógica por DRX, o ajuste matemático da medida envolve muitos fatores advindos da: instrumentação, preparação de amostra e da natureza e interação dos componentes da amostra. O mineral hematita, por exemplo, tipicamente na forma maciça, apresenta um perfil difratométrico bem definido e característico, o que não acontece para o perfil da variedade especularita (HE), que apresenta forma micácea ou lamelar, que causa um forte efeito de orientação preferencial (OP) relacionado ao plano basal (d001). Buscando diminuir os efeitos deste revés, foi proposto um DOE completo 2² duplicado com quatro pontos centrais visando otimizar o método de preparação de amostra e objetivando uma quantificação mineralógica de um material hematítico especularítico com mais acurácia e precisão usando o método DRX-Rietveld. Os fatores foram: tipo de moagem (moinho de bolas planetário - MB e moinho Mc Crone - MC) e tempo de moagem (3 - 12 min). A moagem MB para tempo de menor nível mostrou-se mais apropriado do que a moagem MC, que exigiu maior nível de tempo para atingir a condição ótima de tamanho de partículas. Vale destacar que, sem a redução da orientação preferencial através de preparação/micronização adequada, não é possível obter um bom resultado de refinamento, mesmo utilizando os dois tipos principais de opções de correção da OP, que são as funções de March-Dollase ou de harmônicos esféricos.