



UFOP

Universidade Federal
de Ouro Preto

Imc²

Laboratório de
Materiais de
Construção Civil



PROTOCOLO RECICLOS #14

PREPARO DE AMOSTRAS PARA
FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X

Autora: Marina Altoé Caetano

RECICLOS

RECICLOS

Grupo de Pesquisa em Resíduos Sólidos

Setembro de 2019

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

Este protocolo é destinado à orientação da preparação de amostras para análise por fluorescência de raios X, no equipamento PANalytical Epsilon3x (Figura 1), a qual é uma técnica que permite identificar os elementos químicos presentes em uma amostra.



Figura 1 – Equipamento de fluorescência de raios X da marca PANalytical Epsilon3x.

O objetivo deste protocolo é apresentar, de forma simplificada e direta, os pré-requisitos das amostras encaminhadas para realizar o ensaio de fluorescência de raios X, a fim de obter resultados com alto padrão e otimizar a utilização do equipamento e do operador.

2. EMBASAMENTO TEÓRICO

Na espectrometria de fluorescência de raios-X, uma fonte de radiação de elevada energia provoca a excitação dos átomos da substância que pretendemos analisar. Assim, este ensaio é baseado no fato de que os elementos químicos emitem radiações características quando submetidos a determinada excitação.

O que ocorre é que ao receber uma descarga de raios-X, o átomo possibilita a entrada de fótons de raios-x que atingem elétrons, este é retirado da camada de menor energia, conforme Figura 2. Durante este processo ocorre a liberação de energia, a fluorescência. E, a radiação emitida pela amostra permite identificar, de acordo com as características do comprimento de onda, os elementos presentes na amostra.

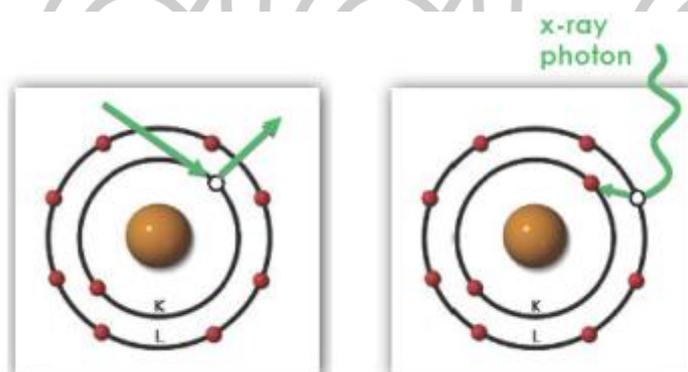


Figura 2 – Representação do raio X.

Assim, o equipamento de fluorescência de raios X (Figura 3) é um equipamento que se baseia na medida da intensidade dos raios X característicos, que após excitados por um feixe de raios X, são emitidos pelos elementos químicos constituintes da amostra.

Esta técnica permite a realização de uma análise qualitativa e, também, quantitativa sobre a constituição do material, assim, é possível determinar a composição química com facilidade.

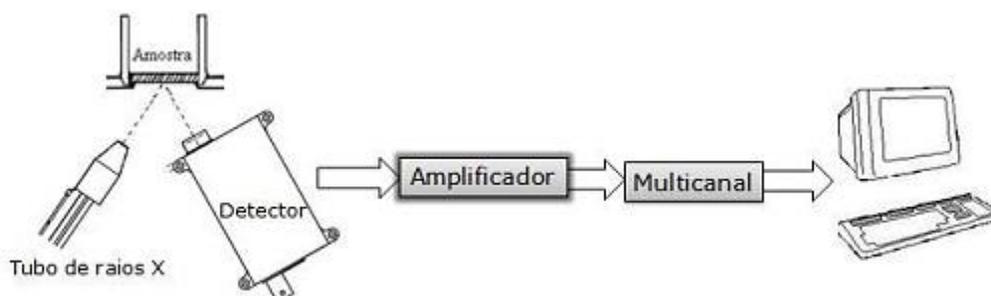


Figura 3 - Sistema de fluorescência de raios X por dispersão de energia.

3. INSTRUÇÕES PRELIMINARES

Antes de enviar as amostras para análise, é necessário seguir os seguintes requisitos:

- I – Os materiais devem estar em pó solto;
- II – A amostra a ser enviada deve ser quarteada, para melhor representatividade do material em análise;
- III – Recomenda-se que o material tenha sido cominuído, até que pelo menos 90% da sua massa seja passante na peneira 200 mesh (75mm);
- IV – Deve ser preparado 10g de material para análise;
- V – É recomendado realizar determinação da perda ao fogo, durante duas horas a 1050°C. A partir da perda ao fogo é possível determinar o teor de H₂O e CO₂ da amostra. O valor de perda ao fogo deve ser informado junto com o nome da amostra;
- VI- Limpar o porta-amostra, colocar o “myler” e identificar a amostra, vide Figura 4, por meio de fita na tampa do porta-amostra.

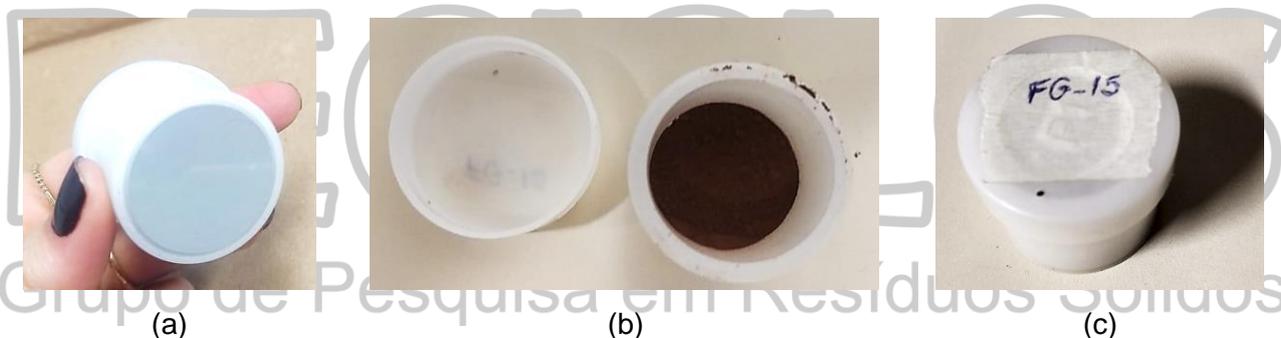


Figura 4 – Modo de preparo da amostra: a) Colocação do “myler”; (b) Material no porta-amostra até cobrir o fundo; e c) Identificação da amostra.

4. VISÃO GERAL DO PANALYTICAL EPSILON3X

Observa-se na Figura 5 o interior do equipamento, o qual consta um trocador de amostras removível, com 10 posições. Os materiais são acomodados nas cápsulas, até que preencha completamente o fundo, visto que é o local onde os raios incidem na amostra.



Figura 5 – Visão interior do espectrômetro de FRX.

5. OPERAÇÃO DO EQUIPAMENTO

A operação do equipamento apenas será realizada por profissional capacitado e conforme disponibilidade do mesmo.

6. RESULTADOS

Após a realização do ensaio, será gerado uma tabela com a análise elementar e a concentração do material. O espectrômetro de fluorescência de raios X por energia dispersiva realiza análises elementares que abrange do Sódio (Na) ao Amerício (Am).

A Figura 6 é um exemplo de resultado de fluorescência de raios-x no PANALYTICAL EPSILON3X, onde a primeira e segunda colunas identificam a amostra de acordo com a posição dentro do equipamento. Os resultados quantitativos e qualitativos são obtidos a partir da 7ª coluna, na qual é possível verificar quais elementos estão presentes na amostra e a proporção desses elementos no material analisado, o qual pode ser apresentado de sub-ppm até 100% em peso.

Nr	Ident	Seq	Time	Pos	Norm F	MgO		Al2O3		SiO2		P2O5	
						C	Unit	C	Unit	C	Unit	C	Unit
1	rmbf2	1/1	10-jun-2019 11:49:34	2	1,057	0,000	%	5,989	%	18,724	%	0,050	%
2	rmbf1	1/1	10-jun-2019 11:57:47	3	1,077	0,000	%	5,440	%	21,965	%	0,039	%
3	rmbf?	Ave/2	10-jun-2019 11:57:47		1,067	0,000	%	5,714	%	20,344	%	0,044	%
4	rmbf?	SDev/2	10-jun-2019 11:57:47		0,014	0,000	%	0,388	%	2,292	%	0,008	%

Figura 6 – Exemplo de resultado de fluorescência de raios-X.