

Caracterização de amostras geológicas por espectrometria de fluorescência de raios X (FRX)

Characterization of geological samples by X-ray fluorescence (XRF) spectrometry

Pedro Bispo dos Santos Junior
Bolsista PCI, Técnico em químico.

Arnaldo Alcover Neto
Supervisor, Químico, D.Sc.

Resumo

Minérios obtidos a partir de rochas fosfáticas podem ser utilizados como recurso em fertilizante e em processos industriais. A aplicação da espectroscopia de fluorescência de raios X (FRX), nesses tipos de materiais, identifica a composição química semi quantitativamente. A FRX, por ser uma técnica rápida, econômica e, permite análises qualitativas e quantitativas, algumas vezes, sem a necessidade de digestão da amostra (MARGUÍ, 2022). A precisão dos resultados depende de uma preparação adequada, garantindo superfícies homogêneas, obtidas por prensagem ou fusão com reagentes específicos. Neste estudo, ambas as técnicas foram aplicadas e comparadas quanto à eficiência de recuperação para o óxido de fósforo. Os resultados indicaram que o método de fusão, utilizando tetraborato de lítio e mistura de fluxo fundente, apresentaram maior homogeneidade e melhor recuperação em relação ao processo com aglomerante Wax.

Palavras-chaves: fosfato; fluorescência de raio-x; prensagem; fusão.

Abstract

Minerals obtained from phosphate rocks can be used as resources in fertilizers and industrial processes. The application of X-ray fluorescence spectroscopy (XRF) to these types of materials identifies the chemical composition semi-quantitatively. XRF, being a rapid and economical technique, allows for qualitative and quantitative analyses, sometimes without the need for sample digestion (MARGUÍ, 2022). The accuracy of the results depends on proper preparation, ensuring homogeneous surfaces obtained through pressing or fusion with specific reagents. In this study, both techniques were applied and compared regarding their recovery efficiency for phosphorus oxide. The results indicated that the fusion method, using lithium tetraborate and a flux mixture, exhibited greater homogeneity and better recovery compared to the process using the Wax binder.

Keywords: phosphate; x-ray fluorescence; pressing; fusion.

1. Introdução

A espectroscopia de fluorescência de raios x (FRX) é uma técnica multielementar, qualitativa e quantitativa—pela capacidade de análise por fusão e prensagem com rapidez em obter o resultado e ser economicamente barata, é utilizada em uma alta gama de amostra ambiental (MARGUÍ, 2022). Uma eficiente análise de FRX deve possuir a superfície plana e homogênea, sendo assim, a etapa de preparação de amostra é de extrema importância para que o resultado final tenha o mínimo de erros possível (MARGUÍ, 2022). As amostras são inicialmente pré-preparadas e a posterior prensada ou fundida com os devidos reagentes. Cada uma dessas técnicas tradicionais de preparo tem suas particularidades e depende do analista selecionar a melhor para o tipo de amostra.

A rocha fosfática tem sua composição variada, mas em sua maioria são minerais de fosfato, que são utilizados como nutrientes para plantas e também utilizados em muitas aplicações industriais como a produção de produtos químicos (JEAN-BAPTISTE ZOUNGRANA et al., 2024). A utilização do FRX nas rochas permite a caracterização e determinação dos minerais presentes, isso é fundamental para garantir a qualidade nos processos onde serão utilizados.

2. Objetivos

O projeto tem como objetivo em aprimorar o procedimento experimental para mineiro de fosfato na análise de FRX com o uso de Material de Referência Certificado (MRC)

3. Material e Métodos

Inicialmente, foi selecionado o MRC de rocha de fosfato IPT 18B para o estudo devido à presença de alto teor de P_2O_5 . Com o auxílio de uma prensa Vaneox (FluXana), o fosfato foi prensado utilizando ácido bórico e cera tipo WAX na proporção amostra: aglomerante igual 1,0:0,3. As fusões foram realizadas no equipamento FORJ (Malvern Panalytical) utilizando tetraborato de lítio e mistura fluxo fundente nas proporções amostra: fundente de 1:10. No FRX com dispersão de comprimento de onda modelo Axios Max (Panalytical) as pastilhas preparadas pelo método de fusão foram analisadas em duplicatas ($n=2$) e as pastilhas preparadas pelo método de prensagem foram analisadas em triplicatas ($n=3$). Além dos ensaios, foi realizada uma análise estatística de recuperação.

4. Resultado e Discussão

Após a análise os resultados foram organizados na tabela 1 com os valores de teores de P_2O_5 , RSD e recuperação.

Tabela 1. Resultados analíticos para a determinação de P₂O₅– MRC IPT 18B. Método de preparo fusão com n=3;

Método de preparo prensagem com n=2.

MRC IPT18B	Medido (%)	Certificado (% P ₂ O ₅)	Recuperação (%)	Desvio Padrão (%)	RSD (%)
P ₂ O ₅ Médio (Wax)	32,31	35,7 ± 0,1	90,5	0,23	0,71
P ₂ O ₅ Médio (H ₃ BO ₃)	36,99	35,7 ± 0,1	104	0,28	0,76
P ₂ O ₅ Médio (Li ₂ B ₄ O ₇)	38,3	35,7 ± 0,1	107	0,035	0,09
P ₂ O ₅ Médio (Fluxo Fundente)	38,13	35,7 ± 0,1	107	0,262	0,69

Para os métodos de fusão e prensagem apresentaram resultados satisfatórios com o material de referência certificado (90 a 110%). No entanto, a fusão apresentou melhor recuperação, com valores médios de 107,27% para o tetraborato de lítio e 106,79% para a mistura de fluxo fundente. Esse resultado pode ser atribuído à maior homogeneidade das pastilhas obtidas pelo método por fusão em comparação com as de prensagem. A menor recuperação observada com o uso do aglomerante Wax pode ser explicada pela menor homogeneidade da amostra obtida nesse processo.

5. Conclusão

Devido às características inerentes do aglomerante Wax, não foi alcançada maior homogeneidade na amostra, o que resultou em uma menor recuperação. Por outro lado, no método de fusão, ambos os fundentes apresentaram resultados melhores em comparação a prensagem, pois permitiram uma homogeneidade superior. Como todos os métodos apresentaram resultados satisfatórios, para aprofundar a análise e identificar o método mais eficiente, serão realizados novos experimentos, focando na otimização das concentrações dos fundentes e aglomerantes com variados materiais de referência.

6. Agradecimentos

Agradeço ao CNPq pela bolsa concedida, ao CETEM, ao meu supervisor Dr. Arnaldo Alcover Neto e aos meus colegas da COAMI.

7. Referências Bibliográficas

MARGUÍ, E.; QUERALT, I.; DE ALMEIDA, E. X-ray fluorescence spectrometry for environmental analysis: Basic principles, instrumentation, applications and recent trends. **Chemosphere**, v. 303, set. 2022.

JEAN-BAPTISTE ZOUNGRANA et al. Mineralogical study of phosphate rocks by quantitative rietveld refinement. **Open Ceramics**, v. 18, 2024.