

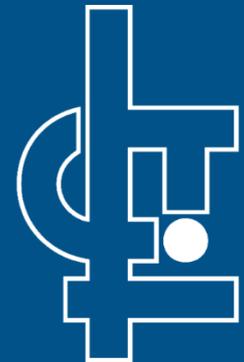


ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MINAS E DE PETRÓLEO
LABORATÓRIO DE CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA

CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DE MATÉRIAS PRIMAS MINERAIS

TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Prof. Dr. Henrique Kahn
Dra. Manuela Tassinari
Profa. Dra. Carina Ulsen



lct@lct.poli.usp.br
www.lct.poli.usp.br

DIREITOS AUTORAIS

O material aqui apresentado foi preparado pelos professores Henrique Kahn e Carina Ulsen com apoio da equipe técnica do Laboratório de Caracterização Tecnológica.

Por favor respeite o trabalho dos autores.

Em caso de reprodução e/ou extração de conteúdo, cite os autores.

É expressamente proibida a reprodução de qualquer conteúdo deste documento sem a devida citação, fato sujeito às sanções legais cabíveis (Lei nº 9.610, de 19 de fevereiro de 1998, que regula os direitos autorais).

Definição de tamanho de partículas

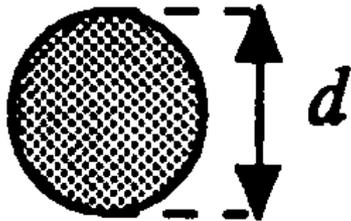
Tamanho importa!!!!



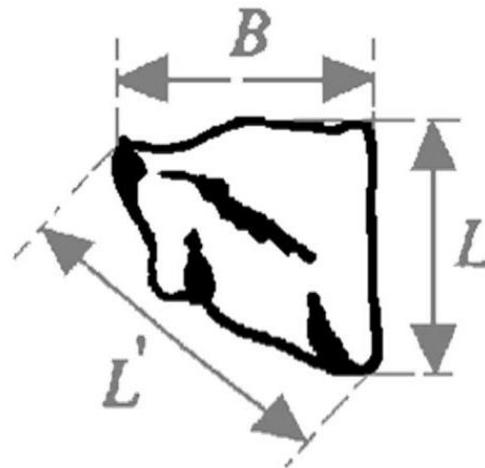
Análise de imagens é intuitivo

Definição de tamanho de partículas

Formas regulares - tamanho descrito pelo \emptyset

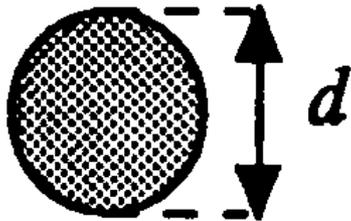


Formas irregulares – qual o tamanho?

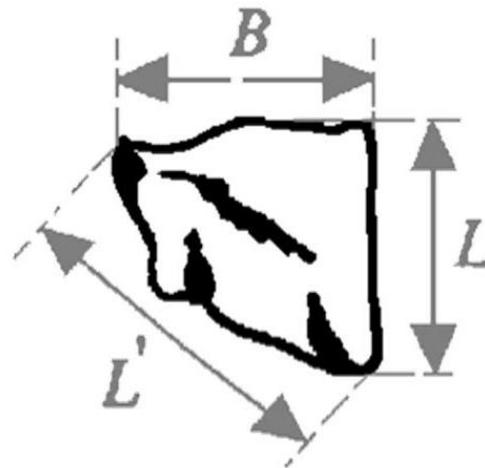


Definição de tamanho de partículas

Formas regulares - tamanho descrito pelo \emptyset



Formas irregulares – tamanho descrito por várias grandezas
Não é possível descrever um objeto 3D por um único número



A ESFERA EQUIVALENTE

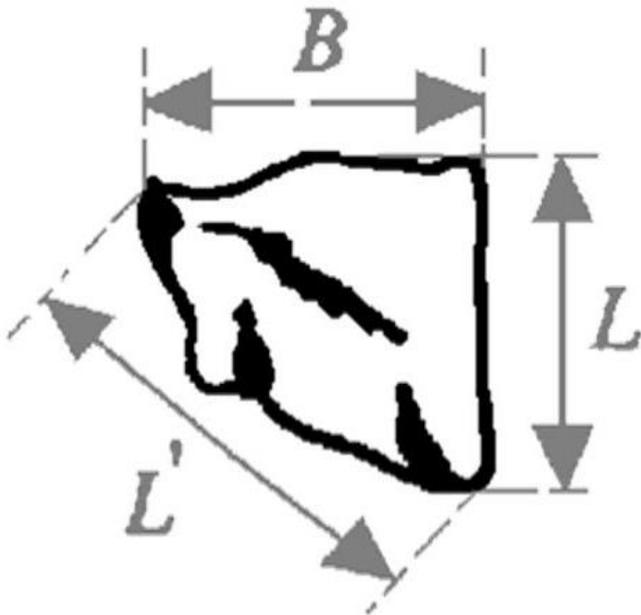
Só existe uma única forma que pode ser expressa por um simples número: ***a esfera.***

- As técnicas de determinação de tamanho de partículas medem propriedades 1D, 2D ou 3D
- ***Princípio da esfera equivalente*** – assumem que tais medidas referem-se a uma esfera
- Técnicas diferentes utilizam *distintas propriedades* da partícula para calcular o diâmetro de esferas equivalentes
- Respostas podem ser bastante distintas

A ESFERA EQUIVALENTE

Medida linear (1D)

\emptyset eq. = L, L' ou B

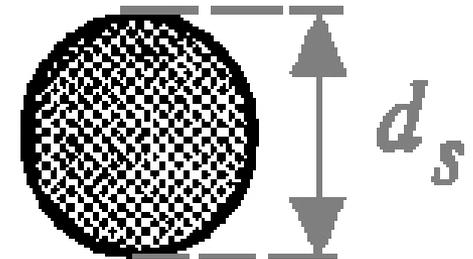


Área, perímetro, superfície, comportamento cinético (2D)

\emptyset eq. = L, L' ou B

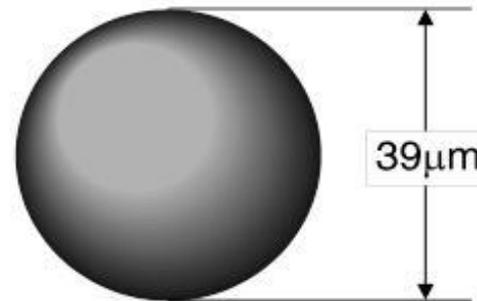
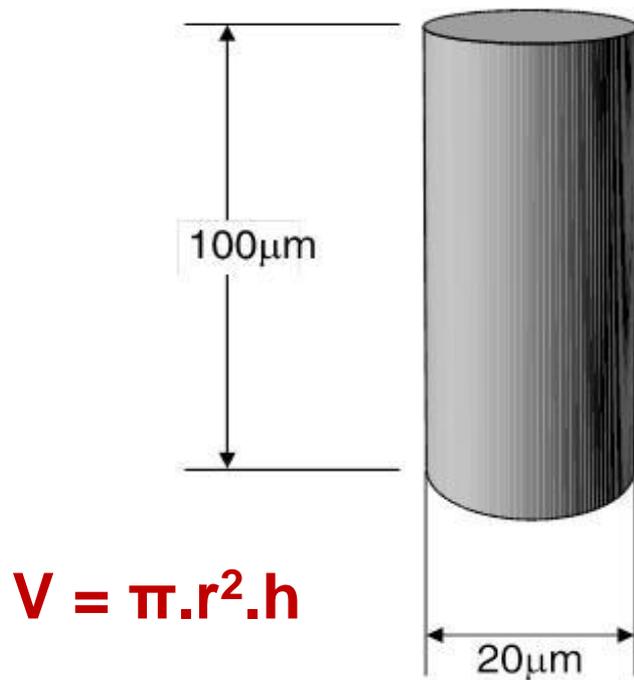


Círculo de mesma área projetada



A ESFERA EQUIVALENTE

- Volume equivalente
 \emptyset eq. = \emptyset da esfera de mesmo volume



$$V = \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot r^3$$

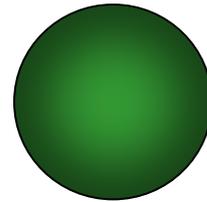
$$\emptyset_{\text{eq}} = 39 \mu\text{m}$$

Diâmetros de esferas equivalentes

Qual o diâmetro de uma esfera em relação ao de um cubo com mesmo volume?

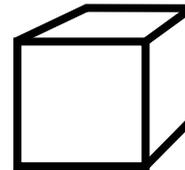
Volume esfera

$$V_E = \frac{\pi}{6} d_v^3$$



Volume cubo

$$V_C = d_v^3$$



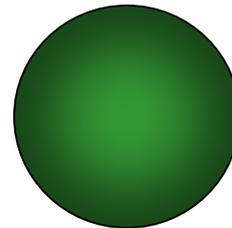
$d_E = 1,241 \times d_C$
mesmo volume

Diâmetros de esferas equivalentes

Qual o diâmetro de uma esfera em relação ao de um cubo com mesma área?

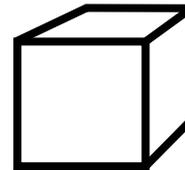
Área da esfera

$$S_E = \pi d_s^2$$



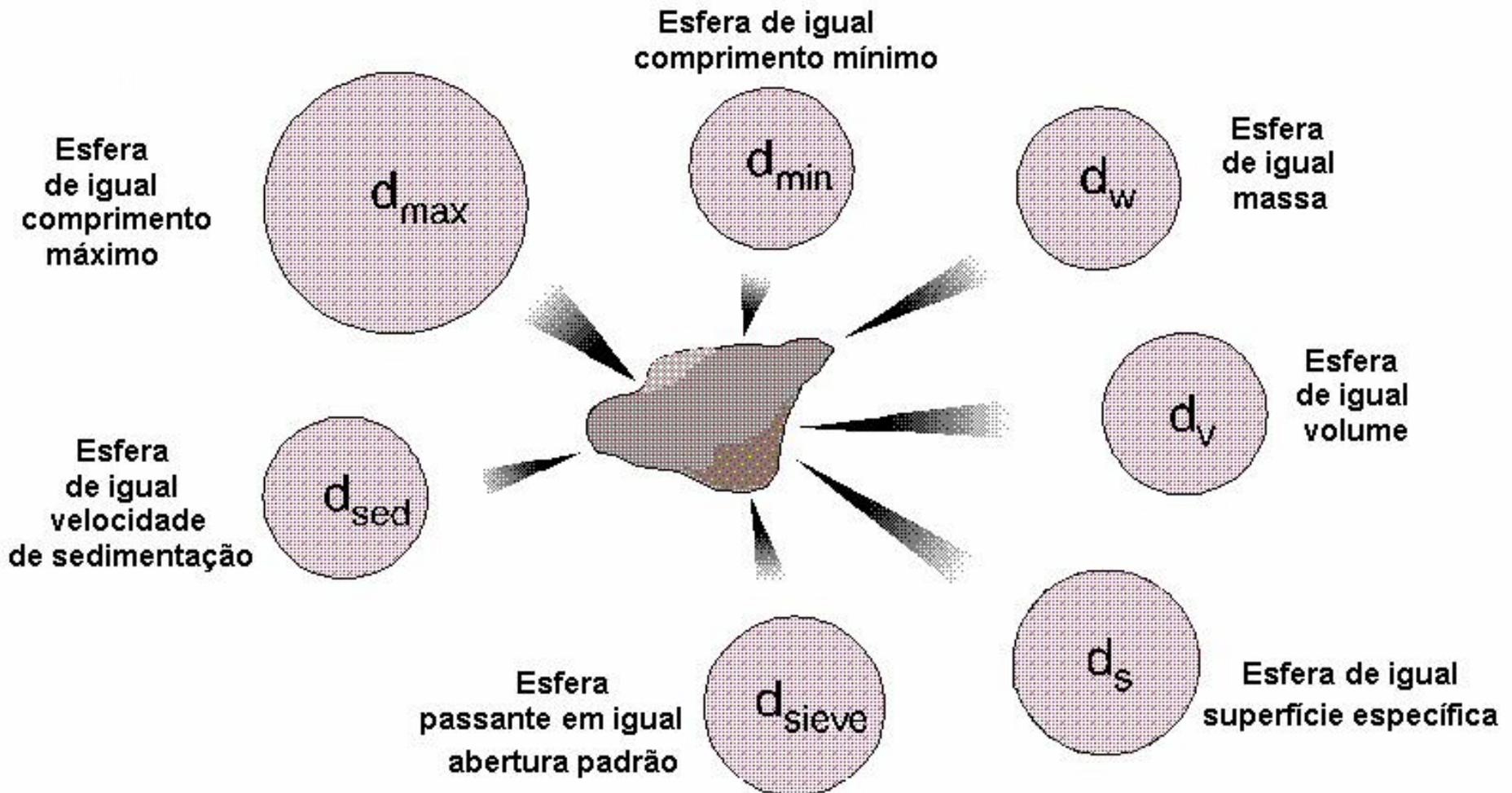
Área do cubo

$$S_C = 6d_s^2$$



$d_E = 1,382 \times d_C$
mesma área

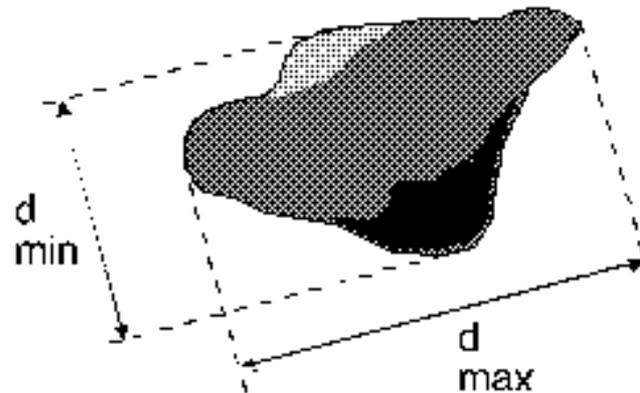
Diâmetros de esferas equivalentes



Forma de partículas

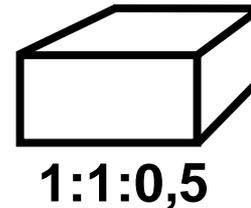
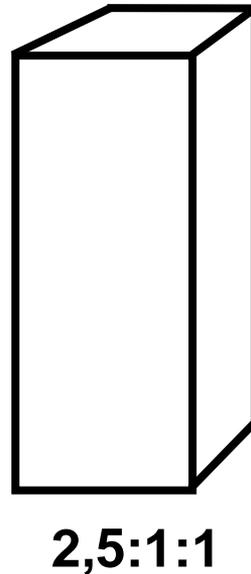
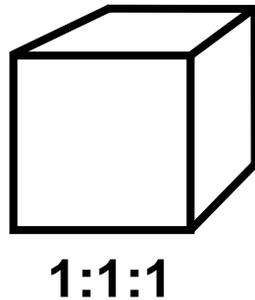
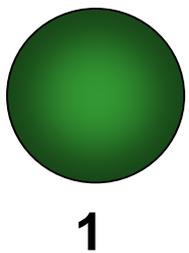
alta esfericidade						
média esfericidade						
baixa esfericidade						
	muito angular	angular	sub angular	sub redonda	redonda	bem redonda

Qual
tamanho?



O efeito da forma das partículas

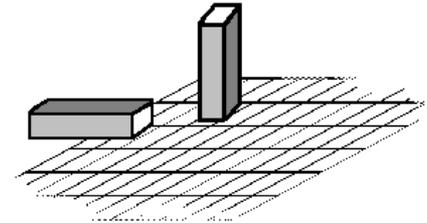
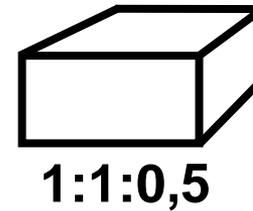
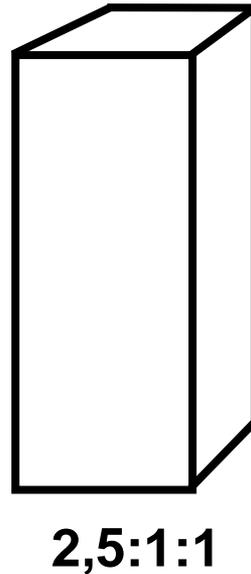
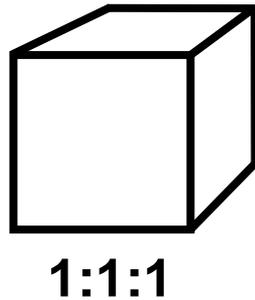
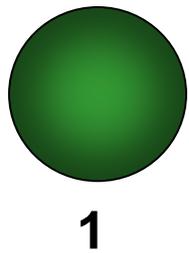
- Imaginem o seguinte conjunto de partículas:



Quais seriam os tamanhos obtidos se consideradas diferentes técnicas de medida?

O efeito da forma das partículas

□ PENEIRAMENTO



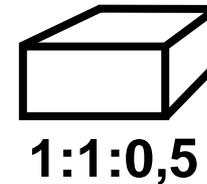
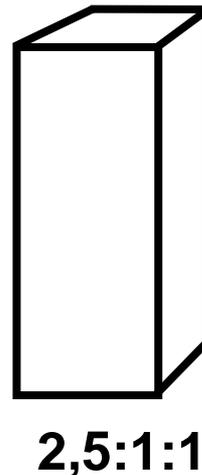
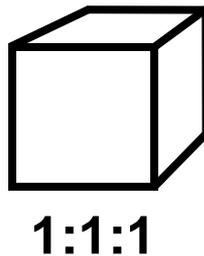
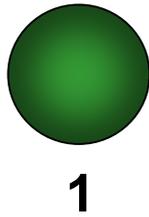
➤ RELAÇÃO DE DIÂMETROS:

1 : 1 : 1 : 1 : 1

O efeito da forma das partículas

➤ DIÂMETROS EM RELAÇÃO À ESFERA:

volume	=	1	:	1,9	:	4,8	:	0,95	:	0,10
área	=	1	:	1,9	:	3,8	:	1,3	:	0,70
L	=	1	:	1	:	3	:	1	:	1
B	=	1	:	1	:	1	:	0,5	:	0,1



Técnicas de determinação de tamanho de partículas

- ❑ **Microscopia & imagens**
- ❑ **Peneiramento**
- ❑ **Interferência de campo (espalhamento,..)**
- ❑ **Sedimentação**
- ❑ *Área de superfície específica*

DETERMINAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

- Não existe método correto, existe análise correta
- A amostra é obtida por um método adequado de amostragem
- A amostra é preparada de forma apropriada e introduzida no equipamento de medida
- Os parâmetros instrumentais ou de medida são empregados corretamente para a análise

Todas medidas são corretas → geram resultados distintos segundo diferentes métodos de análise

Cada método expressa o resultado correto em diferentes termos (\neq parâmetros de medida).

Determinação de tamanho de partículas

Medidas

- Individuais, por partícula
- População de partículas

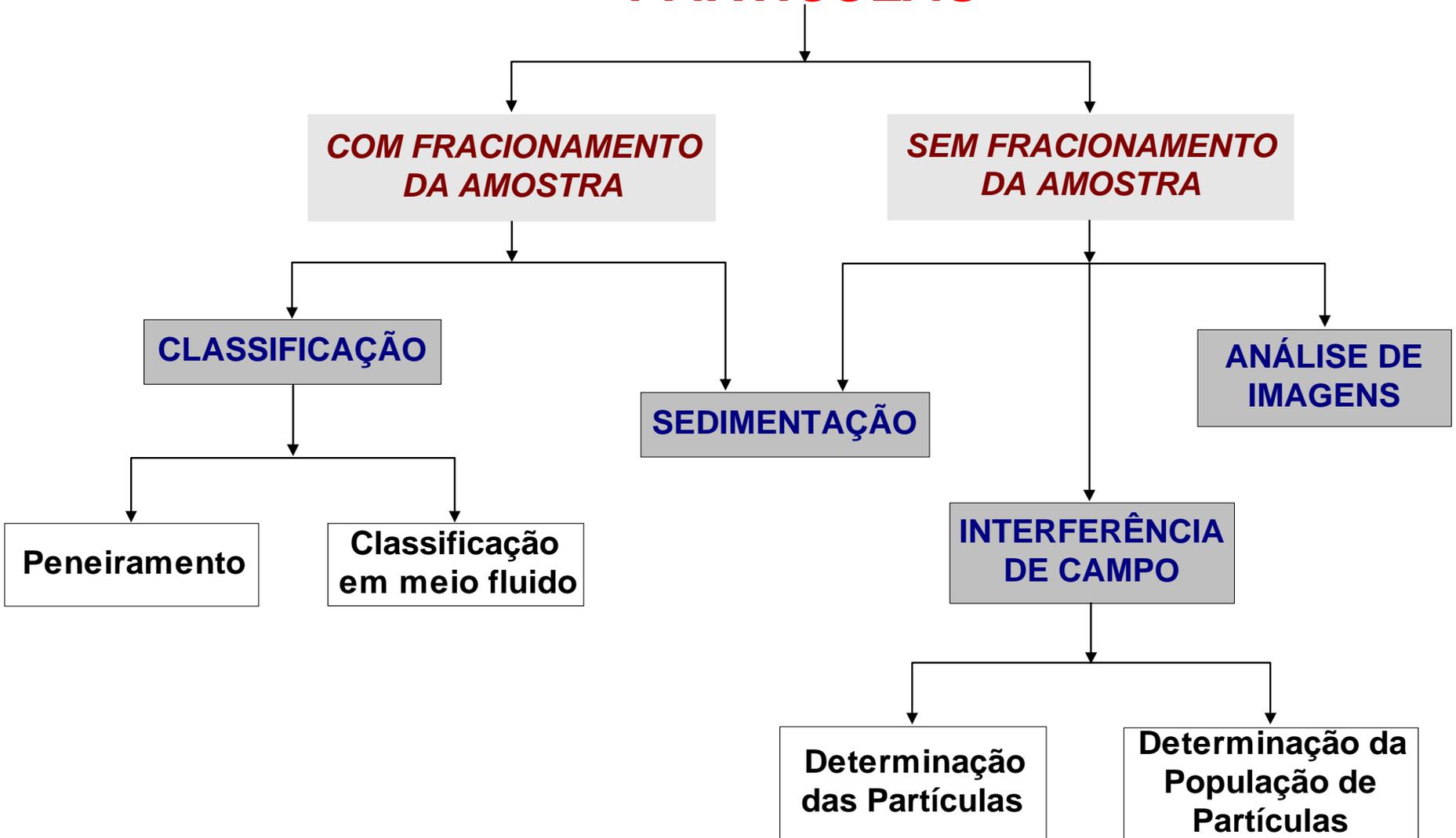
Unidade dimensional

- Comprimento (1D)
- Área (2D)
- Volume (3D)

Distribuição

- Número de partículas
- Volume
- Massa

MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS



Qual o método correto?

Pode-se dizer que o método correto é aquele em que:

- ❑ A amostra é obtida por um método adequado de amostragem.
- ❑ A amostra é preparada de forma apropriada e introduzida no equipamento de medida.
- ❑ Os parâmetros instrumentais ou de medida são empregados corretamente para a análise.

É importante destacar que todos os resultados corretos (porém distintos) de tamanho de partículas, segundo diversas metodologias, são igualmente exatos.

Cada método expressa o resultado correto em diferentes termos (\neq parâmetros de medida).

Qual o método adequado?

DEPENDENTE!

- ❑ Natureza da amostra:
 - ❑ Seca
 - ❑ Suspensão
 - ❑ Aerossol
 - ❑ Solubilidade das partículas
 - ❑ Tamanho das partículas
- ❑ Natureza do processo (uso)
- ❑ Tradição

Diâmetros médios

As técnicas de determinação de tamanho de partículas medem propriedades diferentes e, portando os resultados referem-se a distintos diâmetros médios.

Microscopia:

- **Número de partículas - Comprimento médio**

Análise de imagens:

- **Número de partículas - Área de superfície média**

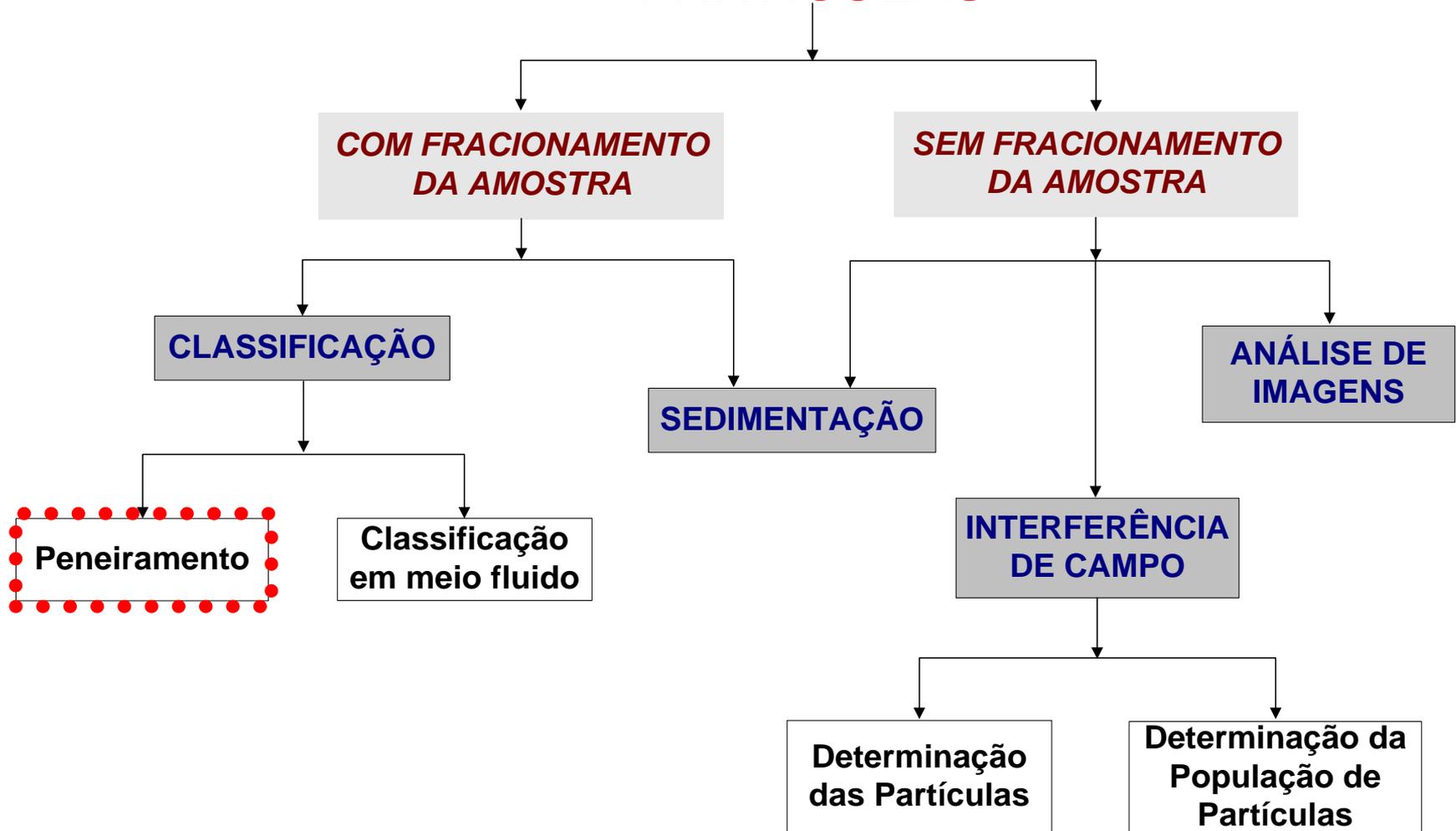
Electrozone sensing - contador Coulter:

- **Número de partículas - Volume médio**

Difração laser:

- **Momento do volume médio** (distribuição proporcional ao volume; não leva em consideração o número de partículas)

MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

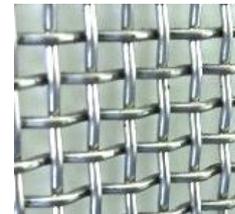
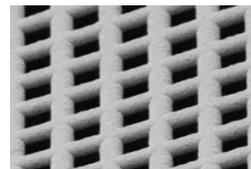


Peneiramento

- Técnica muito antiga com a vantagem de ser **barata** e facilmente aplicável para partículas **grossas**, como p.ex, aquelas usualmente encontradas em mineração.
- Permite a **separação** do material em classes de tamanhos (análises complementares: química, identificação de fases, etc).

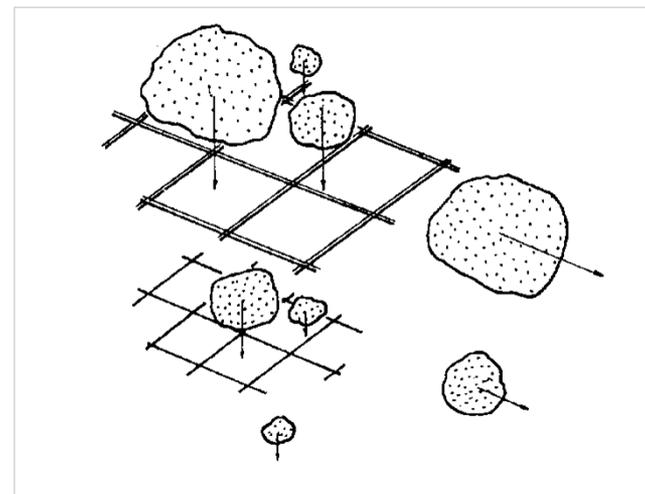
Peneiramento

- As partículas são classificadas essencialmente em função de seu tamanho, sem depender de outras propriedades (densidade, superfície, ...).
- Peneiramento pode ser efetuado a seco ou a úmido; a seco dificuldade crescente para finos ($< 0,05$ mm)
- Classes de tamanho relativamente espaçadas $\rightarrow \sqrt{2}$
- Limites práticos (diâmetro inferior):
 - peneiras convencionais $\rightarrow 20\mu\text{m}$
 - “*electroformed*” $\rightarrow 2\mu\text{m}$



Peneiramento

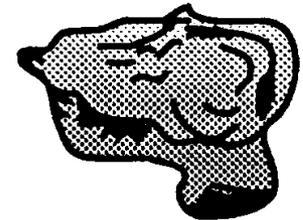
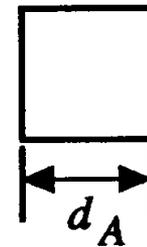
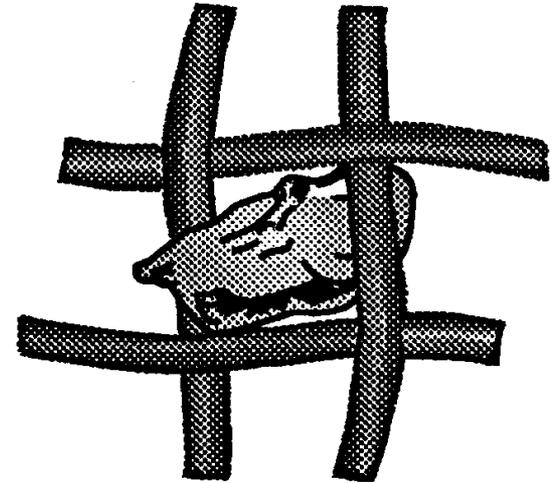
- O fracionamento da amostra é função de apenas dois parâmetros:
 - **largura máxima;**
 - **espessura máxima.**



- Partículas com estas duas dimensões menores que a abertura vão passar pela peneira e as maiores ficarão retidas.
- O comprimento das partículas não afeta a passagem das mesmas pela peneira, à exceção de partículas excessivamente alongadas.

Diâmetro de peneiramento

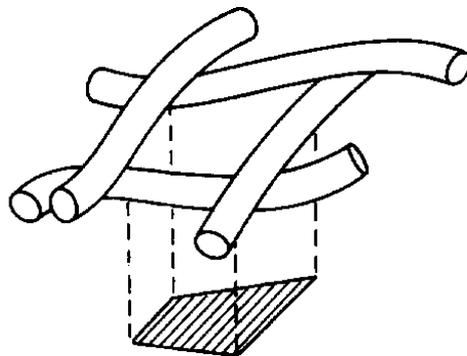
- Obtido por comparação com um padrão (*malha*).
- O diâmetro de peneiramento, d_A , é definido pela menor abertura quadrada através do qual a partícula pode passar.
- “Malha” significa o número de fios por polegada.



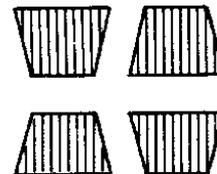
Peneiras - Tipos

□ Telas:

- Tecido soldado ou esticado no fundo de um recipiente cilíndrico.
- Embora seja descrita como quadrada, a abertura em realidade representa uma projeção bi-dimensional com forma trapezoidal.



PROJEÇÃO DA
ABERTURA DA
MALHA



ABERTURA

Peneiras - Tipos

□ **Perfurada:**

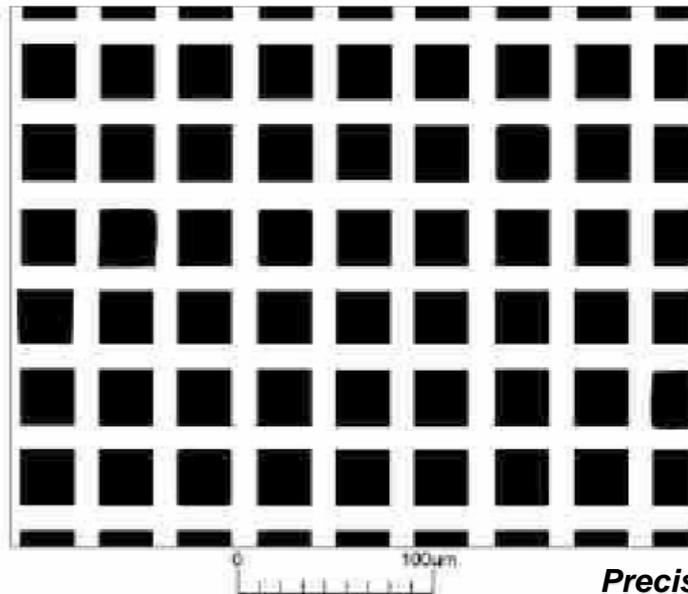
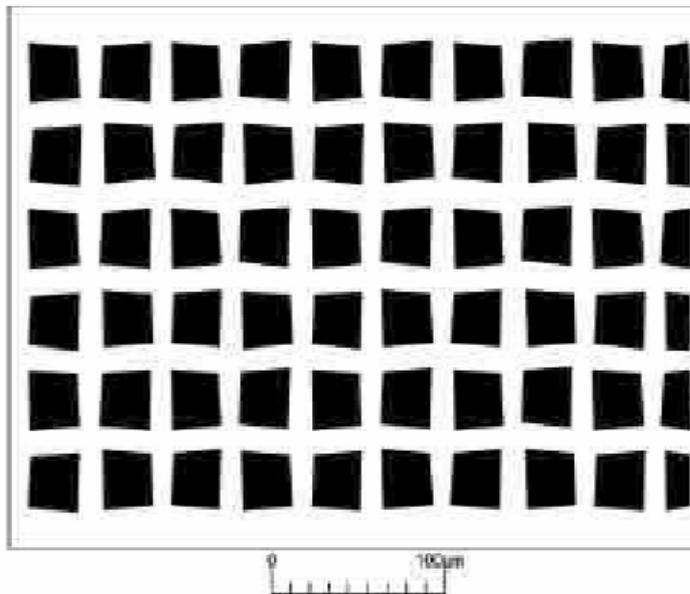
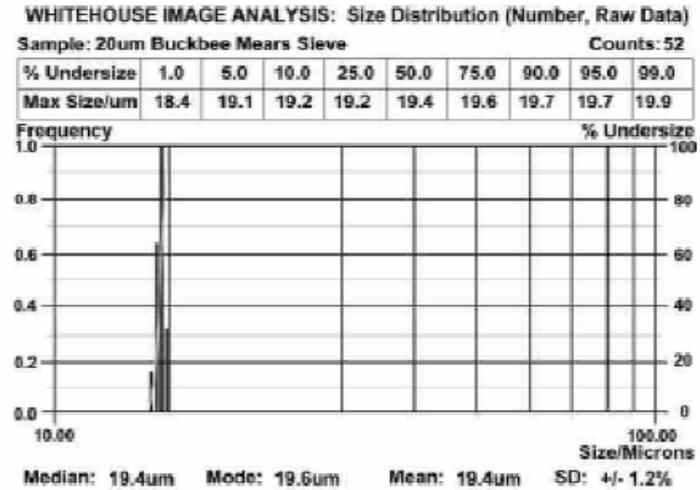
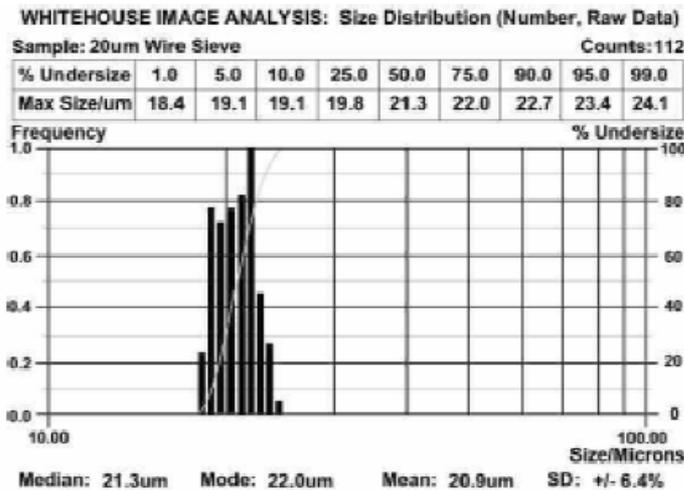
- Peneiras robustas para materiais de maior granulação.
- Aberturas de 1 a 125 mm.
- diâmetros de 200 a 450 mm.



□ **“Electroformed”:**

- Peneiras com aberturas variando de 1 em 1µm.
- Fabricadas através de processos de foto-gravação:
 - *cobertura com filme sensível;*
 - *gravação;*
 - *remoção do metal.*

Comparação ente peneira convencional e *electroformed*



abertura
20µm

Precision Eforming Inc

Peneiras - dimensões

- **Peneiras circulares de laboratório:**

- Diâmetros em mm: 38, 100, 150, 200, 250, 300, 315, 400 e 450 mm
- Diâmetros em polegadas: 3, 8, 12 e 18 "
- Alturas: 2,5; 5 e 10 cm

- **Peneiras quadradas de laboratório:**

- Diâmetro 50 cm

- **Peneiras circulares contínuas:**

- Diâmetros de 40, 60 e 100 cm (até 3 "decks")



Peneiras: dimensões e acessórios

- 1/2 altura



- jato de ar



- altura dupla

- tampa e fundo



- peneiramento a úmido

Séries padronizadas de peneiras

Tyler (malhas)	U.S (L.C584 -ASTME11)		British Standard		ABNT		German DIN(1171)	
	malha nº.	Abertura mm	malha nº.	Abertura mm	malha nº.	Abertura (mm)	DIN No.	Abertura (mm)
3½	3½	5,66	1	6,000
4	4	4,76	4	4,8
5	5	4,00	5	4,0
6	6	3,36	5	3,353	6	3,4	2	3,000
7	7	2,83	6	2,812	7	2,7
8	8	2,38	7	2,411	8	2,4	2½	2,400
9	10	2,00	8	2,057	10	2,0	3	2,000
10	12	1,68	10	1,676	12	1,7	4	1,500
12	14	1,41	12	1,405	14	1,4
14	16	1,19	14	1,204	16	1,2	5	1,200
16	18	1,00	16	1,003	18	1,0	6	1,020

As aberturas devem ser reportadas em diâmetros nominais

Peneiras: Certificado

- **Certificado de conformidade:**

- Assegura a qualidade da peneira.
- Limites admissíveis de variação das aberturas (d_A).



- ISO-3310
- ABNT
- ASTM
- BS
- DIN

CONDIÇÕES OPERACIONAIS

- **Fatores a serem considerados:**
 - ❑ Movimento da peneira.
 - ❑ Quantidade de amostra.
 - ❑ Meio de peneiramento.
 - ❑ Peneira.
 - ❑ Equipamento.
 - ❑ Tempo de peneiramento.

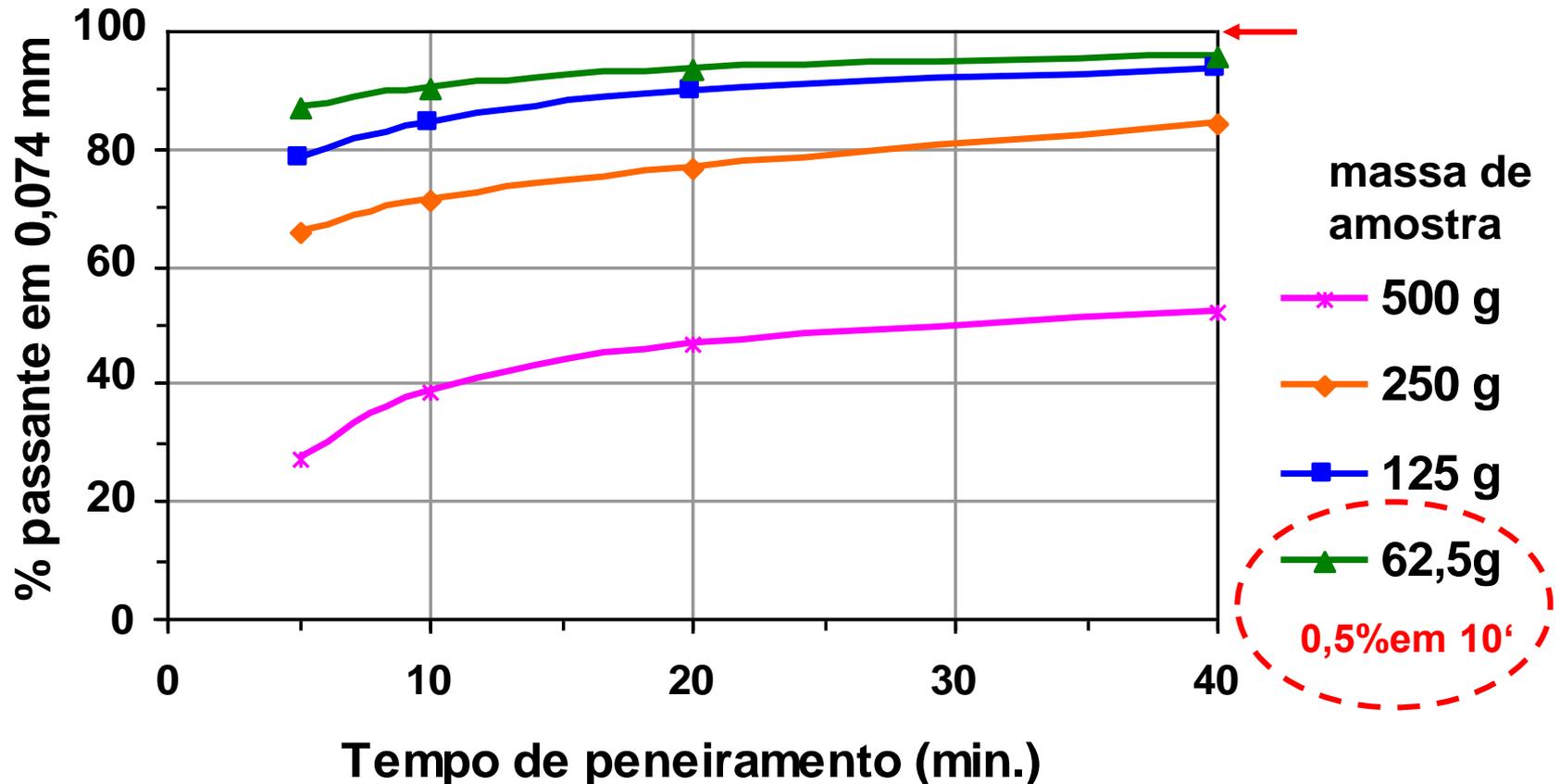


Condições operacionais

- ***A qualidade do peneiramento está relacionada a probabilidade de uma partícula atravessar a abertura da peneira, a qual depende da:***
 - distribuição do tamanho de partículas da amostra:
 - Partículas de dimensões próximas a da abertura apresentam maiores dificuldades para passar por esta
 - Excesso de finos reduz a eficiência do peneiramento
 - quantidade de partículas na peneira (carga)
 - propriedades físicas das partículas
 - movimento da peneira
 - forma das partículas
 - geometria da superfície da tela (p. ex. fração de área aberta)

Condições operacionais

- O efeito do tempo de peneiramento e da quantidade de amostra.



Amostra de areia classificada em peneira de 0,074 mm.

Equipamentos de laboratório



**Rotap Tyler
(Haver-Boecker)**

Equipamentos de laboratório



**peneirador
vibratório**

peneirador suspenso



Resultados → Distribuição em massa

Abertura (mm)		Diâmetro médio (mm)	% em massa		
			retida	passante	retida
	+ 9,50	11,55	0,03	99,97	0,03
-	9,50 + 6,80	8,15	0,43	99,54	0,46
-	6,80 + 4,75	5,78	2,03	97,51	2,49
-	4,75 + 3,40	4,08	4,17	93,34	6,66
-	3,40 + 2,36	2,88	6,97	86,37	13,63
-	2,36 + 1,70	2,03	9,59	76,78	23,22
-	1,70 + 1,18	1,44	10,94	65,84	34,16
-	1,18 + 0,850	1,02	10,80	55,04	44,96
-	0,850 + 0,600	0,725	9,91	45,13	54,87
-	0,600 + 0,425	0,512	8,42	36,71	63,29
-	0,425 + 0,300	0,362	7,12	29,59	70,41
-	0,300 + 0,212	0,257	6,10	23,49	76,51
-	0,212 + 0,150	0,181	5,23	18,26	81,74
-	0,150 + 0,106	0,128	4,38	13,88	86,12
-	0,106 + 0,075	0,09	3,85	10,03	89,97
-	0,075 + 0,053	0,064	2,91	7,12	92,88
-	0,053 + 0,038	0,045	2,14	4,98	95,02
-	0,038	0,019	4,98		100,00

Erros em peneiramento

- Tempo de peneiramento (*massa*): o tempo do peneiramento está relacionado a quantidade de material ensaiado (mais crítico para as frações finas).
- Variação da abertura da peneira.
- Erros experimentais (*perdas < 2%*).
- Procedimento inadequado.
- Erros de amostragem.
- Efeitos de diferentes equipamentos ou procedimentos.

Erros em peneiramento

Principais cuidados a serem tomados de forma a garantir maior reprodutibilidade de ensaios:

- ❑ Procedimento padrão:
 - amostragem
 - massa de material
 - modo de peneiramento (seco / úmido)
 - verificação das peneiras
 - equipamento
 - tempo de peneiramento
- ❑ Peneiras certificadas.

Representação de resultados granulométricos

- **Tabelas:**
 - ⇒ frequência (%) de diâmetros por intervalo de tamanho;
- **Histogramas**
- **Curvas de distribuição de frequências:**
 - ⇒ escala linear;
 - ⇒ escala logarítmica;
- **Curvas acumuladas de distribuição de frequências:**
 - ⇒ Linear;
 - ⇒ Logarítmica (Gaudin- Schuhmann);
 - ⇒ Probabilidade (Gauss);
 - ⇒ Rosin-Rammler.

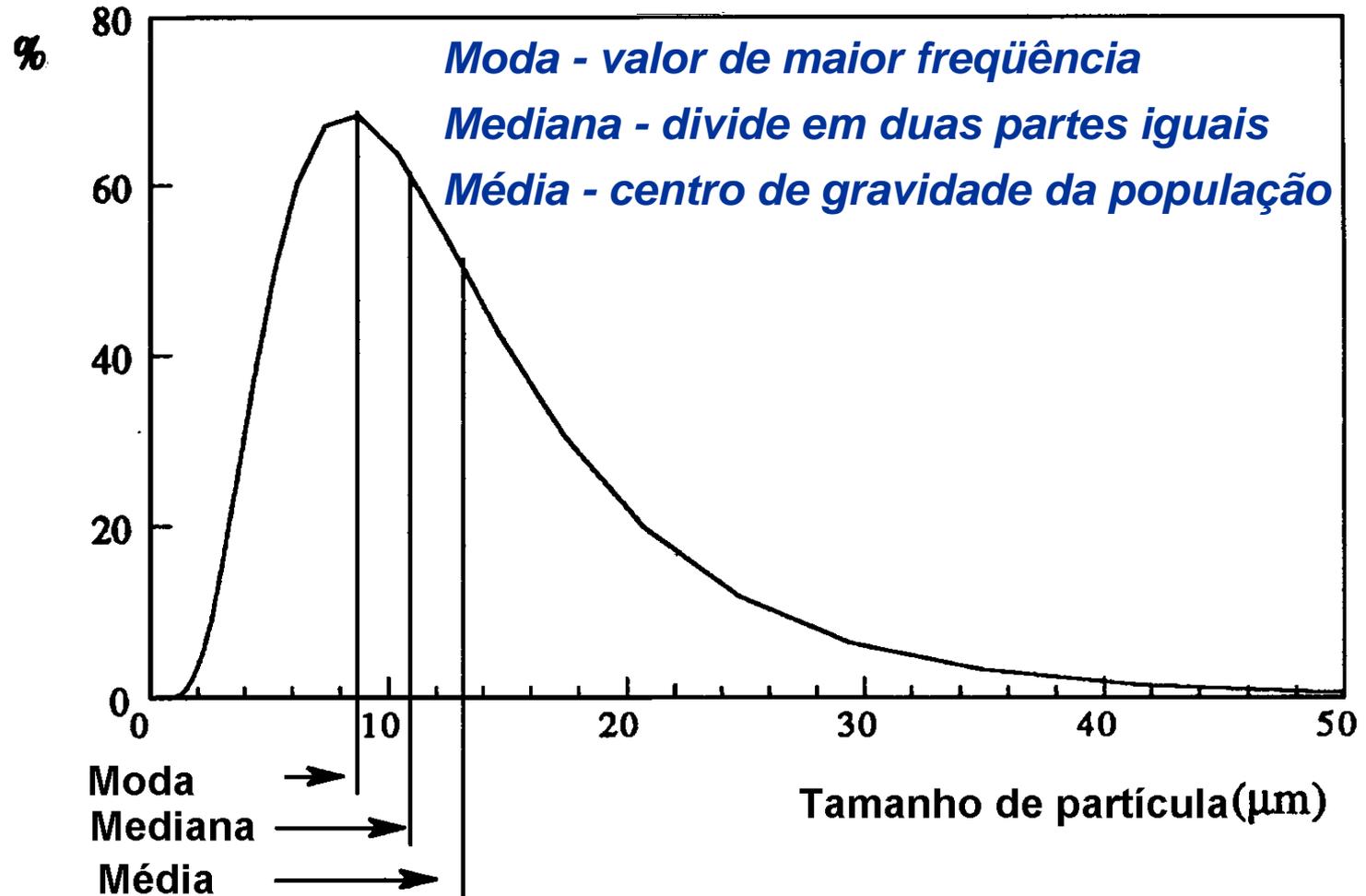
Representação de resultados granulométricos

Tabela

Abertura (mm)	Diâmetro médio (mm)	% em massa	
		retida	acumulada passante retida
+ 9,50	11,55	0,03	99,97 0,03
- 9,50 + 6,80	8,15	0,43	99,54 0,46
- 6,80 + 4,75	5,78	2,03	97,51 2,49
- 4,75 + 3,40	4,08	4,17	93,34 6,66
- 3,40 + 2,36	2,88	6,97	86,37 13,63
- 2,36 + 1,70	2,03	9,59	76,78 23,22
- 1,70 + 1,18	1,44	10,94	65,84 34,16
- 1,18 + 0,850	1,02	10,80	55,04 44,96
- 0,850 + 0,600	0,725	9,91	45,13 54,87
- 0,600 + 0,425	0,512	8,42	36,71 63,29
- 0,425 + 0,300	0,362	7,12	29,59 70,41
- 0,300 + 0,212	0,257	6,10	23,49 76,51
- 0,212 + 0,150	0,181	5,23	18,26 81,74
- 0,150 + 0,106	0,128	4,38	13,88 86,12
- 0,106 + 0,075	0,09	3,85	10,03 89,97
- 0,075 + 0,053	0,064	2,91	7,12 92,88
- 0,053 + 0,038	0,045	2,14	4,98 95,02
- 0,038	0,019	4,98	100,00

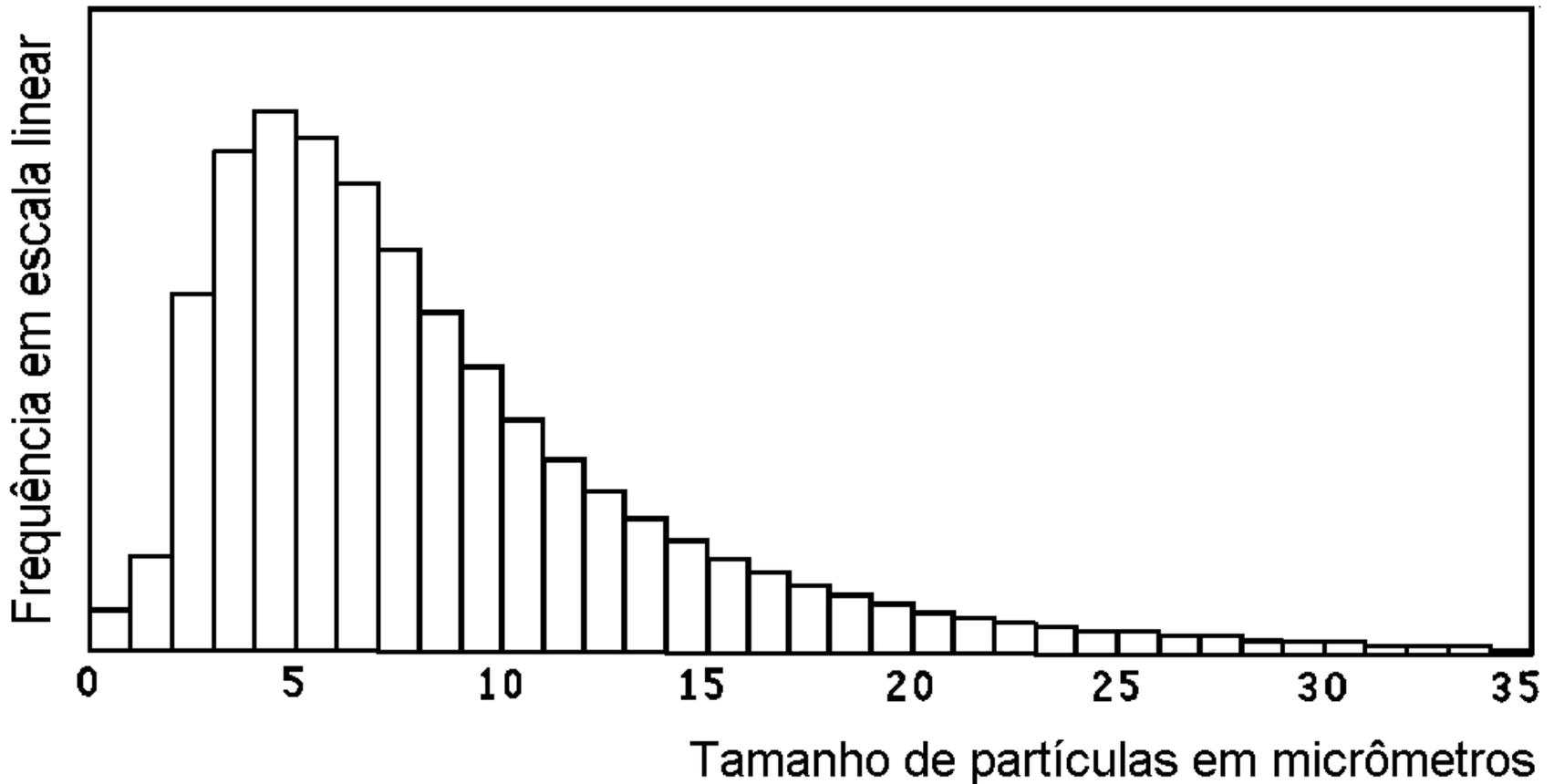
Representação de resultados granulométricos

Curvas de distribuição de frequência (%)



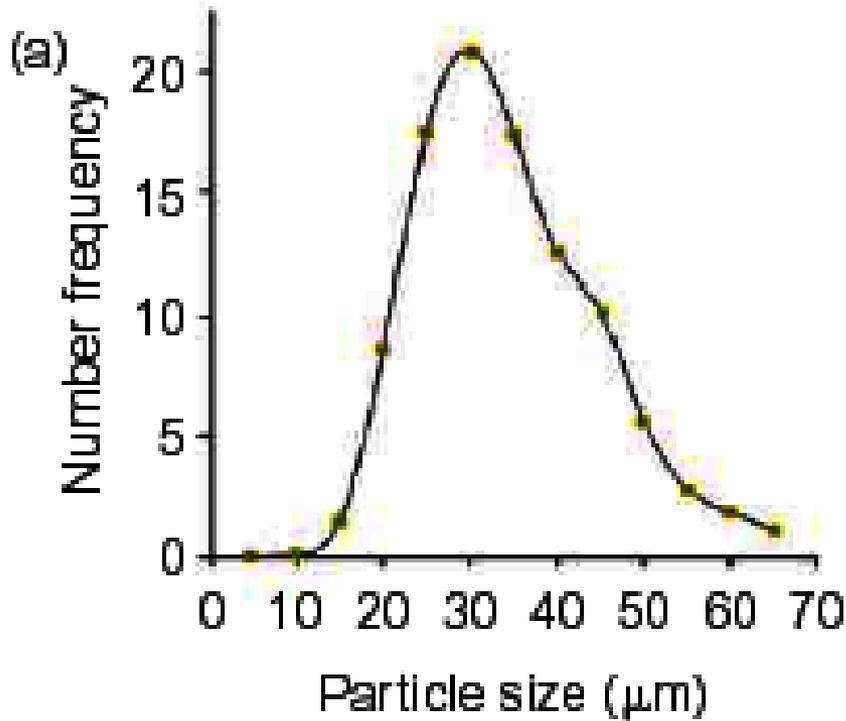
Representação de resultados granulométricos

Histograma de frequência

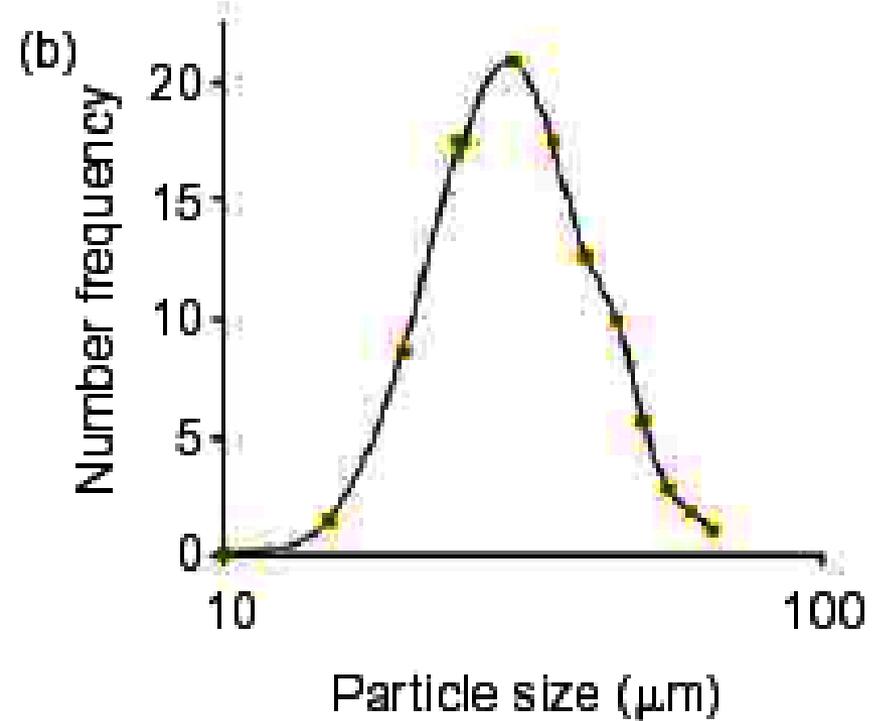


Gráficos de frequência

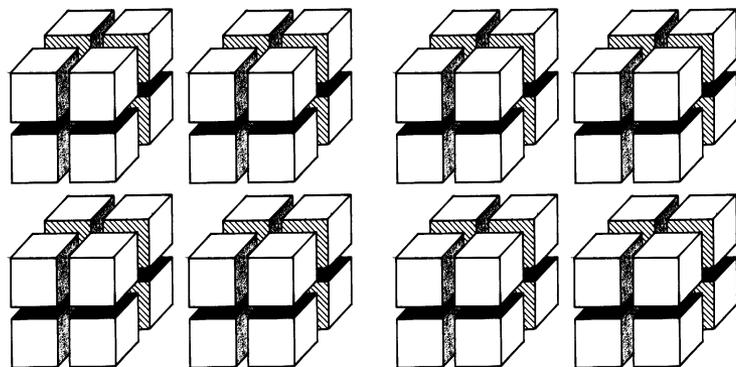
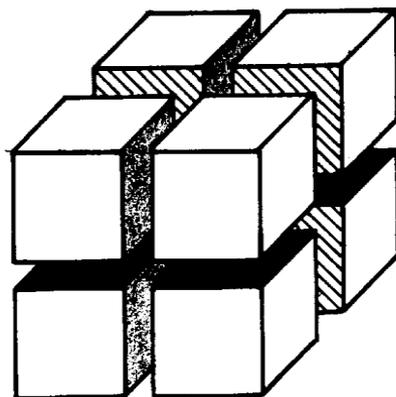
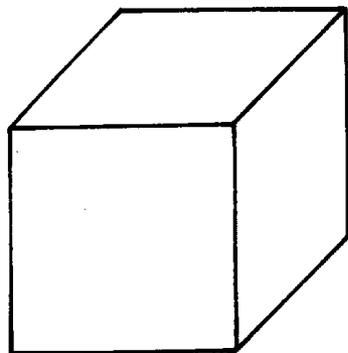
Distribuição log normal hipotética



\emptyset *escala linear*

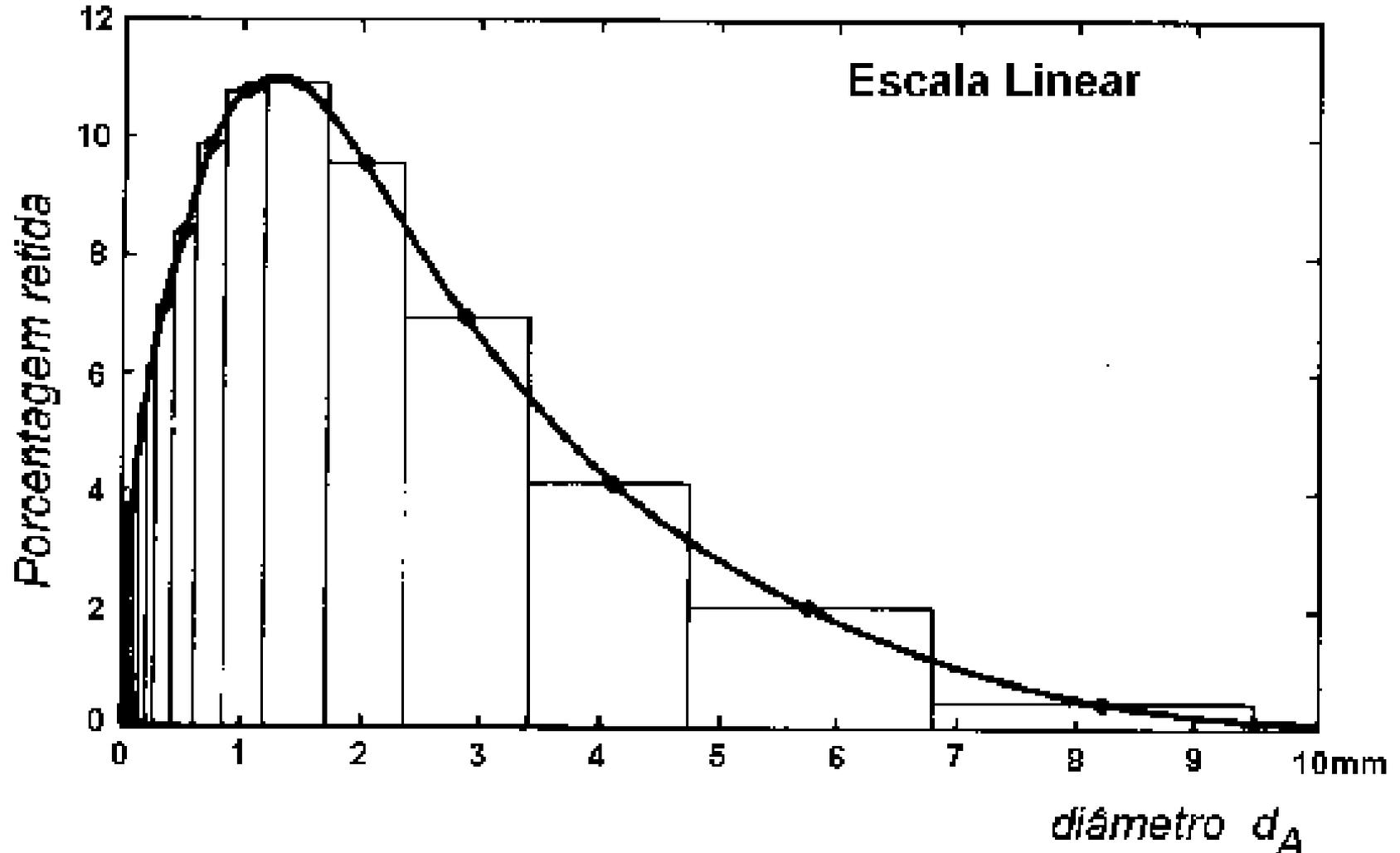


\emptyset *escala logarítmica*

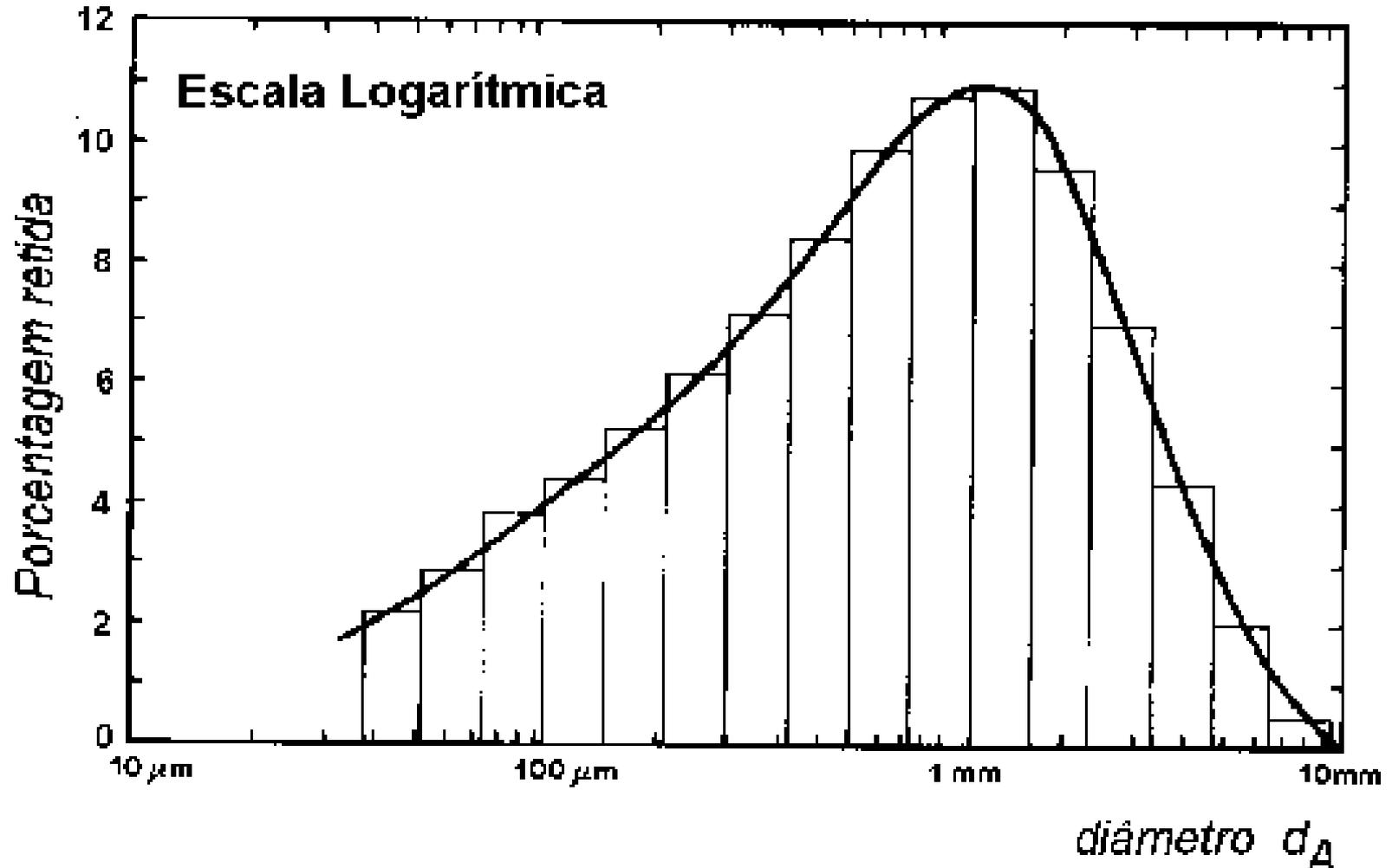


Diâmetro	Nº partículas
d	1
d/2	8
d/4	64

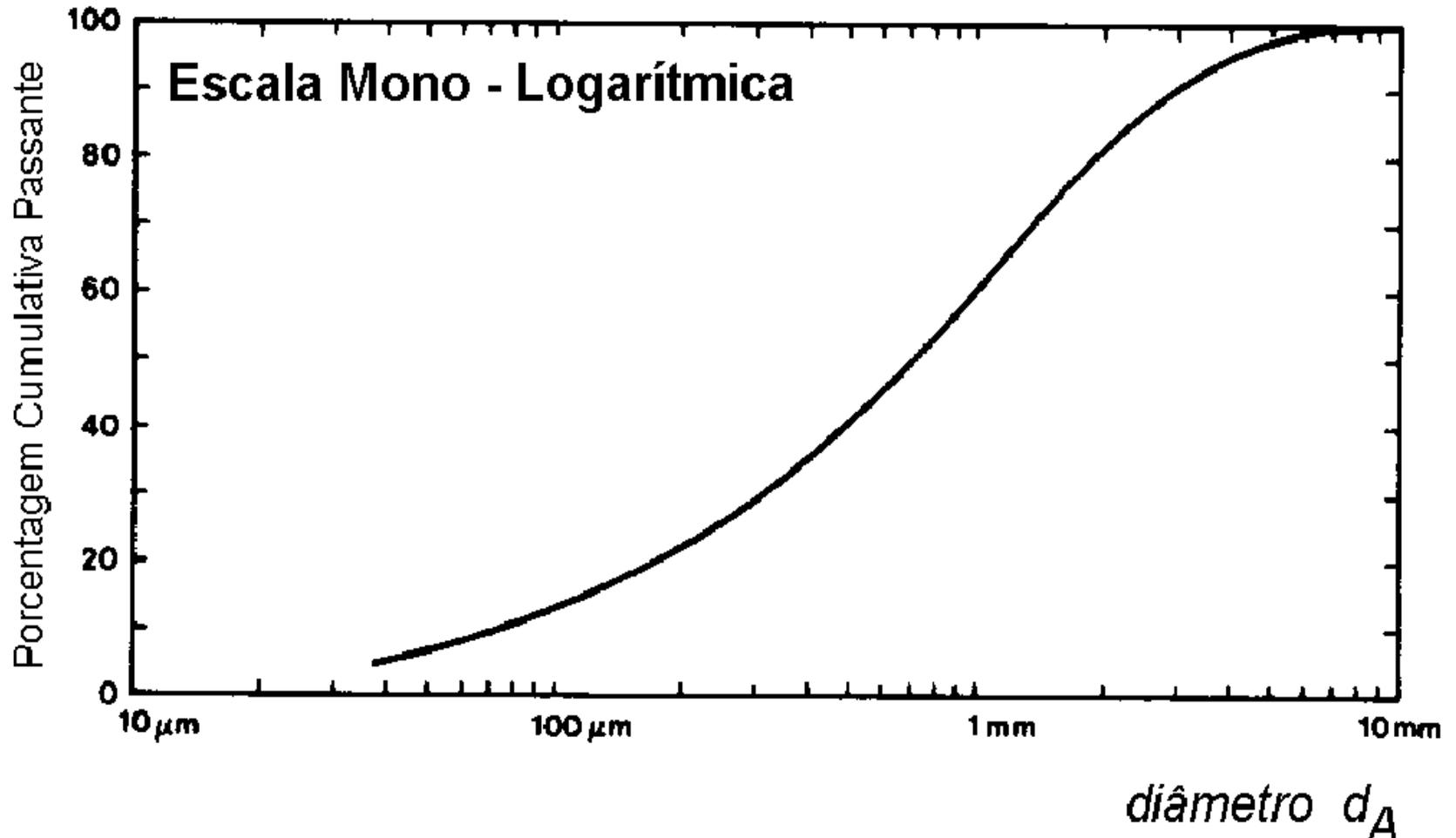
Gráficos de frequência simples com histogramas



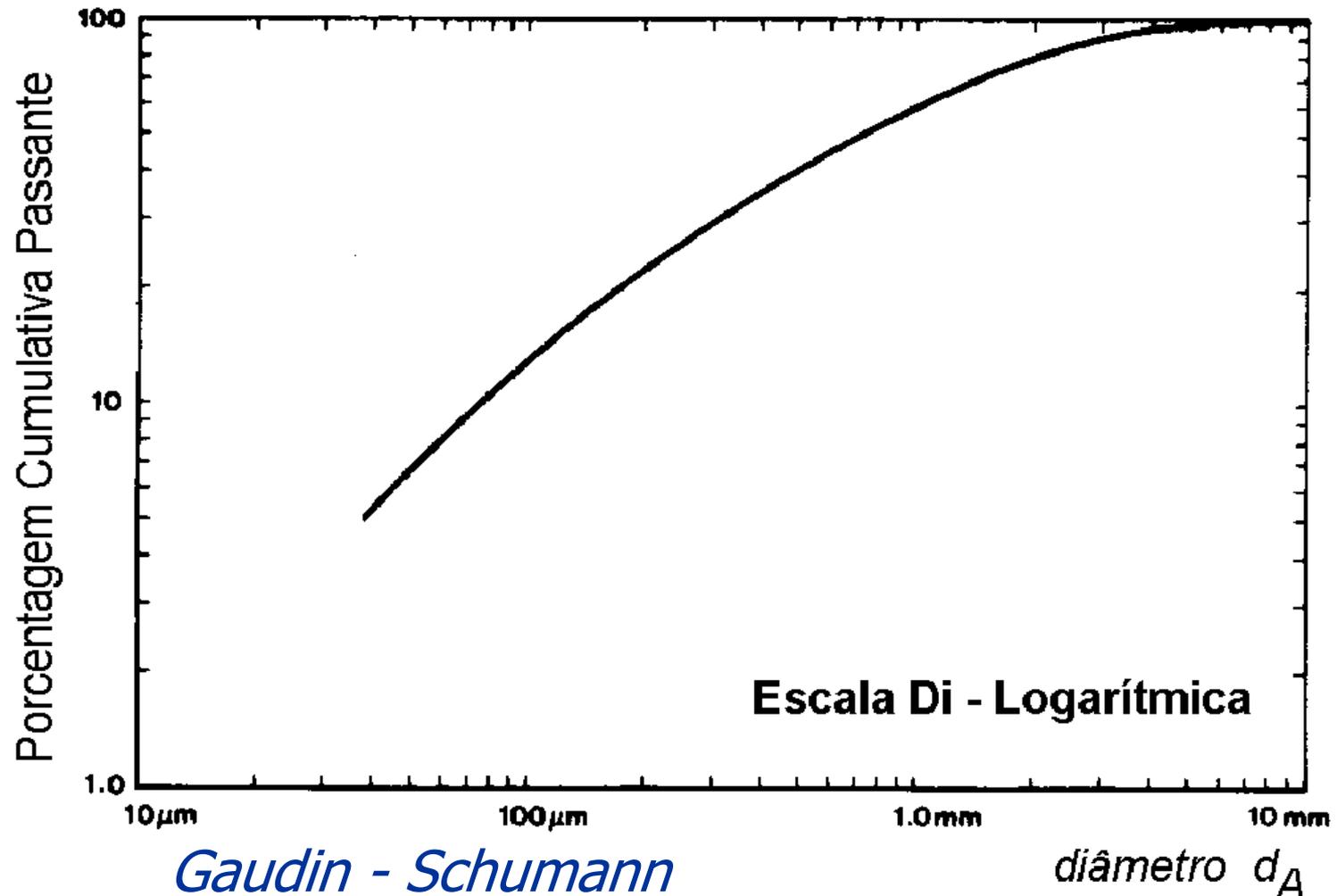
Gráficos de frequência simples com histogramas



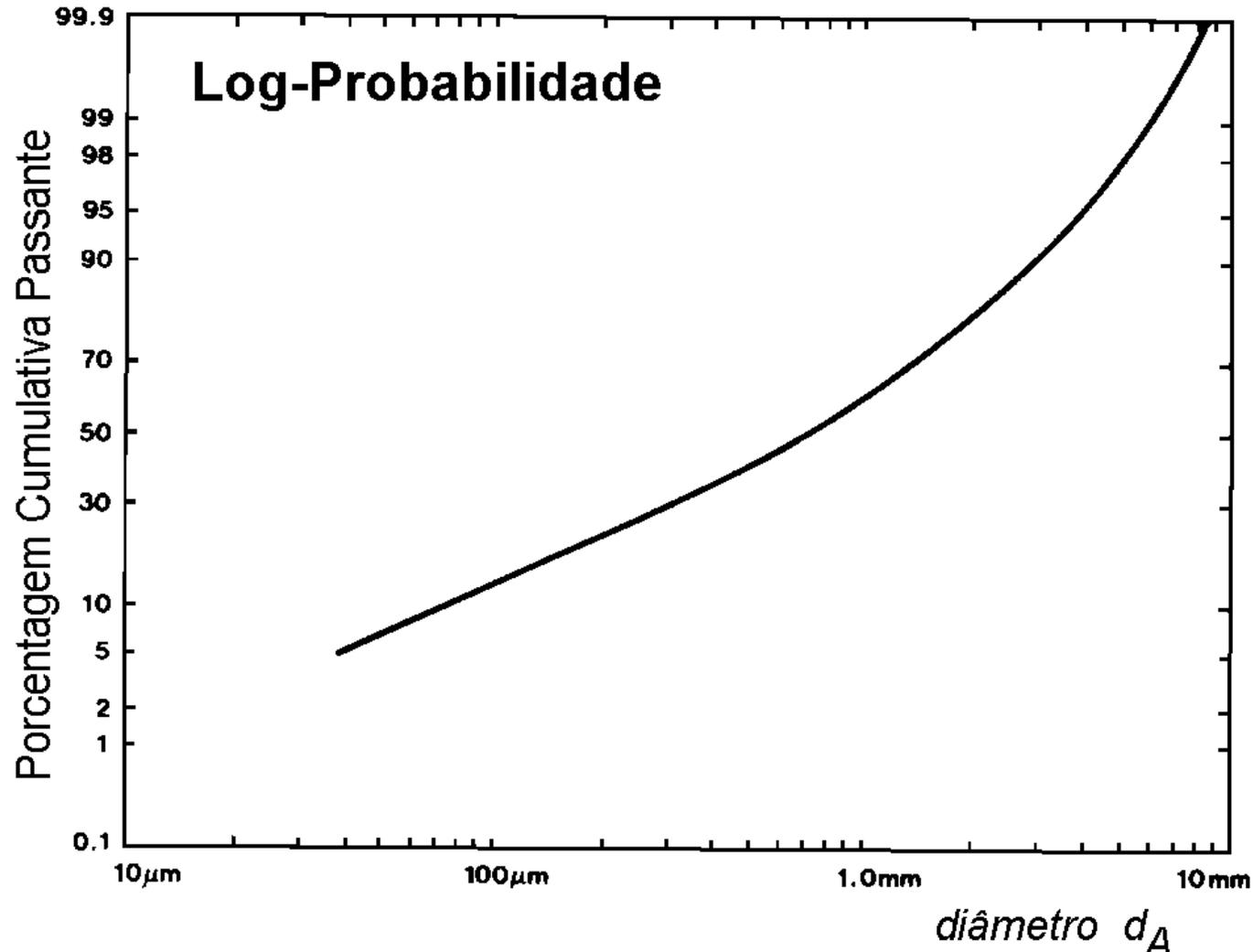
Gráficos de frequência acumulada no passante



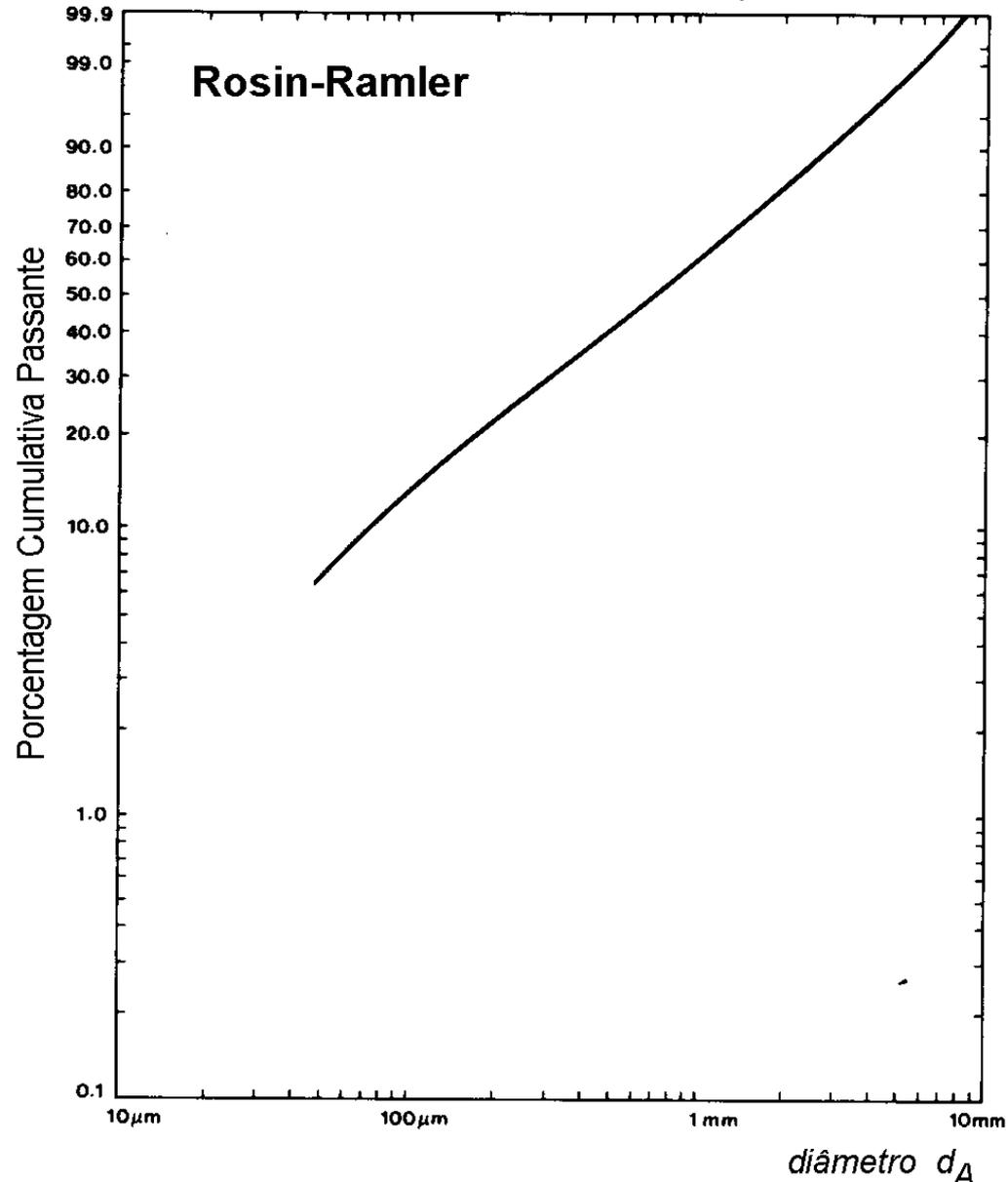
Gráficos de frequência acumulada no passante



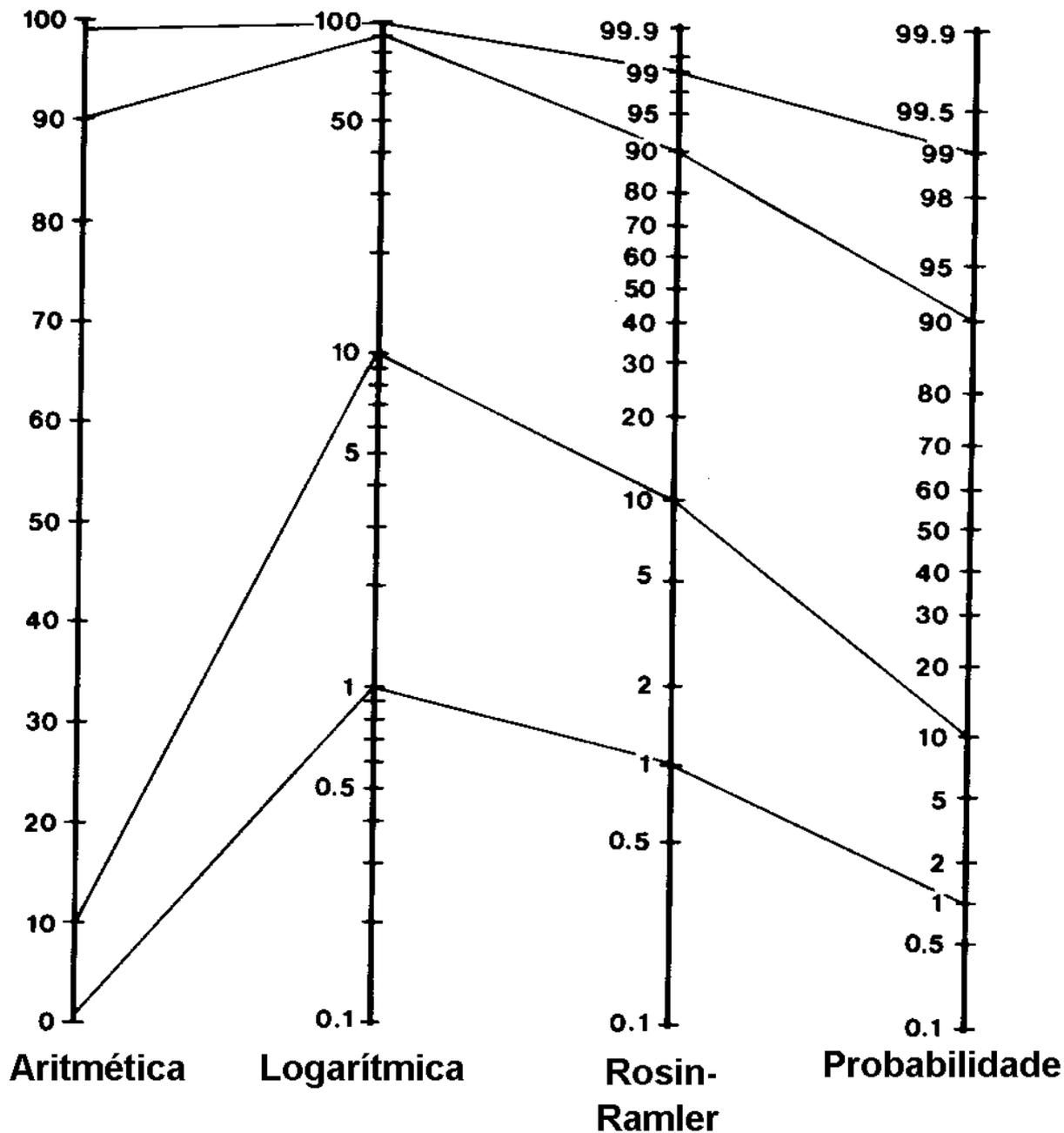
Gráficos de frequência acumulada no passante



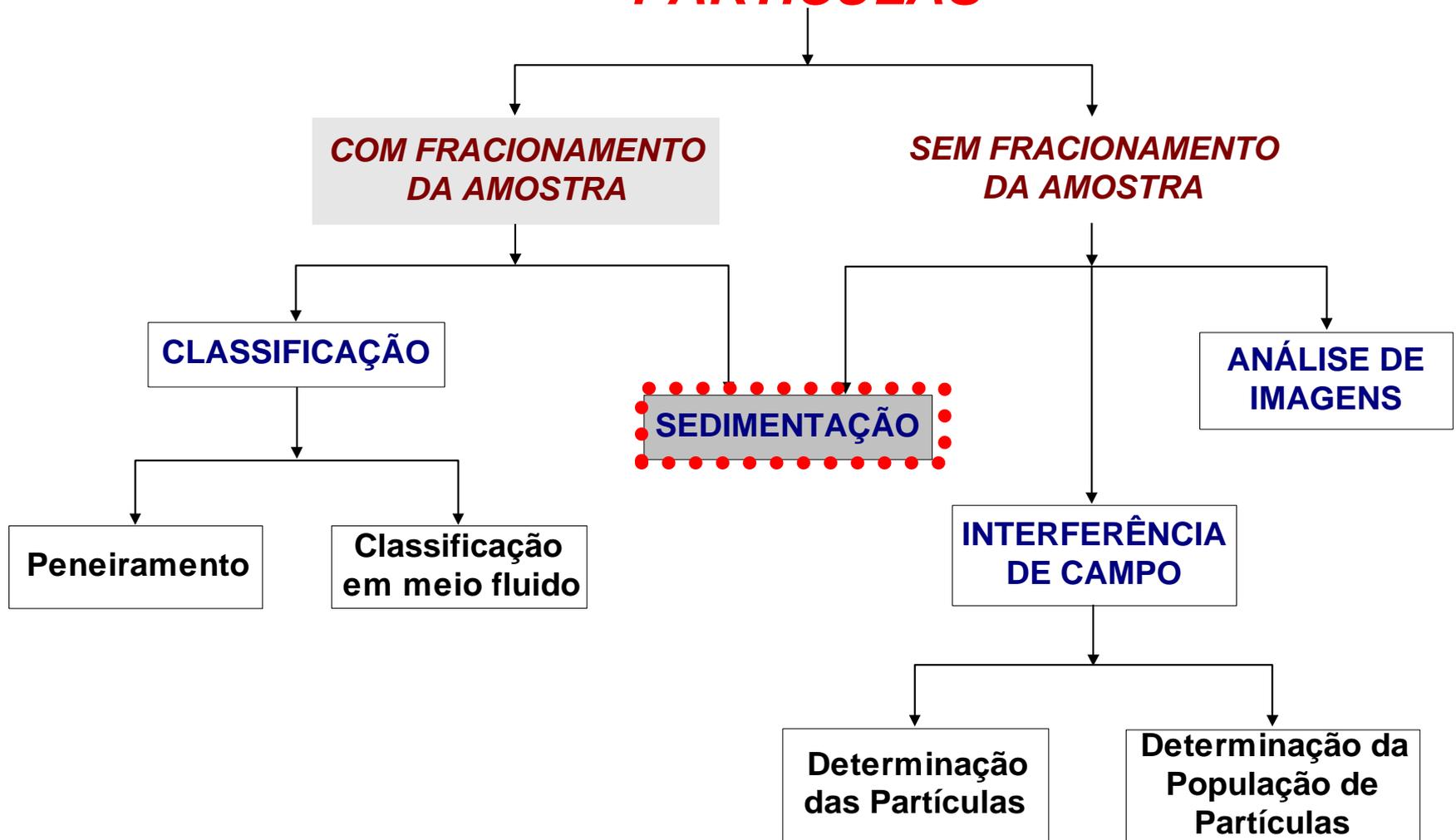
Gráficos de frequência acumulada no passante



**Comparação
entre
diferentes
escalas de
frequência
acumulada**



MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

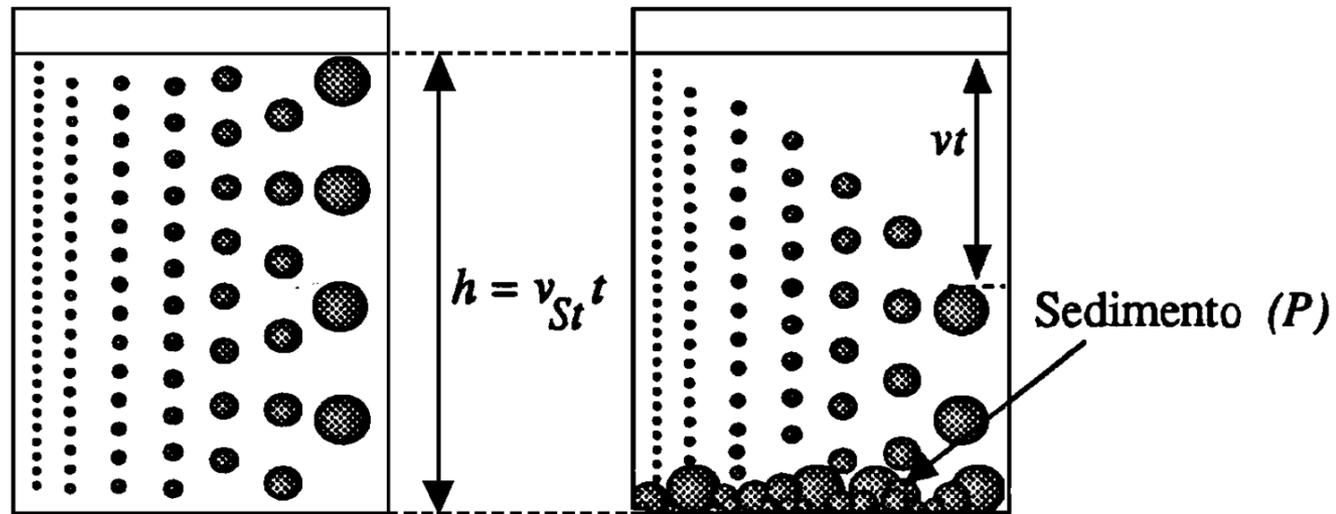


Sedimentação

□ O princípio de medida se baseia na LEI DE STOKES.

- **granulometria ideal:**

2 a 50 μm



- baseada na **velocidade terminal** de movimento de partículas em um meio fluido, sob a ação da força gravitacional ou centrífuga

Sedimentação

Velocidade terminal (V_s)

$$V_s = \frac{(\delta_s - \delta_f) D^2 g}{18 \eta}$$

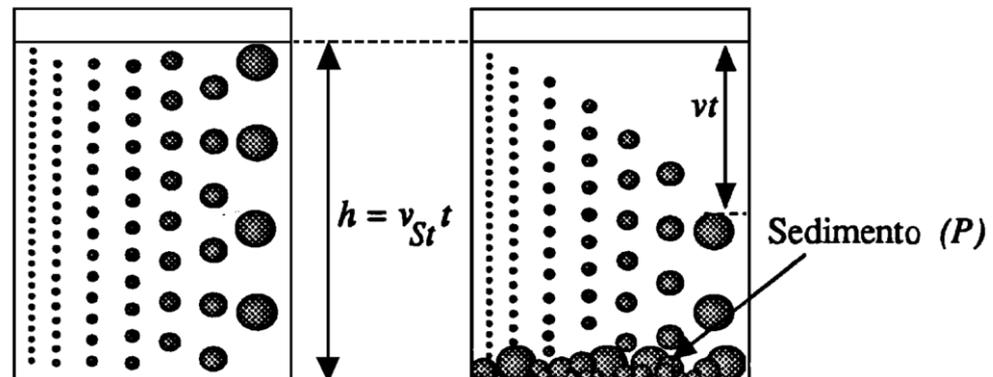
δ_s = densidade aparente da partícula

δ_f = densidade do fluido

D = diâmetro de Stoke's

g = aceleração da gravidade

η = viscosidade do fluido



Sedimentação

Condições impostas pela lei de Stokes:

- ❑ partículas esféricas, arredondadas e rígidas
- ❑ regime laminar: $Re < 0,20$
- ❑ partícula move em fluido homogêneo de extensão infinita
- ❑ baixa velocidade de sedimentação de forma a tornar efeitos inerciais negligenciáveis

Sedimentação

Limitações da aplicabilidade da Lei de Stokes:

- Limites de tamanho de partículas:
 - superior ($\delta_s=2,65$): $\pm 67 \mu\text{m}$ em água ou $\pm 33 \mu\text{m}$ em ar
 - inferior: abaixo de $2\mu\text{m}$ os resultados são imprecisos
- Partículas com formas irregulares (situação usual) vão apresentar maior área de superfície que a esfera e, conseqüentemente, terão menor velocidade de sedimentação por causa do incremento de arraste para os seus diâmetros de esferas equivalentes
- Partículas de hábito placóide e lamelar irão tremular, não sedimentando segundo uma linha reta

Sedimentação

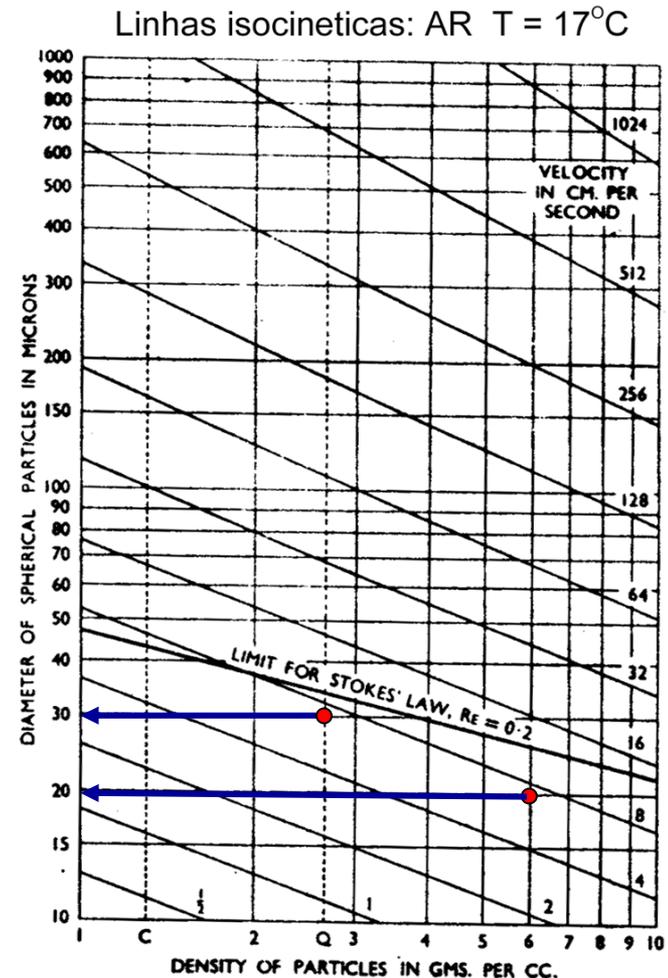
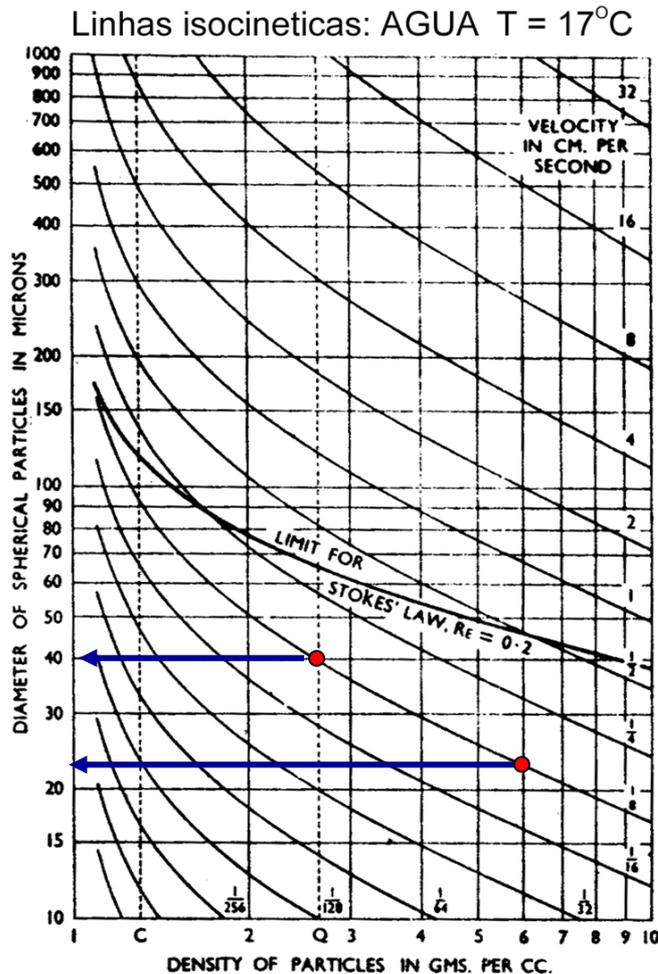
Limitações operacionais:

- Tempo de medida:
 - 25 min a 1 hora (Fotosedimentação, p. ex. Sedigraph)
 - dias (pipeta de Andreasen ou coluna de sedimentação)
- Necessidade de controle preciso de temperatura (uma variação de 1°C na temperatura implica em mudança de 2% na viscosidade)
- amostras com materiais de distintas densidades

$$V_{S_1} = \frac{(\delta_{s1} - \delta_f) D_s g}{18\eta} \quad V_{S_2} = \frac{(\delta_{s2} - \delta_f) D_s g}{18\eta} \quad \dots \quad V_{S_n} = \frac{(\delta_{sn} - \delta_f) D_s g}{18\eta}$$

Sedimentação

- ❑ Inabilidade de lidar de forma adequada com misturas de partículas com diferentes pesos específicos.



Tamanho de esferas & velocidade de sedimentação

diâmetro da partícula (mm)	classe de tamanho	tempo de sedimentação (d=2,65 h=1m)
10	cascalho	0,9 segundos
1	areia grossa	9 segundos
0,1	areia	110 segundos
0,01	silte	1,5 hora
0,001	argila	7 dias
0,0001	coloide	2,5 anos

Elutriação

Separação por tamanho através da suspensão das partículas em um fluido em movimento laminar; partículas finas são arrastadas com o movimento do fluido e as grossas sedimentam pela ação da gravidade

Características:

⇒ separação em dois grupos de população de tamanhos

$$P_1 < \text{diâmetro de corte (Stokes)} < P_2$$

⇒ resposta em massa de partículas com diâmetros acima e abaixo do de corte

Elutriadores verticais

- a suspensão com as partículas flui de baixo para cima

$$d_c = \sqrt{\frac{18 \eta \cdot v_s}{(d_s - d_f) g}}$$

η = viscosidade do fluido

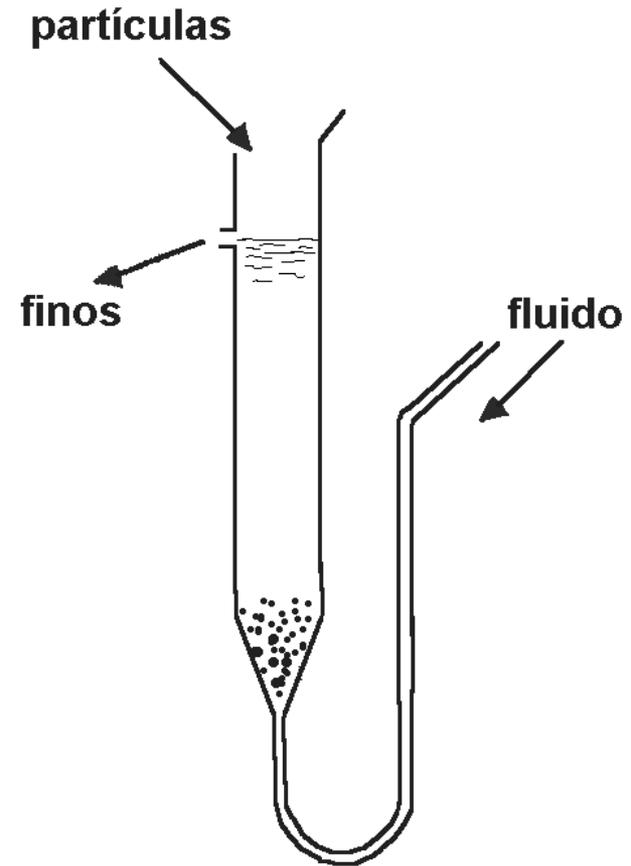
v_s = velocidade terminal (Stokes)

d_s = densidade aparente da partícula

d_f = densidade do fluido

d_c = diâmetro de corte

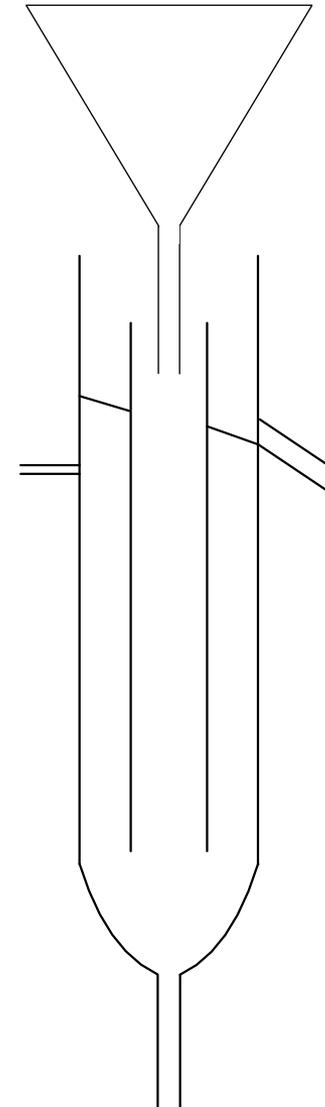
g = aceleração da gravidade



Limitações

- ⇒ variações no fluxo do fluido
- ⇒ longos períodos de operação
- ⇒ porcentagem de sólidos na suspensão

Elutriador vertical a úmido



Ciclones

*A suspensão é “centrifugada”
ao entrar sob pressão em um
ciclone*

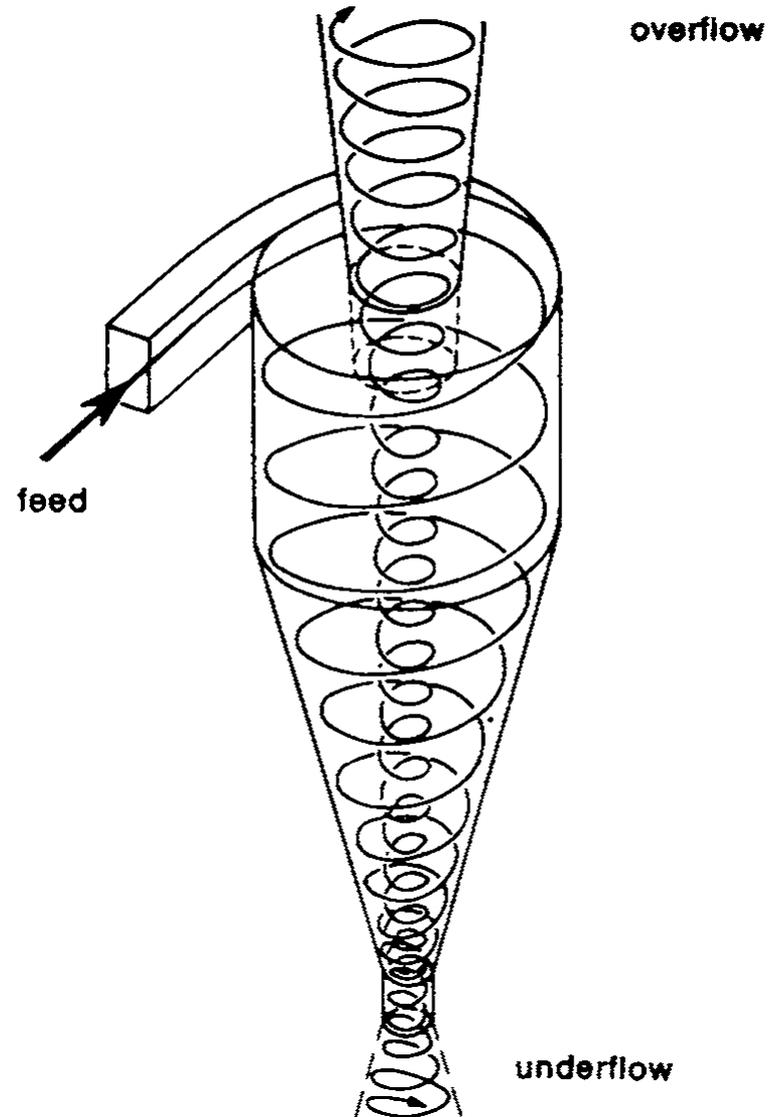
- **Vantagens:**

- ⇒ capacidade elevada

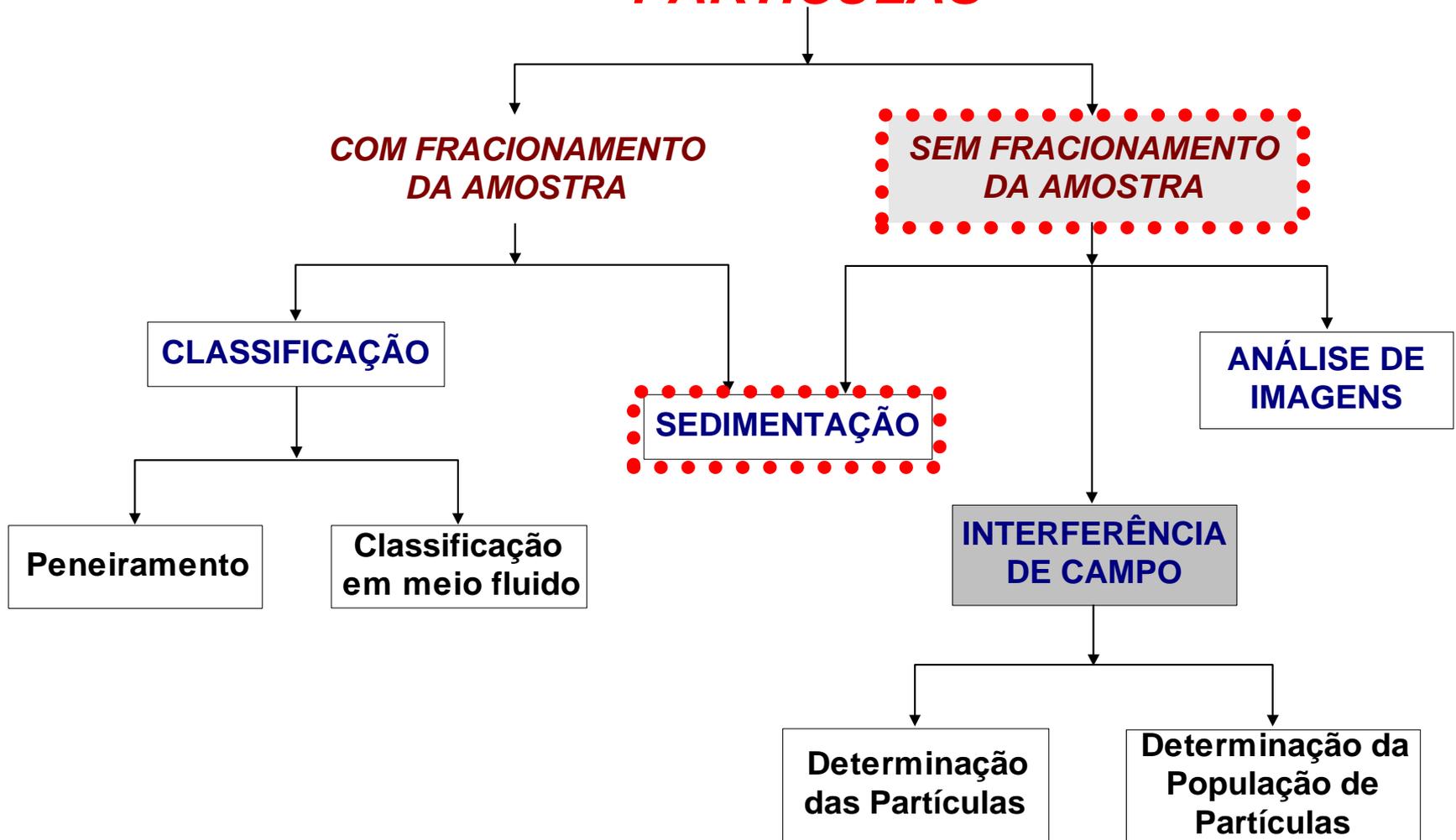
- ⇒ operação simples

- **Limitações**

- ⇒ oscilações na alimentação



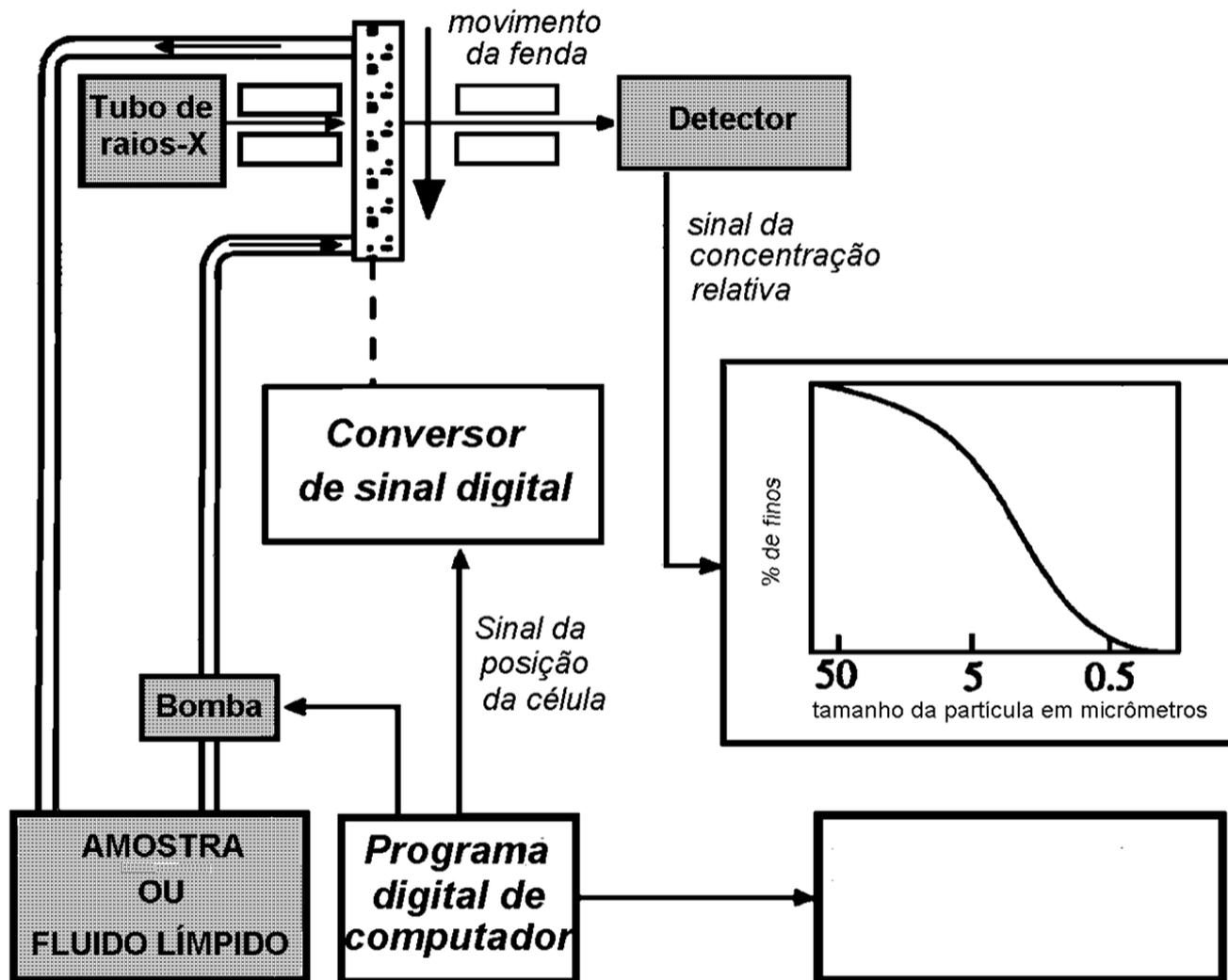
MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS



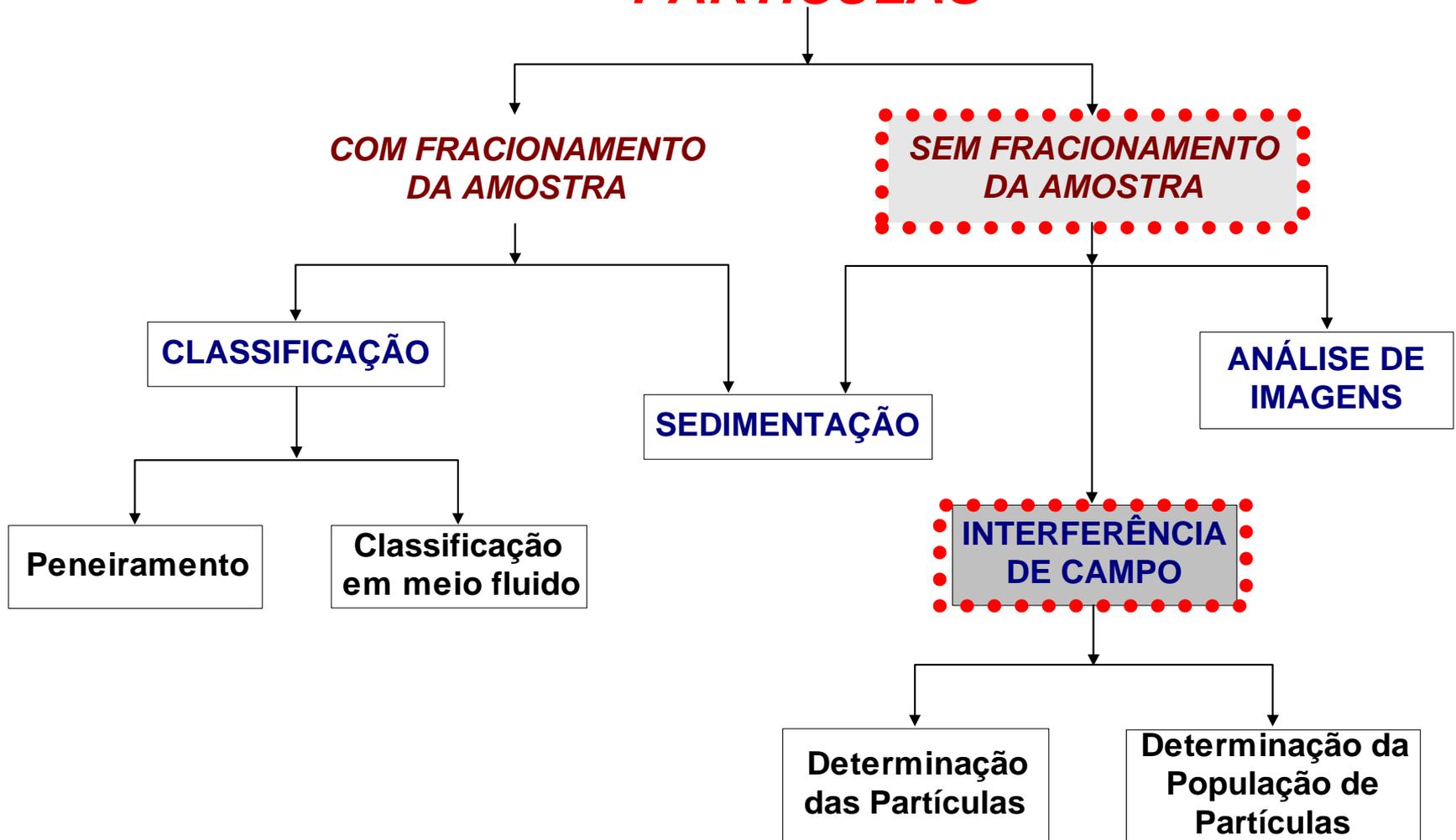
Medida por atenuação de raios-X

Fotossedimentação com raios-X: Sedígraph da Micromeritics

A densidade do feixe varia com o tempo e concentração de sólidos, que é função do tamanho de partículas



MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS



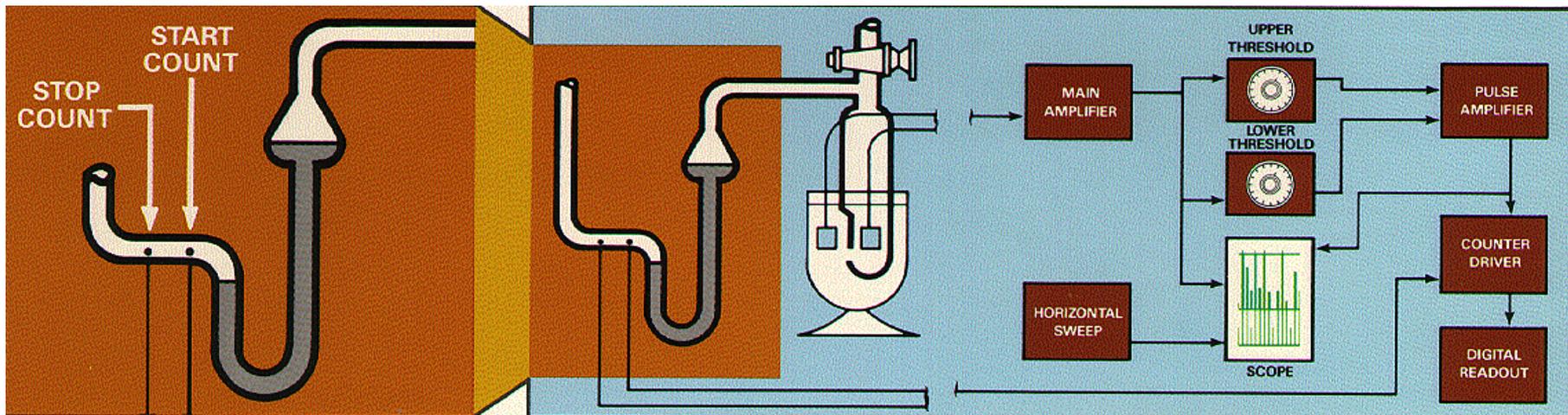
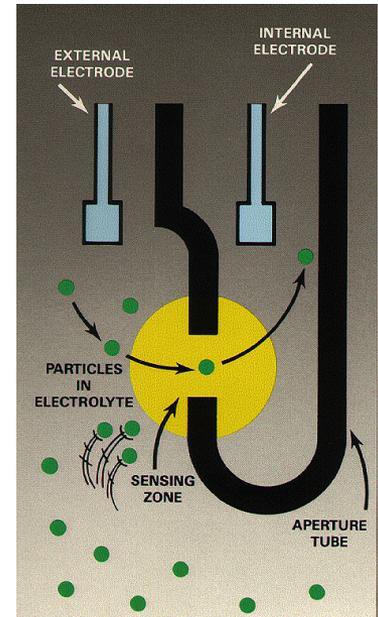
TÉCNICAS POR INTERFERÊNCIA DE CAMPO

Os métodos de determinação de tamanho de partículas envolvendo a interação de partículas com um campo externo podem ser divididos em duas categorias:

- **Medida de varredura de fluxo:** partículas examinadas uma a uma, com os resultados expressos em termos de tamanho de cada partícula
- **Medida de varredura de campo:** medida da interação de um conjunto de partículas expressa em termos de uma distribuição de tamanho de partículas

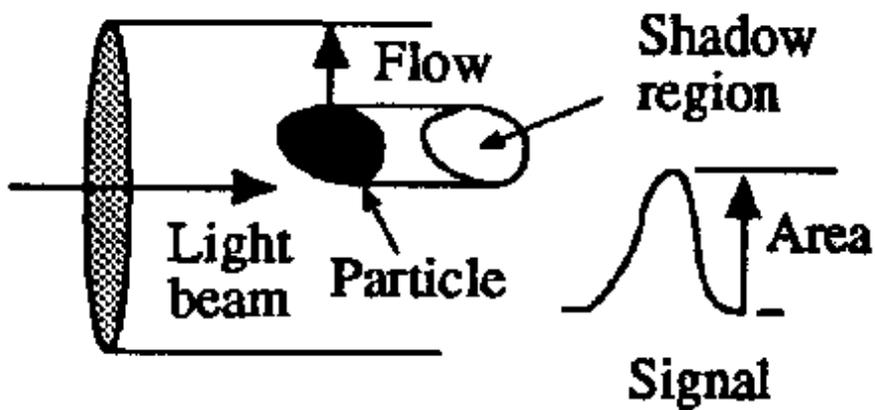
Varredura de fluxo: medida de partículas

- Resistência elétrica → **Contador Coulter**
- Granulometria
0,6 a 1.200 μm
- Limitações
imersão em eletrólito

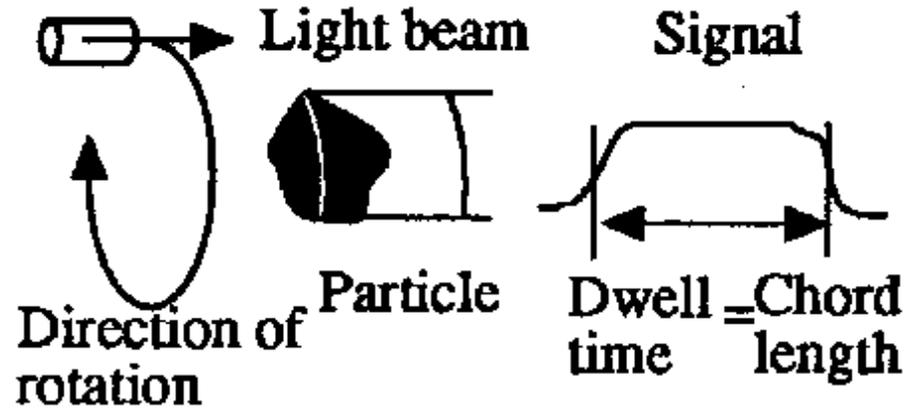


Varredura de fluxo: medida de partículas

- Contadores ópticos → *sombra*



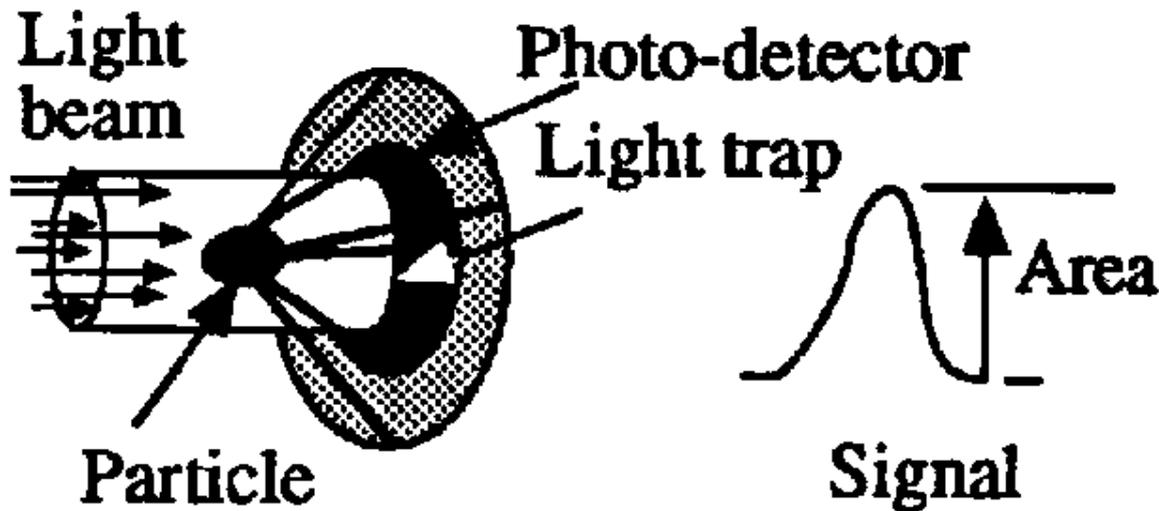
Medida da área projetada da partícula correlacionada com a sombra da partícula que atravessa um feixe de luz.



Varredura ou rotação de um feixe de luz (menor que o tamanho das partículas). O comprimento do pulso refere-se ao comprimento de uma corda aleatória.

Varredura de fluxo: medida de partículas

- Contadores ópticos → ***espalhamento de luz em ângulo sólido específico***



Varredura de campo

- Analisadores de distribuição de tamanho de partículas:
 - Espalhamento luz laser de baixo ângulo (LALLS ou difração laser)
 - ❑ Sistemas off-line
 - ❑ Sistemas on-line

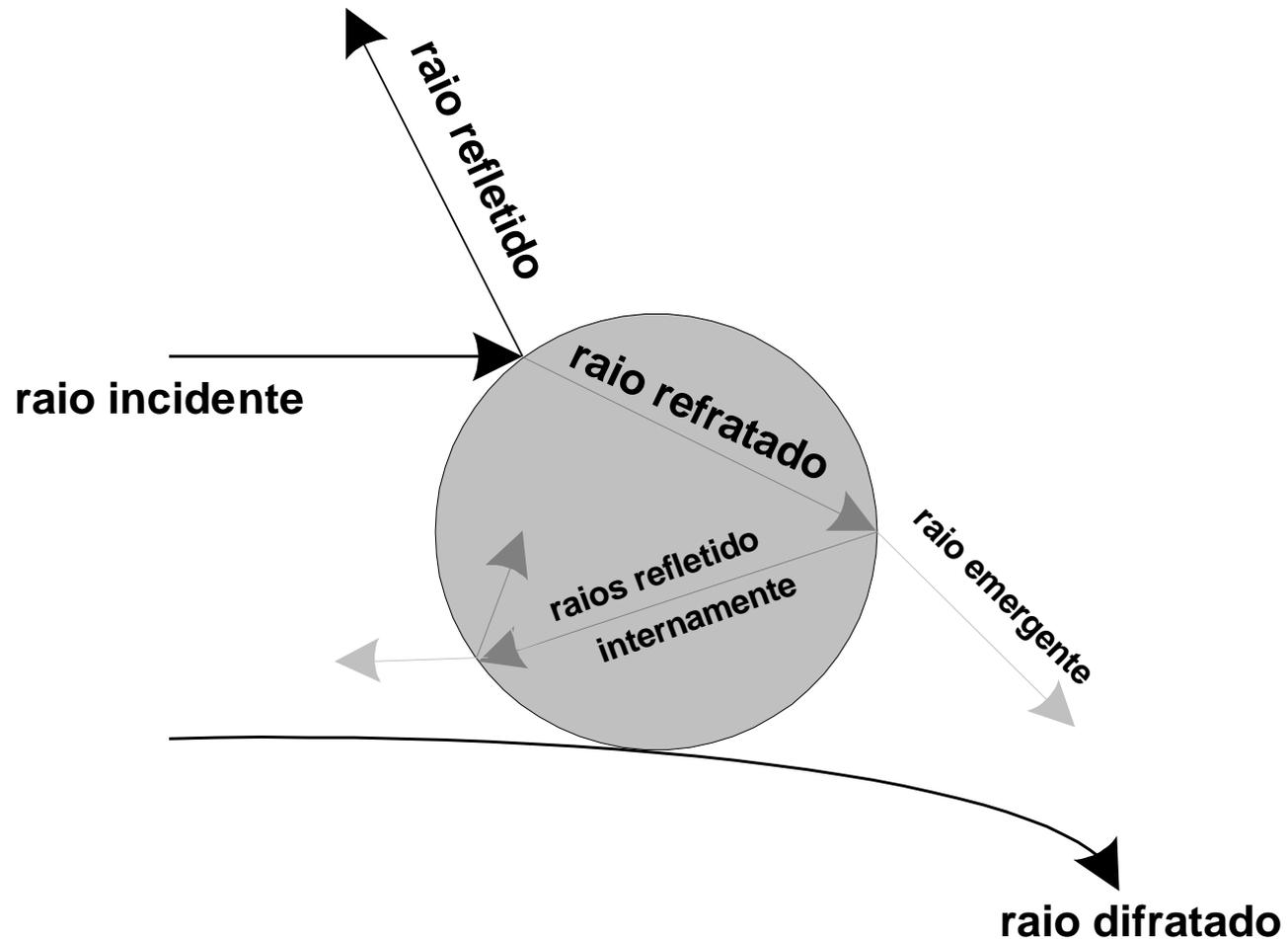
Varredura de campo: LALLS - Difração Laser

Princípios de medida:

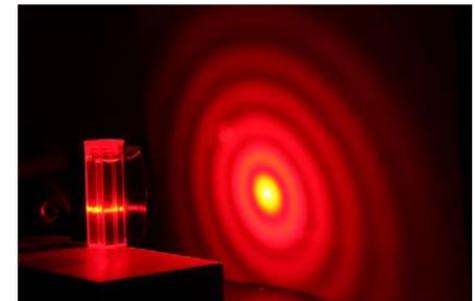
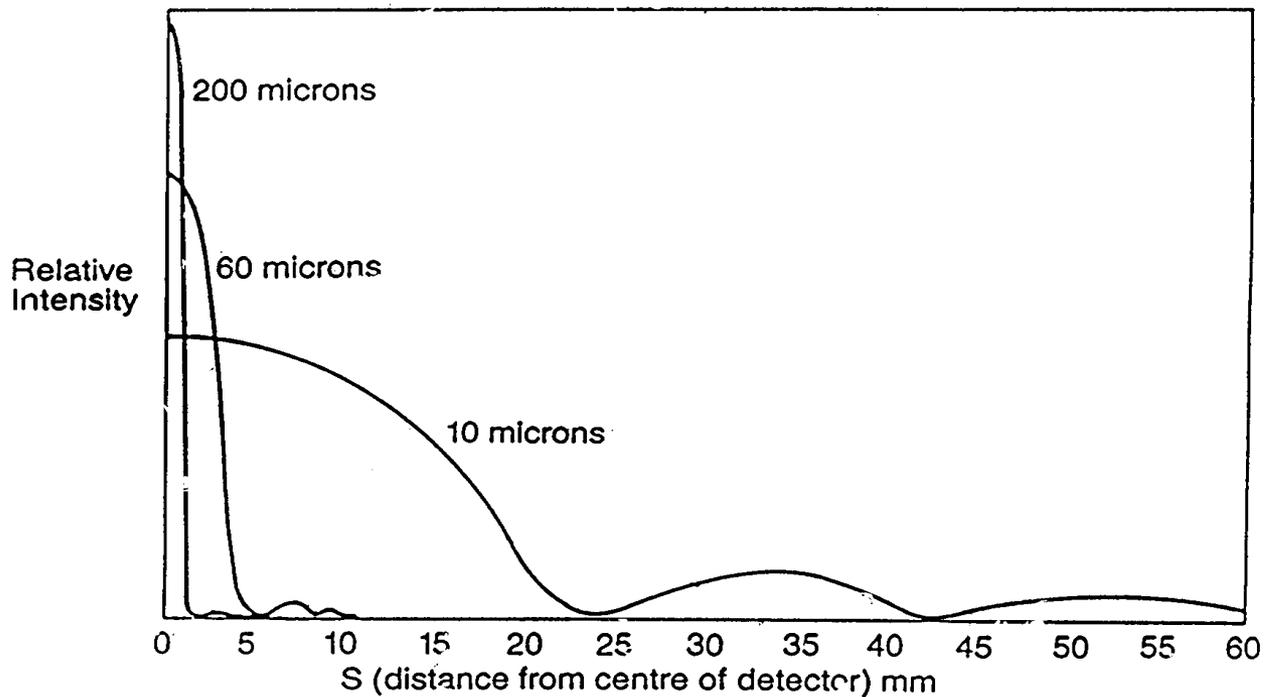
- ❑ **Emprega laser (fonte de luz de comprimento de onda fixo)**
- ❑ **Dispositivos para as partículas atravessarem o feixe de laser (dispersão em ar ou água, aerossóis e emulsões)**
- ❑ **Partículas grossas espalham a baixos ângulos e vice-versa**
- ❑ **Detectores para espalhamento da luz**
- ❑ **Computador para calcular e apresentar os resultados**

Varredura de campo

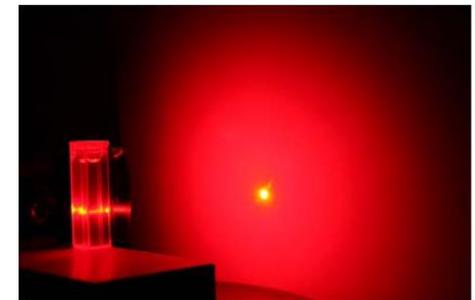
LALLS - Difração laser



LALLS - Variação do ângulo de espalhamento em função do tamanho das partículas



5 μm



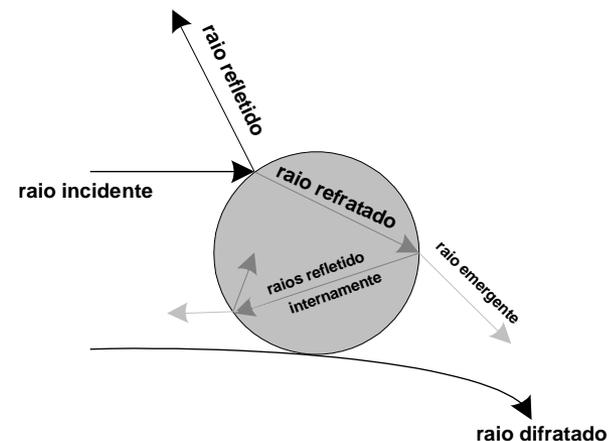
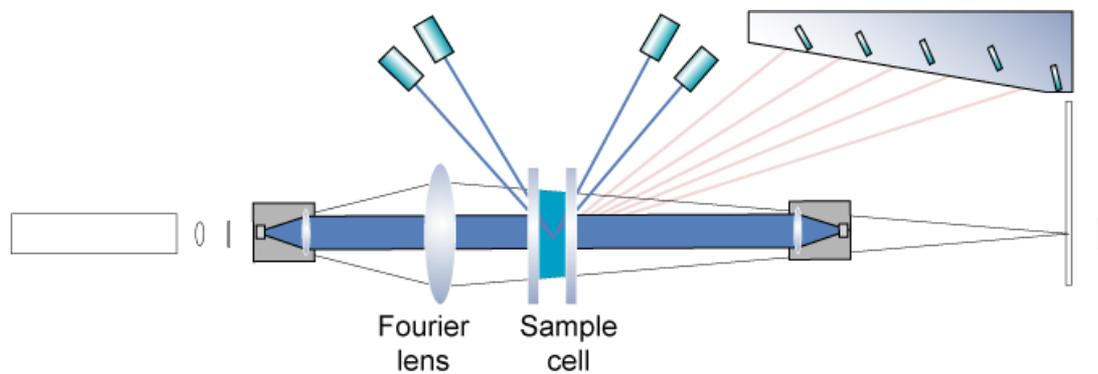
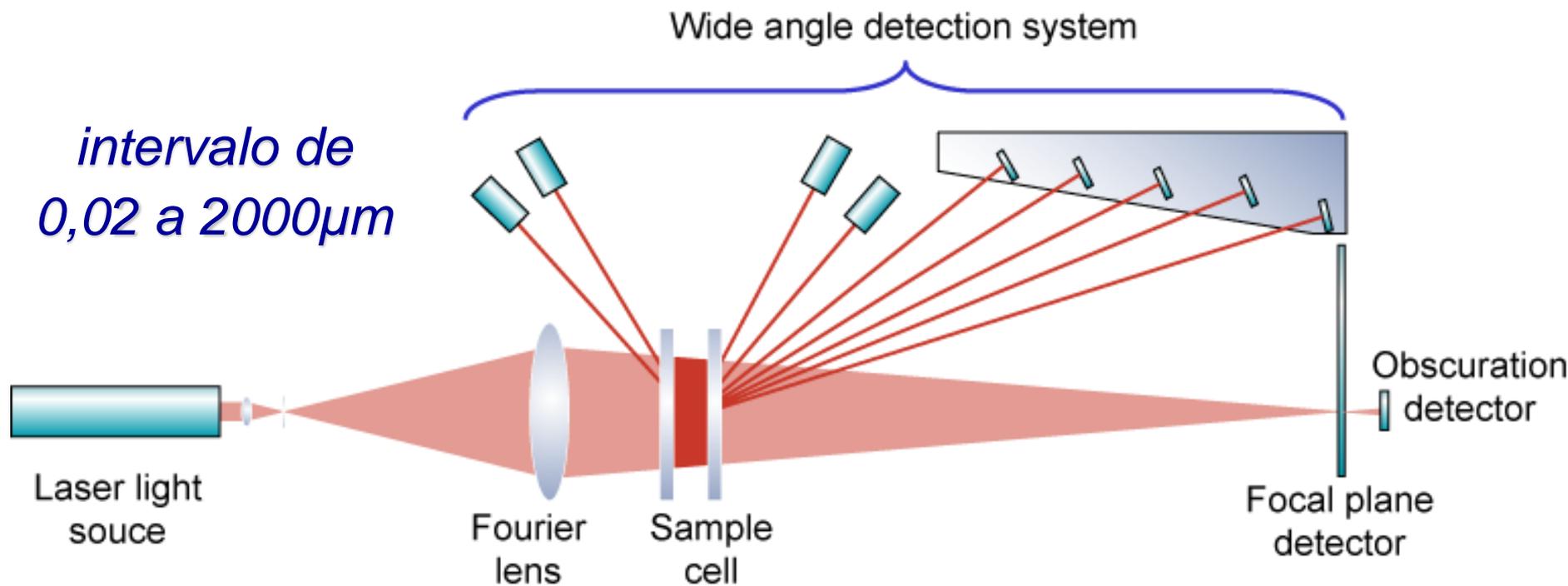
0,80 μm

LALLS - Porque é hoje a técnica analítica dominante?

- **Flexibilidade** - possibilidade de medidas em ar, suspensões, aerossóis e emulsões
- **Grande amplitude** - 0,01 a 3500 μm
- **Rapidez** - medidas individuais em 2ms
- **Reprodutibilidade** - integração de várias médias individuais
- **Ausência de calibração** - verificações são facilmente realizadas

LALLS - Geometria de detecção

*intervalo de
0,02 a 2000 μ m*



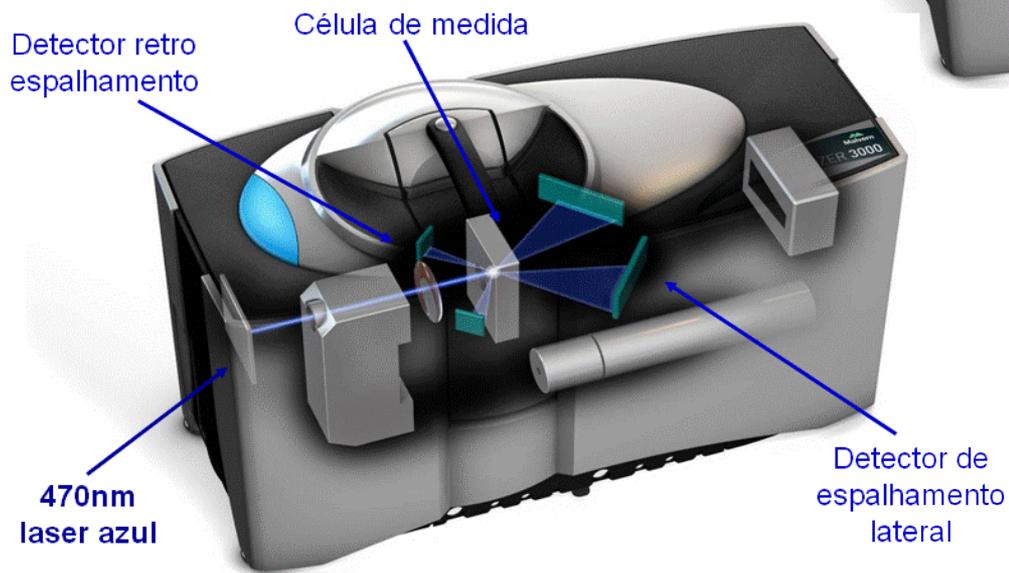
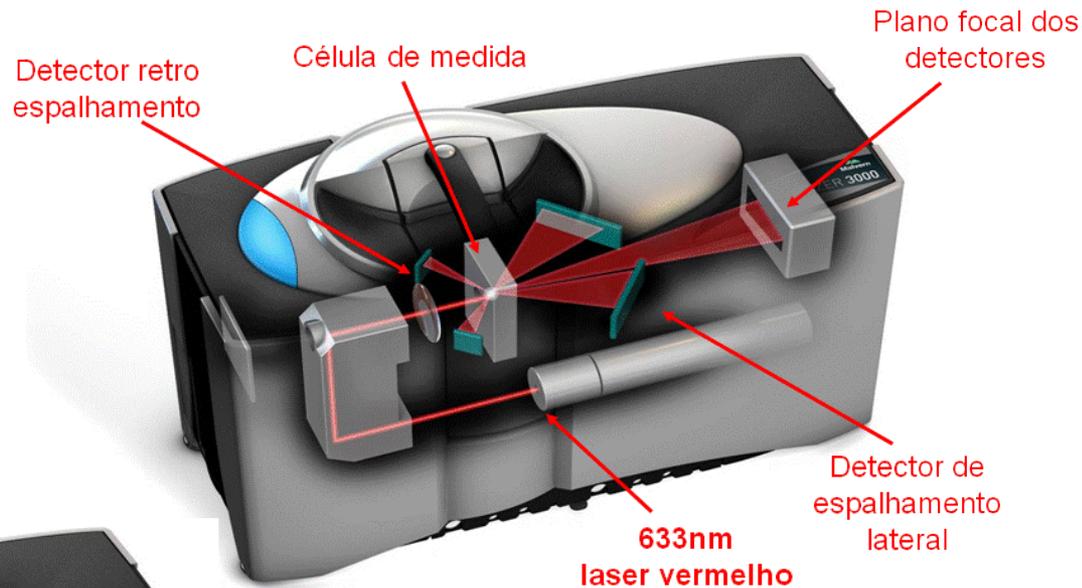
LALLS - Espalhamento da luz

- Conversão dos dados de espalhamento em resultados de distribuição de tamanho de partículas
- Aproximações e teorias que podem ser empregadas:
 - Fraunhofer (*particularidade de Mie: $\emptyset > 40\lambda$*);
 - Mie
- Todas as aproximações e teorias consideram certas premissas

LALLS off-line

Mastersizer 3000

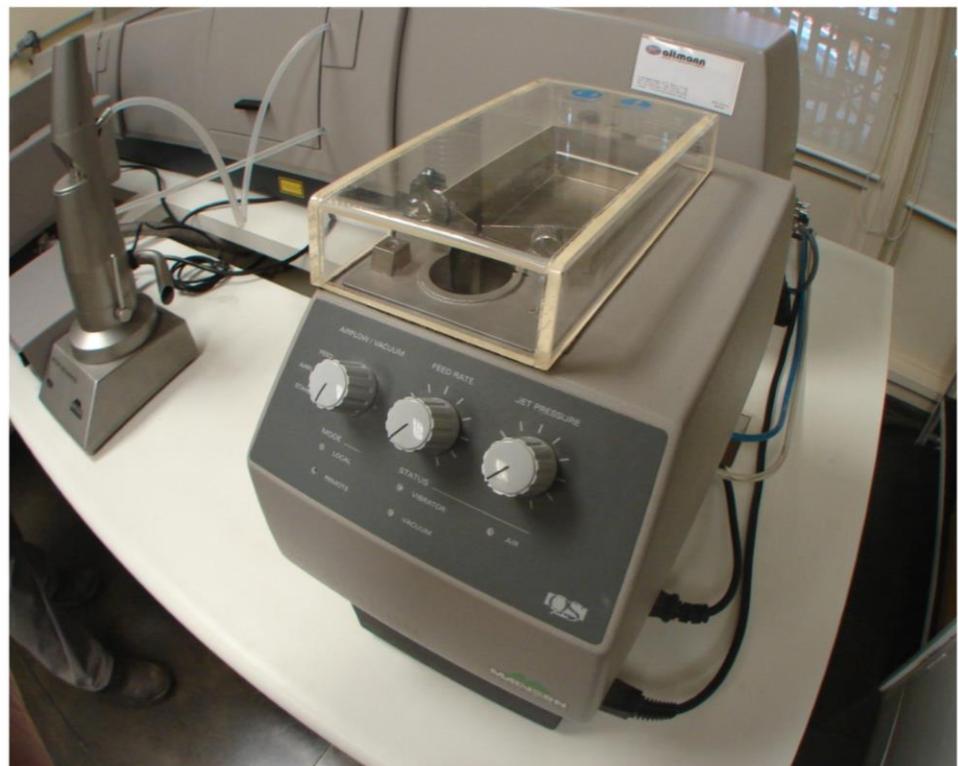
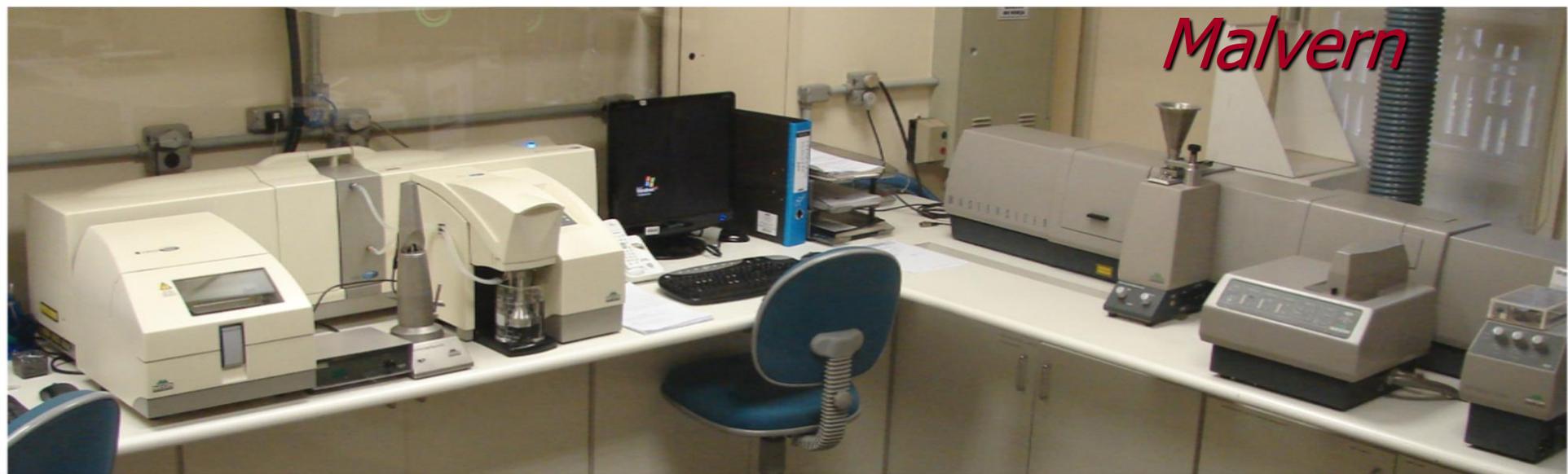
0,01 – 3500 μm



LALLS off-line



Malvern

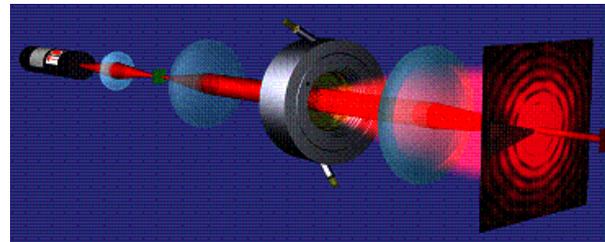


CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA – TAMANHO DE PARTÍCULAS

LALLS on-line

Insitec
Outotec PSI 500i

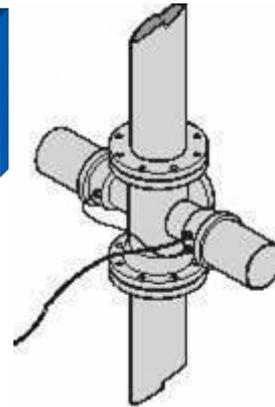
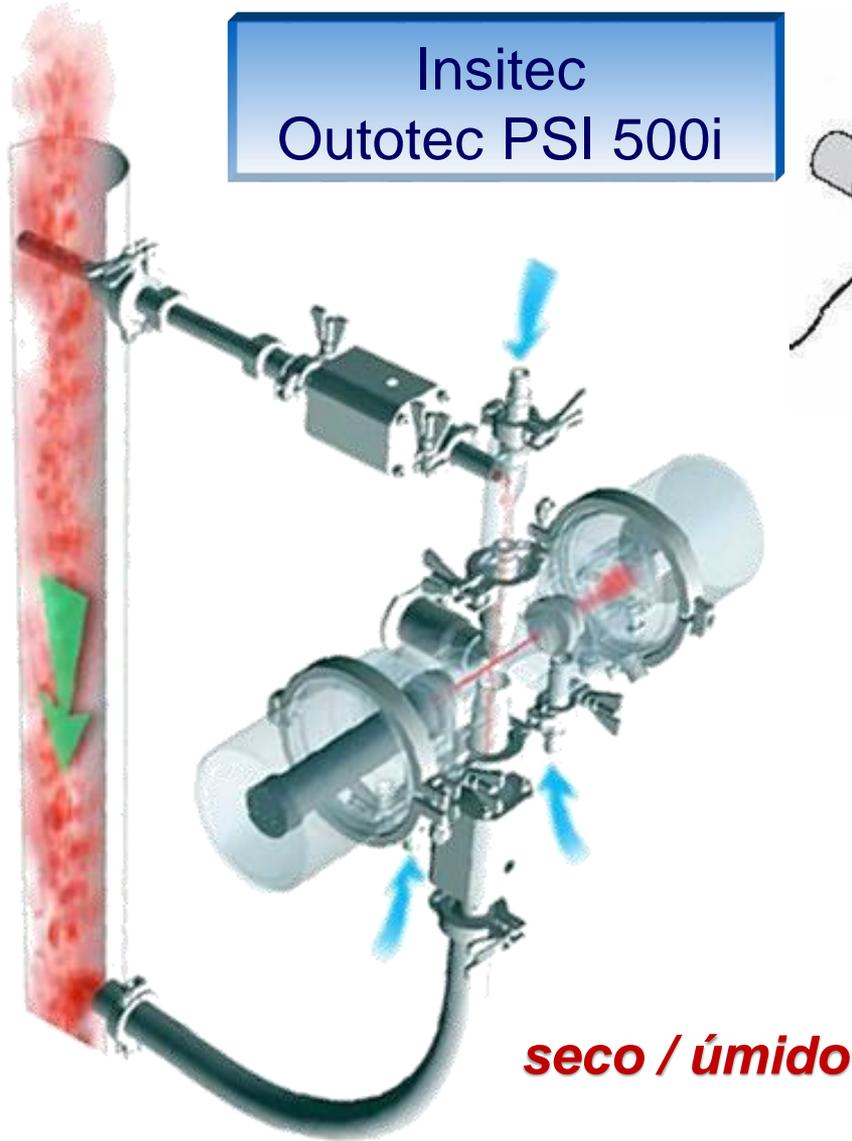
- Monitoramento de processo em tempo real
- Medição a alta /variada concentração
- Configurações In-line / On-line / At-line
- Projetado GMP / 316L / sem partes móveis
- 0,1 μ – 2500 μ faixa dinâmica de medição
- Aplicações a seco / úmido
- Cálculos utilizando teoria de Mie
- Sistemas multi-linhas



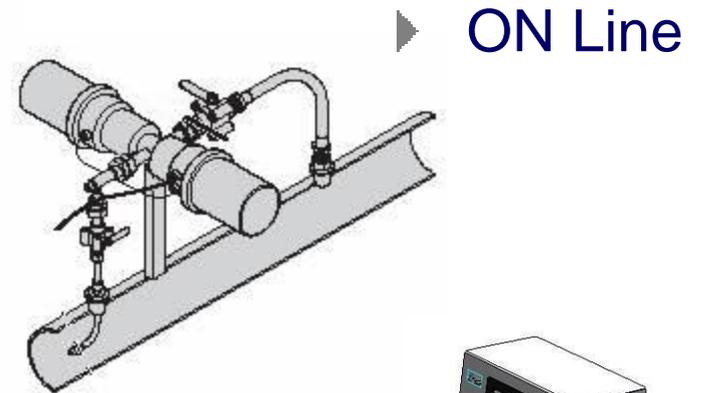
óptica

LALLS on-line

Insitec
Outotec PSI 500i

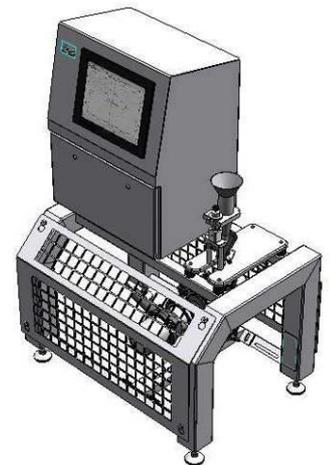


▶ IN Line

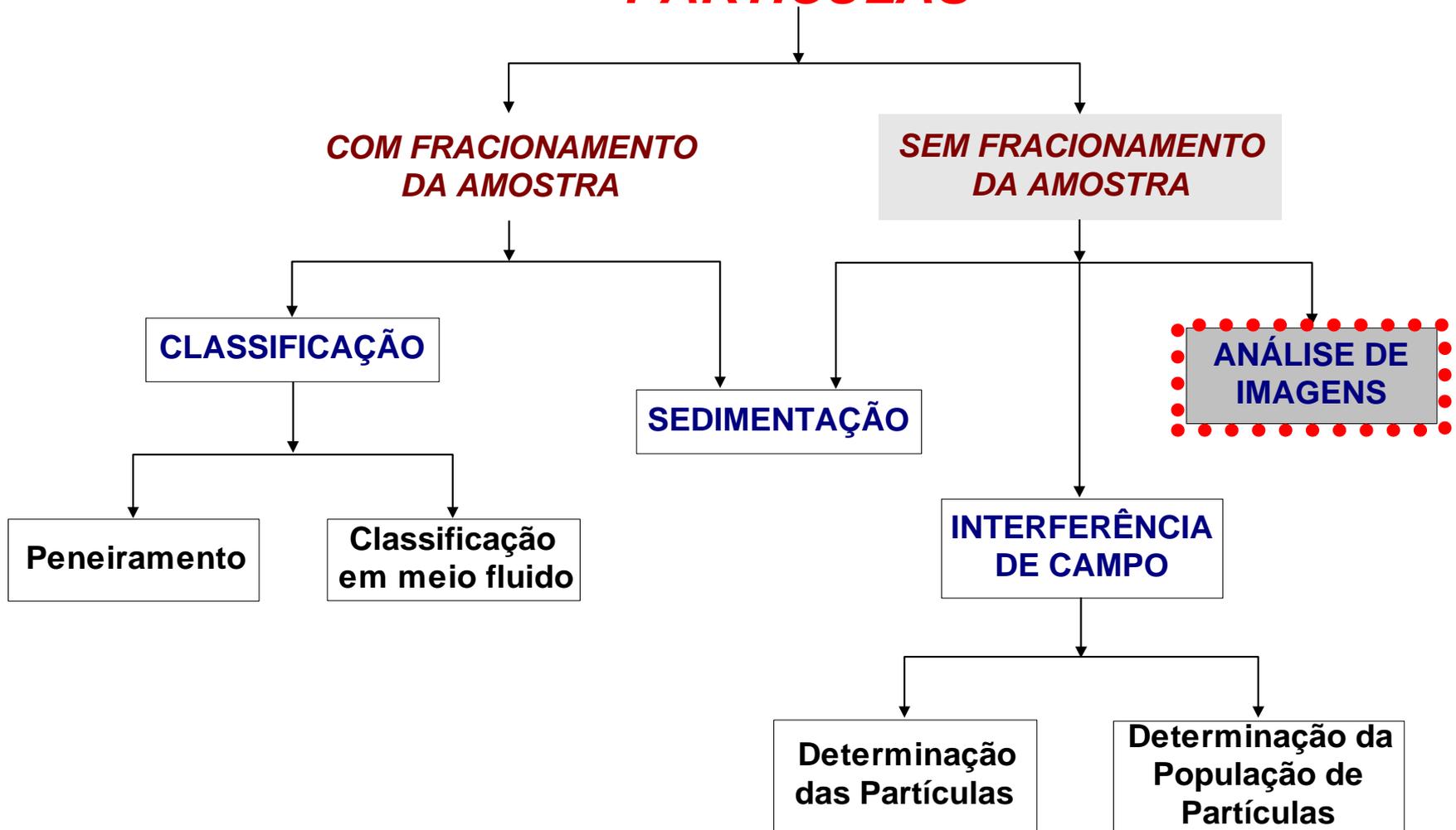


▶ ON Line

▶ AT Line

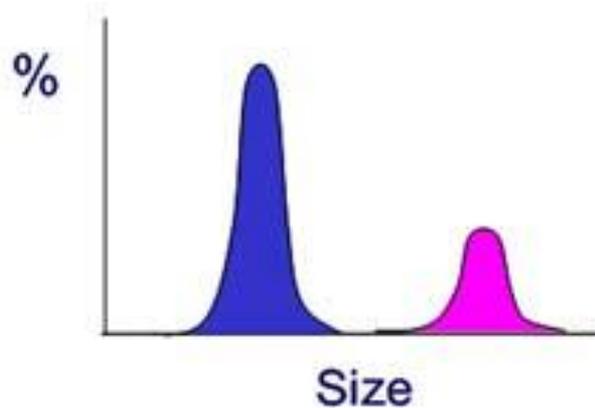


MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

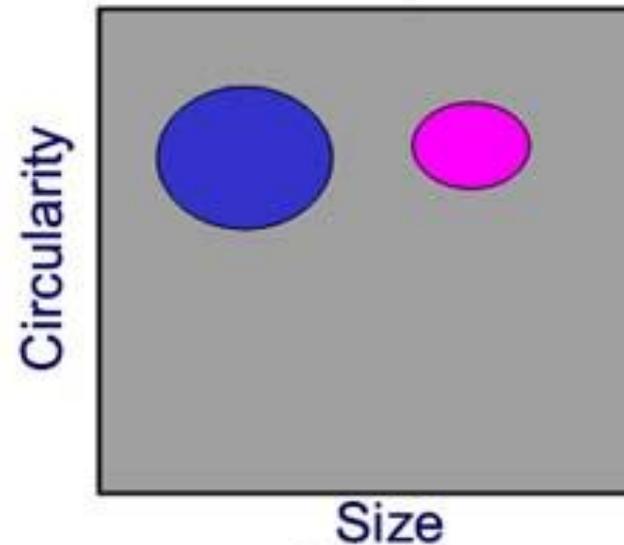


ANÁLISE DE IMAGENS

- ❑ Dimensões de feições
- ❑ Forma de feições



Tamanho



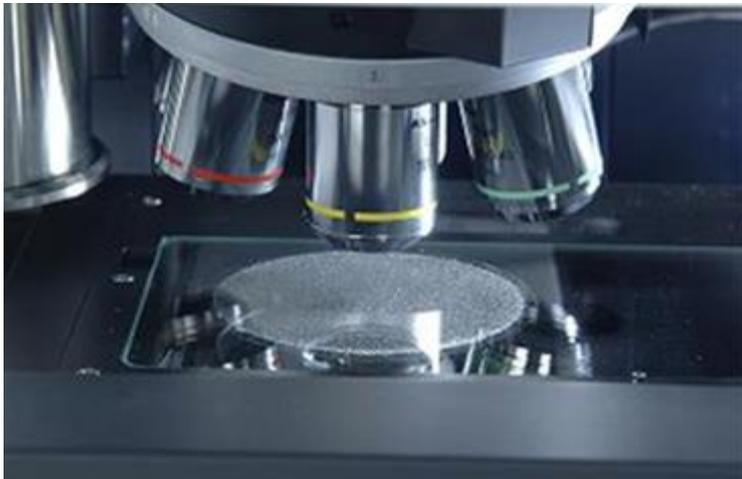
Tamanho e forma

ANÁLISE DE IMAGENS

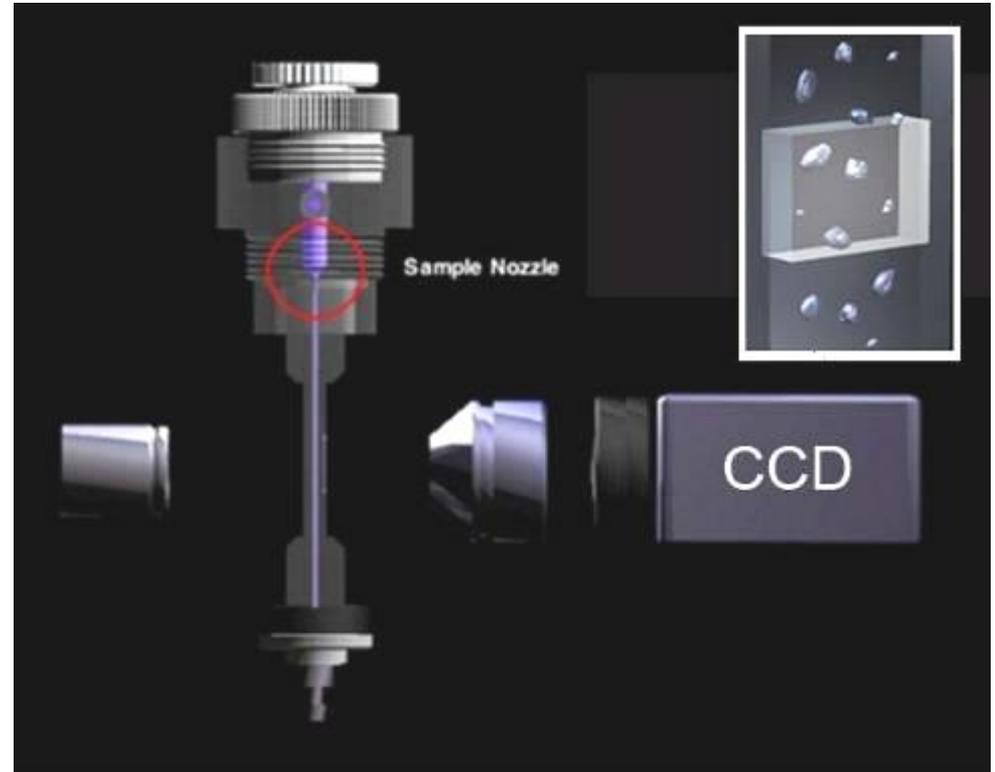
Sistemas de análise de imagens:

- ❑ “Macroviewer”
- ❑ Microscopia óptica:
 - Microscópio estereoscópico
 - Microscópios ópticos
- ❑ Microscopia de feixe de elétrons:
 - Microscopia eletrônica
- ❑ Sistemas dinâmicos de análise de imagens

Sistemas de análise de imagens



estáticos



dinâmicos

Sistemas de análise de imagens

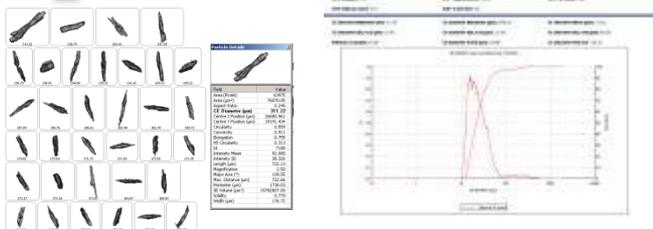
1 apresentar amostra



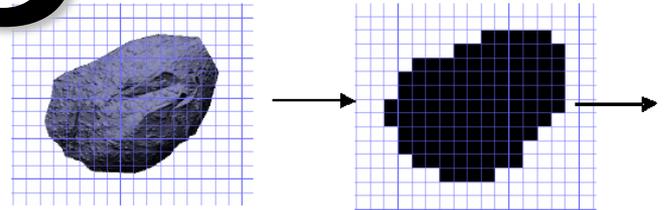
2 Capturar Imagem



4 Gerar resultados

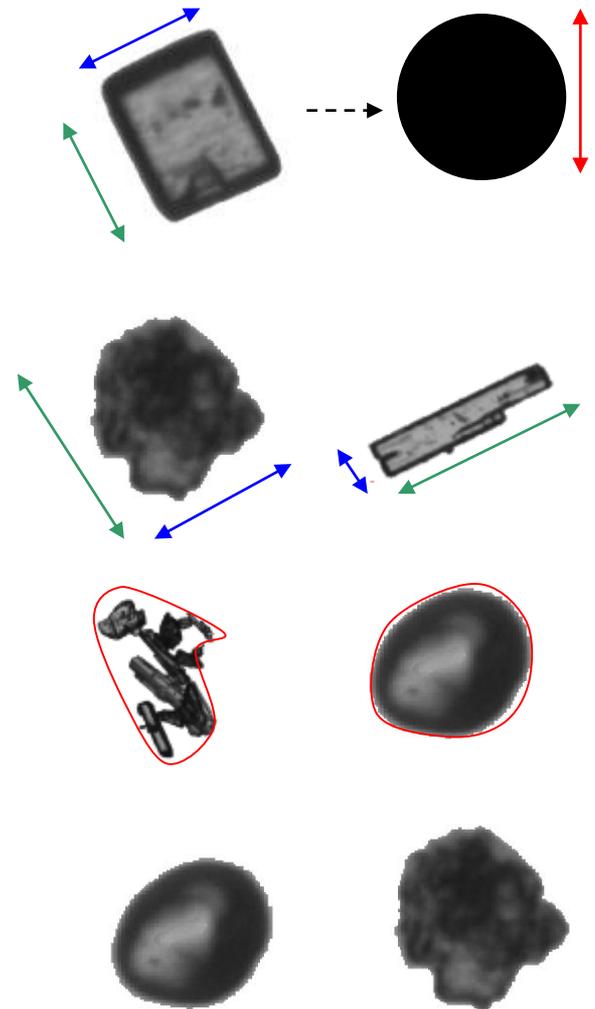


3 Processar Imagem



Fator de forma - Morfologia

- ▶ Tamanho de partícula
 - **Diametro do Círculo Equivalente (CE)**
 - Comprimento
 - Largura
- ▶ Forma da Partícula
 - Aspect ratio (**Largura/Comprimento**)
 - Elongação (1- Aspect ratio)
- ▶ “Esboço/silhueta” da Partícula
 - Convexidade (perímetro)
 - Solidez (área)
- ▶ Combinação da Forma + esboço
 - Circularidade /HS Circularidade



Sistemas de análise de imagens - **ESTÁTICA**



- Dispersão estática seca/úmida
- Faixa de tamanho de 0,5 até $>3000\mu\text{m}$

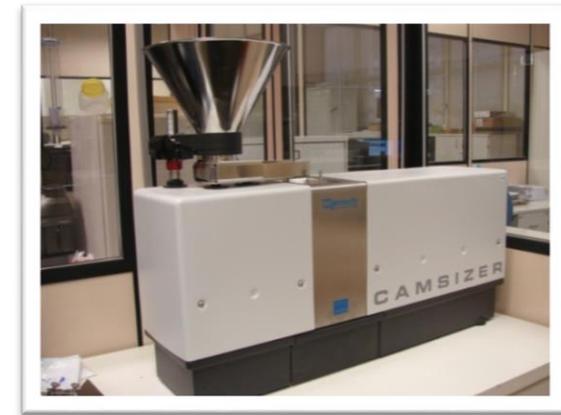
Morphologi G3S

- ▶ Amostragem estatisticamente significativa – tipicamente 10.000 – 500.000 partículas/medição
- ▶ Medições por SOP – sem erros de fator humano/fadiga
- ▶ Transferência de método de planta para planta

Microscopia - Análise de imagens

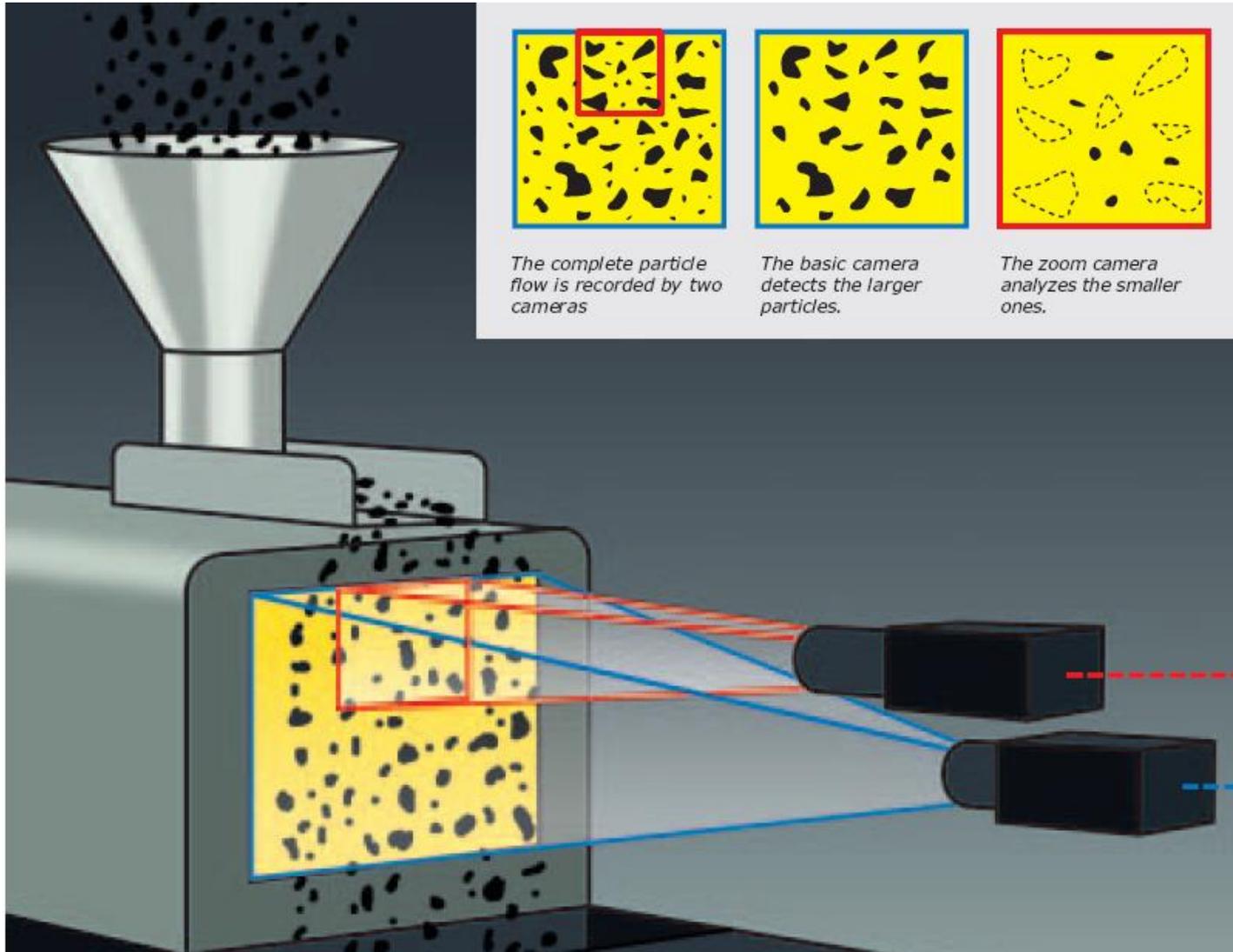
- Técnica excelente que permite ao usuário a visualização das partículas em questão.
- Pode-se visualizar a forma e condições de dispersão ou aglomeração.
- Porém **“ver não significa acreditar”** sob o ponto de vista quantitativo.
- **É necessário, portanto, tomar muito cuidado para se analisar uma amostra representativa.**
- Perdendo-se ou ignorando **uma partícula de 10 μ m** tem-se o mesmo efeito que ignorar **mil partículas de 1 μ m.**

Análise de imagens dinâmica

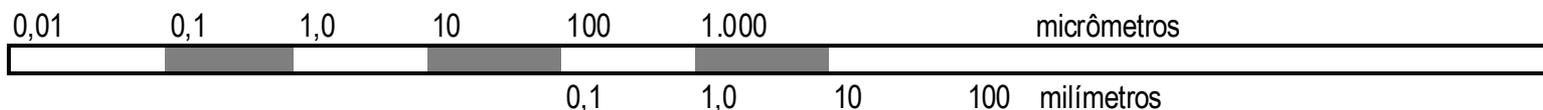


- Tamanho e forma de partículas
- Método estatisticamente robusto
 - ISO 14488 (2003) > 1.000.000 partículas
- Faixa de tamanhos:
 - seco: 20 μ m a 30 mm
 - úmido: 1 μ m a 2 mm
- **Análise em poucos minutos**
- Integração com sistemas de controle de processos

Análise de imagens dinâmica



COMPARAÇÃO ENTRE DIFERENTES TÉCNICAS

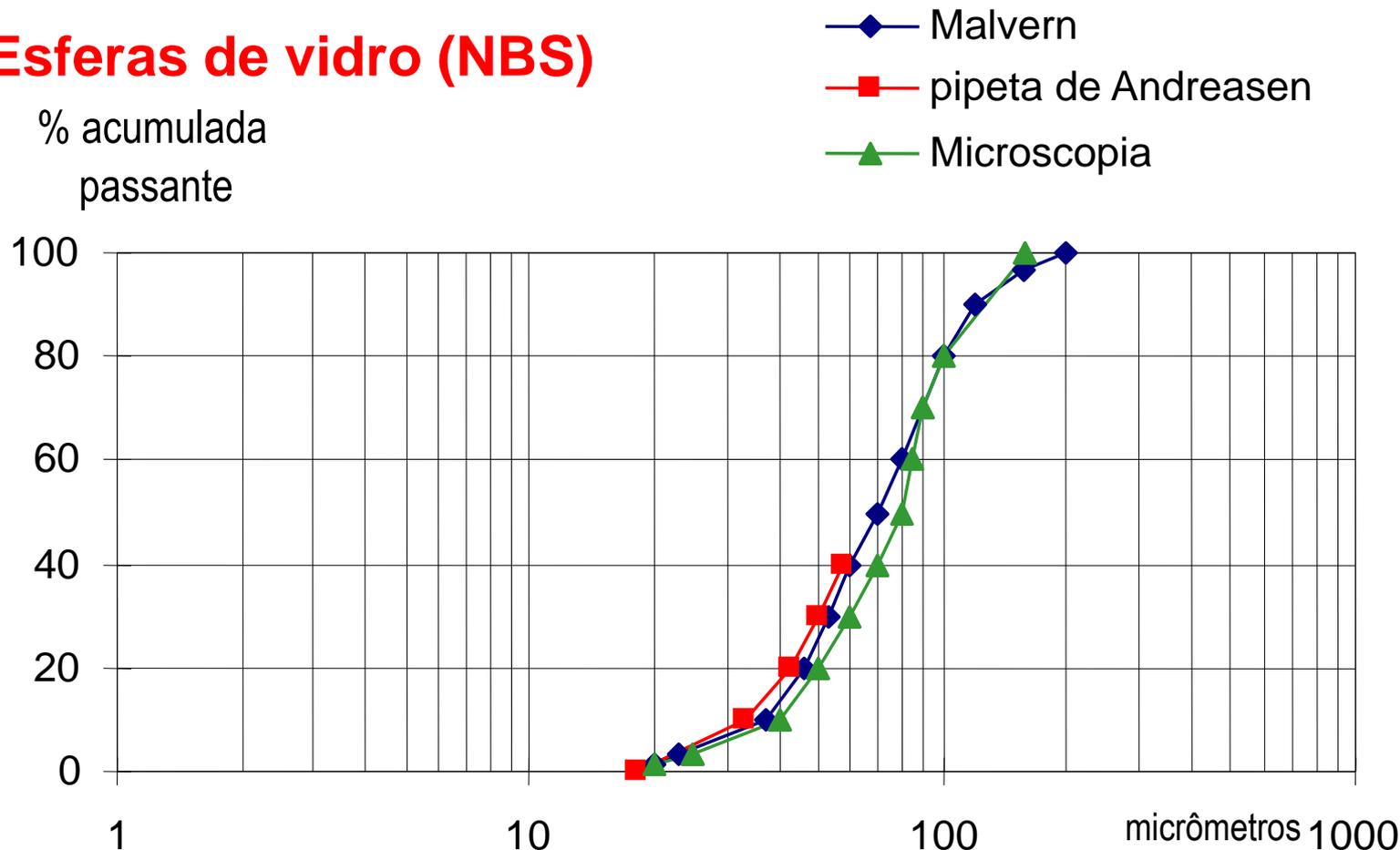


seco	úmido	tipo diâmetro	Faixa de tamanho típica						Tipo de equipamento
X		d sieve							peneirador ALPINE
X	X	d sieve							peneirador à vácuo
X	X	d sieve							peneirador suspenso (76 mm ou 3")
X	X	d sieve							peneirador suspenso (200 mm ou 8")
X	X	d sieve							peneirador vibratório (5000 mm)
X		d sieve							ROTAP TYLER (200 mm ou 8")
	X	d sed							hidrociclones
X		d sed							ciclones a ar
	X	d sed							cicloclassificador WARMAN
	X	d sed							pipeta de ANDREASEN
	X	d sed							pipeta centrífuga FRISTCH
X	X	d sed							coluna de sedimentação
X		d sed							elutriador
	X	d sed							classificador BAHCO
X	X	d v							Sedigraph
X		d v							Espalhamento laser de baixo ângulo
X	X	d v							Espect. correlação de ftons (PCS)
X		d v							Coulter
--	--	d _{MIN} /d _{MAX}							microscópio

COMPARAÇÃO ENTRE DIFERENTES TÉCNICAS

Esferas de vidro (NBS)

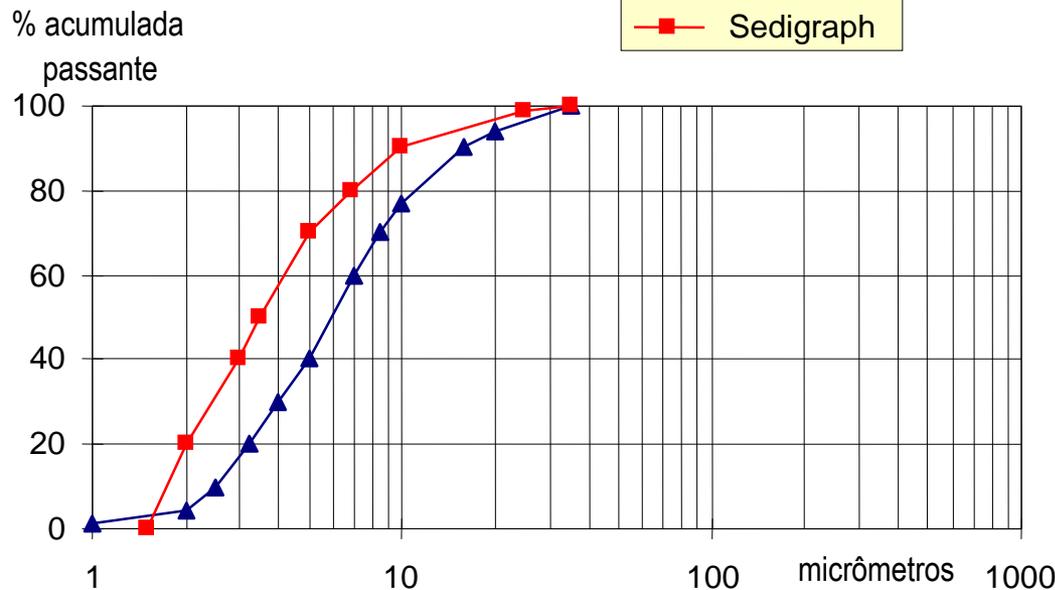
% acumulada
passante



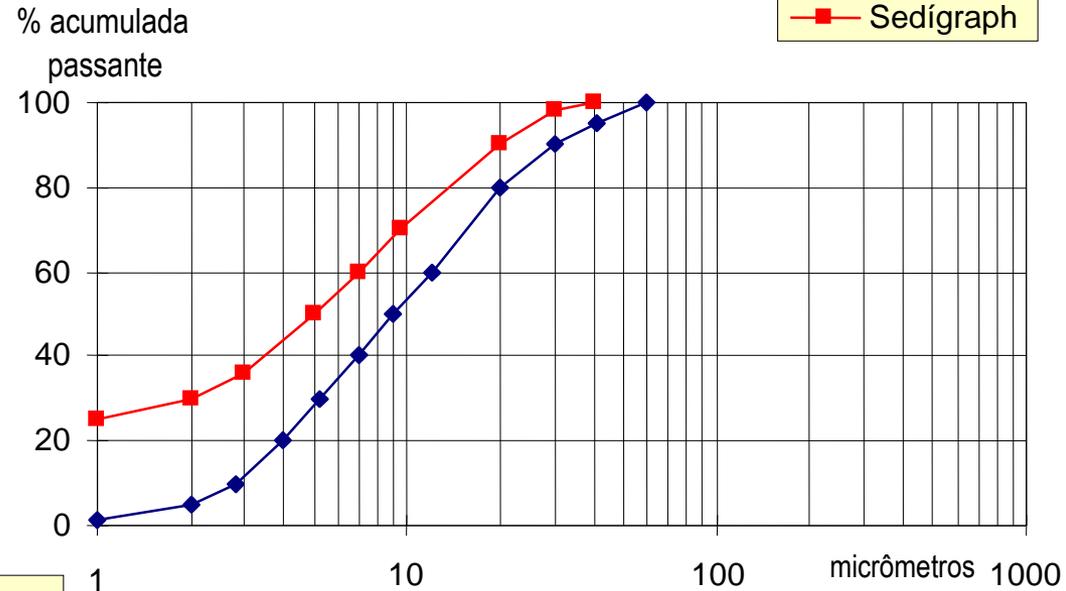
COMPARAÇÃO ENTRE DIFERENTES TÉCNICAS

Influências devidas à forma das partículas

Amostra de Caulim



Amostra de Caulim



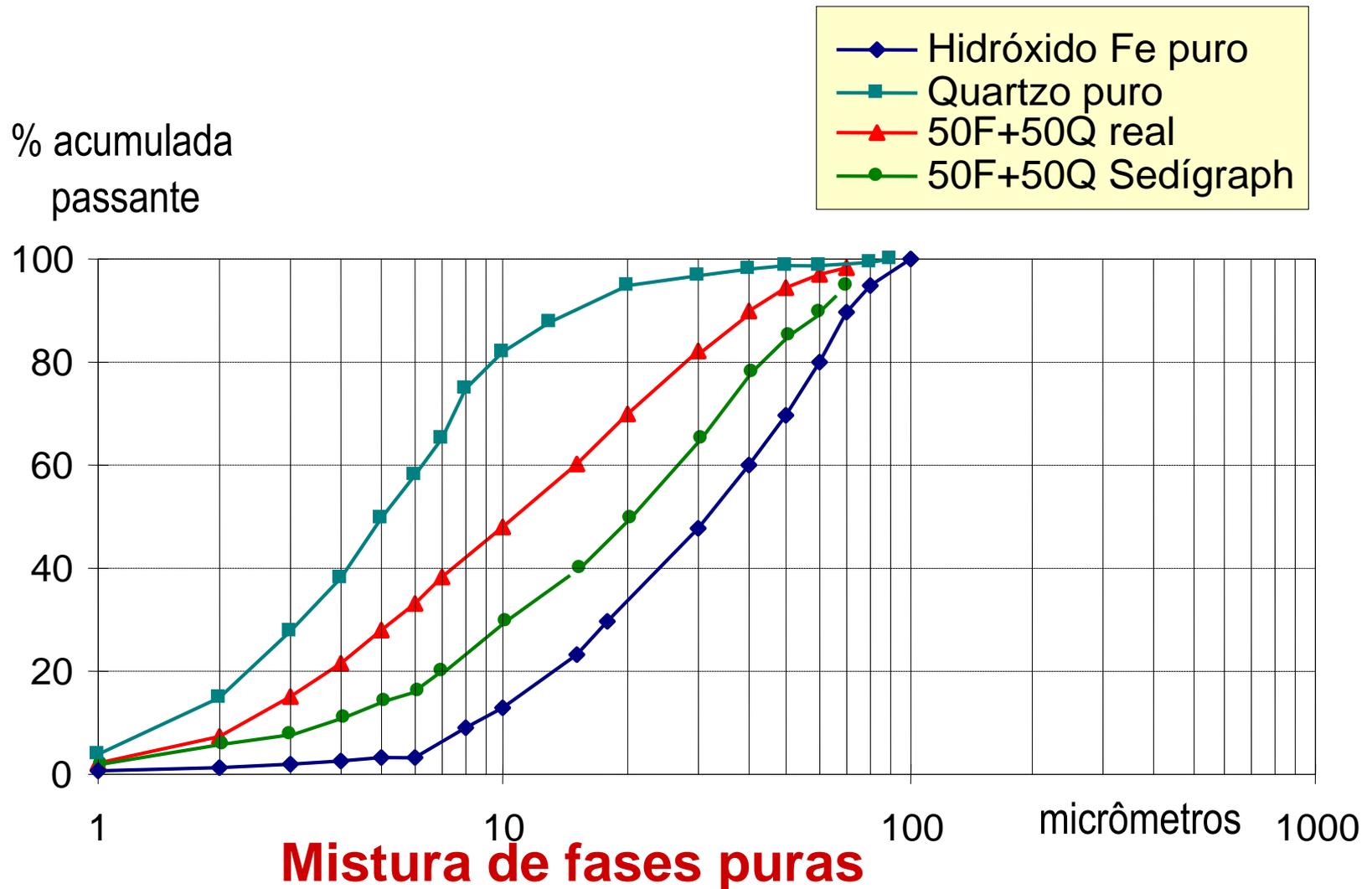
Críticas para formas:

- lamelares
- placóides
- prismáticas
- aciculares

Outros aspectos:

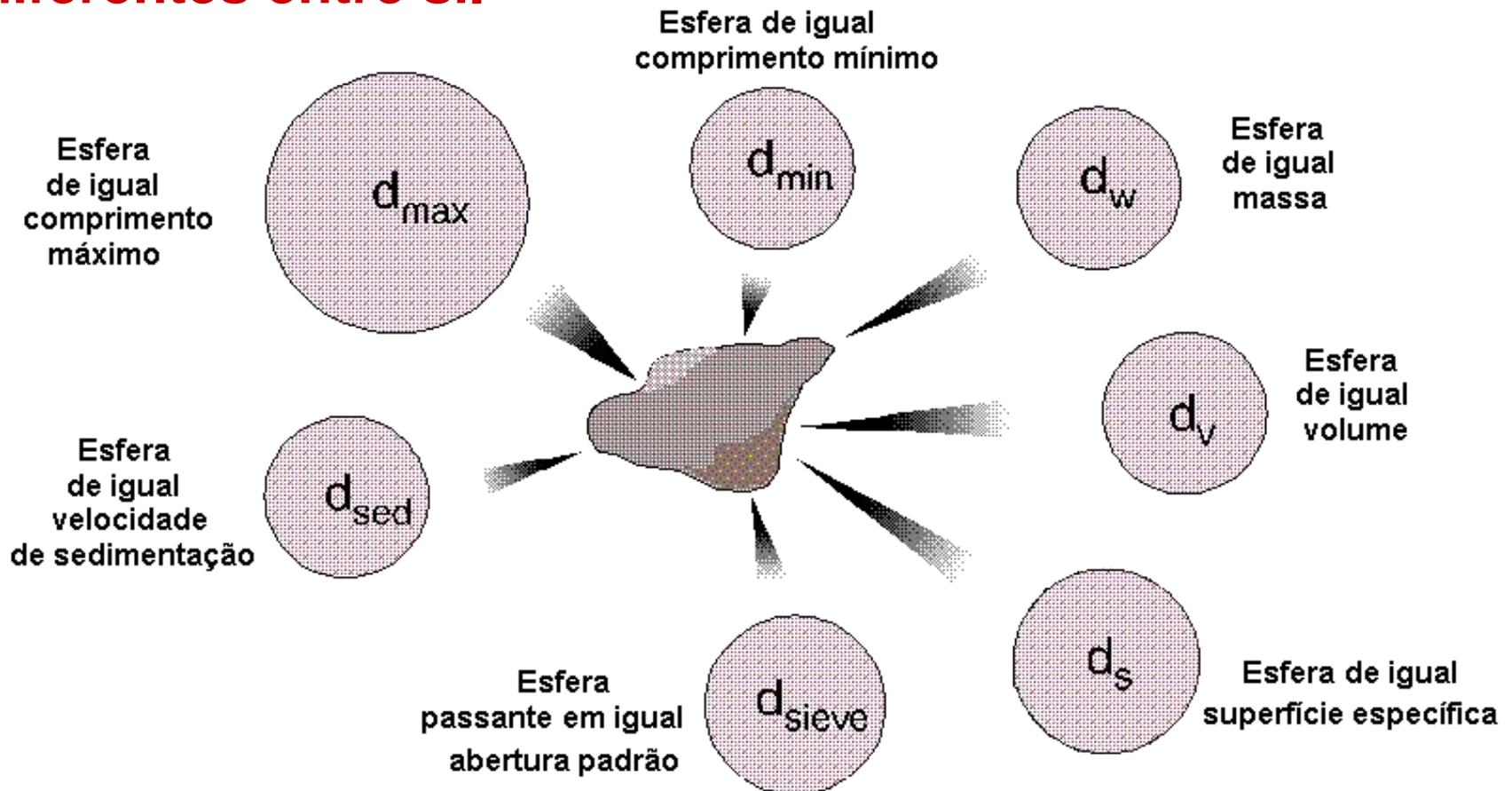
- porosidade
- vesículas

EFEITO DE DENSIDADE DAS PARTÍCULAS FOTOSEDIMENTAÇÃO X LASER



SUMÁRIO

- Cada técnica gera um diâmetro médio distinto, tendo em vista que as propriedades consideradas são também diferentes entre si.



DETERMINAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

AMOSTRA REPRESENTATIVA

DIN 51701 parte 2

$$Q_{\min} = 7,1 \left(d_{\max} / 120 \right)^3 \rho$$

Q_{\min} = quantidade de amostra (kg)

D_{\max} = diâmetro máximo de partículas (mm)

7,1 = fator (dm^3)

120 = limite inferior de tamanho de partículas (mm)

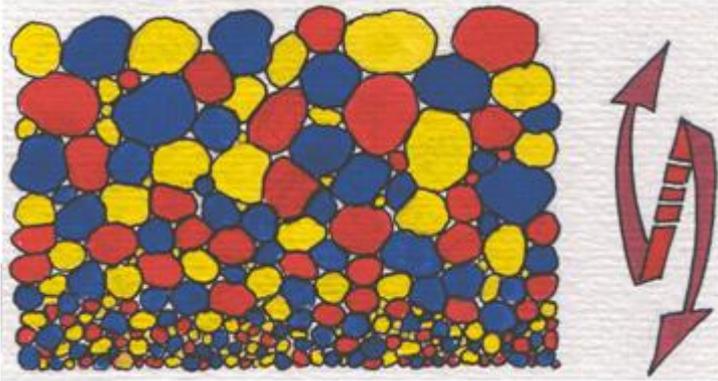
P = densidade bulk (kg/dm^3)



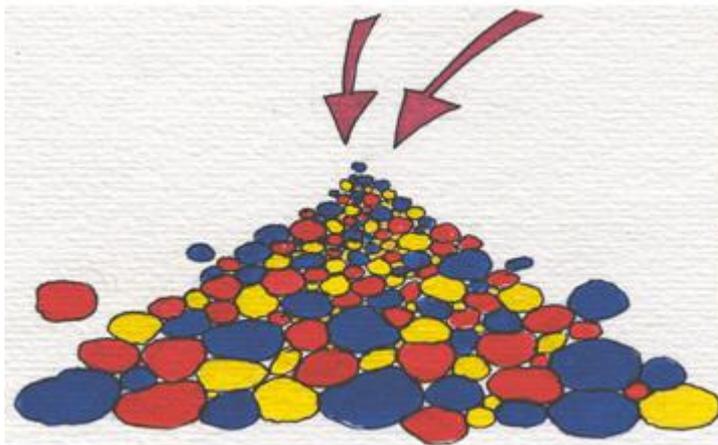
Somente uma amostra representativa garante resultados analíticos confiáveis !!!

DETERMINAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

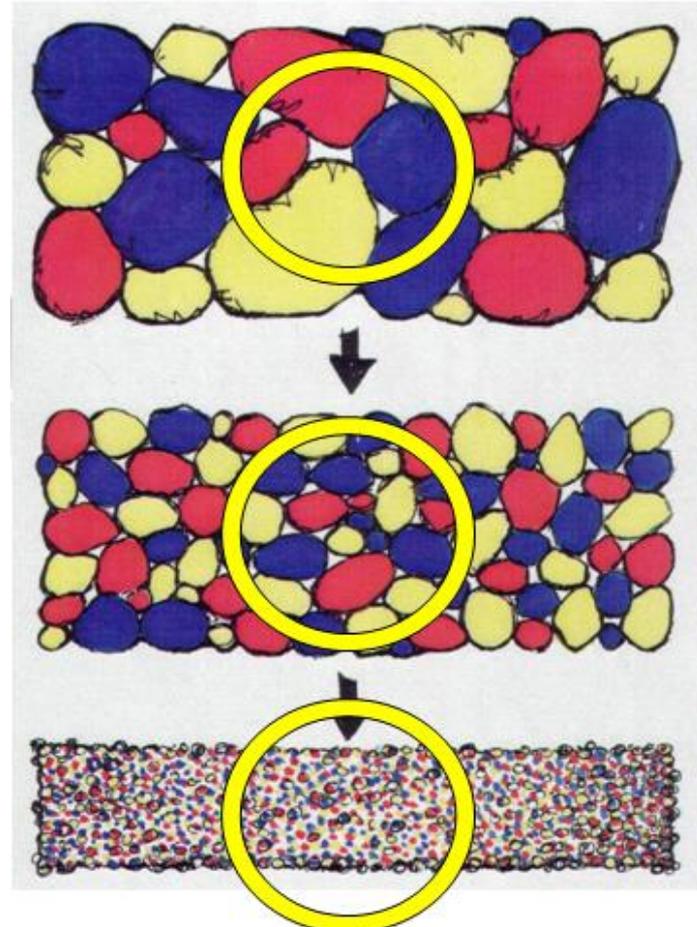
Segregação – transporte, armazenagem, etc



Segregação em pilha cônica

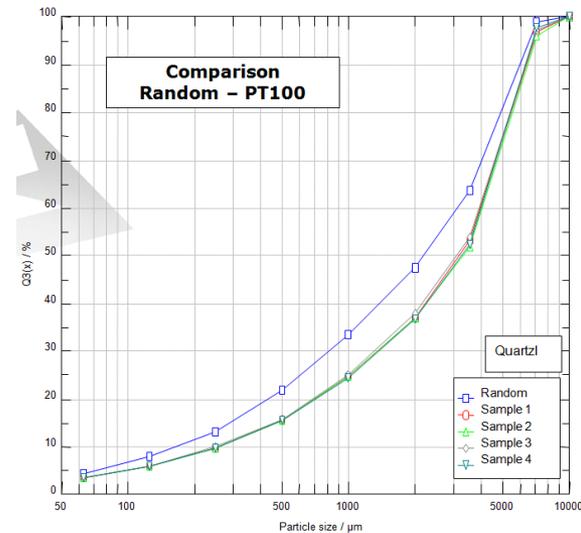


Quantidade amostra x tamanho de partículas



DETERMINAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

AMOSTRA REPRESENTATIVA



Amostragem: representatividade....



=



LALLS

Amostragem: Confiabilidade de alguns métodos de amostragem

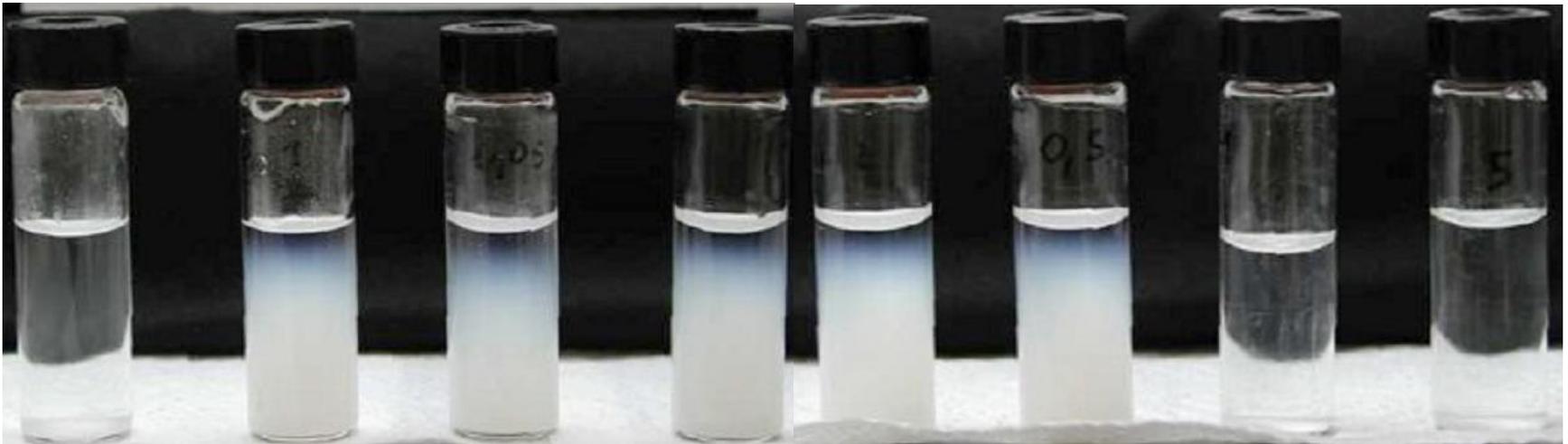
mistura de areia grossa e fina (60:40)

Método	Erro máximo estimado (%)
Pilha cônica	22,7
Amostrador tipo concha	17,1
Mesa de amostragem	7,0
Amostrador tipo Jones	3,4
Amostrador centrífugo	0,42

Ref: T. Allen Particle Size Measurement Chapman and Hall, 4th Edition, 1993, Page 39

Desenvolvimento de método a úmido: teste de molhabilidade e dispersão

TiO₂ - anatásio



Aumento da concentração de hexametafosfato de sódio



LALLS