

INSTITUTO DE PESQUISAS TECNOLÓGICAS DO ESTADO DE SÃO PAULO

Cacilda Aparecida Marques de Oliveira

**DETERMINAÇÃO DE DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA DE SÓLIDOS.
UM ESTUDO COMPARATIVO ENTRE DIFRAÇÃO DE RAIOS LASER E
ANÁLISE DE IMAGEM**

São Paulo

2007

Livros Grátis

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

Cacilda Aparecida Marques de Oliveira

**DETERMINAÇÃO DE DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA DE SÓLIDOS.
UM ESTUDO COMPARATIVO ENTRE DIFRAÇÃO DE RAIOS LASER E
ANÁLISE DE IMAGEM**

**Dissertação apresentada ao Instituto de Pesquisas
Tecnológicas do Estado de São Paulo - IPT, para
obtenção do título de Mestre em Processos Industriais.**

**Área de concentração: Desenvolvimento e Otimização de
Processos Industriais.**

Orientador: Prof. Dr. Wagner Aldeia

São Paulo

2007

DEDICATÓRIA

Aos meus pais Manoel (*in memorian*) e Maria, que sempre incentivaram e acreditaram em meu potencial, proporcionando-me todas as condições para que eu estudasse e me preparasse para um futuro melhor.

Aos meus filhos: Thalita, Nadine e Leonardo por toda a compreensão, ajuda, força, paciência, amor e infinitos outros atributos que demonstraram em minha caminhada e pelos seres humanos maravilhosos e competentes que são.

Ao meu esposo, Gilberto, companheiro e amigo, cujo apoio e ajuda efetivos de todo o tipo, em todos os momentos, permitiram que eu pudesse chegar até aqui.

A minha irmã Elza e ao meu irmão Nelson (*in memorian*), meus grandes amigos.

ELOGIO DO APRENDIZADO

Aprenda o mais simples! Para aqueles

Cuja hora chegou

Nunca é tarde demais!

Aprenda o ABC; não basta, mas

Aprenda! Não desanime!

Comece! É preciso saber tudo!

Você tem que assumir o comando!

Não se envergonhe de perguntar, camarada!

Não se deixe convencer

Veja com seus olhos!

O que não sabe por conta própria

Não sabe.

Verifique a conta

É você quem vai pagar.

Ponha o dedo sobre cada item

Pergunte: o que é isso?

Você tem que assumir o comando.

(Bertolt Brecht)

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente Àquele que tudo sabe e tudo vê: Deus.

Ao professor Doutor Wagner Aldeia, a quem tive o privilégio de possuir como orientador deste estudo. Durante aproximadamente dois anos, semanalmente ou quinzenalmente sempre me recebeu, mediando o trabalho da melhor forma possível até o final.

A todos os professores do Mestrado Profissional em Processos Industriais, doutores que nos orientam, capacitando-nos para sermos realmente competentes: Marcos Giulietti, Efraim Cekinski, José Geraldo Pradela, Louisiana, Humberto, Elizabete de Fátima, Marcelo Martins Seckler, Maria Inês Ré, Silas Derenzo, Bonomi, Barral e Marisa.

A todos os técnicos do Laboratório de Tecnologia de Partículas e Processos Químicos do IPT, que auxiliaram direta ou indiretamente a realização deste estudo: Pierre, Shirley, Karla, Viviane, Tama, José Luís e outros.

Aos amigos, colegas de profissão, alunos, irmãos, cunhado, sobrinhos e todos que sempre me incentivaram a nunca desistir e que a cada passo ou a cada queda, me reergueram.

Ao pessoal da secretaria sempre pronto a nos orientar, em especial Livia, que acompanhou meu trabalho desde o começo.

Ao IPT, pela possibilidade de utilização de seu laboratório e aparelhagem cedendo-me espaço para os experimentos.

A todos aqueles que contribuíram para que eu chegasse até aqui.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	iii
LISTA DE TABELAS	xii
RESUMO	xiii
1. INTRODUÇÃO.....	1
1.1. Motivação para esta contribuição.....	2
2. OBJETIVOS.....	5
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	6
3.1. A partícula irregular e sua dimensão.....	6
3.2. Definição e medida do diâmetro de partículas.....	8
3.3. Técnicas de medida.....	10
3.4. Apresentação dos trabalhos publicados.....	11
3.5. Fatores que podem interferir na determinação do tamanho de partículas.....	19
3.5.1. Amostragem.....	19
3.5.2. Dispersão.....	20
3.6. Difração de raios-laser.....	23
3.7. Espalhamento ou difração de luz.....	25
3.8. Microscopia.....	27
3.9. Considerações sobre o estado da arte.....	30
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	33
4.1. Partículas irregulares utilizadas.....	33
4.2. Separação da areia em faixas específicas.....	34
4.3. Tratamento adicional para obtenção de faixas estreitas.....	35
4.4. Análise granulométrica por difração de raios-laser.....	38
4.5. Análise granulométrica por microscopia óptica.....	39

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	41
5.1. Distribuição granulométrica por difração de raios-laser.....	41
5.2. Comparação dos resultados entre distribuição granulométrica por difração de raios-laser e diâmetro médio das peneiras.....	43
5.3. Resultados das distribuições por análise de imagem.....	47
5.3.1. Resultados das distribuições das partículas na faixa de 25 a 53 micra por análise de imagem.....	47
5.3.2. Resultados das distribuições das partículas na faixa de 106 a 125 micra por análise de imagem.....	52
5.3.3. Resultados das distribuições das partículas na faixa de 150 a 177 micra por análise de imagem.....	57
5.3.4. Resultados das distribuições das partículas na faixa de 212 a 250 micra por análise de imagem.....	62
5.3.5. Resultados das distribuições das partículas na faixa de 297 a 350 micra por análise de imagem.....	67
5.4. Comparação entre os resultados obtidos por análise de imagem e os resultados obtidos por difração de raios-laser.....	72
5.5. Discussão geral dos resultados.....	83
6. CONCLUSÕES.....	87
7. SUGESTÕES DE CONTINUIDADE.....	89
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	90
ANEXO A.....	97

LISTA DE FIGURAS

3.1.	Diferentes diâmetros de esferas equivalentes gerados a partir de uma partícula irregular (RAWLE, 2002).....	6
3.2.	Possíveis formas de partículas (GERMAN, 1994).....	7
3.3.	Comparação entre análise de imagem e difração de laser para mica no Malvern E (BOWEN et al. 2003).....	17
3.4.	Comparação da distribuição do tamanho de partícula por análise de imagem e difração de laser para a mica no Malvern Mastersizer S (BOWEN et al. 2003).....	17
3.5.	Dispersão do raio de luz com uma partícula esférica (a) ângulos difratados determinados pelo tamanho da partícula e (b) um padrão de difração figura adaptada de (ALLEN, 1997).....	26
3.6.	Diâmetros de partículas com formatos irregulares (KAYE, 1998).....	27
4.1.	Panorama geral do formato das partículas de areia utilizada no estudo.....	34
4.2.	Distribuição granulométrica da areia na faixa entre 25 e 53 micra, após peneiramento.....	36
4.3.	Distribuição granulométrica da areia na faixa entre 53 e 74 micra, após peneiramento.....	36
4.4.	Distribuição granulométrica da areia na faixa entre 25 e 53 micra, após lavagens sucessivas.....	37
4.5.	Distribuição granulométrica da areia na faixa entre 53 e 74 micra, após lavagem....	38
5.1.	Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 25 e 53 micra.....	41
5.2.	Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 53 e 74 micra.....	41
5.3.	Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 74 e 106 micra.....	41

5.4.	Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 106 e 125micra.....	41
5.5.	Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 125 e 150 micra.....	42
5.6.	Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 150 e 177 micra.....	42
5.7.	Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 177 e 212 micra.....	42
5.8.	Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 212 e 250 micra.....	42
5.9.	Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 250 e 297 micra.....	42
5.10.	Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 297 e 350 micra.....	42
5.11.	Variação da dispersão da distribuição granulométrica por difração de raios-laser em função do tamanho da população analisada.....	44
5.12.	Diâmetros médios determinados para cada faixa de tamanhos em função da técnica empregada.....	45
5.13.	Relação entre os diâmetros médios determinados pela técnica de peneiramento e difração de raios-laser.....	45
5.14.	Relação entre os diâmetros médios determinados pela técnica de peneiramento e a mediana da distribuição determinada por difração de raios-laser.....	46
5.15.	Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 25-53 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “diâmetro mínimo”.....	48
5.16.	Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 25-53 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “diâmetro máximo”.....	48

5.17. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 25-53 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “diâmetro médio”	49
5.18. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 25-53 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Feret mínimo”	49
5.19. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 25-53 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Feret máximo”	50
5.20. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 25-53 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Feret médio”	50
5.21. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 25-53 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Área”	51
5.22. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 25-53 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Perímetro”	51
5.23. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 106-125 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “diâmetro mínimo”	53
5.24. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 106-125 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “diâmetro máximo”	53
5.25. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 106-125 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “diâmetro médio”	54

5.26. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 106-125 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Ferret mínimo”	54
5.27. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 106-125 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Ferret máximo”	55
5.28. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 106-125 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Ferret médio”	55
5.29. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 106-125 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Área”	56
5.30. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 106-125 micra. obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Perímetro”	56
5.31. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 150-177 micra. obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Diâmetro mínimo”	58
5.32. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 150-177 micra. obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Diâmetro máximo”	58
5.33. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 150-177 micra. obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Diâmetro médio”	59
5.34. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 150-177 micra. obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Ferret mínimo”	59

5.35. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 150-177 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Ferret máximo”	60
5.36. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 150-177 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Ferret médio”	60
5.37. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 150-177 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Área”	61
4.38. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 150-177 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Perímetro”	61
5.39. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 212-250 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Diâmetro mínimo”	63
5.40. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 212-250 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Diâmetro máximo”	63
5.41. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 212-250 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Diâmetro médio”	64
5.42. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 212-250 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Ferret mínimo”	64
5.43. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 212-250 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Ferret máximo”	65

5.44.	Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 212-250 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Feret médio”	65
5.45.	Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 212-250 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Área”	66
5.46.	Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 212-250 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Perímetro”	66
5.47.	Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 297-350 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Diâmetro mínimo”	68
5.48.	Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 297-350 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Diâmetro máximo”	68
5.49.	Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 297-350 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Diâmetro médio”	69
5.50.	Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 297-350 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Feret mínimo”	69
5.51.	Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 297-350 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Feret máximo”	70
5.52.	Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 297-350 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Feret médio”	70

- 5.53. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 297-350 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Área”..... 71
- 5.54. Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 297-350 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Perímetro”..... 71
- 5.55. Representações gráficas dos diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Diâmetro mínimo”, nas faixas compreendendo o intervalo 25-350 micra..... 73
- 5.56. Representações gráficas dos desvios percentuais entre diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Diâmetro mínimo”, nas faixas compreendendo o intervalo de 25-350 micra..... 73
- 5.57. Representações gráficas dos diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Diâmetro máximo”, nas faixas compreendendo o intervalo 25-350 micra..... 74
- 5.58. Representações gráficas dos desvios percentuais entre diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Diâmetro máximo”, nas faixas compreendendo o intervalo de 25-350 micra..... 74
- 5.59. Representações gráficas dos diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Diâmetro médio”, nas faixas compreendendo o intervalo 25-350 micra..... 75
- 5.60. Representações gráficas dos desvios percentuais entre diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Diâmetro médio”, nas faixas compreendendo o intervalo de 25-350 micra..... 75

5.61. Representações gráficas dos diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Feret mínimo”, nas faixas compreendendo o intervalo 25-350 micra.....	76
5.62. Representações gráficas dos desvios percentuais entre diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Feret mínimo”, nas faixas compreendendo o intervalo de 25-350 micra.....	76
5.63. Representações gráficas dos diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Feret máximo”, nas faixas compreendendo o intervalo 25-350 micra.....	77
5.64. Representações gráficas dos desvios percentuais entre diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Feret máximo”, nas faixas compreendendo o intervalo de 25-350 micra.....	77
5.65. Representações gráficas dos diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Feret médio”, nas faixas compreendendo o intervalo 25-350 micra.....	78
5.66. Representações gráficas dos desvios percentuais entre diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Feret médio”, nas faixas compreendendo o intervalo de 25-350 micra.....	78
5.67. Representações gráficas dos diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Área”, nas faixas compreendendo o intervalo 25-350 micra.....	79
5.68. Representações gráficas dos desvios percentuais entre diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Área”, nas faixas compreendendo o intervalo de 25-350 micra.....	79

5.69. Representações gráficas dos diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Perímetro”, nas faixas compreendendo o intervalo 25-350 micra.....	80
5.70 Representações gráficas dos desvios percentuais entre diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Perímetro”, nas faixas compreendendo o intervalo de 25-350 micra.....	80
5.71. Formas típicas das partículas compreendidas entre 106-125 micra.....	84
5.72. Formas típicas das partículas compreendidas entre 25 -53 micra.....	84
5.73. Formas típicas das partículas compreendidas entre 150 -177 micra.....	85
5.74. Formas típicas das partículas compreendidas entre 212 -250 micra.....	85
5.75. Formas típicas das partículas compreendidas entre 297 -350 micra.....	86

LISTA DE TABELAS

3.1. Tamanhos de partículas que devem ser levadas em consideração (Gerla, J. H.,1995).....	9
4.1. Características das peneiras da série ABNT P-EB 22.....	35
5.1. Distribuição granulométrica das amostras nas faixas.....	43
5.2. Desvios observados entre os resultados de peneiramento e difração de raios-laser..	46
5.3. Distribuição granulométrica das amostras na faixa de 25-53 micra, por difração de raios-laser e análise de imagem.....	52
5.4. Distribuição granulométrica das amostras na faixa de 106-125 micra, por difração de raios-laser e análise de imagem.....	57
5.5. Distribuição granulométrica das amostras na faixa de 150-177 micra, por difração de raios-laser e análise de imagem.....	62
5.6. Distribuição granulométrica das amostras na faixa de 212-250 micra, por difração de raios-laser e análise de imagem.....	67
5.7. Distribuição granulométrica das amostras na faixa de 297-350 micra, por difração de raios-laser e análise de imagem.....	72
5.8. Resultados dos diâmetros médios e medianas das faixas de tamanho de partículas consideradas, em todas as extensões de medidas analisadas por microscopia óptica e seus respectivos percentuais de desvios.....	81

RESUMO

A determinação da distribuição granulométrica e do tamanho médio de partículas tem sido avaliada com um grande número de instrumentos, técnicas e modelos matemáticos. Dentre tantas, a análise de imagem tem sido considerada a “determinação-padrão” nas medições, uma vez que é uma medida direta de uma dimensão das partículas.

Neste sentido, a totalidade dos trabalhos observados correlacionam o conjunto de variáveis (instrumento, técnica e modelo matemático) empregado com a análise de imagem e, para alguns conjuntos, boas correlações foram observadas, como sendo dependentes de alguns fatores, podendo-se citar como preponderantes, a forma e o índice de refração das partículas, sendo este último, de grande importância quando as partículas possuem tamanhos menores que 3 micra e a técnica de medida utiliza-se de fenômenos luminosos.

Por outro lado, diferentes “diâmetros” podem ser determinados no emprego da análise de imagem, de acordo com a extensão que se determina, como por exemplo: maior comprimento da partícula, comprimento médio, área, perímetro, etc.

Embora não se observe de maneira explícita a “extensão” considerada nos trabalhos, pode-se supor com grande segurança que os diâmetros determinados foram tratados a partir da área projetada, uma vez que é comum observar este procedimento.

Neste sentido, este trabalho visa contribuir na avaliação das variações que podem ocorrer, quando diferentes medidas são consideradas na análise de imagem.

Palavras- chave: partículas, imagem, medidas, diâmetros, área, perímetro, difração, laser, refração, distribuição granulométrica, desvios.

ABSTRACT

The resolution of the granulometric distribution and the average size of particles have been estimated with a great deal of instruments, techniques and mathematical patterns.

In the midst of some, the analysis of images has been considered the standard in measuring, since it is a direct measure of a dimension of the particles.

In a sense, the totality of the observed work rejoins the set of variables (instrument, technique and mathematical pattern) which is used with the analysis of the image and, for some sets, reliable correlations were observed, as being dependent on some factors, such as, the way and the refractive index of the particles, the latter being of a great importance when the particles have dimensions smaller than 3 micra and the measure technique makes use of luminous phenomena.

On the other hand, different “diameters” may be determined in the employment of the analysis of images, according to the extension which one determines, for example: larger particle-length, average length, area, perimeter, etc.

Although the “extension”, considered in the works, is not observed in an explicit way, one can assume with great assurance that the determined diameters

were handled from the projected area, because it is usual to observe that procedure.

In a sense, this report aims to contribute to analyze the variations that can occur, when different measures are considered in analyzing images.

Key words: particles, image, measures, diameter, area, perimeter, diffraction, laser, refraction, granulometric distribution, deviation.

1 - INTRODUÇÃO

Devido aos avanços tecnológicos industriais, principalmente no tocante à nanotecnologia, todo material, quer seja metálico, cerâmico, polimérico, semicondutor, vidro, etc., pode ser sintetizado para formar estruturas em nanoescala, com tamanho menor que 100 nm (DAVIES, 2001) e com amplas aplicações (DA SILVA, 2005).

Sendo assim, as características do pó e a técnica de fabricação refletem diretamente na formação de uma peça obtida pela tecnologia do mesmo (BANNISTER, 1973) e a forma da partícula e seu tamanho são fatores preponderantes para a sua manipulação.

Podem ser observadas em diversas literaturas, opiniões de pesquisadores a respeito das técnicas e modelos empregados nas determinações do tamanho de partículas. Na grande maioria dos desenvolvimentos, são apresentadas variações nas diferentes determinações, para um mesmo material, que dependendo da forma das partículas, atingem discrepâncias de resultados da ordem de até 1000 %. Por outro lado, alguns dos trabalhos publicados apresentam resultados semelhantes para um mesmo material, quando submetido à determinação do tamanho de partículas por técnicas diferentes, (INSTRUTÉCNICA, 2005).

Cabe salientar aqui que, nos casos apresentados, na maioria das vezes, trata-se do mesmo material e da comparação das mesmas técnicas, com resultados completamente opostos. Neste capítulo serão apresentados de uma maneira geral, os diversos resultados observados nessas literaturas.

1.1 - Motivação para esta contribuição.

Dependendo da aplicação do material sólido, determinadas propriedades do conjunto deste material devem ser conhecidas, como por exemplo:

- Distribuição de tamanho das partículas;
- Número de partículas suspensas em um meio líquido ou gasoso;
- Forma dessas partículas;
- Nível de aglomeração, etc.

A maioria das partículas não são esféricas, podendo assumir as mais diferentes formas, sejam decorrentes do hábito cristalino durante sua geração, sejam decorrentes dos diversos processamentos a que foram submetidas. Sendo assim, é comum observar partículas alongadas, achatadas, com cantos vivos, etc.

Para conhecimento da propriedade específica denominada “tamanho” das partículas, depara-se com a seguinte questão: qual tamanho? É sabido que diferentes técnicas de determinação de tamanho das partículas podem levar a resultados totalmente diferentes para o mesmo material. Estas diferenças tem impulsionado diversos pesquisadores a obter correlações entre as técnicas, visando no mínimo, demonstrar a melhor a ser utilizada, dependendo do que se necessita em termos de conhecimento do material, que por sua vez, é dependente da aplicação.

Não se pode deixar de citar, que se observa uma tendência à substituição de determinadas técnicas, até o momento amplamente empregadas em alguns setores, por técnicas mais rápidas, podendo-se citar como exemplo, a substituição da determinação da distribuição granulométrica de minérios por sedígrafo pelo método de difração de raios laser (INSTRUTÉCNICA, 2005).

O conhecimento do tamanho médio e da distribuição granulométrica das partículas constituintes de um determinado material ou produto influi de maneira significativa em várias etapas de produção ou manuseio (transporte, compactação, sinterização, etc.) como também na microestrutura do material, afetando a resistência mecânica, a densidade e as propriedades térmicas e elétricas dos produtos acabados em todos os processos que, de alguma maneira, envolvam materiais na forma sólida. Um erro pode incorrer em grandes perdas econômicas devido a produtos de baixa qualidade e de altas taxas de rejeição (JILLAVENKATESA et al. 2001).

A determinação de valores exatos de tamanho de partículas é extremamente difícil e encontra obstáculos diferentes em cada um dos métodos. Por esta razão, para medidas de controle de processo, a reprodutibilidade passa a ser mais importante. Porém, no desenvolvimento de novos produtos, a exatidão da análise pode ser fundamental (ALLEN, 1997).

Cada técnica de análise é baseada em um princípio físico, acarretando em resultados também diferentes. De acordo com a literatura, além das técnicas, os equipamentos apresentam projetos distintos de construção, sendo que muitas vezes, em equipamentos que utilizam o mesmo princípio físico básico, são observados resultados diferentes (JILLAVENKATESA et al. 2001).

Fator preponderante na distribuição do tamanho de partículas é o formato destas, pois, por exemplo, as esféricas podem ser facilmente medidas. No entanto, partículas com formatos irregulares necessitam de mais de uma medida para a quantificação do seu tamanho. Para expressar este valor em um único número, adota-se normalmente o valor de uma esfera equivalente com a mesma área projetada.

Deve-se também obter informações com respeito à distribuição granulométrica do pó, pois materiais com diâmetros médios idênticos podem apresentar diferentes distribuições, levando a divergências quanto às propriedades requeridas (HAUSNER, 1981).

2 - OBJETIVOS

O objetivo do presente trabalho é o de verificar se, para um mesmo tipo de material irregular, em faixas de tamanhos distintos, os coeficientes de variação na distribuição granulométrica por difração de raios laser, quando comparados com os resultados obtidos por análise de imagem obtida pela técnica de microscopia óptica, são mantidos em toda a extensão avaliada.

É objetivo também, avaliar os coeficientes da variação na microscopia óptica, quando os resultados obtidos são provenientes dos diferentes tipos de diâmetros que se pode considerar, como: Feret (mínimo, médio e máximo), Diâmetro mínimo, Diâmetro médio, Diâmetro máximo, Perímetro e Área.

3 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 - A partícula irregular e sua dimensão

German (1994) e Rawle (2002), sugeriram para a análise de partículas, algumas representações geométricas, baseando-se nos diâmetros e formatos, exemplificados a seguir, tendo sido utilizada a difração de laser comparativamente com a microscopia como referência:

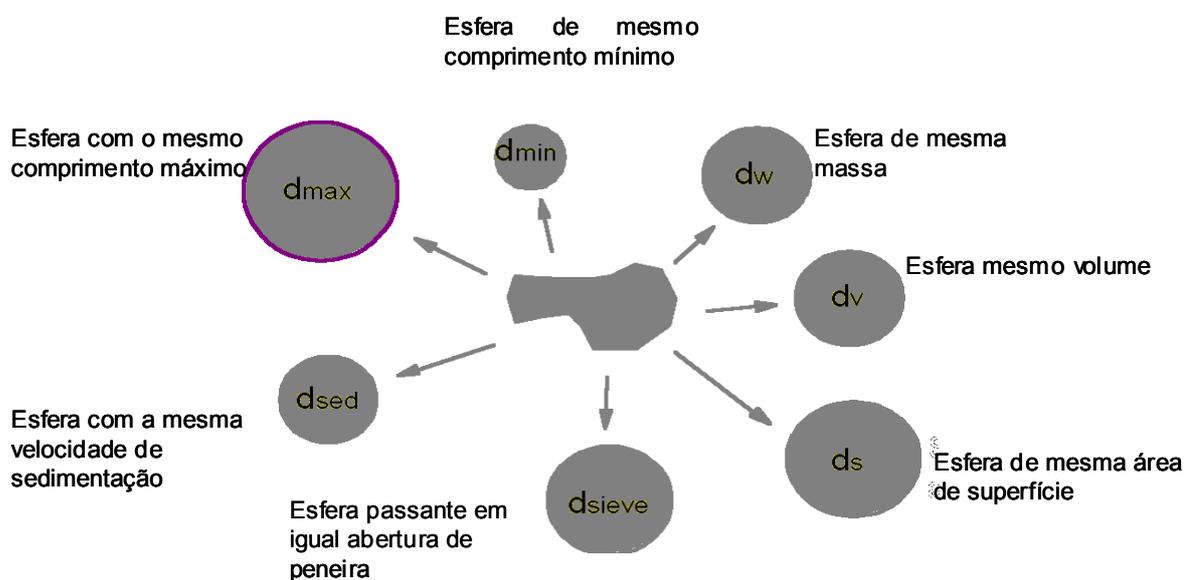


Figura 3.1 - Diferentes diâmetros de esferas equivalentes gerados a partir de uma partícula irregular (RAWLE, 2002)

Uma esfera tem o seu tamanho definido apenas pelo diâmetro; contudo, partículas com formatos irregulares necessitam de mais de uma medida para a quantificação do seu tamanho e dependendo do que é medido (área, perímetro, diâmetro máximo, diâmetro médio, diâmetro mínimo, diâmetro de Feret, diâmetro de Martin, velocidade de sedimentação, massa, volume), o diâmetro destas partículas apresenta diferentes valores, principalmente porque em geral adota-se o valor de uma esfera equivalente.

O diâmetro médio, por exemplo, não pode ser apresentado como única informação referente ao tamanho do material particulado, pois deve-se obter informações com respeito à distribuição granulométrica do pó, devido ao fato de que materiais com diâmetros médios idênticos podem apresentar diferentes distribuições. Faixas diferentes podem apresentar o mesmo diâmetro médio, mas o comportamento destes pós durante o processamento, assim como as propriedades finais dos produtos gerados a partir de cada pó serão completamente diferentes (HAUSNER, 1981).

German (1994), ilustra algumas formas de partículas normalmente identificadas como partículas irregulares, quando comparadas com a esférica, de acordo com a figura 3.2.

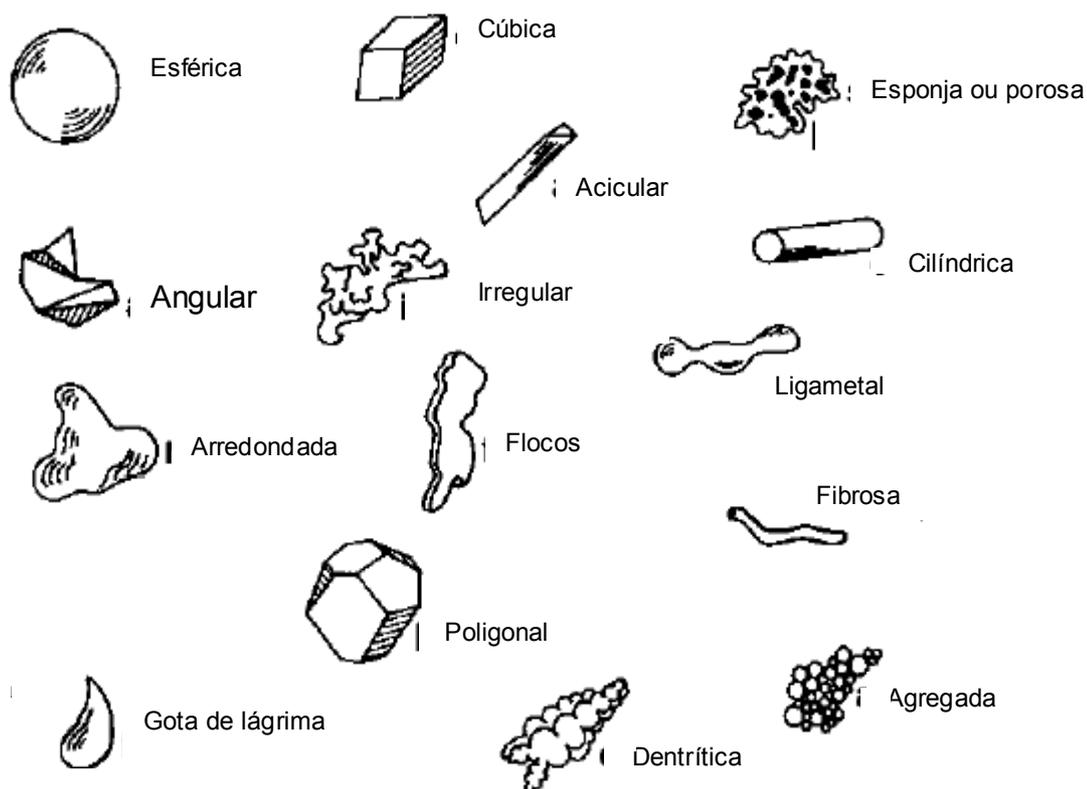


Figura 3.2 – Possíveis formas de partículas (GERMAN, 1994).

3.2 - Definição e medida do diâmetro de partículas.

De acordo com Salager (1987), os diâmetros médios equivalentes de uma distribuição de partículas irregulares, quando normalizados para diâmetro de esferas equivalentes podem ser classificados como:

- $d_{(4,3)}$ é o diâmetro médio volumétrico. Corresponde ao diâmetro da esfera que possui o mesmo volume médio das partículas constituintes do sistema;
- $d_{(3,2)}$ é o diâmetro médio superficial ou diâmetro de *Sauter*. Corresponde ao diâmetro da esfera que possui a mesma área superficial média das partículas constituintes do sistema. Este parâmetro é, usualmente, utilizado em estudos relacionados aos fenômenos interfaciais;
- $d_{(0,5)}$ é o diâmetro da mediana. Ele divide a distribuição obtida exatamente na metade, ou seja, 50 % do volume total das partículas encontram-se abaixo deste valor e 50 % encontram-se acima;
- $d_{(0,1)}$ e $d_{(0,9)}$ são os diâmetros que cortam a distribuição em 10 % e 90 % do volume total, respectivamente.

Segundo Gerla, J.H., (1995), algumas definições de tamanho de partículas devem ser levadas em consideração com respeito à sua distribuição, conforme apresentado na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Tamanhos de partículas que devem ser levadas em consideração Gerla, J.H., (1995).

Nome	Definição
Comprimento	Comprimento máximo
Diâmetro de peneira	Tamanho da abertura quadrada mínima através da qual a partícula é retida
Diâmetro médio volumétrico	Diâmetro de uma esfera com o mesmo volume que o cristal
Diâmetro superficial	Diâmetro de uma esfera com a mesma área superficial que o cristal
Diâmetro de área projetada	Diâmetro de uma esfera com a mesma área projetada que o cristal

A definição de densidade populacional, segundo os mesmos autores, classifica-se em:

- Densidade populacional numérica $n(L)$, que é o número de partículas com tamanho entre L e $L+\Delta L$ por ΔL e por unidade de volume ;
- Densidade populacional mássica $m(L)$, que é a massa de partículas com tamanho entre L e $L+\Delta L$ por ΔL e por unidade de volume;
- O tamanho da partícula pode ser representado pelo seu comprimento L ou seu volume v .

Foi observado também que se a função $n(L)$ for conhecida, pode-se saber tudo sobre a distribuição de tamanho, (GERLA, J.H., 1995).

3.3 - Técnicas de medida.

O método mais antigo para medição de partículas é a técnica das peneiras, onde não há necessidade de calibração e possui baixa resolução. A faixa a ser analisada gira em torno de 44 a 800 μm . Contudo, não é útil para aplicações on-line (GERLA, J.H., 1995).

O contador *Coulter* utiliza um método de uma zona elétrica sensível e o número de partículas suspensas num eletrólito é medido pela sua passagem através de um pequeno orifício, o que altera a diferença de potencial. Atinge uma faixa compreendida de 0,6 a 800 μm , com alta resolução e calibração necessária. A faixa do tamanho de partículas é limitada entre 2 e 60 % pelo orifício do diâmetro (BOXMAN, A., 1992)

Instrumentos baseados no espalhamento de luz (FLS) têm alcançado alto desenvolvimento nas últimas décadas e grande aplicação nas técnicas de medida, abrangendo faixas de 0,1 a 6000 μm . Os sensores projetam a área baseada na distribuição de volume com alta resolução e sem necessidade de calibrar o aparelho (BOHREN, A.; HUFFMAN, D.R., 1983).

A atenuação ultrassônica é uma poderosa técnica que permite a medição em uma suspensão concentrada de partículas, atingindo faixas de 0,1 a 3000 μm com razoável resolução. A calibração é necessária e as propriedades físicas das partículas e do líquido devem ser informadas, tais como índice de refração, densidade e outros (RIEBEL, U.; LÖFFFLER, F., 1989).

Sedimentação por gravidade: a amostra é colocada em uma célula vertical e mede-se o tempo de decantação de cada faixa de tamanho, sendo a faixa ideal a de 1 μm a 100 μm . O princípio obedece à lei de Stokes e a leitura é feita através de raios-X. É um método de referência com alta precisão e alta resolução, embora seja trabalhoso e demorado para pequenos diâmetros (INSTRUTÉCNICA, 2005).

A análise de imagens pode ser realizada através de microscopia ótica (0,2 a 100 μm) ou eletrônica (0,001 a 5 μm), com alta resolução. Há necessidade de cuidados com o preparo das amostras, para que haja boa captação de imagens, além de grande habilidade do operador.

3.4 - Apresentação dos trabalhos publicados

No final da década de 60, quando a microscopia ainda não utilizava *softwares*, diferentes métodos, como contador *Coulter*, pipeta de *Andreasen* e decantação ao ar, medidores de área de superfície específica (*Lea-Nurse*) e peneiras eletroformadas, em que se utilizavam contas de vidro com diâmetros entre 5 e 30 μm (HUNT e WOLF, 1969) foram comparados e as maiores diferenças ocorreram entre a microscopia e as peneiras eletroformadas, que apresentaram grande quantidade de material passante (quantidades superiores ao previsto).

Durante a década de 70, pesquisadores dedicaram-se a desenvolver algoritmos e métodos que melhor representassem distribuições granulométricas, como: Masuda e Iino (1971); Ziegler (1973); Allen (1974); Davidson (1974); Chambers (1974); King (1974); Twomey (1975); Wertheimer (1976); Davidson et al. (1977); Cullity (1978); Hunter et al. (1978) e outros.

A Sociedade de Tecnologia do Pó preocupou-se em comparar princípios e equipamentos de análises desde o final da década de 60 e os últimos experimentos do grupo de análise de partículas sub-mícrons Nikkan Kogyo Shinbunsha (1994), concluíram que o significado do tamanho de partículas obtido em cada princípio era classificado dentro de perfis geométrico, dinâmico e óptico, havendo diferenças nas partículas finas e uma sutil diferença dependendo do modelo.

Concluíram ainda que todos os modelos geravam grande número de valores com significados diferentes, sendo sua causa desconhecida e, em geral, o índice de refração era ajustado de acordo com os mesmos modelos.

Ainda de acordo com a Sociedade da Tecnologia do Pó, o método da foto-correlação (PCS) era mais útil para amostras monodispersas (diâmetro em torno de $0,5 \mu\text{m}$), observando-se que os equipamentos separados por características geométricas apresentaram diferenças que variaram de um material para outro, devido ao pequeno número de partículas medido (análise de imagem) e às diferentes condições de preparação de amostra. Além disso, os equipamentos de sedimentação por raios “X” apresentavam uma excelente reprodutibilidade, enquanto que a semelhança com outros equipamentos de sedimentação dependia da granulometria: pós mais grosseiros apresentavam melhor semelhança e nos pós mais finos as diferenças aumentavam. No caso de sedimentação por extinção de luz, os autores ressaltaram a necessidade de uma correlação do coeficiente de extinção para partículas sub-micrométricas, pois o tamanho destas partículas é similar ao comprimento de onda da luz visível. Os equipamentos de difração de laser apresentavam as maiores diferenças (mais acentuadas para os pós mais finos), demonstrando a influência do projeto de construção do equipamento, do *software* utilizado e dos índices de refração adotados (na época da realização dessas análises, a utilização dos índices de refração em alguns equipamentos não era disponibilizada). Foi destacada pelos autores a necessidade da discussão entre os usuários das diversas técnicas, para que pudesse haver uma conclusão única.

Tausk et al. (1980) desenvolveram um equipamento de determinação de tamanho de partícula por transmissão de luz para estudo de propriedades físicas de emulsões coloidais, comparando os resultados com um contador *Coulter* (sensoriamento de zona elétrica), o que

trouxe uma boa semelhança entre valores, iniciando assim a era do processo de análises por transmissão de luz.

Valery e Junior et al. (1990), compararam as distribuições granulométricas obtidas por peneiramento, sedimentação e espalhamento de luz em diversos materiais com granulometria e propriedades distintas (cimento, caulim, fosfato, biotita, galena e esferas de vidro) concluindo que se pode obter resultados bem diferentes para uma mesma amostra, dependendo do princípio físico do método utilizado, recomendando a utilização deste ou daquele método de acordo com o material a ser analisado, além da vinculação do método de análise à especificação granulométrica do produto.

Derenzo et al.(1993), analisaram a distribuição granulométrica de pós com diferentes formas (catalisador FCC- forma elipsoidal; mica - lamelar e fosfogesso - acicular) pelas técnicas de difração de laser e análise de imagem (600 partículas em média), chegando à conclusão de que houve tendência ao aumento da dispersão dos valores medidos por difração de laser com a diminuição da circularidade das partículas . O diâmetro medido por difração, de partículas não esféricas, não correspondia ao diâmetro de uma esfera com o mesmo volume, aproximando-se da maior dimensão projetada da partícula. Aparentemente, o diâmetro medido por difração de laser tende a representar o valor médio para uma partícula orientada aleatoriamente em relação ao feixe de luz.

Santos et al.(1993), estudaram a utilização do método de *Saltykov* na análise do tamanho de partícula em seções de microesferas de vidro utilizando análise de imagens (imageamento óptico) comparado-o à sedimentação e espalhamento de laser. Concluíram que tal método é eficaz, apresentando a sedimentação resultados um pouco discrepantes em relação às outras técnicas, provavelmente devido à faixa medida pelo aparelho (0,1 a 100 μm), implicando em

valores menores, pois algumas partículas de valores maiores, com influência na distribuição em volume, foram desconsideradas.

O problema de derivar distribuições tridimensionais de tamanhos de partículas, a partir das distribuições de diâmetros de círculos no plano, foi considerado por Schwartz e Saltykov (DEHOFF, 1968). Os métodos propostos baseiam-se na representação de partículas através de esferas ou elipsóides e na divisão dos diâmetros dos círculos, gerados por um plano de polimento, em classes de tamanho. A aproximação por esferas é razoável para partículas aproximadamente equiaxiais (ANDRADE, 1993).

Outros pesquisadores, (Etzer e Sanderson ,1995), observaram ainda que, equipamentos diferentes de difração de laser, apesar de utilizarem o mesmo método de análise, não apresentavam resultados semelhantes para os mesmos materiais, analisando droga médica experimental, lactose, microesferas de vidro e sílica gel.

Barreiros et al. (1996), analisaram contas de vidro esféricas, vidro moído moderadamente irregular e mica lamelar, com o objetivo de avaliar a influência da forma nos resultados das análises de tamanho de partícula comparando os resultados obtidos por difração de laser, sedimentação gravitacional, sensoriamento de zona elétrica e microscopia. Observaram que o diâmetro médio e a distribuição do tamanho das partículas esféricas não apresentavam diferenças significativas entre as técnicas; os pós irregulares apresentavam diâmetro médio e distribuição de tamanhos diferentes dependendo da técnica utilizada, sendo que para a mica as discrepâncias foram maiores; para os pós irregulares, a técnica de microscopia apresentou os maiores valores e a difração de laser apresentou valores intermediários, mostrando que o formato das partículas afetava os resultados obtidos pelas diferentes técnicas, na ordem de 200 % (diâmetro médio) para as partículas lamelares, justamente as que mais se afastam da forma esférica.

Etzer e Deanne (1997), a partir dos pós (droga médica experimental, lactose, microesferas de vidro e sílica gel), compararam os resultados dos equipamentos de difração de laser, usando o modelo de Mie na análise dos dados, que não foi capaz de corrigir as diferenças apresentadas entre as análises por difração de laser e microscopia, havendo por esta razão, necessidade de extrema cautela no uso de difração de laser para caracterizar pós finos.

Knoshe et al.(1997), compararam os resultados obtidos pelo equipamento Acoustosizer (*Matec Applied Sciences*), que trabalha com concentrações moderadas com equipamentos de concentração mais diluída, analisando tamanhos de partículas e propriedades eletrocinéticas (movimentação em zona elétrica). Com relação ao tamanho de partícula, foram comparados: difração de laser (Mastersizer S), equipamento dinâmico de luz (Ultra Fine Particle Analyser – Leeds and Northrup), sedimentação (Sedigraph 5000D – Micromeritics) e microscopia eletrônica de varredura. Os pós utilizados foram: microesferas de sílica monodispersa e titânia. Segundo os autores, a concordância entre os resultados foi excelente; mas, devido à diferença na preparação das amostras, a sedimentação apresentou valores maiores que as demais.

Kaye et al. (1997), utilizaram pós metálicos com diferentes tamanhos e formas, primeiramente por peneiramento, análise de imagem e difratometria. Mais tarde (1998), além destes métodos, acrescentaram espectrometria de aerossóis e sensoriamento de zona elétrica, chegando à conclusão de que as diferenças obtidas dependiam da forma das partículas, além de que o tamanho médio determinado pelos vários métodos poderia fornecer informações importantes a respeito da forma das mesmas.

Davies e Collins (1998), analisaram quatro pós de boro de diferentes granulometrias por espalhamento de laser (*Malvern Instruments System 2600D*) e sensoriamento de zona elétrica (*Coulter Eletronicas Ltda, Model TA*). Houve também problemas de estabilidade de dispersão e de reprodutibilidade de análise principalmente nos pós mais finos e de faixa de tamanho mais

ampla, devido provavelmente, à limitação dos instrumentos quanto à análise de faixas largas ou baixa mobilidade dos pós. Agentes surfactantes, em altas concentrações, minimizaram estes problemas.

As pesquisas continuaram e alguns chegaram à conclusão que a dispersão do pó era mais importante do que a técnica empregada (IACOCCA e GERMAN, 1997).

Trabalhos mais recentes visam correlacionar redes neurais na análise por difração de laser (GUARDANI et al., 2002) .

Papini (2003), realizou um estudo comparativo de métodos de determinação do tamanho de partícula, concluindo que os equipamentos a laser apresentaram resultados coerentes e reprodutíveis para materiais grosseiros (65 a 70 μm). Contudo, para materiais mais finos, os resultados foram divergentes, para quatro tipos de equipamentos.

Bowen et al. (2003) analisaram partículas anisotrópicas (anisotropia: fenômeno pelo qual as propriedades físicas de um material variam conforme a direção), utilizando pó lamelar de mica nas faixas de < 100 , $100 - 250$, $250 - 400$ e > 400 μm (classificação realizada por meio de peneiramento por via úmida) e pós cilíndricos de oxalato de cobre. As técnicas foram difração de laser (*Malvern Mastersizers E e S*), fotocentrifugação (*Horiba CAPA - 700*), microscopia óptica para a análise da mica (mais de 2000 partículas medidas) e microscopia eletrônica de varredura para o oxalato de cobre (mais de 200 partículas avaliadas). Para as lamelas de mica, os resultados de distribuição de difração de laser foram semelhantes aos de análise de imagem.

A partir das análises de imagem, a distribuição granulométrica para as quatro frações de mica foram agrupadas de 3 a 600 μm e comparadas com os dados do Mastersizer *E*, havendo boa proximidade entre os resultados da análise de imagem com base e difração de laser, conforme a figura 3.3.

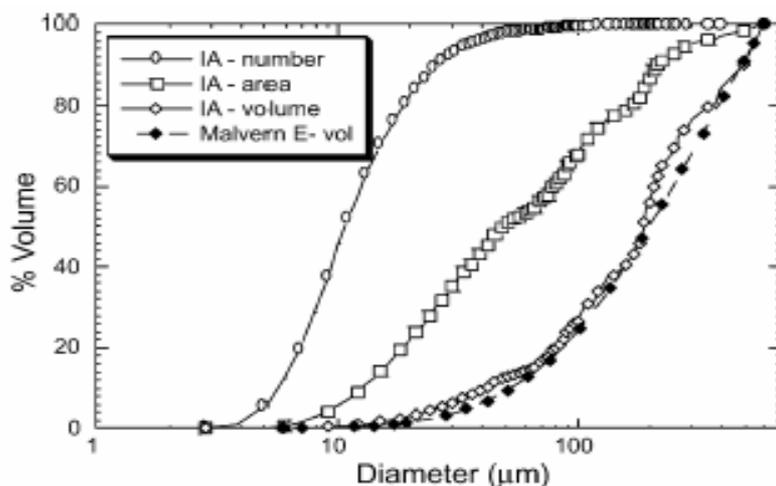


Figura 3.3 - Comparação entre análise de imagem e difração de laser para mica no Malvern E (BOWEN et al. 2003).

Faixas de 3 a 1000 μm foram comparadas com os dados da difração de laser do *Mastersizer S* de acordo com a figura 3.4. As imagens de análises se transformaram na base numérica de uma distribuição de volume comparado com o *Mastersizer E*, e mostraram acordo excelente entre os dois métodos.

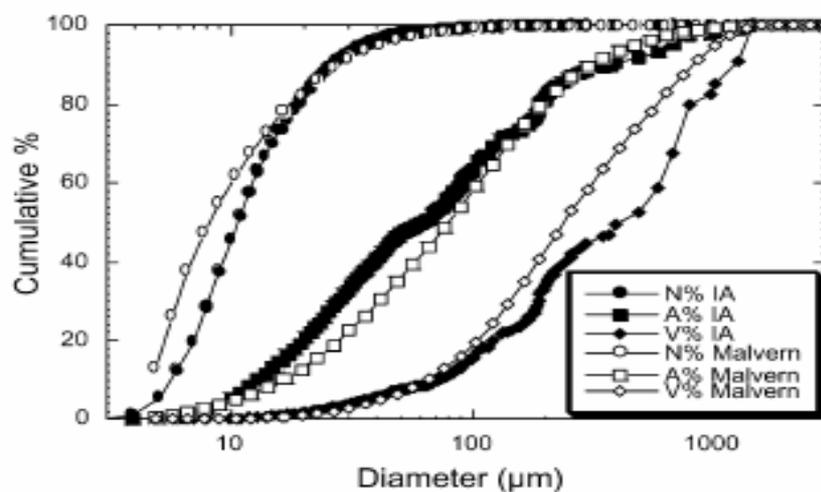


Figura 3.4 – Comparação da distribuição do tamanho de partícula por análise de imagem e difração de laser para a mica no Malvern Mastersizer S (BOWEN et al. 2003).

O *National Institute of Standards and Technology* (NIST) realizou uma série de testes (patrocinados pela ASTM, a fim de se estabelecer uma norma), envolvendo vinte e uma organizações, para uma comparação de resultados de análise de tamanho de partícula de quatro amostras de cimento *Portland* (FERRARIS et al. 2000). As técnicas utilizadas foram: difração de laser com dispersão úmida e seca, sensoriamento de zona elétrica, microscopia eletrônica de varredura, sedimentação e peneiramento. Foram observadas grandes diferenças entre os resultados de cada técnica, provavelmente devido a parâmetros, como índice de refração ou densidade diferentes ou incorretos (parâmetros não padronizados), ou condições experimentais (dispersão) variadas de um participante para outro. Comparando-se os vários métodos, as diferenças são ainda maiores, não havendo coerência para os resultados.

Yoshida et al. (2003), analisaram duas amostras de microesferas de vidro de diferentes distribuições, a fim de preparar padrões de referência para partículas. Uma amostra com diâmetro 1 a 10 μm e outra de 10 a 100 μm , foram analisadas pelas técnicas de sensoriamento de zona elétrica, sedimentação e microscopia eletrônica de varredura. Foram analisadas mais de 10000 partículas. Os resultados obtidos por sensoriamento de zona elétrica foram semelhantes aos de microscopia, enquanto que a balança de sedimentação apresentou desvios máximos de até 5 %.

Derenzo et al. (1993), em um estudo sobre o efeito da forma de partículas sobre a distribuição granulométrica, envolvendo a medição da distribuição granulométrica das partículas com diferentes formas por difração de laser e a comparação dos resultados com diâmetros medidos por peneiramento e por análise da imagem projetada, tiveram como objetivo verificar a sensibilidade da difração de laser em relação à forma das partículas como um dos critérios para avaliação da aplicabilidade do método no monitoramento de processos envolvendo sistemas líquido-sólido, estudando-se a possibilidade de uso de um analisador de partículas no monitoramento contínuo de cristalizadores industriais. Concluíram que para um dado intervalo de

diâmetros de partícula, existe uma tendência de aumento da dispersão dos valores medidos por difração de laser com a diminuição da circularidade das mesmas; o diâmetro medido por difração de laser para partículas não esféricas não corresponde ao diâmetro de volume (d_v), tendendo a aproximar-se da maior dimensão projetada da partícula, sendo que o d_v medido situa-se próximo ao diâmetro do corpo esférico resultante da rotação da partícula em torno de seu centro de gravidade, levando a um valor próximo da maior dimensão projetada da mesma. Este fato ocorre porque as partículas atravessam o feixe de luz em uma suspensão líquido-sólido, em diferentes posições em relação ao feixe.

Yoshida e Matsuda et al. (2003), analisando a medida do tamanho de partícula de referência, constataram que embora o espalhamento da difração a laser e o método da zona elétrica sensível tenham a vantagem de medições em pouco tempo e boa repetitividade, há o problema do índice de refração desconhecido para partículas não esféricas sendo necessário calibrar o instrumento de medição e utilizar partículas de látex. Entretanto, partículas industriais são normalmente polidispersas, sendo necessário preparar material de referência confiável com distribuição de tamanho e propriedades físicas conhecidas.

3.5 - Fatores que podem interferir na determinação do tamanho de partículas

3.5.1 – Amostragem

Bons critérios devem ser adotados para que a amostra utilizada apresente o menor índice possível de interferências nas análises realizadas.

A amostra que representa o lote do material deve estar bem dispersa, preferindo-se uma amostragem probabilística (IACOCCA, 1998), isto é, quando todos os elementos do lote

possuem a mesma probabilidade, diferente de zero, de serem escolhidos. Poderão ocorrer dois tipos de erros (SOMMER, 1981):

- 1) Segregação da massa, que depende do histórico do pó. Neste caso, o material deve ser misturado apropriadamente e a coleta deve ocorrer por um grande número de incrementos.
- 2) Igualdade de magnitude não garantida mesmo para uma mistura de pós ideal, pois as amostras estão sujeitas a flutuações aleatórias e a igualdade de características pode diferir. Aumentando-se o tamanho da amostra, tal erro pode ser estimado e reduzido.

São descritas por Allen (1993) e Jillavenkatesa et al., (2001), vários tipos de técnicas de amostragem, com seus erros máximos estimados, tais como: pilha cônica (22,7 %), amostrador tipo concha (17,1 %), mesa de amostragem (7,0 %), amostrador tipo Jones (3,4 %), amostrador centrífugo (0,42 %), significando o percentual tolerável dentro de cada método adotado, de acordo com as necessidades e especificações das análises exigidas pelo usuário.

3.5.2 – Dispersão

Materiais diferentes exigem cuidados igualmente diversos, de acordo com suas propriedades físicas e químicas. Desta maneira, a dispersão deve adequar-se a estes princípios básicos, ou seja, suportar ou não uma agitação por ultra-som, líquido dispersante que não interaja com as partículas, forças de atração entre as mesmas que possa ser controlada e outros fatores.

Desaglomerar partículas evita que agregados ou aglomerados fracos sejam confundidos com partículas individuais (GERMAN, 1996) e alguns processos são utilizados, então, com o

intuito de fornecer energia suficiente para separá-las por forças superficiais, como: banho ou sonda de ultra-som, agitação, etc.

O estado de dispersão de uma suspensão pode ser controlado pelo potencial elétrico da superfície das partículas e pela espessura da dupla camada elétrica composta pelos íons de cargas opostas àquelas da superfície (contra-íons). O estudo do potencial de superfície é feito por meio da determinação do potencial zeta ($\psi\zeta$), que corresponde ao potencial elétrico no plano de cisalhamento (limite de separação entre os contra-íons que conseguem ou não se manter ao redor da partícula em movimento, devido à aplicação de um campo elétrico) (PUGH e BERGSTRON, 1994).

Iacocca e German (1997), analisaram alumina, cobre, aço carbono, níquel, nitreto de silício, aço inoxidável, tungstênio e carvão de tungstênio, a fim de avaliar os efeitos dos pós na determinação do tamanho de partícula. Utilizaram difração de laser com dispersão via úmida e seca, sensoriamento de zona elétrica, espectroscopia de foto correlação e microscopia óptica (análise de imagem), concluindo que a precisão e a reprodutibilidade dos resultados dependem mais da correta dispersão dos pós do que da técnica de medida utilizada. Pós muito finos tenderam a formar aglomerados, dificultando a dispersão e a análise do tamanho das partículas e pós bem dispersos e com formas regulares apresentaram resultados semelhantes, independente da técnica usada.

Naito et al.(1998), realizaram uma série de análises, em laboratórios e equipamentos diferentes, para investigar a influência da forma da partícula nos resultados das análises de distribuição de tamanho das mesmas. Os pós utilizados foram: partículas poligonais, como óxido de alumínio e titanato de bário; partículas lamelares, como o nitreto de boro (plano basal entre 1 e 10 μm) e o nitreto de silício com partículas na forma de fibras, vários micra de comprimento e largura de aproximadamente 1 μm . Dentre os equipamentos, foram utilizados doze de difração de

laser e as dispersões foram preparadas com base na medida do potencial zeta das suspensões, sendo a faixa da distribuição de tamanho da difração de laser muito afetada pela forma da partícula. Nas medidas de partículas lamelares e cilíndricas, o efeito da forma das partículas nas análises de tamanho foi muito maior do que no caso das partículas poligonais.

Pós finos (entre 1 μm e 0,001 μm), apresentam forte tendência à aglomeração, permanecendo unidos por atrações de origem eletrostática, que são acentuadas em meio líquido, afetando diretamente o estado de dispersão (OLIVEIRA et al. 2000). Evita-se a aglomeração, através de forças de repulsão que superem as forças de atração, por meio do desenvolvimento de cargas elétricas nas partículas, obtidas pela adição de um dispersante catiônico ou aniônico (OLIVEIRA et al. 2000; GOUVEIA e MURAD 2001). A estabilização eletrostática de uma suspensão concentrada é assegurada a partir de um potencial de aproximadamente 20 mV, em módulo, à temperatura ambiente (GOUVEIA e MURAD, 2001).

Alguns equipamentos possuem acessórios que permitem a realização das análises a seco (por fluxo de ar), adequado para partículas que se dispersam com facilidade e não apresentaram a possibilidade de se fragmentar pelo atrito causado pelo fluxo de alta velocidade. Devem ser usados de preferência quando há dúvidas quanto à solubilidade (uniformidade) e ou estabilidade da dispersão líquida ou quando o usuário apenas pretenda usar o pó em meio seco (PUGH, 1997). Contudo, partículas muito finas aglomeram mais rapidamente com o fluxo de ar e as muito grossas (1 mm) ou muito densas necessitam de um dispositivo de queda livre. Entretanto, materiais tóxicos, perigosos, venenosos ou explosivos devem ser analisados por via úmida, devido à maior facilidade de descarte (KAHN, 2000).

Sabe-se que variações na viscosidade da fase dispersante causam significativo efeito na distribuição de tamanhos das partículas, evidenciando que a cinética não pode ser desprezada, já

que esta possui influência direta sobre a variação da viscosidade (MACHADO, 2000; CHEN, 1994; ALVAREZ et al., 1994, apud CANCELIER, 2004).

3.6 - Difração de raios-laser

Quando se estudam os fenômenos luminosos, em geral inicia-se pela óptica geométrica, que é baseada em proposições basilares denominadas “princípios fundamentais”, tais como a propagação retilínea da luz e o conceito de raio luminoso. Existem situações em que esta abordagem não se aplica, por exemplo: a difração da luz e a propagação da mesma em meios não homogêneos e em campos gravitacionais segundo a relatividade geral. Dentre estas, a que nos interessa neste trabalho é o fenômeno de difração.

Quando um feixe de luz incide nos bordos de um obstáculo opaco, a propagação da luz não é mais retilínea e neste caso franjas claras são observadas na região de sombra (NUSSENZVEIHG, 1998). Este fenômeno é chamado de difração e indica que a luz tem um comportamento ondulatório. Estes fenômenos foram relatados pela primeira vez por F. H. Grimaldi e R. Hooke e sua explicação fundamenta-se na teoria Ondulatória da luz, a qual foi delineada por Christian Huyghens e desenvolvida por A. Fresnel (1815).

Na difração trabalha-se basicamente com três elementos: uma fonte luminosa, um obstáculo e um anteparo de observação.

Os fenômenos de difração são classificados em : Fresnel, Fraunhöffer e Mie. Quando as distâncias da fonte ao obstáculo e do obstáculo ao anteparo são finitas, a difração recebe o nome de difração de Fresnel. Quando estas distâncias são infinitas, a difração recebe e denominação de difração de Fraunhöffer. A teoria de Mie é apropriada para partículas de menor dimensão, cujo

índice de refração da luz incidente nas mesmas é conhecido, além de características associadas às suas propriedades.

A difração de laser baseia-se no princípio de que, quanto menor o tamanho da partícula, maior o ângulo de difração de um feixe luminoso que atravessa uma população de partículas (teoria de Fraunhöffer). Os detalhes matemáticos dessas teorias não serão tratados neste estudo, mas podem ser didaticamente encontrados em Knöshe et al. (1997).

Partículas passam através de um feixe de laser em um fluido (normalmente água ou álcool) ou ar. Parte da luz é absorvida e parte da mesma é difratada (RENE; BERLEZE, 2004).

Segundo Hunter (1992), a imagem formada é afetada pelo índice de refração médio da partícula, o comprimento de onda, o tamanho e a forma da mesma.

Para aglomerados de partículas, partículas múltiplas na zona de detecção desconhecida ou índice de refração relativo impróprio, além de contaminação do caminho do fluido, amostras impróprias e ajuste prévio das medidas de partículas, erros podem ser sanados por uma preparação apropriada da amostra ou utilização de um algoritmo adequado para a distribuição de partículas. Sendo assim, informações básicas sobre as mesmas precisam ser conhecidas antes do teste e além disso, surfactantes são utilizados para desaglomeração (HUNTER, 1992).

Por causa da aceleração rápida criada pelo fluxo de ar, partículas com aspecto proporcionalmente maior que outras alinham-se previamente, ao entrar na zona de medida, produzindo dados diferentes de outras técnicas. Entretanto, com a medida indireta do tamanho das partículas, nenhum instrumento mede o tamanho das mesmas de modo absoluto, adotando-se, então, um índice de medição (HUNTER, 1992).

As medidas com difração de laser são obtidas num volume base e o número de distribuições depois é calculado, com dados amplos e distribuição normal e apesar de diferenças significativas nos algoritmos usados para calcular tamanhos de partículas, os dados mostram que,

para partículas de tamanhos regulares, estando dispersas apropriadamente, a maioria dos instrumentos propiciará dados similares (HUNTER, 1992).

A distribuição de tamanho de partículas pode ser expressa tanto na forma de um histograma, ou seja, o número ou massa de partículas com tamanhos equivalentes dentro da mesma faixa, como na forma de função de distribuição. A quantidade relativa de partículas com tamanhos equivalentes dentro de uma pequena faixa é a área sob a curva de probabilidade para aquela mesma faixa (HUNTER, 1992).

3.7 - Espalhamento ou difração de luz

A luz incidente sofre uma dispersão segundo quatro fenômenos diferentes, a saber difração, refração, reflexão e absorção (HILDEBRAND, 1999), formando um invólucro tridimensional. O formato e o tamanho do invólucro são afetados pelo índice de refração relativo da partícula no meio dispersante, pelo comprimento de onda da luz e pelo tamanho e formato da partícula.

Detectores estrategicamente posicionados medem a intensidade e o ângulo da luz espalhada e o sinal dos detectores é convertido para a distribuição de tamanho de partícula através de algoritmos matemáticos (ALLEN, 1997).

A teoria de espalhamento de Mie (1908), que descreve rigorosamente o espalhamento de luz incidente, (Bohren e Huffman, 1983, Boxman, 1992) apresenta uma solução matemática utilizando equações de Maxwell para as partículas esféricas de menor dimensão, desde que conhecidas sua propriedades e índices de refração (POHL, 1998).

A figura abaixo representa um feixe de laser, em difração, ao deparar-se com o corpo opaco, ou seja, uma partícula:

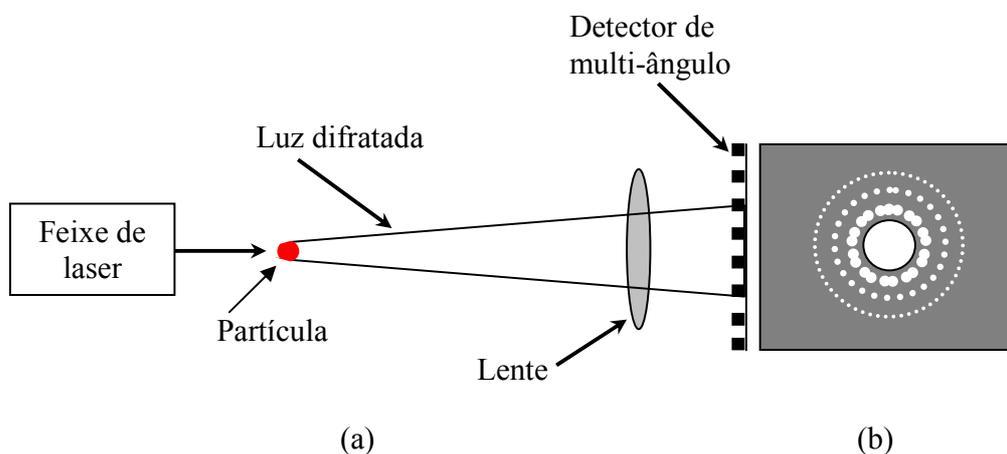


Figura 3.5 - Dispersão do raio de luz com uma partícula esférica (a) ângulos difratados determinados pelo tamanho da partícula e (b) um padrão de difração figura adaptada de (ALLEN, 1997).

Para partículas opacas e maiores que o comprimento de onda da luz, pode ser usada a aproximação de Fraunhöffer (teoria de difração de Fraunhöffer, 1817), sendo que o tamanho da partícula altera a intensidade e o ângulo do feixe de luz espalhado e com a utilização do laser (monocromático e coerente), o ângulo de espalhamento é inversamente proporcional ao diâmetro da partícula (de forma esférica). O menor tamanho de partícula passível de detecção deve ter pelo menos duas vezes o comprimento de onda do laser com uma utilização mais difundida para partículas maiores que $1\ \mu\text{m}$ ou $2\ \mu\text{m}$ e a limitação do tamanho máximo surge do fato de que o ângulo de feixe difratado se torna muito próximo daquele de um feixe não espalhado, (JILLAVENKATESA et al., 2001).

Partículas não esféricas ou com superfície rugosa são medidas em todas as orientações, o que causa um alargamento na distribuição de tamanhos.

Além disso, para que não haja espalhamento múltiplo de laser (GUARDANI, 2002), usa-se baixa concentração da amostra, e para pós finos exige-se conhecimento dos índices de refração real e imaginário do meio e do material a ser analisado.

O projeto do equipamento e os cálculos teóricos adotados influenciam os resultados obtidos (JILLAVENKATESA et al., 2001).

3.8 – Microscopia

É uma técnica de medida direta, utilizada freqüentemente como método padrão (IACOCCA e GERMAN, 1997), sendo possível a realização de medidas relativas não só ao tamanho, mas também à forma das partículas, fornecendo uma quantidade maior de informações do que outras técnicas convencionais (KING, 1984). As partículas são depositadas sobre uma lâmina não havendo necessidade de embutimento.

Quando partículas não esféricas são observadas por meio de um microscópio, vários fatores podem ser utilizados para o seu dimensionamento, resultando em valores diferentes em termos de uma partícula esférica equivalente conforme figura 2.6 (KAYE, 1998).

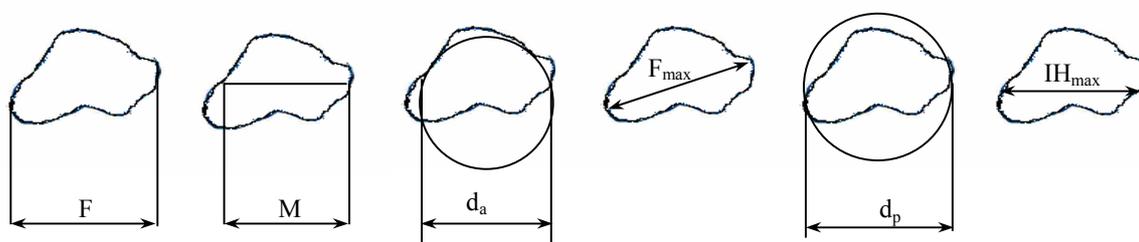


Figura 3.6 - Diâmetros de partículas com formatos irregulares (KAYE, 1998).

Estes fatores incluem (KAYE, 1998):

- Diâmetro de Feret (F) máximo: o máximo comprimento de uma partícula medida em uma direção (distância entre tangentes).
- Diâmetro de Feret (F) mínimo: o mínimo comprimento de uma partícula medida em uma direção (distância entre tangentes).
- Diâmetro de Martin (M): o comprimento da linha que bissecciona a área da imagem da partícula em duas, sendo todas as partículas medidas em uma mesma direção.
- Diâmetro da área projetada (d_a): o diâmetro de um círculo com a mesma área da imagem bidimensional da partícula.
- Dimensão mais longa: o diâmetro de Feret máximo de cada partícula em qualquer direção.
- Diâmetro do perímetro (d_p): o diâmetro de um círculo com o mesmo perímetro da partícula.
- Intercepto horizontal máximo (IH_{Max}): o comprimento da maior corda inserida na partícula em uma direção fixa.

As imagens observadas nos microscópios são bidimensionais e dependem da orientação das partículas (TURBITT-DAOUST et al.2000).

As menores dimensões das partículas devem ser desprezadas e uma única partícula irregular pode possuir um grande número de dimensões lineares. Por isso, se um dimensionamento for realizado aleatoriamente, dependerá da orientação da partícula na lâmina do microscópio.

Tais dimensões, chamadas de diâmetros estatísticos, são aceitas apenas quando o número de determinações for representativo estatisticamente (uma partícula de 10 μm equivale a mil partículas de 1 μm , em análises com base em volume), apresentando uma dada distribuição. Quando a orientação é aleatória, (ou seja, determinação de diâmetros medidos em uma direção), deve apresentar a mesma distribuição de tamanho quando medida em outra direção, sendo aceitáveis, o diâmetro de Feret (F) e o da área projetada (d_a), justamente pelo fato de o primeiro adotar uma dimensão fixa e o segundo trabalhar com a imagem bidimensional da partícula (ALLEN, 1997).

A análise microscópica necessita de mais tempo do que outras técnicas, exigindo cuidadosa preparação da amostra, habilidade e experiência do operador, além de correta calibração do aumento do aparelho. Este processo inclui as etapas: formação da imagem, aquisição e digitalização da mesma, pré-processamento e realce, segmentação, pós-processamento, realização das medidas (forma, tamanho, contagem ou outro parâmetro selecionado), e processamento, análise e apresentação dos dados. Podem ser utilizados microscópios óticos ou eletrônicos, sendo apropriadas as seguintes faixas: óptico (3 μm a 10 μm), eletrônico de varredura (2 μm a 10 μm), eletrônico de transmissão (0,2 μm a 1 μm).

Conforme discutido anteriormente, sendo a forma das partículas um parâmetro importante, é mais recomendado algum sistema de análise da mesma. Existem hoje sistemas dotados de *softwares* de análise bastante poderosos, com ampla gama de filtros matemáticos para caracterizar a forma dessas partículas. A determinação do sistema mais adequado depende principalmente da faixa de tamanho de interesse: Microscopia eletrônica de transmissão e Microscopia de força atômica são utilizáveis de poucos nanômetros até dezenas de micra. Microscopia eletrônica de varredura é efetiva de sub-micron até centenas de micra. Microscopia óptica é mais indicada na faixa de alguns micra até milímetro. Sistemas fotográficos cobrem

partículas maiores. As várias técnicas de microscopia têm sua exatidão fortemente dependente da correta calibração com padrões adequados. A Microscopia Eletrônica de Varredura conta ainda com o recurso de poder analisar a composição elementar de cada partícula, o que é importante em um grande número de aplicações. Por outro lado, em geral, as técnicas de microscopia analisam populações relativamente pequenas de partículas, podendo passar despercebidas partículas maiores que, embora em pequeno número, alteram significativamente as características do material.

3.9 – Considerações sobre o estado da arte

A discordância entre a maioria dos autores é bastante evidente, no que diz respeito às técnicas empregadas, justificando-se com o argumento de que cada pó em sua faixa específica necessita de um aparelho específico, adequado a determinadas situações.

Por outro lado, alguns poucos chegam a conclusões importantíssimas sobre a boa correlação entre microscopia e difração de laser, colocando a forma da partícula como fator preponderante, independente da faixa analisada.

Segundo o observado, pela comparação entre os vários autores, a influência da forma das partículas está bem caracterizada, pois quanto mais irregulares forem as partículas, maiores serão as discrepâncias entre os resultados provenientes de técnicas diferentes.

Outro fator consensual e de grande importância é o estabelecimento de boas condições de preparação das amostras (dispersão), pois de outra maneira as bases de comparação serão muito tênues (PAPINI, 2003).

De qualquer modo, a partir do levantamento bibliográfico realizado, fica salientada a necessidade de um profundo conhecimento dos princípios de análise de cada técnica empregada,

bem como das características dos pós que se pretende analisar, quando a intenção for obter um resultado confiável, preciso e reprodutivo.

Comparar técnicas (mesmo que muitas vezes não seja possível a determinação de qual método fornecerá resultados mais fidedignos) é, portanto, uma tarefa interessante, por necessitar de conhecimentos a respeito do funcionamento de diversos aparelhos, além de noções de alguns modelos de comportamento físico das partículas e subsequente representação algébrica.

Algumas conclusões representam o início de um estudo mais amplo, segundo DERENZO et al.(1993), a saber:

- Para um dado intervalo de diâmetros de partícula, existe uma tendência de aumento da dispersão dos valores medidos por difração de laser com a diminuição da circularidade das partículas;
- O diâmetro medido por difração de laser para partículas não esféricas não corresponde a d_v , tendendo a aproximar-se da maior dimensão projetada da partícula, L_a ;
- Aparentemente, o diâmetro medido por difração de laser tende a representar o valor médio para uma partícula orientada aleatoriamente em relação ao feixe de luz. Assim, por exemplo, para as partículas de fosfogesso ou de mica, d_v medido situa-se próximo ao diâmetro do corpo esférico resultante da rotação da partícula em torno de seu centro de gravidade, tendendo, portanto, a um valor aproximadamente igual a L_a . Isto ocorre porque as partículas atravessam o feixe de luz em uma suspensão líquido-sólido, em diferentes posições em relação ao feixe. Este fato deverá ser comprovado através da continuação do estudo, visando obter correlações entre os vários diâmetros para partículas não esféricas.

Segundo Iaccoca e German (1997):

“Quando um sistema de análise computadorizada é usado, erros podem surgir no decorrer do processo, independente de serem partículas planas ou aglomeradas. As partículas são escolhidas por seleção de luz apropriada e contraste de planos por imagem digitalizada. Caso isto seja feito de maneira imprópria ou inconsistente, as partículas poderão parecer menores ou maiores que o tamanho natural, resultando em erros maiores que 10%.”

Em todos os casos citados chega-se à conclusão de que uma cuidadosa preparação técnica é necessária. Simples diluições poderiam alterar todo o equilíbrio do sistema (HUNT e WOOLF, 1969).

Embora podendo existir considerável desequilíbrio eletroquímico, a diluição de impurezas das partículas é possível, e o procedimento, elaboração da amostra, instrumentos utilizados, a concentração e a química utilizadas, devem ser considerados minuciosamente.

O uso de ultra-som, embora importante, não é suficiente para garantir uma completa dispersão quando aplicado isoladamente. Além disso, a alteração dos resultados obtidos com a variação de seu tempo de aplicação pode ser uma indicação de que a condição de dispersão da amostra não é ideal.

De acordo com o histórico do pó e método utilizado, pode-se chegar ou não a distribuições semelhantes (PAPINI,2003).

4 – MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo compreende a descrição de:

- ✓ Procedimentos no manuseio e classificação das partículas irregulares;
- ✓ Metodologia empregada para estreitamento de faixas;
- ✓ Procedimentos operacionais com os equipamentos de caracterização e
- ✓ Tratamentos matemáticos empregados para conversão de resultados.

4.1 – Partículas irregulares utilizadas

Para avaliação das possíveis diferenças entre as determinações, utilizou-se uma amostra de areia, isenta de impurezas grosseiras, sendo inicialmente submetida à secagem, em estufa com circulação de ar em temperatura de 110 °C, por um período de aproximadamente 24 horas.

A Figura 4.1 apresenta, de uma maneira geral, a forma das partículas de areia. Pode-se observar na Figura, a presença de partículas com formatos bastante heterogêneos, onde as maiores partículas apresentam-se com formatos bastante irregulares, enquanto que partículas menores apresentam-se com formatos, aparentemente, mais regulares.

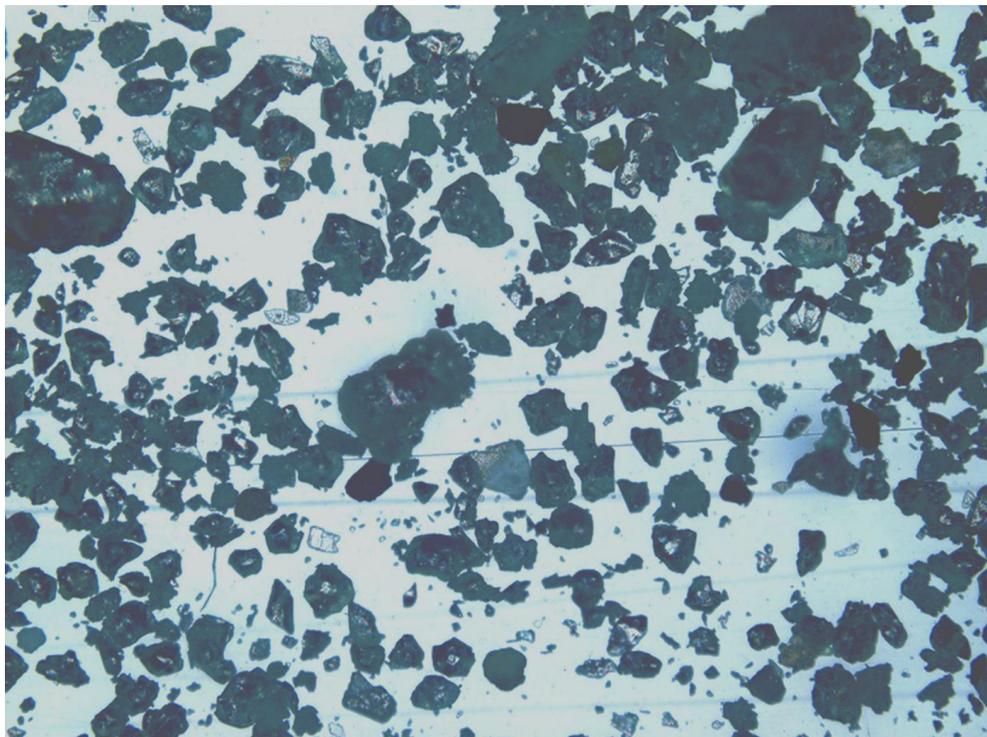


Figura 4.1 – Panorama geral do formato das partículas de areia utilizada no estudo.

4.2 – Separação da areia em faixas específicas

Após a secagem, toda a areia foi submetida à classificação em faixas específicas, por peneiramento, em um jogo de peneiras de 8” de diâmetro, marca Granutest, fabricadas pela Telastem Peneiras para Análises Ltda, cujas aberturas são apresentadas na Tabela 4.1.

O peneiramento foi realizado dividindo-se o jogo de peneiras em dois conjuntos, cada um deles ordenado em ordem decrescente de acordo com a diminuição da abertura da malha. Após o peneiramento com um conjunto, por um tempo de 30 minutos no equipamento marca RO-TAP RX 30 (movimento circular no sentido horizontal com batimentos freqüentes no topo das peneiras), o material passante da última peneira era transferido para o topo do segundo conjunto, sendo submetido ao mesmo equipamento pelo mesmo período de tempo.

Tabela 4.1 – Características das peneiras da série ABNT P-EB 22.

Peneira	Abertura (mm)
40	0,420
45	0,350
50	0,297
60	0,250
70	0,212
80	0,177
100	0,150
120	0,125
140	0,106
200	0,074
270	0,053
500	0,025
Fundo	-x-

4.3 – Tratamento adicional para obtenção de faixas estreitas

Uma avaliação da eficiência de separação nas faixas apresentadas na Tabela 4.1 foi efetuada através da análise de distribuição granulométrica por difração de laser (a técnica empregada será descrita adiante). Para as faixas envolvendo partículas maiores que 74 micra (peneira ABNT 200), não se observou dispersão. No entanto, para as duas faixas menores, ou seja, partículas entre 25 e 53 micra e partículas entre 53 e 74 micra, foram observadas populações de partículas com tamanhos bastante inferiores à da menor dimensão, como pode ser observado nas Figuras 4.2 e 4.3.

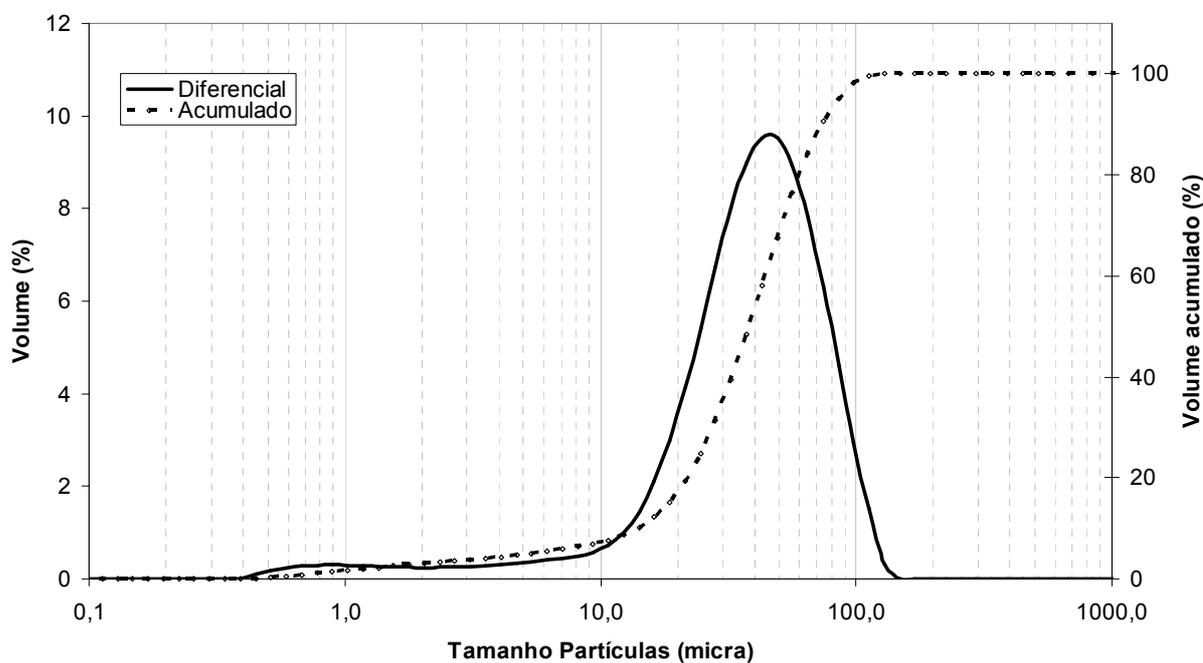


Figura 4.2 – Distribuição granulométrica da areia na faixa entre 25 e 53 micra, após peneiramento.

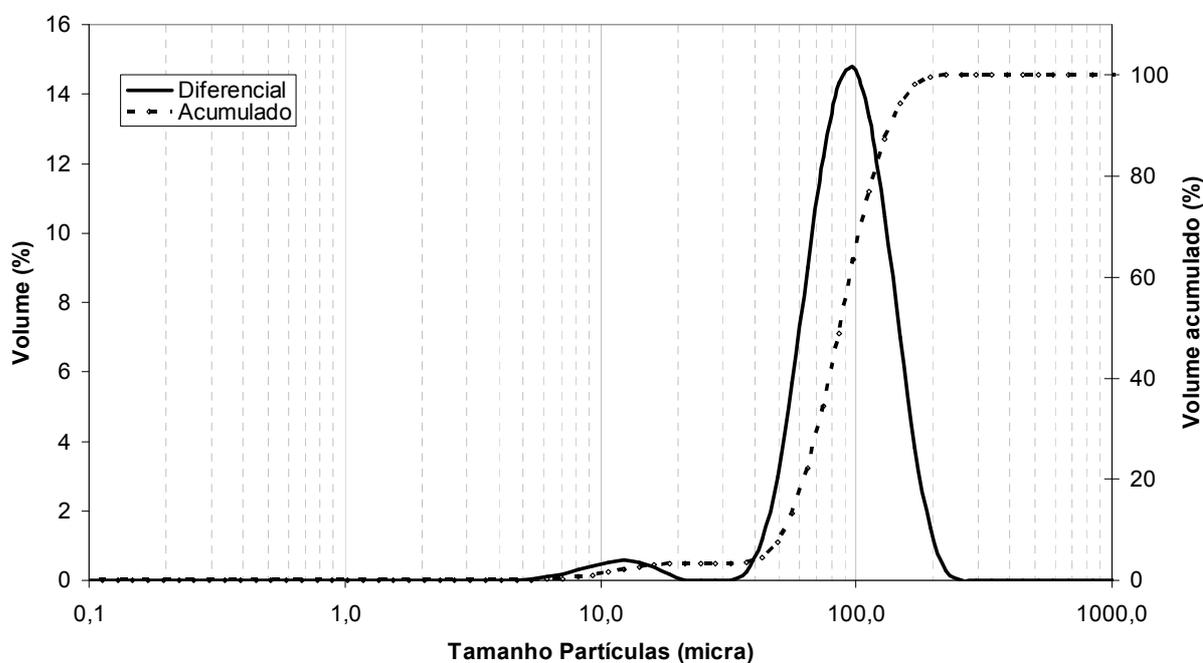


Figura 4.3 – Distribuição granulométrica da areia na faixa entre 53 e 74 micra, após peneiramento.

Para estas duas faixas de tamanho, a areia foi submetida a lavagens sucessivas, no interior da peneira de menor abertura, e após cada lavagem e secagem, a amostra era homogeneizada e submetida à nova avaliação. A amostra na faixa de tamanho entre 53 e 74 micra, foi submetida a apenas uma lavagem, apresentando um bom resultado, como pode ser verificado na Figura 4.5, enquanto que a amostra na faixa de tamanho entre 25 e 53 micra necessitou da realização de três lavagens consecutivas, até a obtenção de uma análise isenta de partículas finas, como pode ser observado na Figura 4.4.

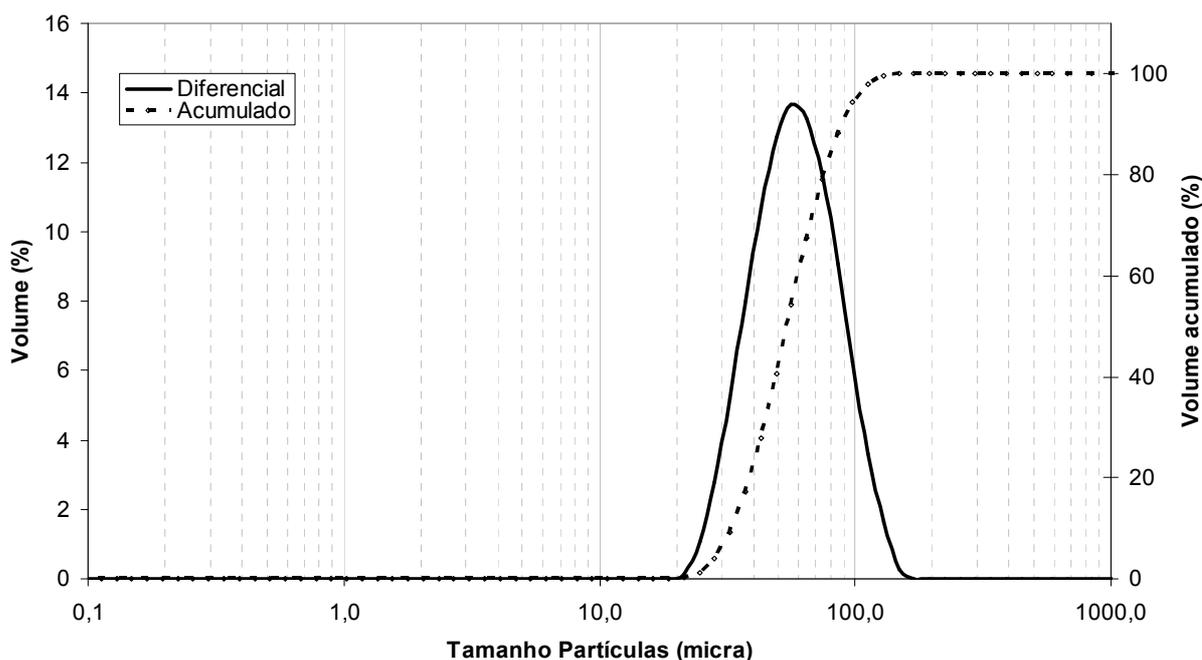


Figura 4.4 – Distribuição granulométrica da areia na faixa entre 25 e 53 micra, após lavagens sucessivas.

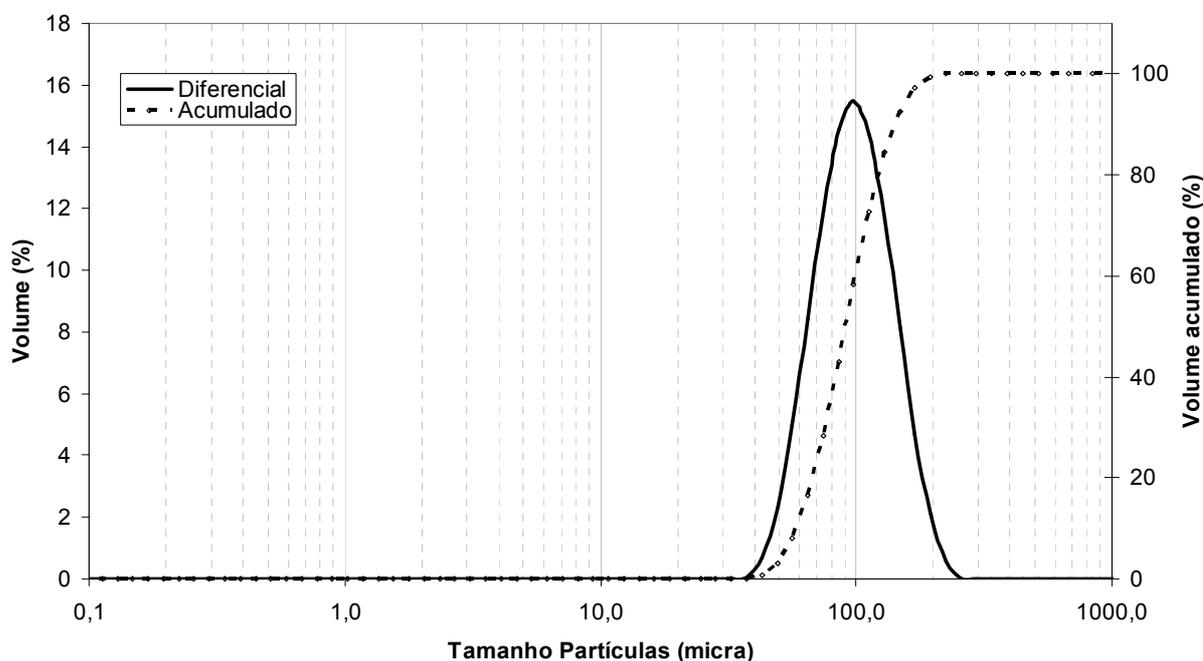


Figura 4.5 – Distribuição granulométrica da areia na faixa entre 53 e 74 micra, após lavagem.

4.4 – Análise granulométrica por difração de raios-laser

As amostras, nas faixas granulométricas, foram analisadas por difração de raios-laser com aplicação de ultra-som (foram separadas dez faixas). As medições foram efetuadas até que a diferença nos resultados do diâmetro médio, entre duas medições espaçadas em intervalo de 5 minutos, fosse menor que 2%. As análises foram conduzidas de acordo com a norma ISO 13320-1:1999 em um aparelho fabricado pela Malvern Instruments, modelo Mastersizer 2000 Ver. 2.00.

As amostras, após quarteamento automático, foram suspensas em água e amostradas sob agitação. O meio dispersante empregado no aparelho foi a água.

A reprodutibilidade dos resultados das distribuições granulométricas obtidas por difração de raios-laser foi avaliada para três faixas, abrangendo os extremos da classificação e uma faixa central (25-53 micra, 150-177 micra e 297 a 350 micra). Como resultados destas avaliações

foram observadas variações inferiores a 1% nos resultados, considerando os diâmetros correspondentes a 10, 50 e 90% das distribuições como também o diâmetro médio com base em volume.

4.5 – Análise granulométrica por microscopia óptica

Para análise por microscopia óptica, das dez faixas granulométricas separadas, cinco foram submetidas às determinações, representando os extremos e o meio das populações. Desta maneira, foram submetidas à microscopia óptica, as faixas: 25-53 micra; 106-126 micra, 150-177 micra, 212-250 micra e 297-350 micra.

As amostras, nas faixas selecionadas, após procedimentos de quarteamento automático, foram analisadas por microscopia óptica em um Microscópio óptico marca Olympus, Mod. BX 41, possuindo câmara digital acoplada para aquisição das imagens. O sistema possui acoplado um microcomputador que, após procedimentos de calibração, mede as partículas automaticamente e os resultados, com as dimensões pré-selecionadas, são automaticamente listados (*software : IMAGE PRÓ PLUS, by CIBERNETICS*).

Os resultados correspondentes aos diâmetros foram diretamente tratados em planilha eletrônica, e a distribuição, normalmente expressa em população por faixas granulométricas, foi convertida para distribuição em porcentagens de volume, a partir da determinação do volume de cada partícula.

Para os resultados expressos em perímetro e área projetada, os dados foram inicialmente convertidos em diâmetro equivalente a uma circunferência e após a conversão, o mesmo tratamento para conversão de população para volume foi aplicado.

Dentro de cada faixa, para as medidas consideradas, com os seus modelos matemáticos respectivos para conversão das mesmas em volumes, fez-se uso das conversões de acordo com as dimensões escolhidas:

1) Área: Se $A=\pi R^2$ e $R=d/2$, $V=\pi/6(A/\pi)^{1/6}$

2) Diâmetro Máximo: $V=1/6\pi d^3$, onde $d=d_{\max}$

3) Diâmetro Mínimo: $V=1/6\pi d^3$, onde $d=d_{\min}$

4) Diâmetro Médio: $V=1/6\pi d^3$ onde $d=d_{\text{med}}$

5) Perímetro: Se $C=2\pi R$ e $R=d/2$, então $P=\pi d$ e $d=P/\pi$

O volume em função do perímetro será: $V=1/6\pi(P/\pi)^3$

6) Feret Máximo: $V=1/6\pi d^3$ (d é o diâmetro máximo de Feret)

7) Feret Mínimo: $V=1/6\pi d^3$ (d é o diâmetro mínimo de Feret)

8) Feret Médio: $V=1/6\pi d^3$ (d é o diâmetro médio de Feret)

Para cada faixa granulométrica, foram medidas pelo menos 900 partículas para as populações de maiores tamanhos, e, para as populações menores, o número de medidas variou entre 1500 e 3000 partículas. Para as partículas maiores, foi avaliada a variação dos resultados, através da avaliação do diâmetro médio entre 400 partículas e 900 partículas, obtendo-se uma variação de 3,2 %. Desta maneira e considerando que com um maior número de partículas, tais variações tendem a diminuir (PAPINI, 2003), pode-se dizer que o erro máximo nas determinações por microscopia óptica foi menor que 3%.

5 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 – Distribuição granulométrica por difração de raios-laser

As representações gráficas das distribuições granulométricas dos sólidos obtidas pela técnica de difração de raios-laser, em suas respectivas faixas de tamanhos determinadas por peneiramento (Tabela 4.1), estão apresentadas nas Figuras 5.1 a 5.10 e as distribuições encontram-se tabeladas no Anexo A. A Tabela 5.1 apresenta os diâmetros médios das amostras, incluindo o diâmetro médio entre as peneiras utilizadas na seleção da faixa. Note-se que as amostras na maior faixa e a passante pela última peneira (fundo) foram desprezadas.

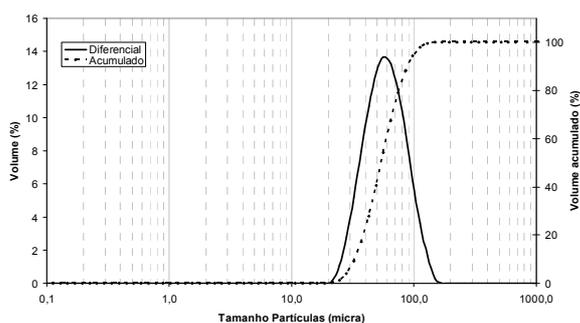


Figura 5.1 – Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 25 e 53 micra.

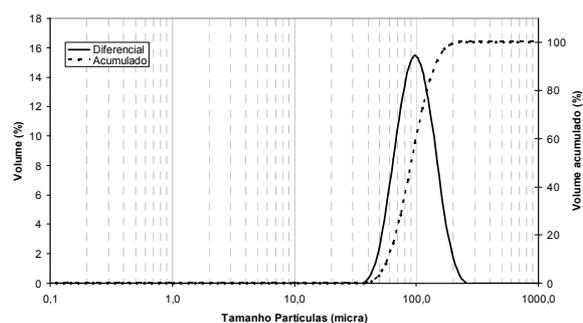


Figura 5.2 -Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 53 e 74 micra.

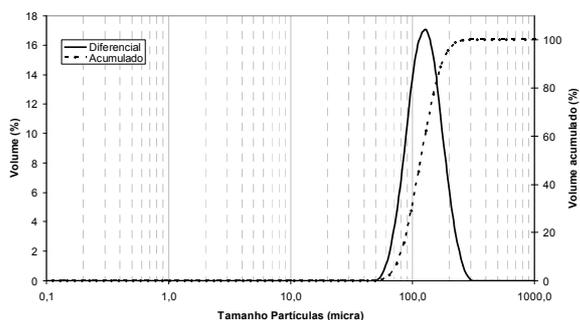


Figura 5.3 – Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 74 e 106 micra.

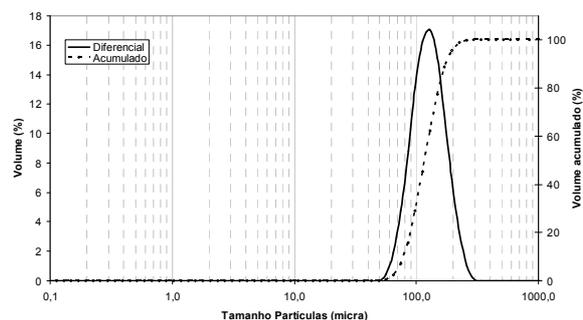


Figura 5.4 – Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 106 e 125micra.

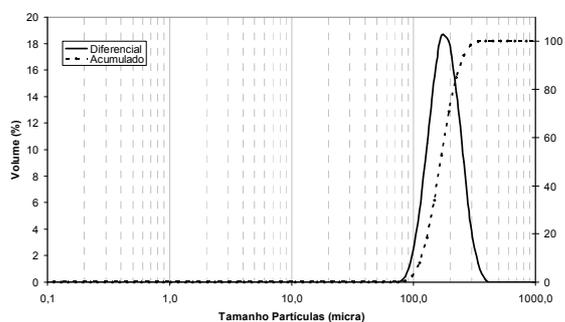


Figura 5.5 – Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 125 e 150 micra.

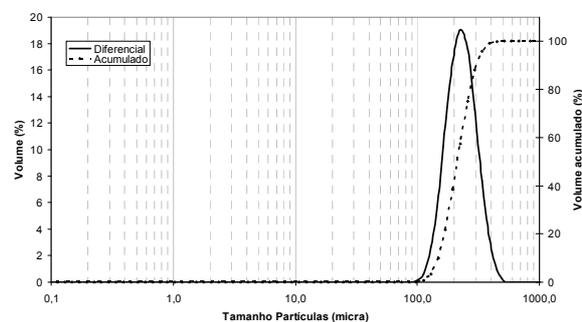


Figura 5.6 – Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 150 e 177 micra.

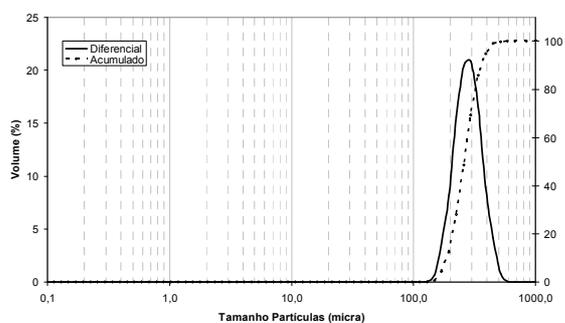


Figura 5.7 – Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 177 e 212 micra.

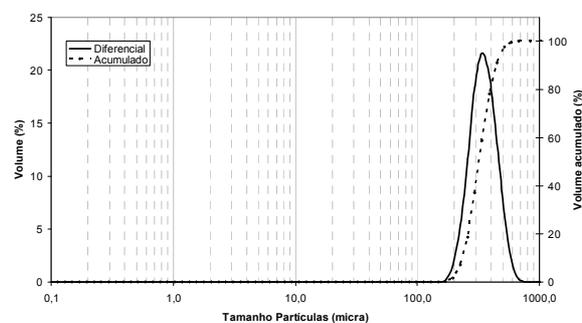


Figura 5.8 – Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 212 e 250 micra.

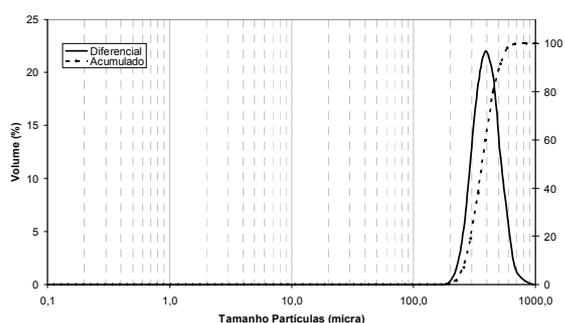


Figura 5.9 – Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 250 e 297 micra.

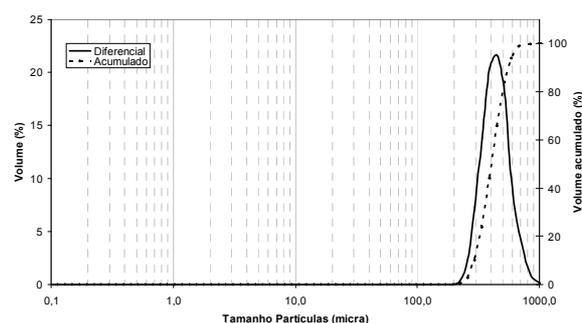


Figura 5.10 – Distribuição granulométrica das partículas retidas entre peneiras com aberturas de 297 e 350 micra.

Tabela 5.1 – Distribuição granulométrica das amostras nas faixas

Peneiras		Difração de laser				
Faixa de tamanhos (micra)	Diâmetro médio (micra)	$d_{(4,3)}$ (micra)	$d_{(0,1)}$ (micra)	$d_{(0,5)}$ (micra)	$d_{(0,9)}$ (micra)	“span”
25 - 53	39,00	53,82	30,71	50,26	82,17	1,02
53 - 74	63,50	89,20	54,50	84,45	130,61	0,90
74 - 106	90,00	113,91	73,04	108,76	161,92	0,82
106 - 125	115,50	135,81	91,15	130,74	187,28	0,74
125 - 150	137,50	161,59	108,29	155,56	222,96	0,74
150 - 177	163,50	205,49	138,33	197,98	282,81	0,73
177 - 212	194,50	249,47	175,50	242,12	334,05	0,66
212 - 250	231,00	308,13	218,15	299,15	409,87	0,64
250 - 297	273,50	351,07	250,47	341,16	467,49	0,64
297 - 350	323,50	387,41	275,16	376,48	513,39	0,63

$d_{(4,3)}$: Diâmetro médio em volume.

$d_{(v,0,1)}$: Diâmetro da partícula correspondente a 10% da distribuição acumulada.

$d_{(v,0,5)}$: Diâmetro da partícula correspondente a 50% da distribuição acumulada.

$d_{(v,0,9)}$: Diâmetro de partícula correspondente a 90% da distribuição acumulada.

span: Medida indireta da dispersão ou da largura da distribuição granulométrica = $[d_{(v,0,9)} - d_{(v,0,1)}] / d_{(v,0,5)}$

5.2 – Comparação dos resultados entre distribuição granulométrica por difração de raios-laser e diâmetro médio das peneiras

Embora não seja o objetivo do presente trabalho, uma comparação entre os diâmetros médios das partículas obtidos pela técnica de peneiramento e os diâmetros médios obtidos pela técnica de difração de raios-laser são comparados.

Pode-se observar na Tabela 5.1, que a medida indireta da dispersão da distribuição granulométrica diminui à medida em que a faixa de tamanho de partículas aumenta. Tal comportamento pode estar associado ao fato de que partículas maiores, quando inseridas no feixe de raios-laser, devem provocar um menor espalhamento de luz devido às irregularidades da

superfície ou mesmo, o espalhamento torna-se menor devido ao menor movimento das partículas no meio de dispersão.

A Figura 5.11 ilustra este efeito, indicando que, a partir de partículas da ordem de grandeza de 200 micra, a dispersão da distribuição tende a um valor constante.

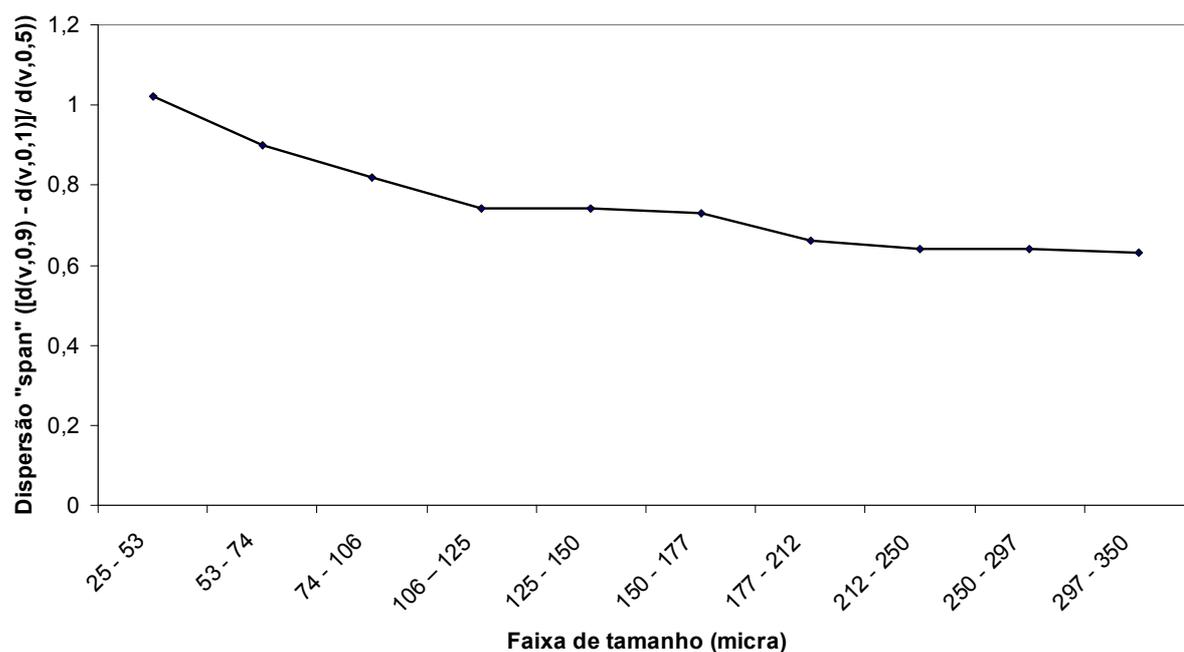


Figura 5.11 – Variação da dispersão da distribuição granulométrica por difração de raios-laser em função do tamanho da população analisada.

Ainda de acordo com os resultados apresentados na Tabela 5.1, pode-se avaliar as diferenças de resultados entre os diâmetros médios obtidos pela técnica de peneiramento e os diâmetros médios determinados pela difração de raios-laser. A Figura 5.12 apresenta as diferenças em cada faixa de tamanhos e a Figura 5.13 apresenta a correlação entre estes resultados.

Observa-se nos resultados, que em todas as faixas, os diâmetros médios determinados por peneiramento apresentaram-se menores que os diâmetros médios determinados por difração de

laser. Observa-se visualmente na Figura 5.12, que as maiores diferenças ocorrem com partículas maiores, no entanto, percentualmente, verifica-se diferenças entre os resultados variando entre 18 e 40%, com uma média de desvio de 28%.

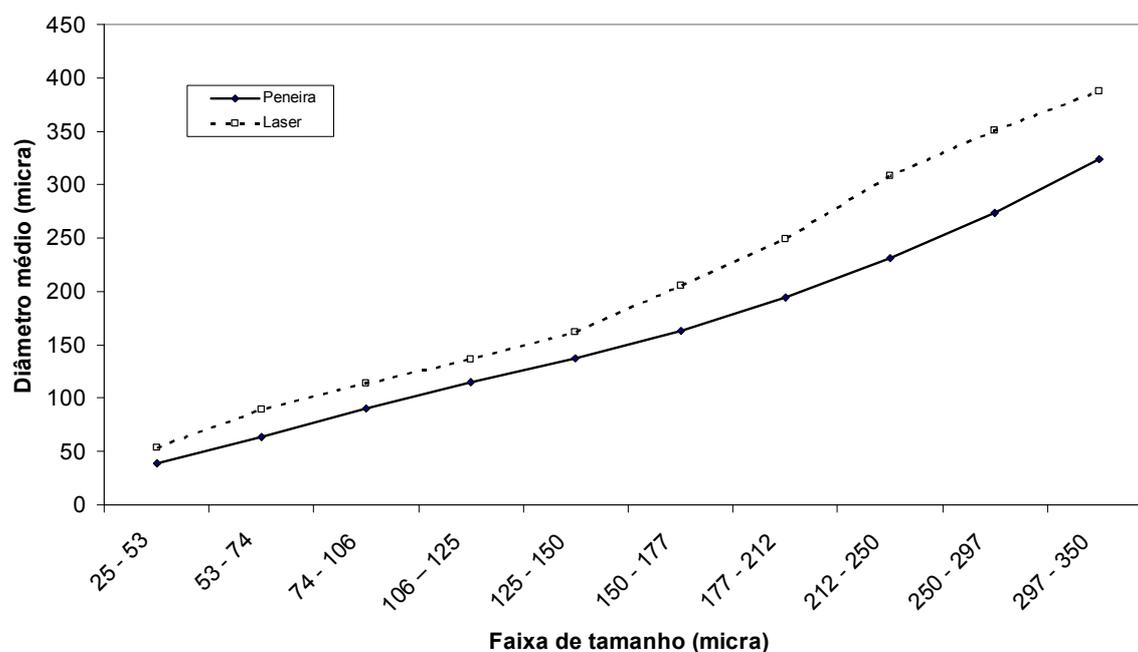


Figura 5.12 – Diâmetros médios $d_{(4,3)}$ determinados para cada faixa de tamanhos em função da técnica empregada.

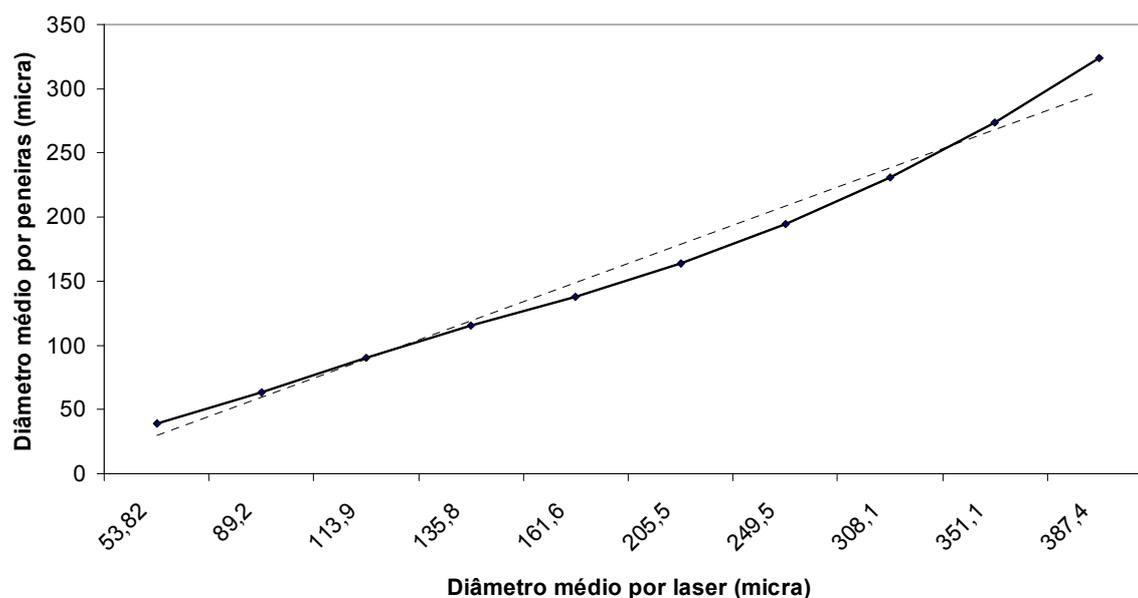


Figura 5.13 – Relação entre os diâmetros médios $d_{(4,3)}$ determinados pela técnica de peneiramento e difração de raios-laser.

Quando a análise dos resultados passa a ser entre o diâmetro médio por peneiras e a mediana da distribuição por difração de raios laser (Figura 5.14), verifica-se uma menor diferença entre os resultados, onde estas variam entre 13 e 33%, com uma média de desvio de 22%. Os resultados referentes a estas diferenças estão apresentados na Tabela 5.2.

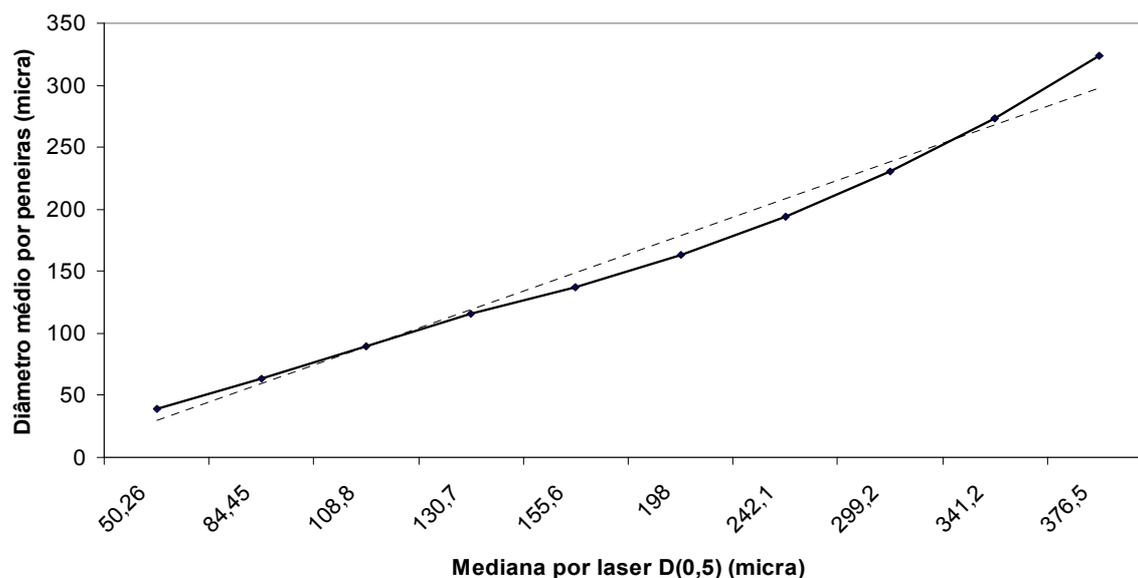


Figura 5.14 - Relação entre os diâmetros médios $d_{(4,3)}$ determinados pela técnica de peneiramento e a mediana $d_{(0,5)}$ da distribuição determinada por difração de raios-laser.

Tabela 5.2 – Desvios observados entre os resultados de peneiramento e difração de raios-laser.

Faixa de tamanhos (micra)	Peneiras	Laser		Desvios (%)	
	Diâmetro médio (micra)	$d_{(4,3)}$ (micra)	$d_{(0,5)}$ (micra)	Diâmetro médio	Mediana
25 - 53	39,00	53,82	50,26	38,00	28,87
53 - 74	63,50	89,20	84,45	40,47	32,99
74 - 106	90,00	113,91	108,76	26,57	20,84
106 - 125	115,50	135,81	130,74	17,58	13,19
125 - 150	137,50	161,59	155,56	17,52	13,13
150 - 177	163,50	205,49	197,98	25,68	21,09
177 - 212	194,50	249,47	242,12	28,26	24,48
212 - 250	231,00	308,13	299,15	33,39	29,50
250 - 297	273,50	351,07	341,16	28,36	24,74
297 - 350	323,50	387,41	376,48	19,76	16,38

5.3 – Resultados das distribuições por análise de imagem

Inicialmente os resultados obtidos por análise de imagem serão apresentados para todas as faixas submetidas às determinações. Os resultados correspondentes ao diâmetro médio calculado encontram-se Tabelados ao final de cada apresentação de faixa.

Os diâmetros, abaixo definidos, foram obtidos por interpolação dos intervalos de resultados correspondentes em cada porcentagem da distribuição acumulada:

- $d_{(4,3)}$: Diâmetro médio em volume.
- $d_{(v,0,1)}$: Diâmetro da partícula correspondente a 10% da distribuição acumulada.
- $d_{(v,0,5)}$: Diâmetro da partícula correspondente a 50% da distribuição acumulada.
- $d_{(v,0,9)}$: Diâmetro de partícula correspondente a 90% da distribuição acumulada.

Os resultados das distribuições serão apresentados por representação gráfica. Os resultados numéricos encontram-se tabelados no Anexo A.

5.3.1 – Resultados das distribuições das partículas na faixa de 25 a 53 micra por análise de imagem.

As representações gráficas das distribuições granulométricas dos sólidos obtidas pela técnica de análise de imagem estão apresentadas nas Figuras 5.15 a 5.22, correspondentes aos resultados obtidos considerando-se as extensões: diâmetro mínimo, diâmetro máximo, diâmetro médio, Feret mínimo, Feret máximo, Feret médio, área e perímetro, respectivamente.

A Tabela 5.3 apresenta os diâmetros médios das distribuições obtidas.

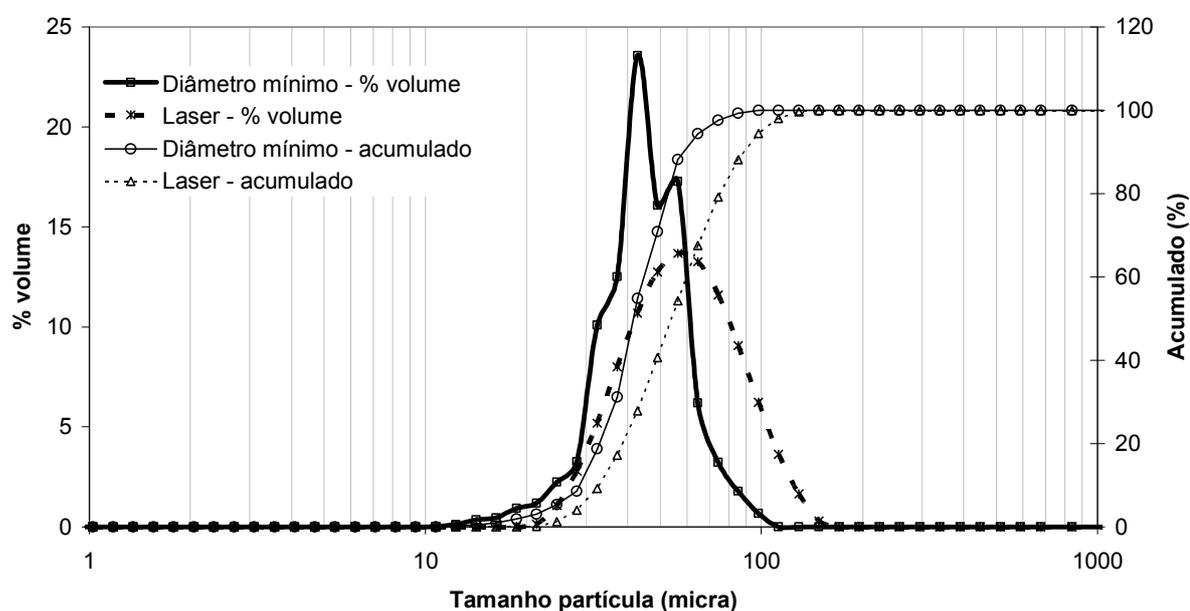


Figura 5.15 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 25-53 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “diâmetro mínimo”.

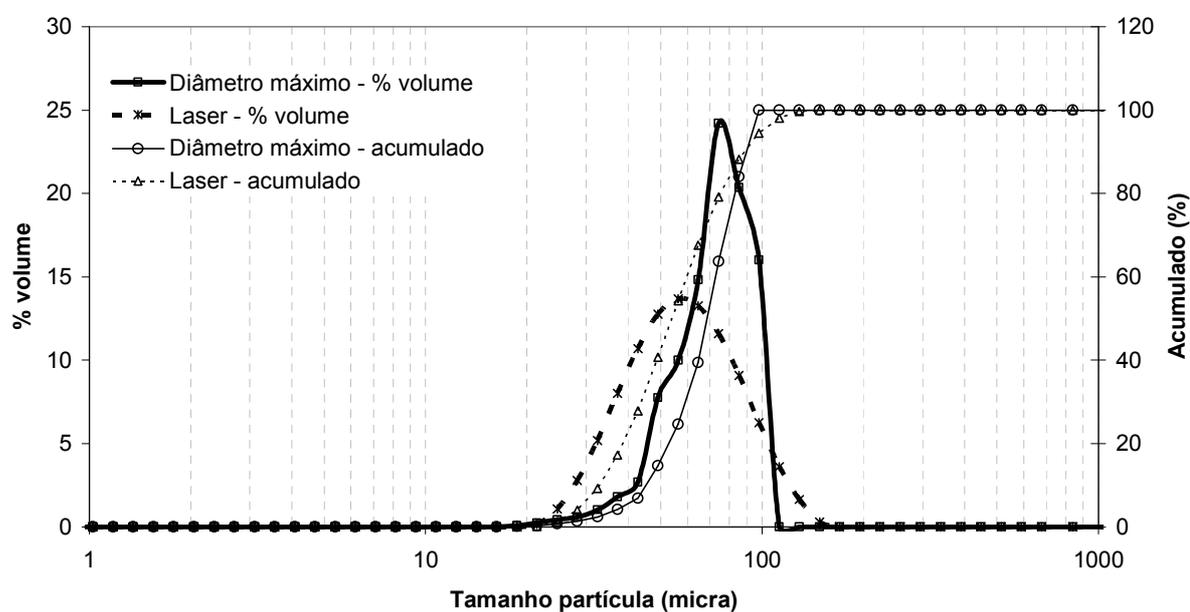


Figura 5.16 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 25-53 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “diâmetro máximo”.

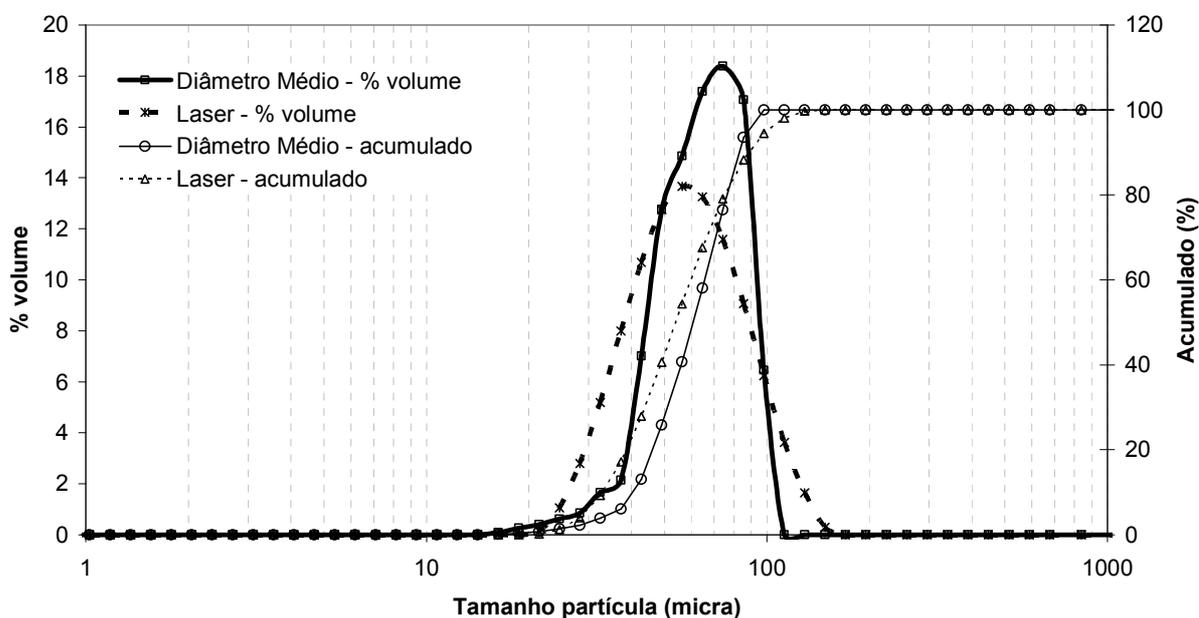


Figura 5.17 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 25-53 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “diâmetro médio”.

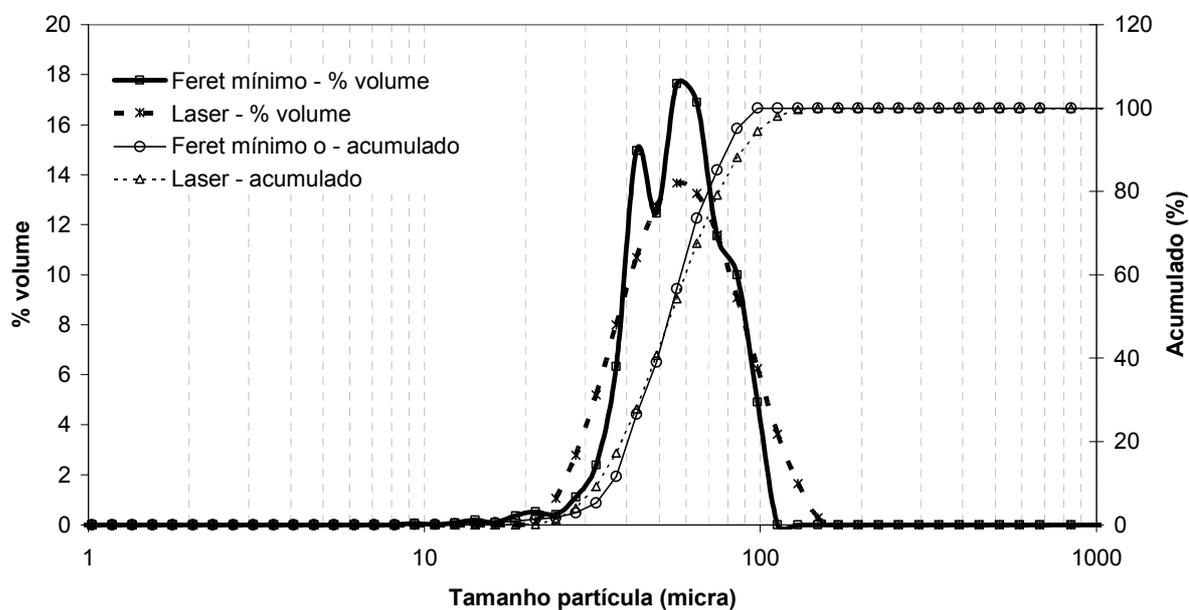


Figura 5.18 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 25-53 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Feret mínimo”.

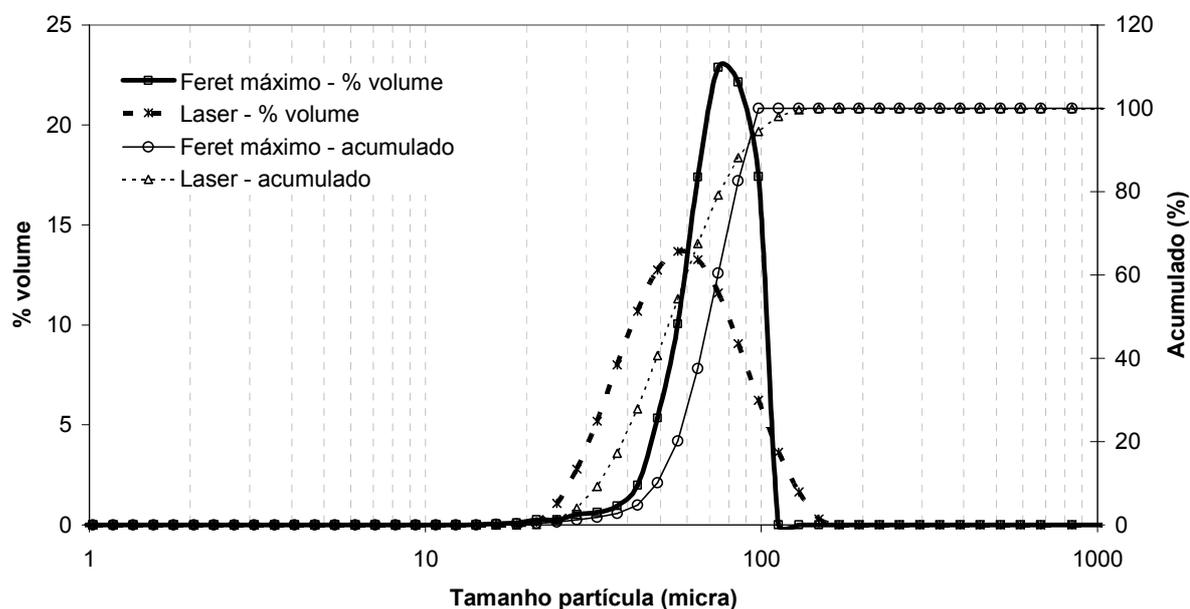


Figura 5.19 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 25-53 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Feret máximo”.

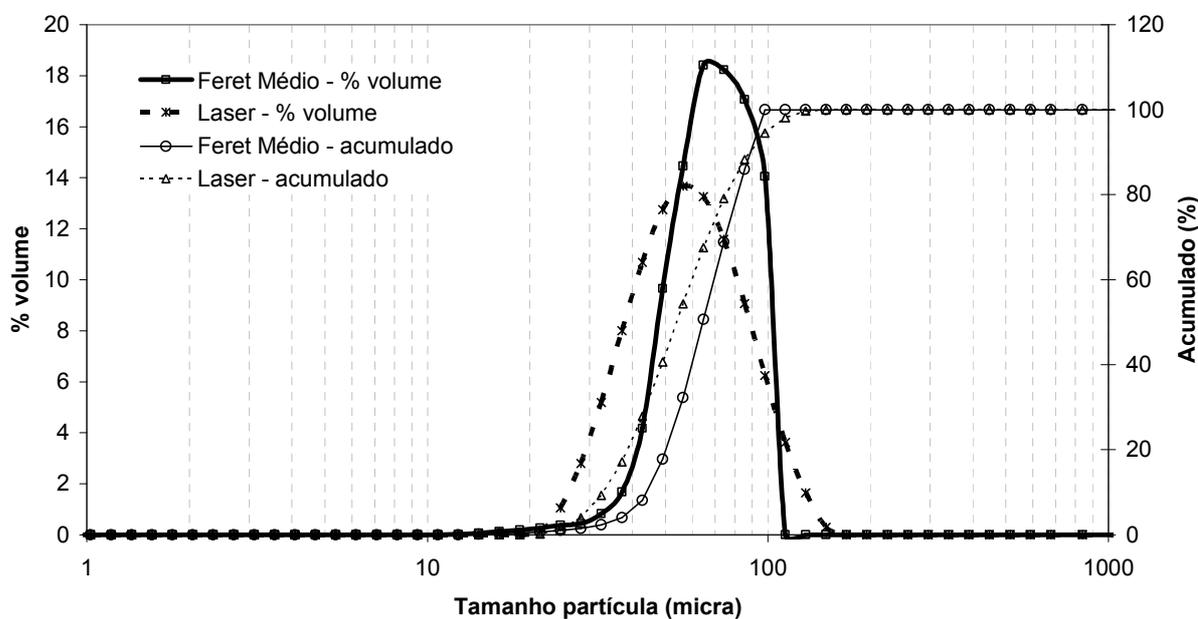


Figura 5.20 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 25-53 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Feret médio”.

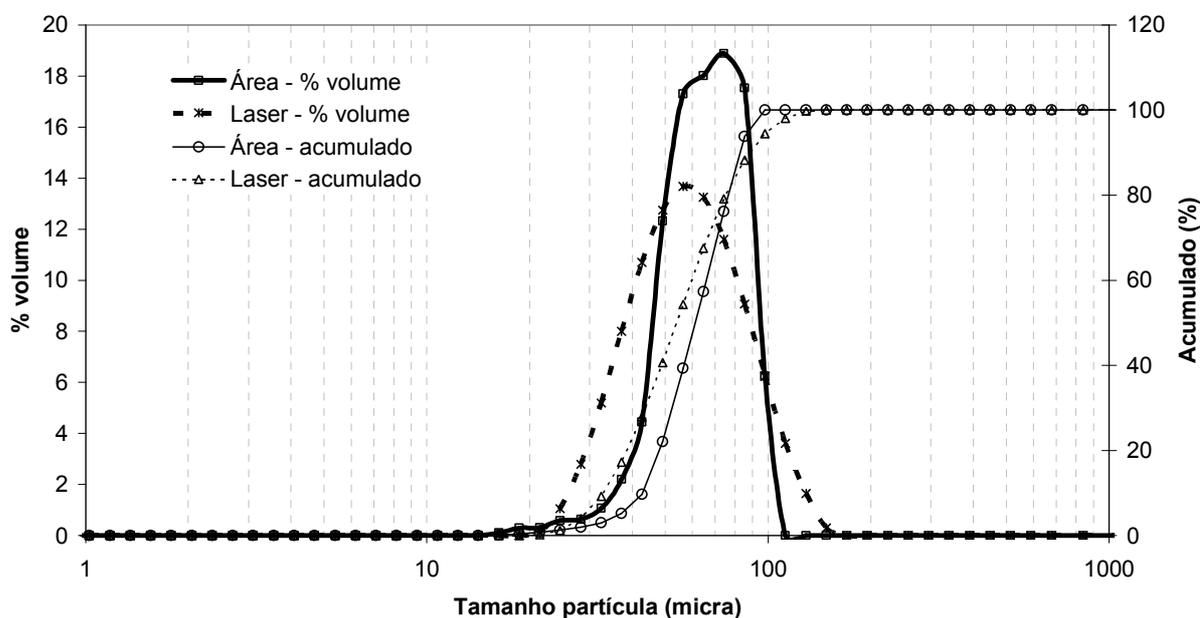


Figura 5.21 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 25-53 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Área”.

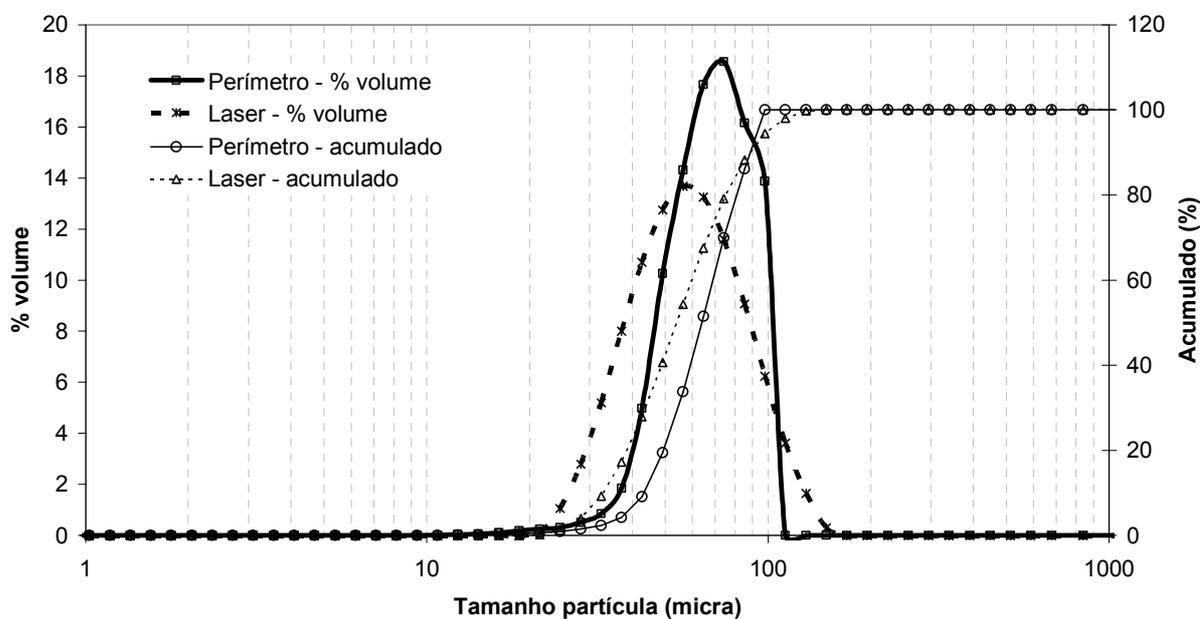


Figura 5.22 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 25-53 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Perímetro”.

Tabela 5.3 – Distribuição granulométrica das amostras na faixa de 25-53 micra, por difração de raios-laser e análise de imagem.

Técnica de determinação	d_(0,1) (micra)	d_(0,5) (micra)	d_(0,9) (micra)	d_(4,3) (micra)	“Span”
Difração de laser	30,71	50,26	82,17	53,82	1,023876
Microscopia óptica – diâmetro mínimo	28,84	41,64	58,89	46,27	0,721662
Microscopia óptica – diâmetro máximo	45,33	68,91	90,07	72,57	0,649253
Microscopia óptica – diâmetro médio	40,35	60,84	83,03	65,34	0,701512
Microscopia óptica – Feret mínimo	36,04	53,62	79,71	59,10	0,814435
Microscopia óptica – Feret máximo	48,96	69,34	90,70	74,20	0,601961
Microscopia óptica – Feret médio	43,38	64,50	88,96	69,68	0,706667
Microscopia óptica – Área	43,28	64,06	88,85	69,14	0,711364
Microscopia óptica – Perímetro	42,92	61,32	82,96	66,12	0,652968

d_(4,3): Diâmetro médio em volume.

d_(v,0,1): Diâmetro da partícula correspondente a 10% da distribuição acumulada.

d_(v,0,5): Diâmetro da partícula correspondente a 50% da distribuição acumulada.

d_(v,0,9): Diâmetro de partícula correspondente a 90% da distribuição acumulada.

5.3.2 – Resultados das distribuições das partículas na faixa de 106 a 125 micra por análise de imagem.

As representações gráficas das distribuições granulométricas dos sólidos obtidas pela técnica de análise de imagem estão apresentadas nas Figuras 5.15 a 5.30, correspondentes aos resultados obtidos considerando as extensões, diâmetro mínimo, diâmetro máximo, diâmetro médio, Feret mínimo, Feret máximo, Feret médio, área e perímetro, respectivamente.

A Tabela 5.4 apresenta os diâmetros médios das distribuições obtidas.

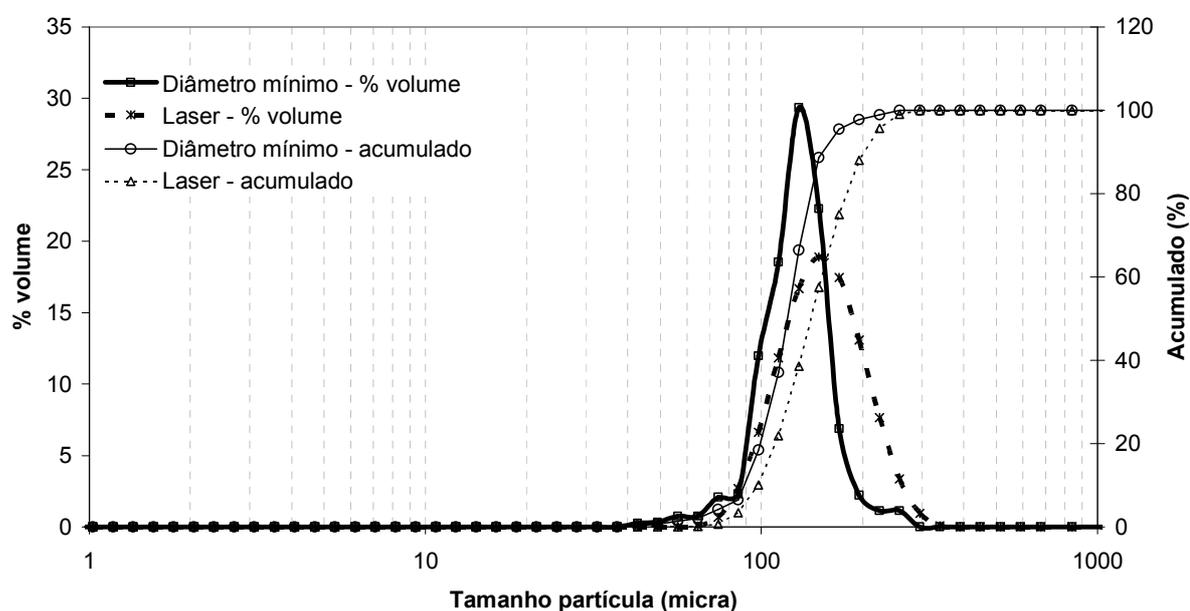


Figura 5.23 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 106-125 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “diâmetro mínimo”.

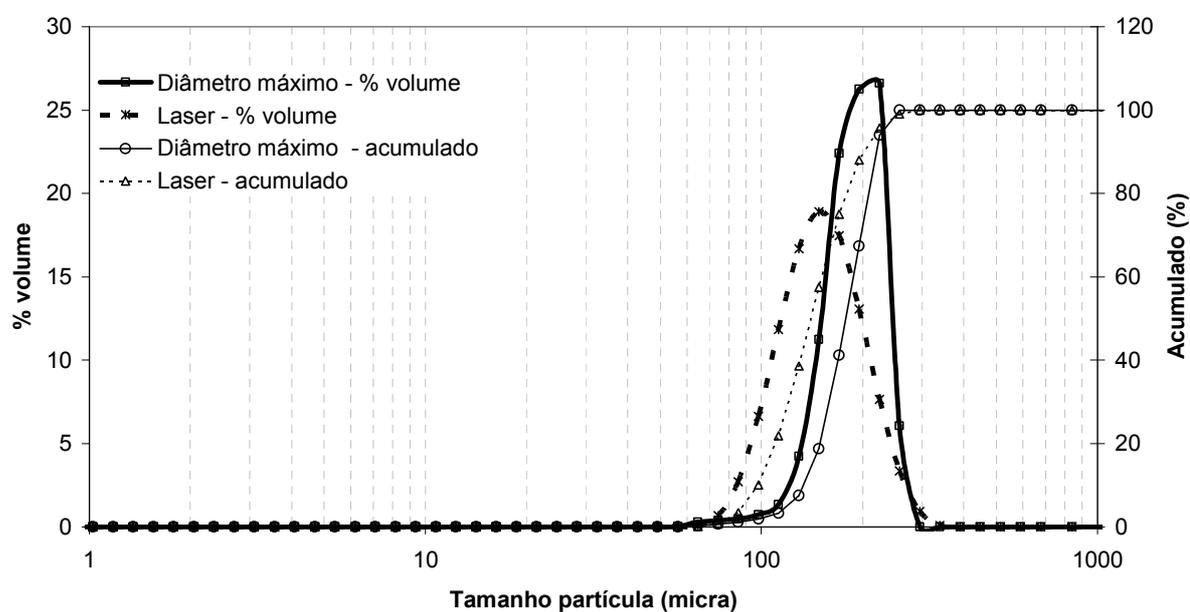


Figura 5.24 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 106-125 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “diâmetro máximo”.

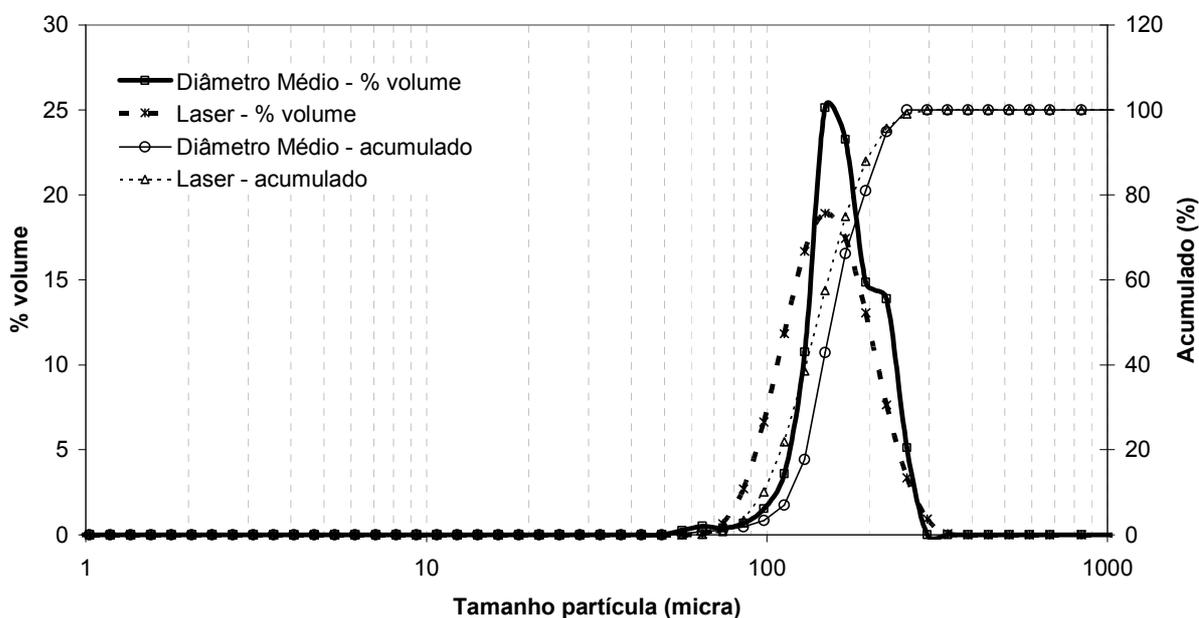


Figura 5.25 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 106-125 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “diâmetro médio”.

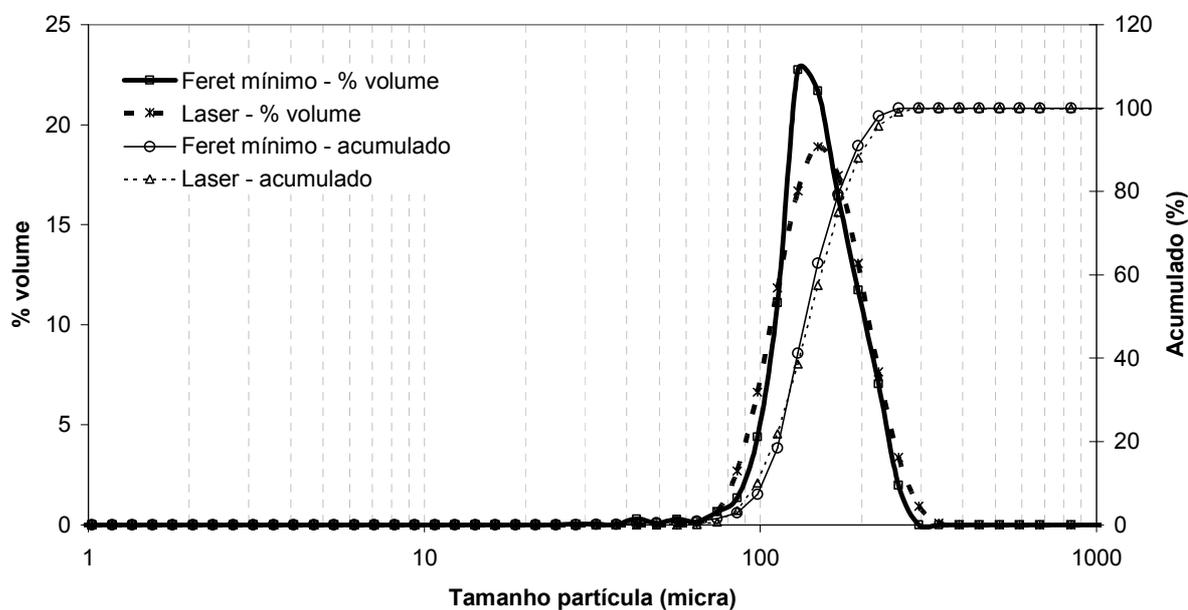


Figura 5.26 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 106-125 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Feret mínimo”.

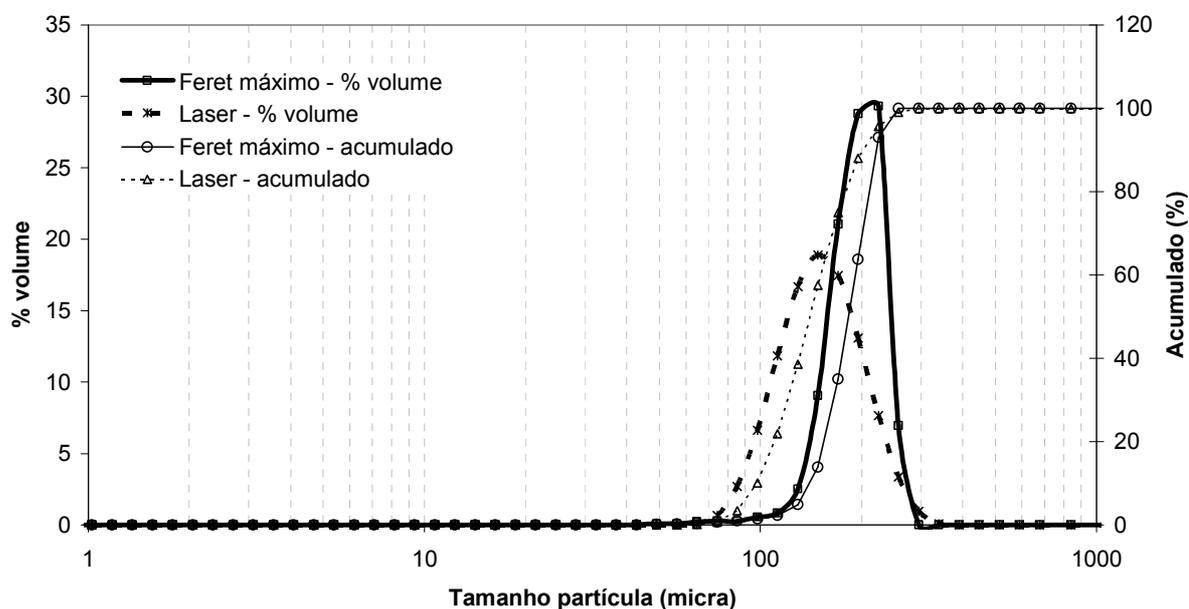


Figura 5.27 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 106-125 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Feret máximo”.

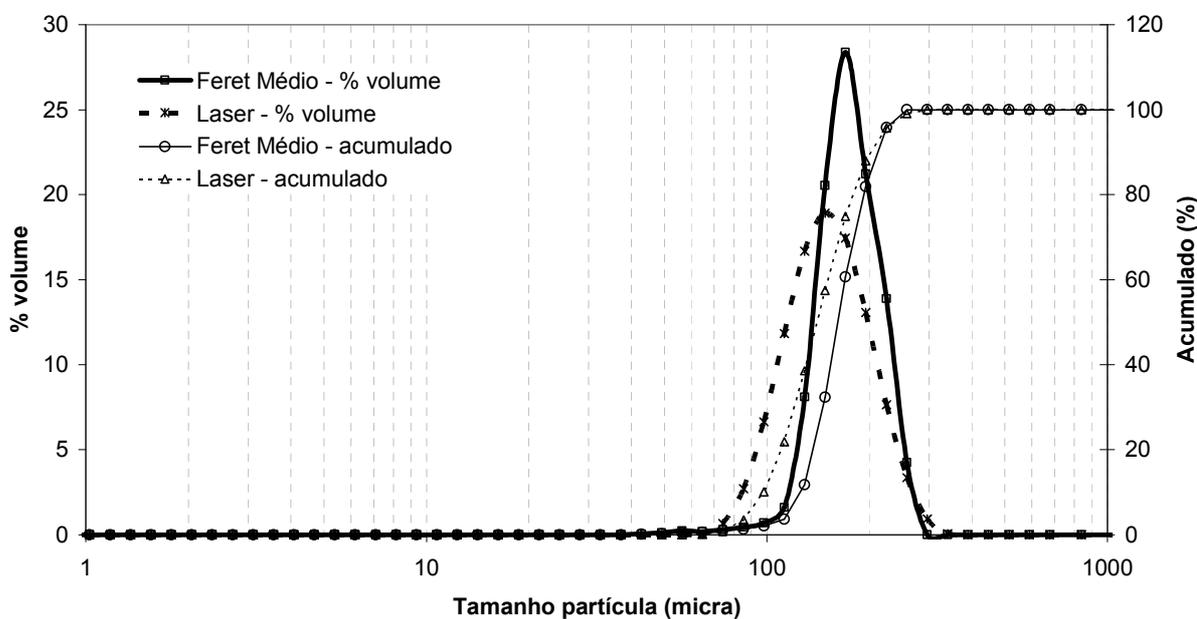


Figura 5.28 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 106-125 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Feret médio”.

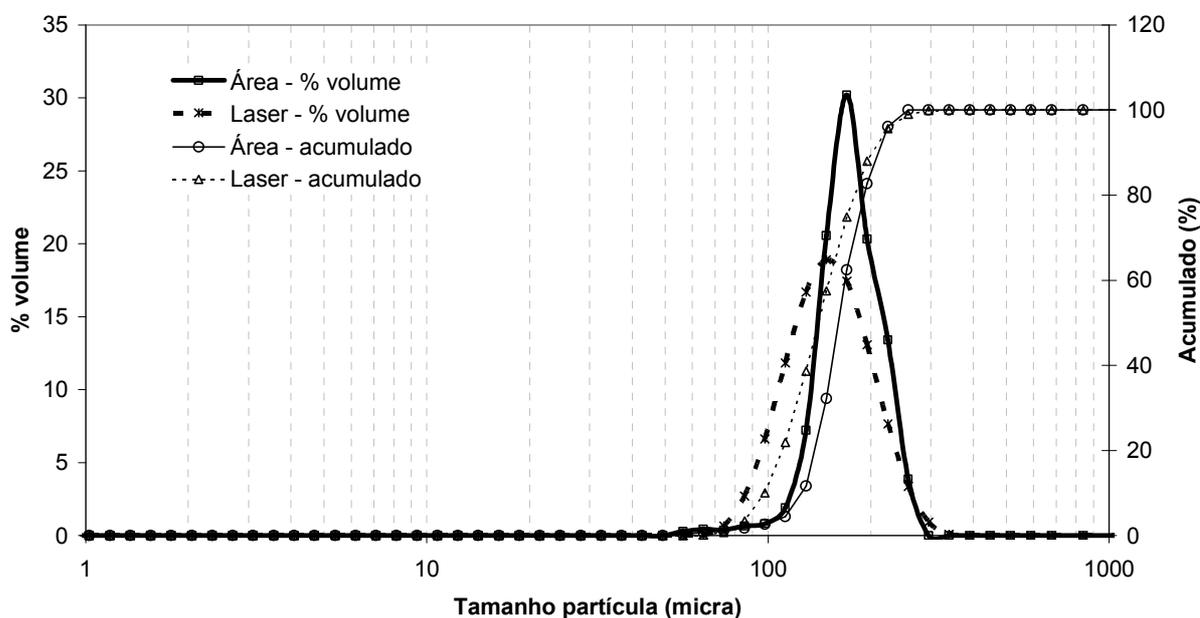


Figura 5.29 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 106-125 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Área”.

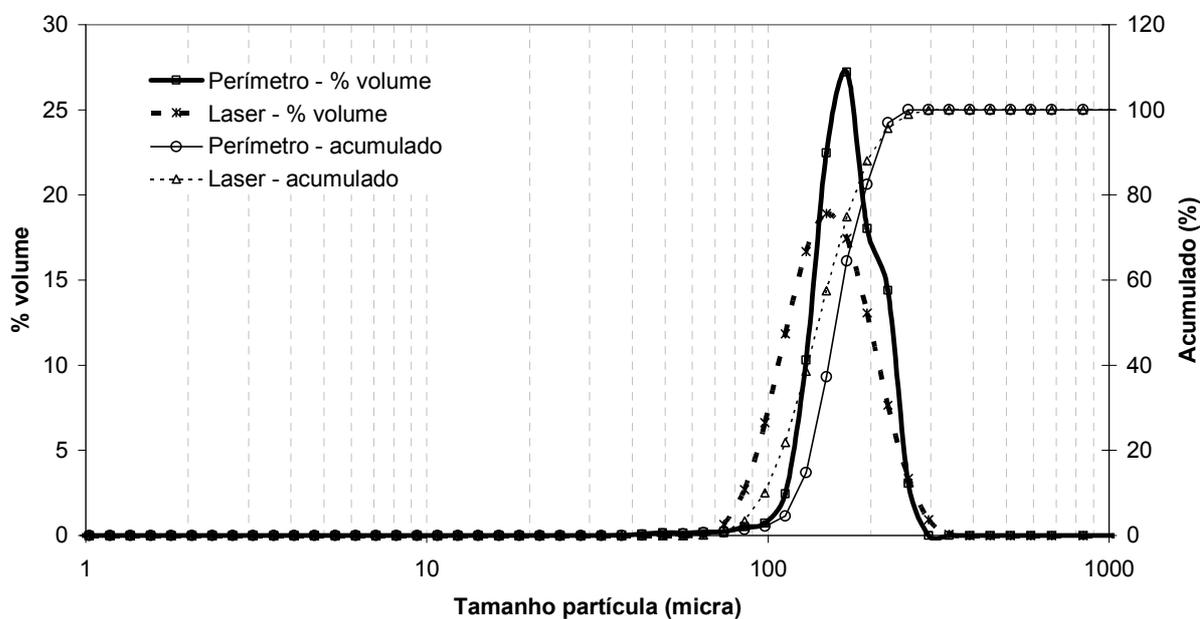


Figura 5.30 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 106-125 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Perímetro”.

Tabela 5.4 – Distribuição granulométrica das amostras na faixa de 106-125 micra, por difração de raios-laser e análise de imagem.

Técnica de determinação	$d_{(0,1)}$ (micra)	$d_{(0,5)}$ (micra)	$d_{(0,9)}$ (micra)	$d_{(4,3)}$ (micra)	“Span”
Difração de laser	91,15	130,74	187,28	135,81	0,735276
Microscopia óptica – diâmetro mínimo	89,02	119,84	152,62	129,71	0,530708
Microscopia óptica – diâmetro máximo	133,44	178,77	220,11	189,94	0,484813
Microscopia óptica – diâmetro médio	117,17	155,00	214,23	171,06	0,626194
Microscopia óptica – Feret mínimo	101,51	136,95	193,36	152,20	0,670683
Microscopia óptica – Feret máximo	140,07	183,41	221,39	194,63	0,443378
Microscopia óptica – Feret médio	125,52	161,97	212,40	176,18	0,536396
Microscopia óptica – Área	121,33	158,52	210,48	172,79	0,56239
Microscopia óptica – Perímetro	125,29	161,20	211,19	175,16	0,532878

$d_{(4,3)}$: Diâmetro médio em volume.

$d_{(v,0,1)}$: Diâmetro da partícula correspondente a 10% da distribuição acumulada.

$d_{(v,0,5)}$: Diâmetro da partícula correspondente a 50% da distribuição acumulada.

$d_{(v,0,9)}$: Diâmetro de partícula correspondente a 90% da distribuição acumulada.

5.3.3 – Resultados das distribuições das partículas na faixa de 150 a 177 micra por análise de imagem.

As representações gráficas das distribuições granulométricas dos sólidos obtidas pela técnica de análise de imagem estão apresentadas nas Figuras 5.31 a 5.38, correspondentes aos resultados obtidos considerando as extensões, diâmetro mínimo, diâmetro máximo, diâmetro médio, Feret mínimo, Feret máximo, Feret médio, área e perímetro, respectivamente.

A Tabela 5.5 apresenta os diâmetros médios das distribuições obtidas.

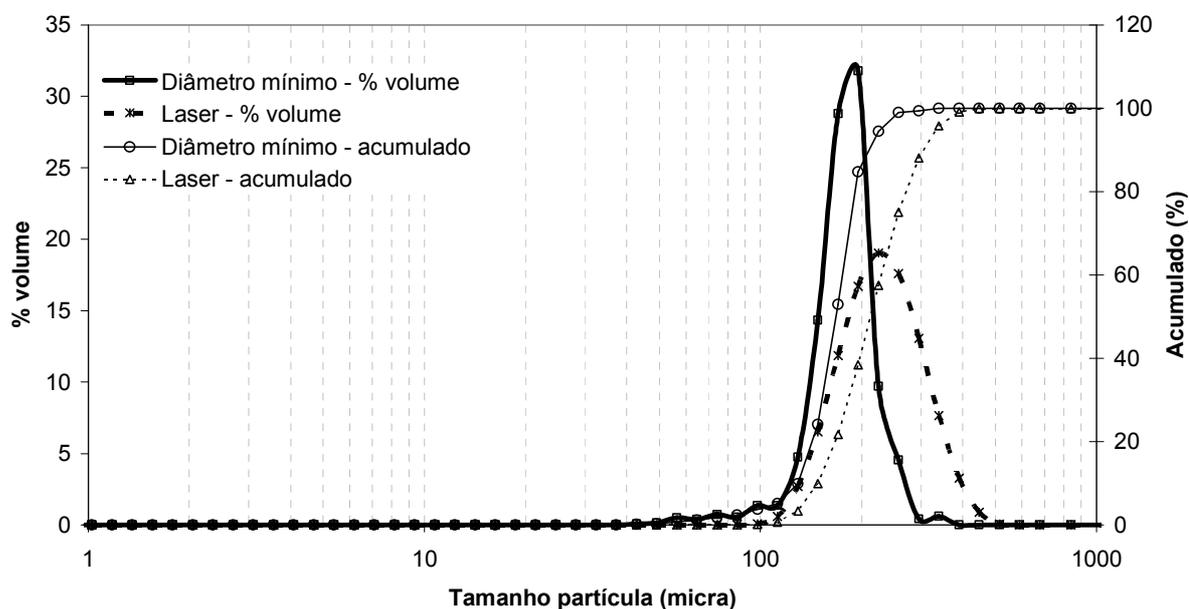


Figura 5.31 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 150-177 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Diâmetro mínimo”.

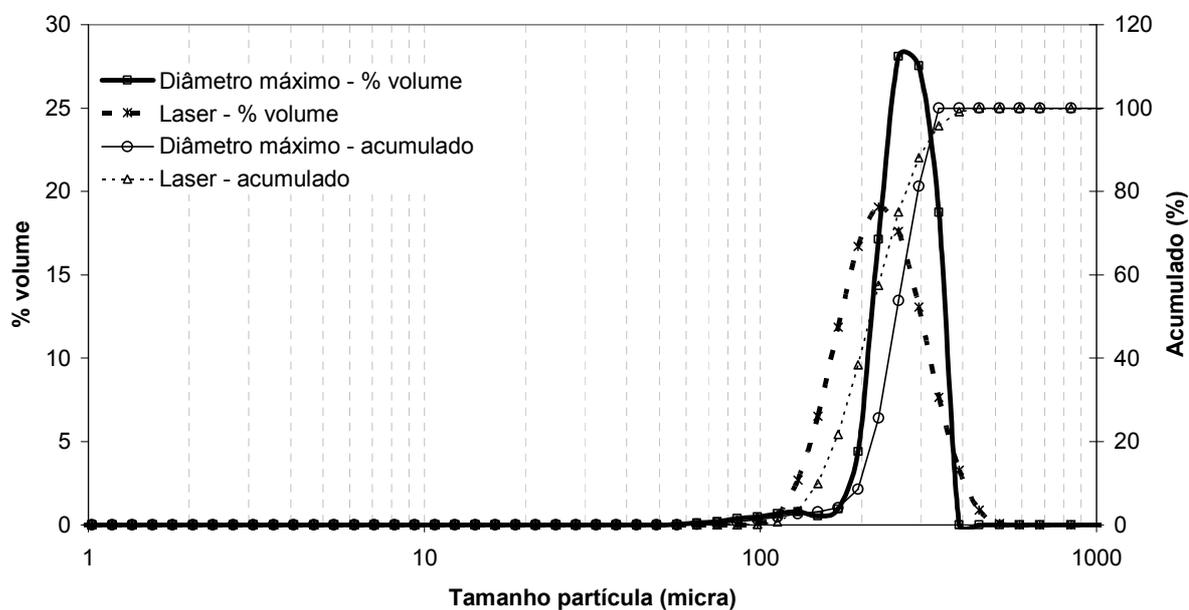


Figura 5.32 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 150-177 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Diâmetro máximo”.

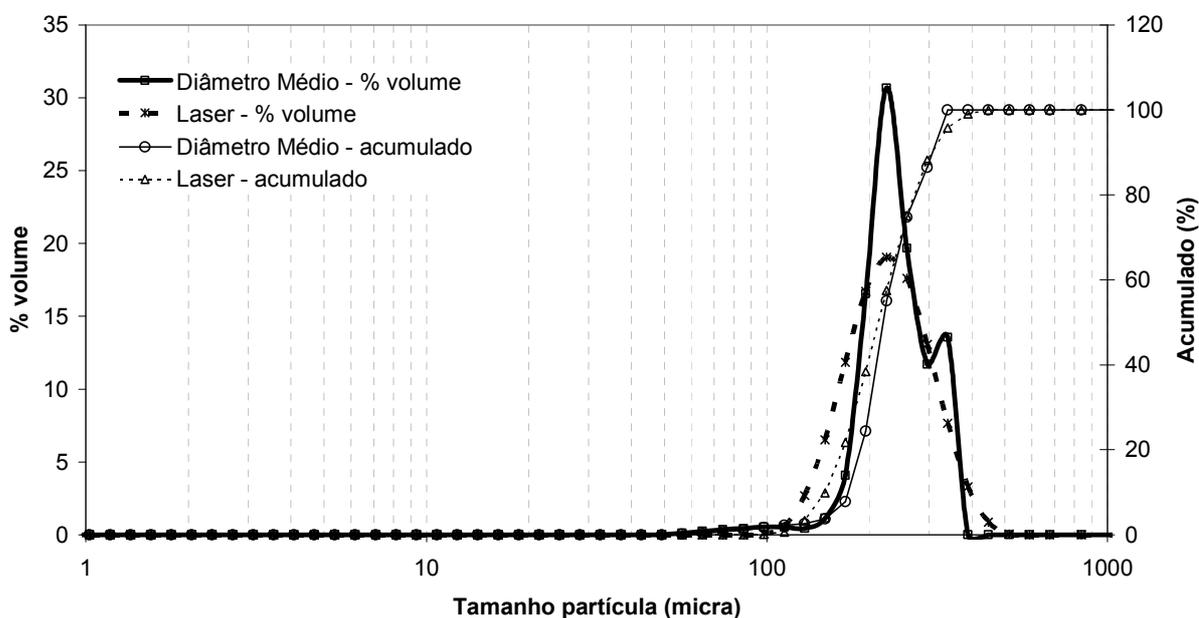


Figura 5.33 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 150-177 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Diâmetro médio”.

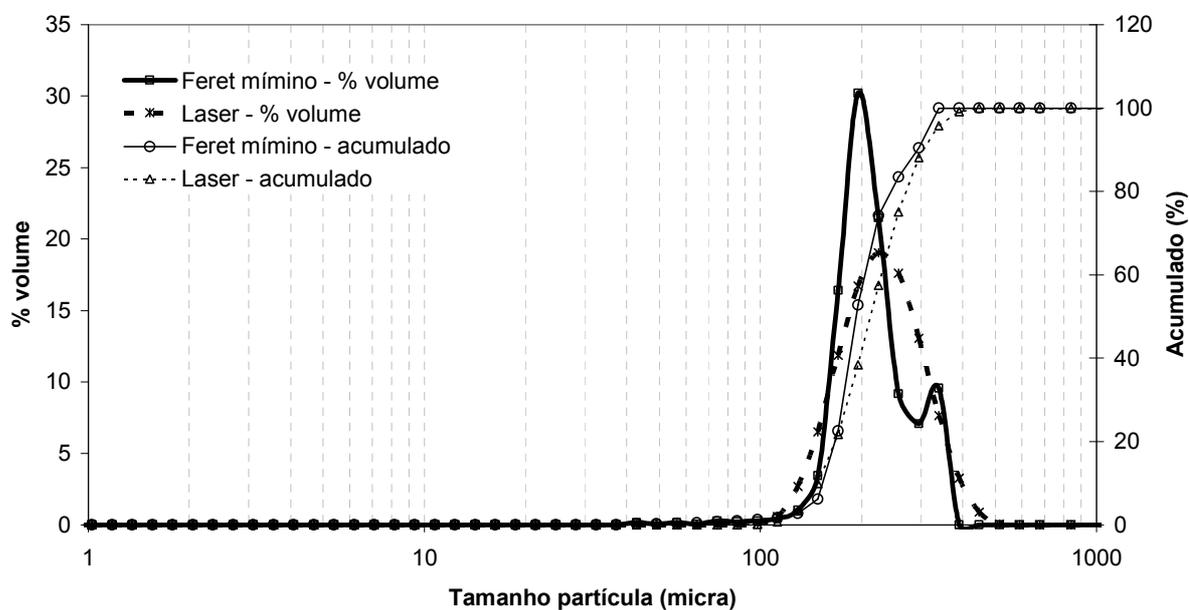


Figura 5.34 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 150-177 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Feret mínimo”.

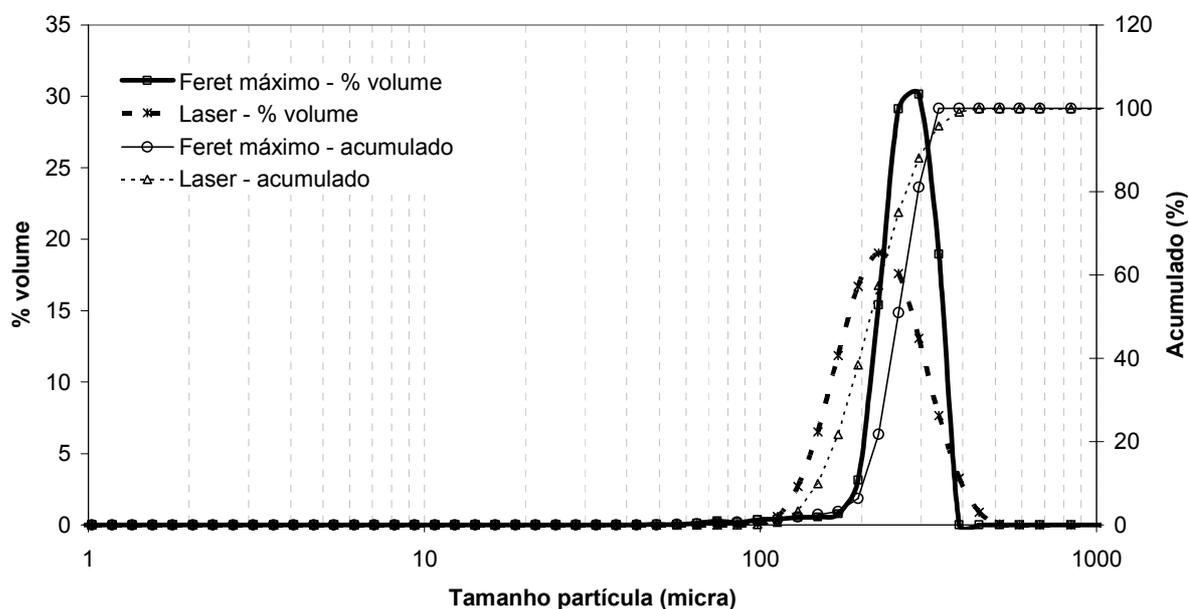


Figura 5.35 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 150-177 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Ferret máximo”.

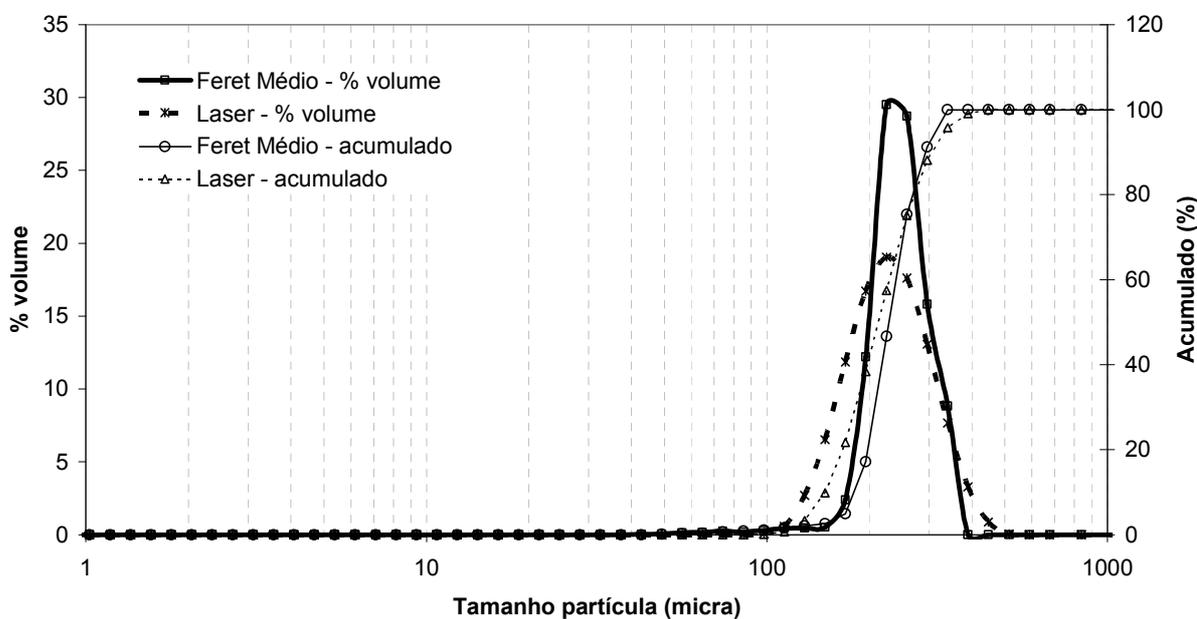


Figura 5.36 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 150-177 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Ferret médio”.

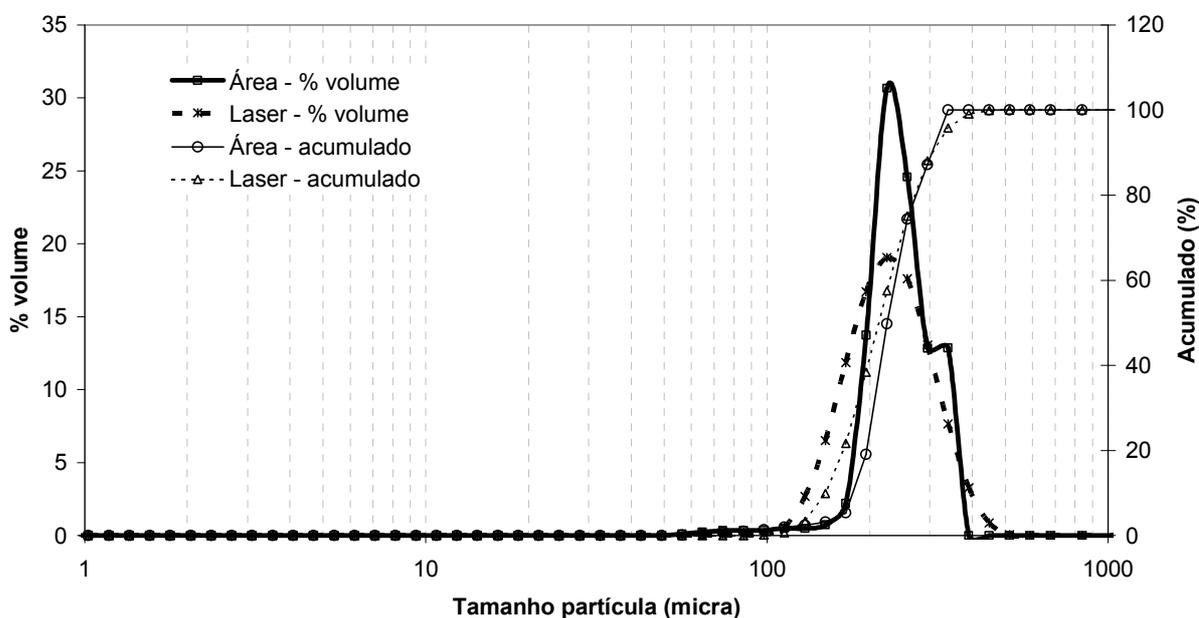


Figura 5.37 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 150-177 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Área”.

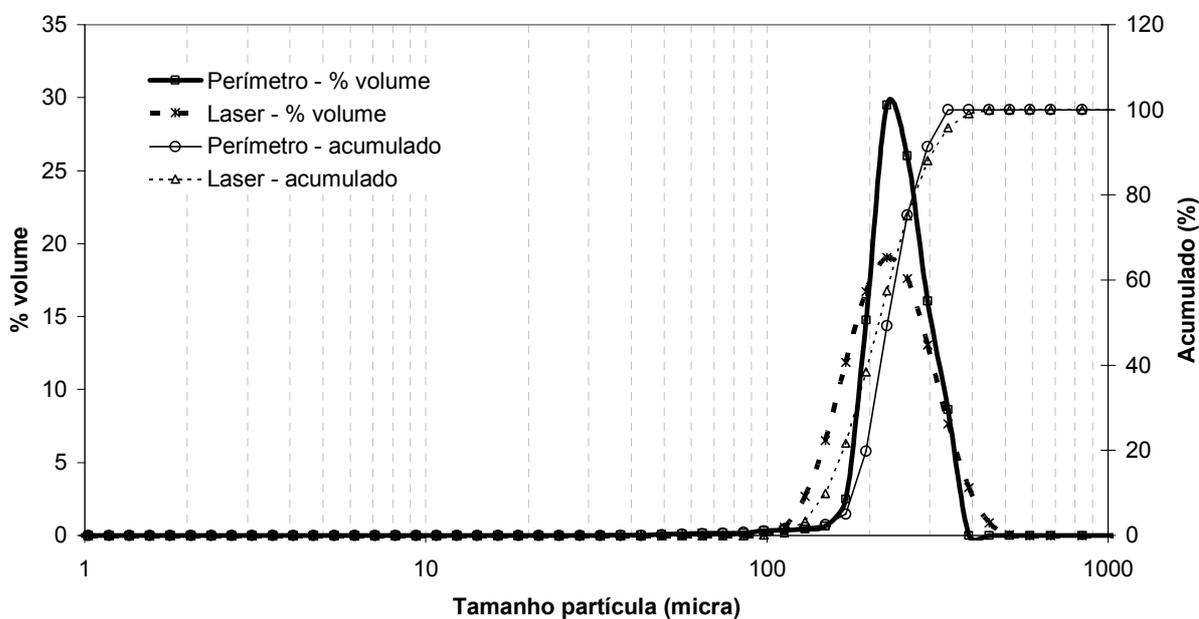


Figura 5.38 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 150-177 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Perímetro”.

Tabela 5.5 – Distribuição granulométrica das amostras na faixa de 150-177 micra, por difração de raios-laser e análise de imagem.

Técnica de determinação	$d_{(0,1)}$ (micra)	$d_{(0,5)}$ (micra)	$d_{(0,9)}$ (micra)	$d_{(4,3)}$ (micra)	“Span”
Difração de laser	138,33	197,98	282,81	205,49	0,729771
Microscopia óptica – diâmetro mínimo	129,35	167,97	211,12	179,73	0,486813
Microscopia óptica – diâmetro máximo	197,76	253,22	316,26	269,67	0,467973
Microscopia óptica – diâmetro médio	173,52	219,64	307,32	243,69	0,609179
Microscopia óptica – Feret mínimo	153,42	193,16	293,38	219,89	0,724581
Microscopia óptica – Feret máximo	202,29	256,64	316,53	273,38	0,445137
Microscopia óptica – Feret médio	180,69	228,29	292,98	247,58	0,491874
Microscopia óptica – Área	178,72	225,33	292,57	245,94	0,505259
Microscopia óptica – Perímetro	178,80	224,78	305,58	247,77	0,564018

$d_{(4,3)}$: Diâmetro médio em volume.

$d_{(v,0,1)}$: Diâmetro da partícula correspondente a 10% da distribuição acumulada.

$d_{(v,0,5)}$: Diâmetro da partícula correspondente a 50% da distribuição acumulada.

$d_{(v,0,9)}$: Diâmetro de partícula correspondente a 90% da distribuição acumulada.

5.3.4 – Resultados das distribuições das partículas na faixa de 212 a 250 micra por análise de imagem.

As representações gráficas das distribuições granulométricas dos sólidos obtidas pela técnica de análise de imagem estão apresentadas nas Figuras 5.39 a 5.46, correspondentes aos resultados obtidos considerando as extensões, diâmetro mínimo, diâmetro máximo, diâmetro médio, Feret mínimo, Feret máximo, Feret médio, área e perímetro, respectivamente.

A Tabela 5.6 apresenta os diâmetros médios das distribuições obtidas.

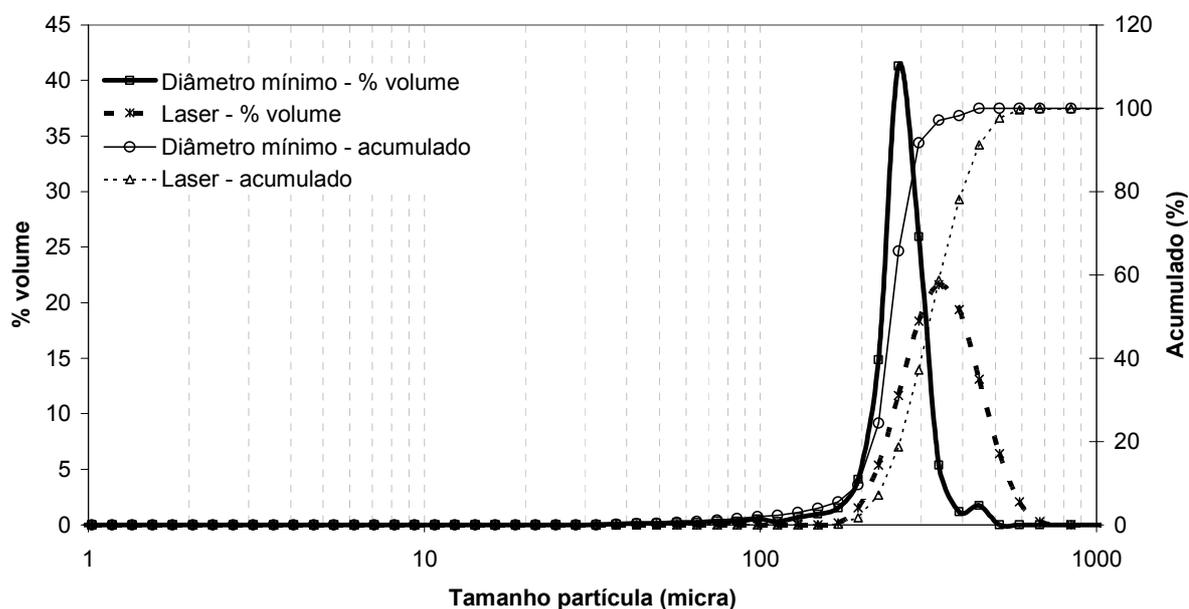


Figura 5.39 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 212-250 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Diâmetro mínimo”.

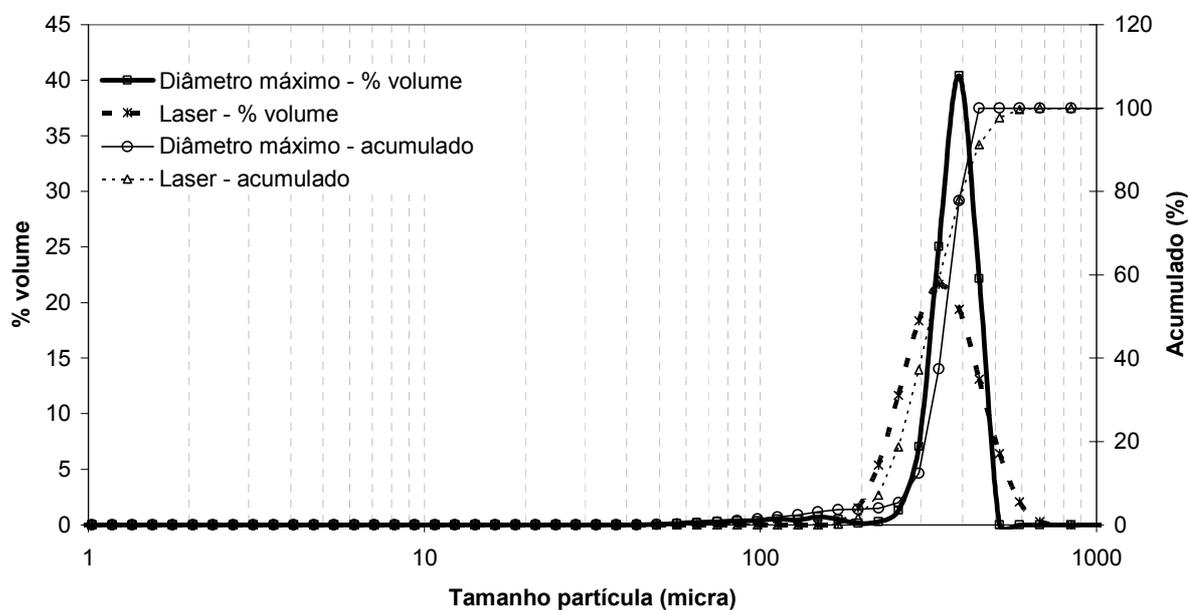


Figura 5.40 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 212-250 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Diâmetro máximo”.

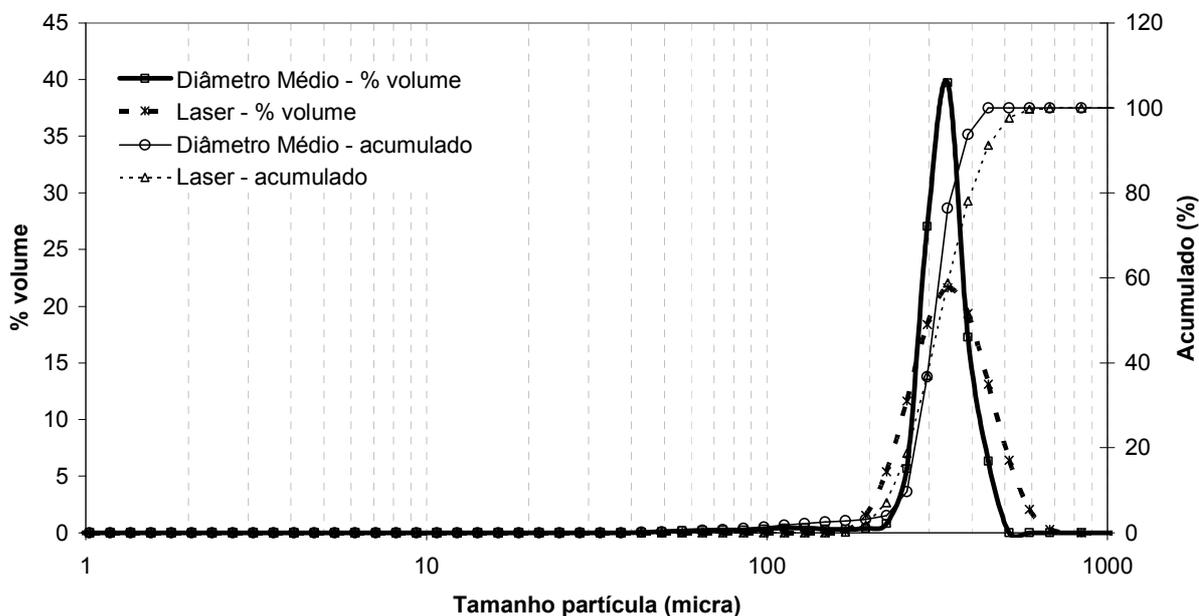


Figura 5.41 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 212-250 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando-se a extensão “Diâmetro médio”.

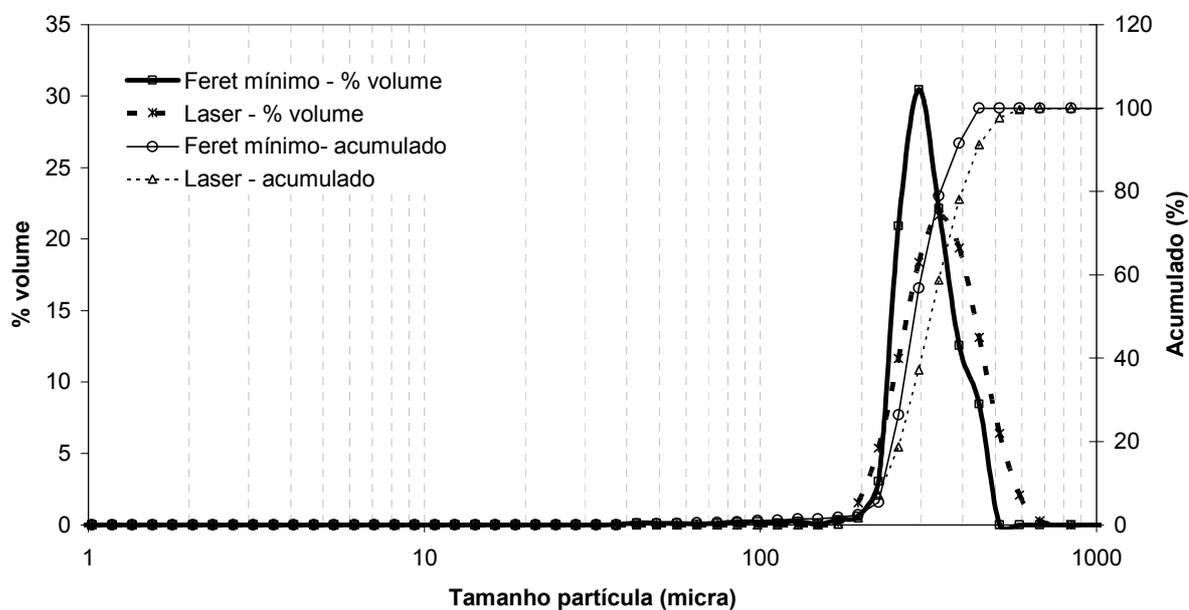


Figura 5.42 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 212-250 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Ferret mínimo”.

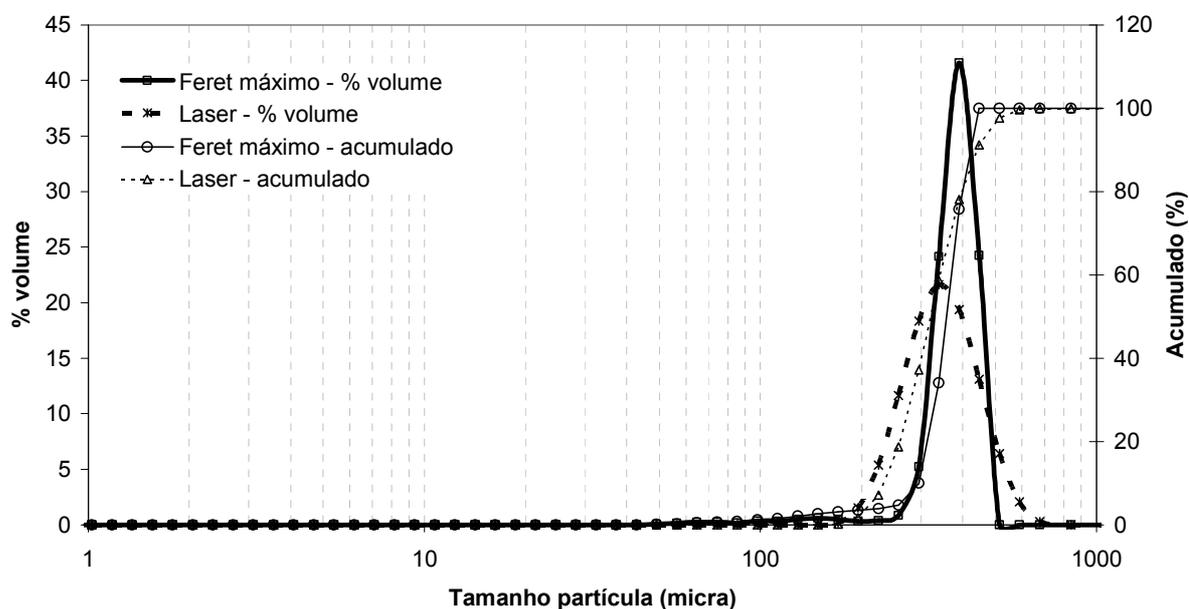


Figura 5.43 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 212-250 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Feret máximo”.

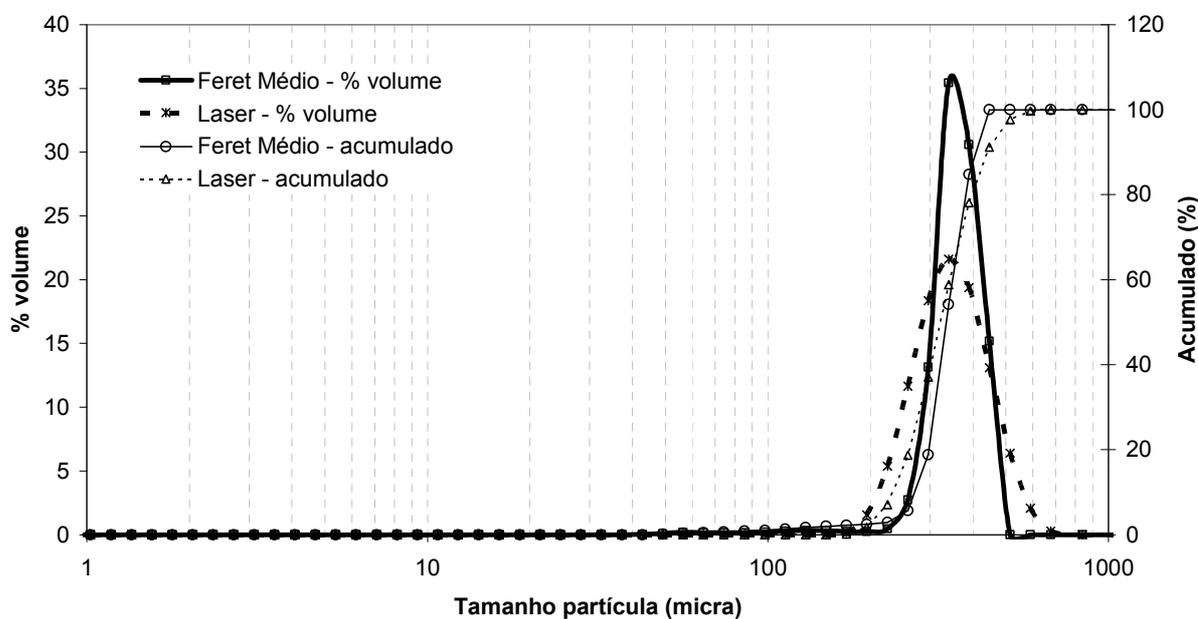


Figura 5.44 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 212-250 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Feret médio”.

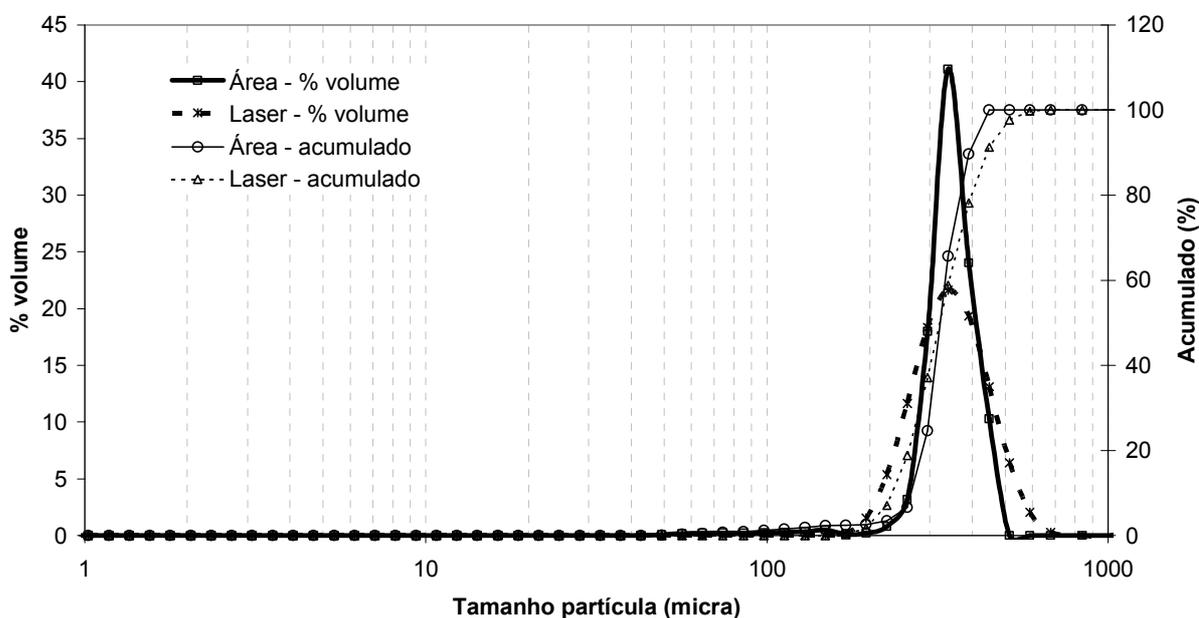


Figura 5.45 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 212-250 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Área”.

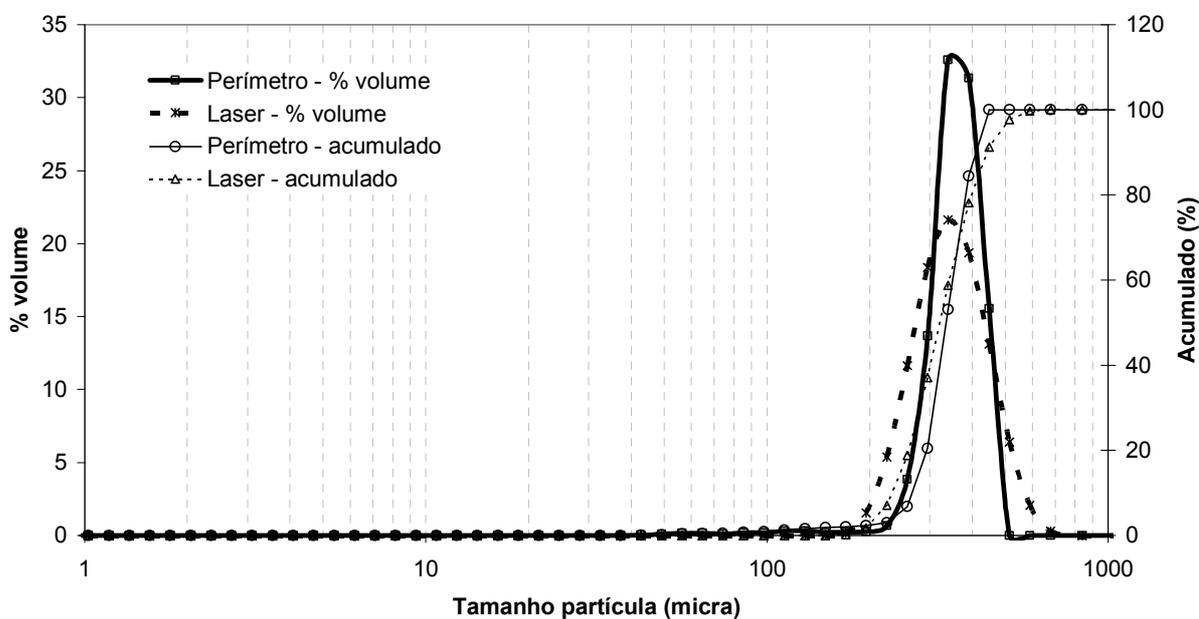


Figura 5.46 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 212-250 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Perímetro”.

Tabela 5.6 – Distribuição granulométrica das amostras na faixa de 212-250 micra, por difração de raios-laser e análise de imagem.

Técnica de determinação	$d_{(0,1)}$ (micra)	$d_{(0,5)}$ (micra)	$d_{(0,9)}$ (micra)	$d_{(4,3)}$ (micra)	“Span”
Difração de laser	218,15	299,15	409,87	308,13	0,64088
Microscopia óptica – diâmetro mínimo	196,23	244,96	293,34	261,94	0,39643
Microscopia óptica – diâmetro máximo	282,97	355,33	421,69	371,28	0,3904
Microscopia óptica – diâmetro médio	258,16	310,52	379,22	330,69	0,38986
Microscopia óptica – Feret mínimo	231,63	287,24	383,77	315,96	0,52966
Microscopia óptica – Feret máximo	295,86	358,84	423,94	375,87	0,35693
Microscopia óptica – Feret médio	270,25	334,40	409,68	357,45	0,41696
Microscopia óptica – Área	266,50	335,48	410,61	357,17	0,42956
Microscopia óptica – Perímetro	264,87	322,92	391,55	345,49	0,3923

$d_{(4,3)}$: Diâmetro médio em volume.

$d_{(v,0,1)}$: Diâmetro da partícula correspondente a 10% da distribuição acumulada.

$d_{(v,0,5)}$: Diâmetro da partícula correspondente a 50% da distribuição acumulada.

$d_{(v,0,9)}$: Diâmetro de partícula correspondente a 90% da distribuição acumulada.

5.3.5 – Resultados das distribuições das partículas na faixa de 297 a 350 micra por análise de imagem.

As representações gráficas das distribuições granulométricas dos sólidos obtidas pela técnica de análise de imagem estão apresentadas nas Figuras 5.47 a 5.54, correspondentes aos resultados obtidos considerando-se as extensões, diâmetro mínimo, diâmetro máximo, diâmetro médio, Feret mínimo, Feret máximo, Feret médio, área e perímetro, respectivamente.

A Tabela 5.7 apresenta os diâmetros médios das distribuições obtidas.

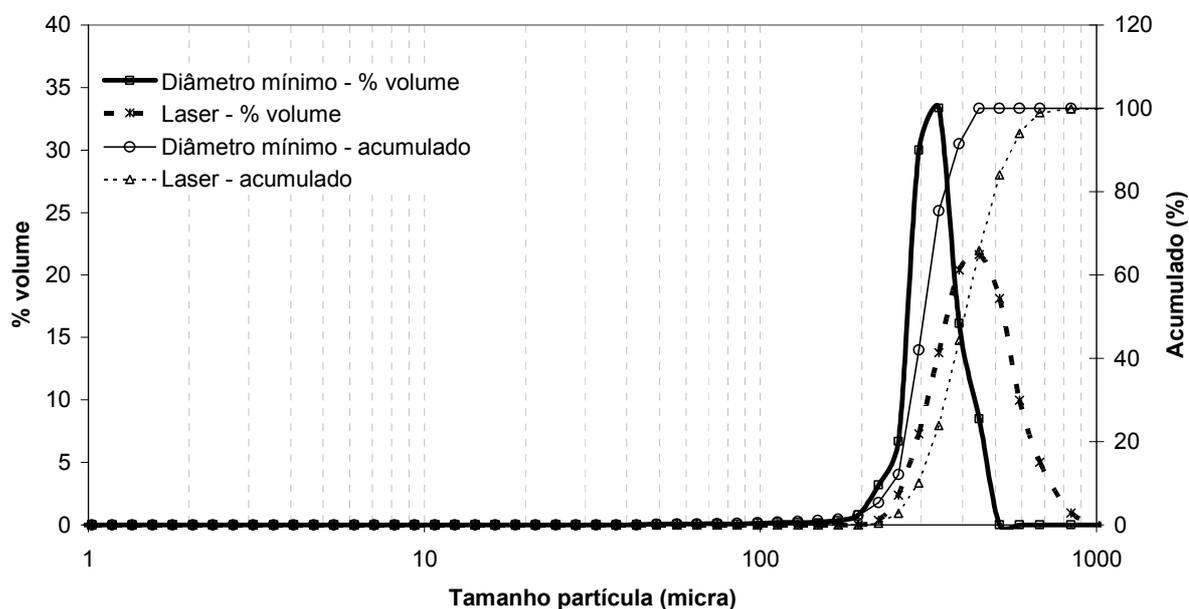


Figura 5.47 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 297-350 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Diâmetro mínimo”.

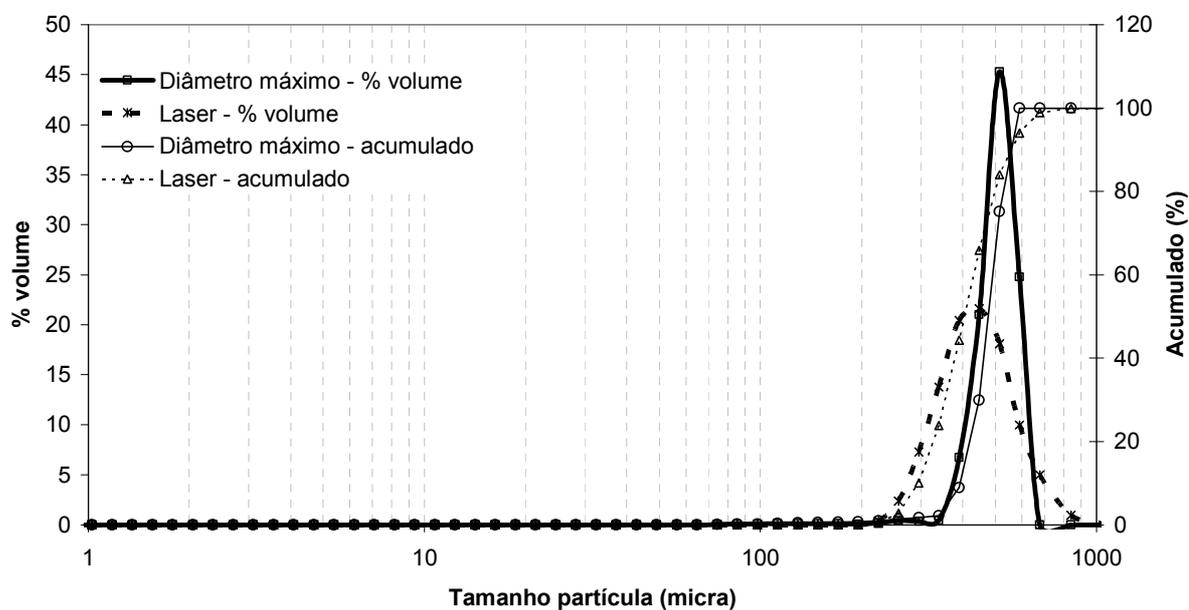


Figura 5.48 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 297-350 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Diâmetro máximo”.

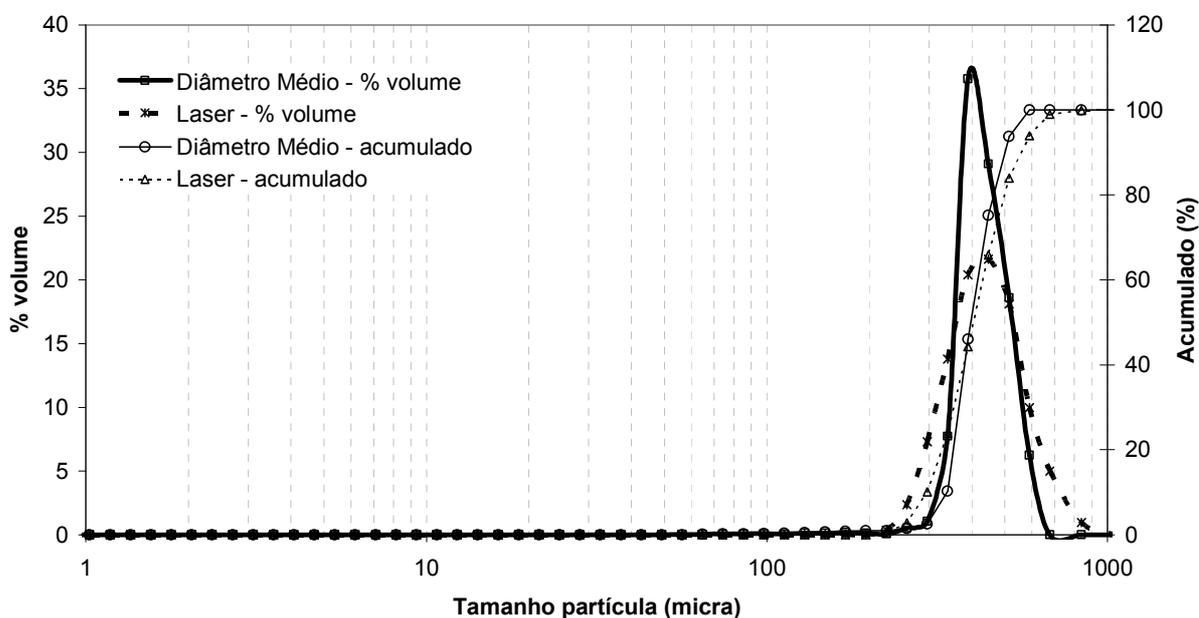


Figura 5.49 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 297-350 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Diâmetro médio”.

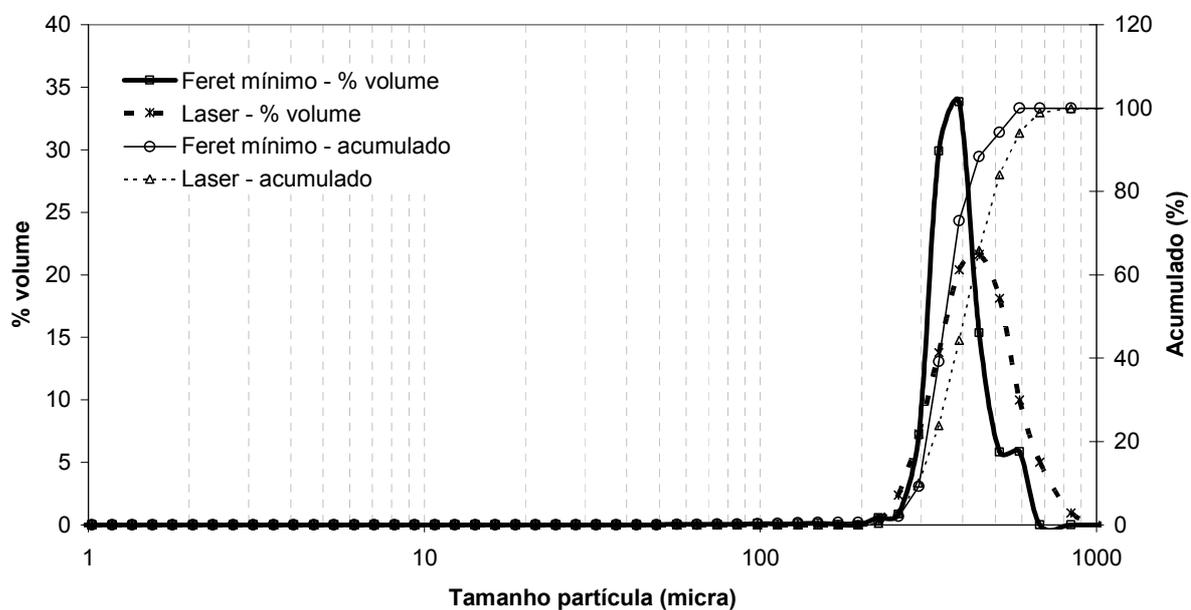


Figura 5.50 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 297-350 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Feret mínimo”.

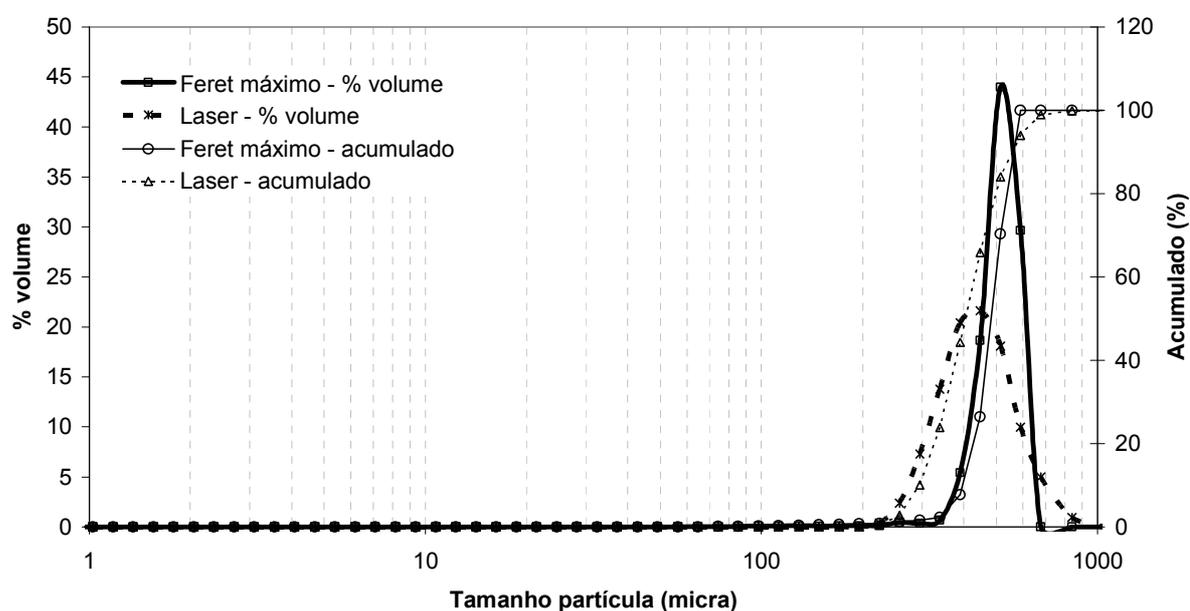


Figura 5.51 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 297-350 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Feret máximo”.

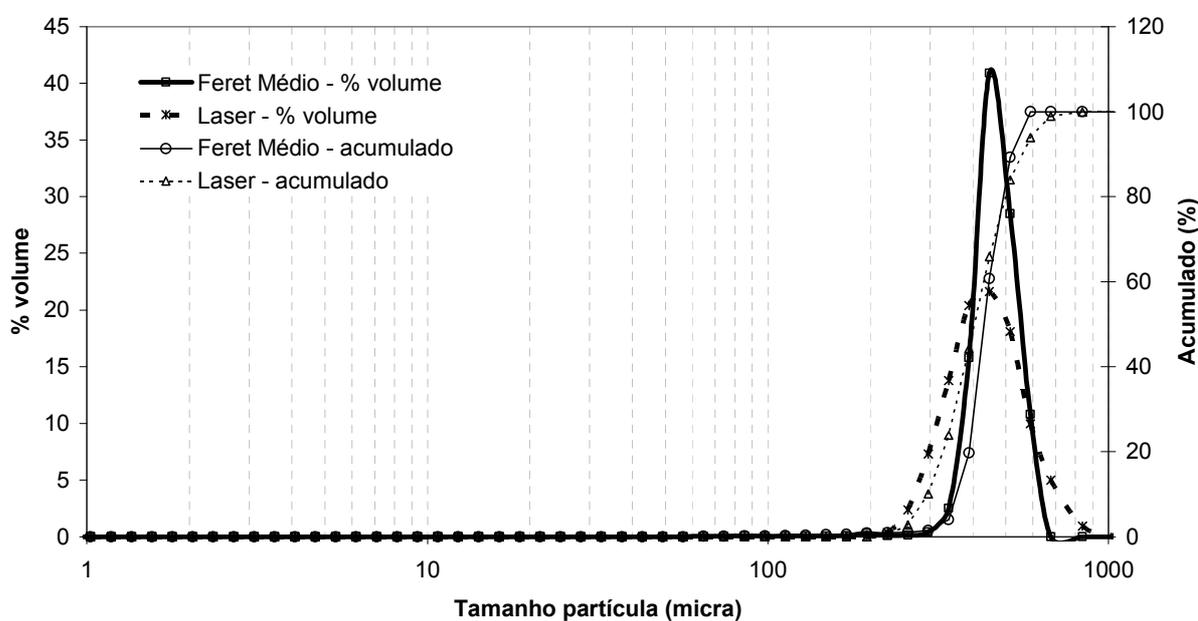


Figura 5.52 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 297-350 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Feret médio”.

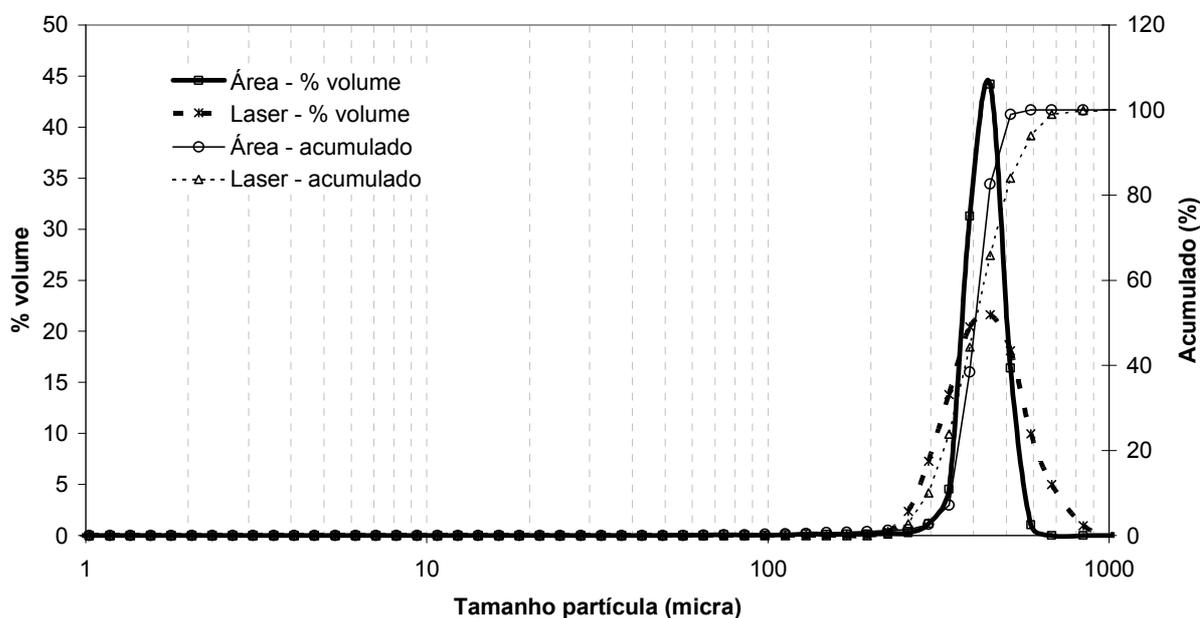


Figura 5.53 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 297-350 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Área”.

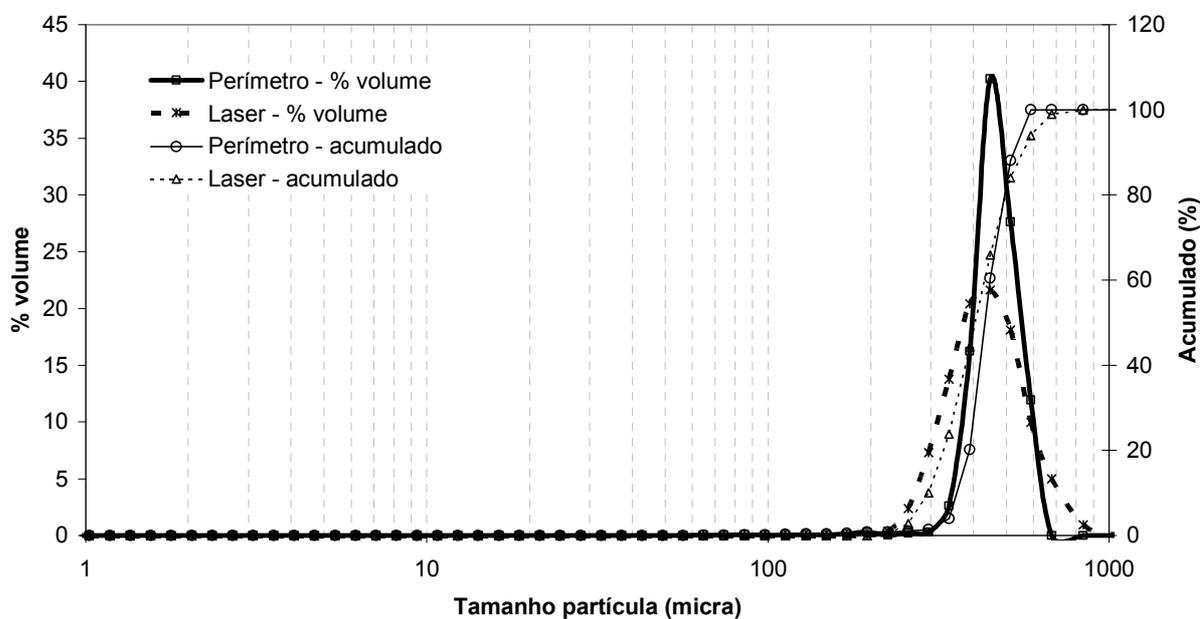


Figura 5.54 – Representações gráficas das distribuições granulométricas das partículas na faixa de 297-350 micra, obtidas por difração de raios-laser e microscopia óptica considerando a extensão “Perímetro”.

Tabela 5.7 – Distribuição granulométrica das amostras na faixa de 297-350 micra, por difração de raios-laser e análise de imagem.

Técnica de determinação	$d_{(0,1)}$ (micra)	$d_{(0,5)}$ (micra)	$d_{(0,9)}$ (micra)	$d_{(4,3)}$ (micra)	“Span”
Difração a laser	275,16	376,48	513,39	387,41	0,63278
Microscopia óptica – diâmetro mínimo	247,56	306,31	385,27	330,52	0,44958
Microscopia óptica – diâmetro máximo	393,02	477,18	559,54	504,59	0,34897
Microscopia óptica – diâmetro médio	339,25	397,82	500,71	434,35	0,40586
Microscopia óptica – Feret mínimo	296,96	355,83	466,90	392,20	0,47759
Microscopia óptica – Feret máximo	396,99	483,40	564,57	511,43	0,34667
Microscopia óptica – Feret médio	358,75	432,62	519,62	466,55	0,37185
Microscopia óptica – Área	358,30	432,75	526,48	467,47	0,38863
Microscopia óptica – Perímetro	344,28	405,14	477,77	431,40	0,32949

$d_{(4,3)}$: Diâmetro médio em volume.

$d_{(v,0,1)}$: Diâmetro da partícula correspondente a 10% da distribuição acumulada.

$d_{(v,0,5)}$: Diâmetro da partícula correspondente a 50% da distribuição acumulada.

$d_{(v,0,9)}$: Diâmetro de partícula correspondente a 90% da distribuição acumulada.

5.4 – Comparação entre os resultados obtidos por análise de imagem e os resultados obtidos por difração de raios-laser

Os resultados obtidos por análise de imagem, considerando as extensões: diâmetro mínimo, diâmetro máximo, diâmetro médio, Feret mínimo, Feret máximo, Feret médio, área e perímetro foram comparados, em todas as faixas estudadas (25-53; 106-125; 150-177; 212-250 e 297-350 micra), com os resultados obtidos por difração de raios-laser.

Para comparação dos resultados são apresentados graficamente os diâmetros médios ($d_{(4,3)}$) e as medianas ($d_{(0,5)}$) para cada extensão considerada, como também os desvios, expressos em porcentagens (Figuras 5.55 a 5.70). A Tabela 5.8, ao final, apresenta os resultados destas determinações.

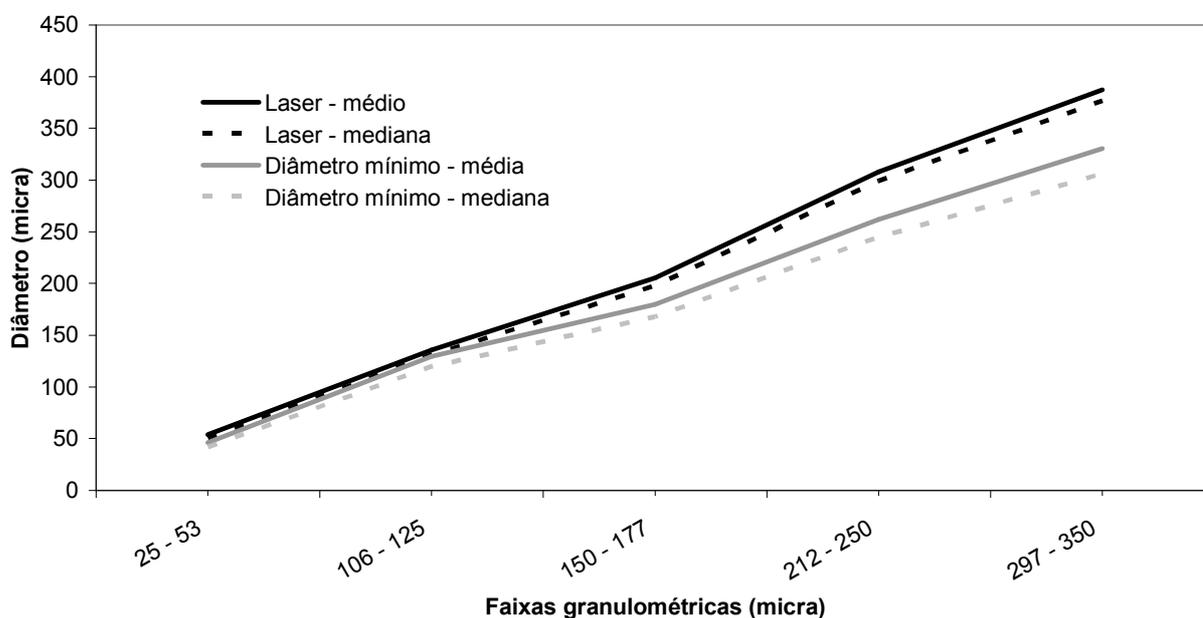


Figura 5.55 – Representações gráficas dos diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Diâmetro mínimo”, nas faixas compreendendo o intervalo 25-350 micra.

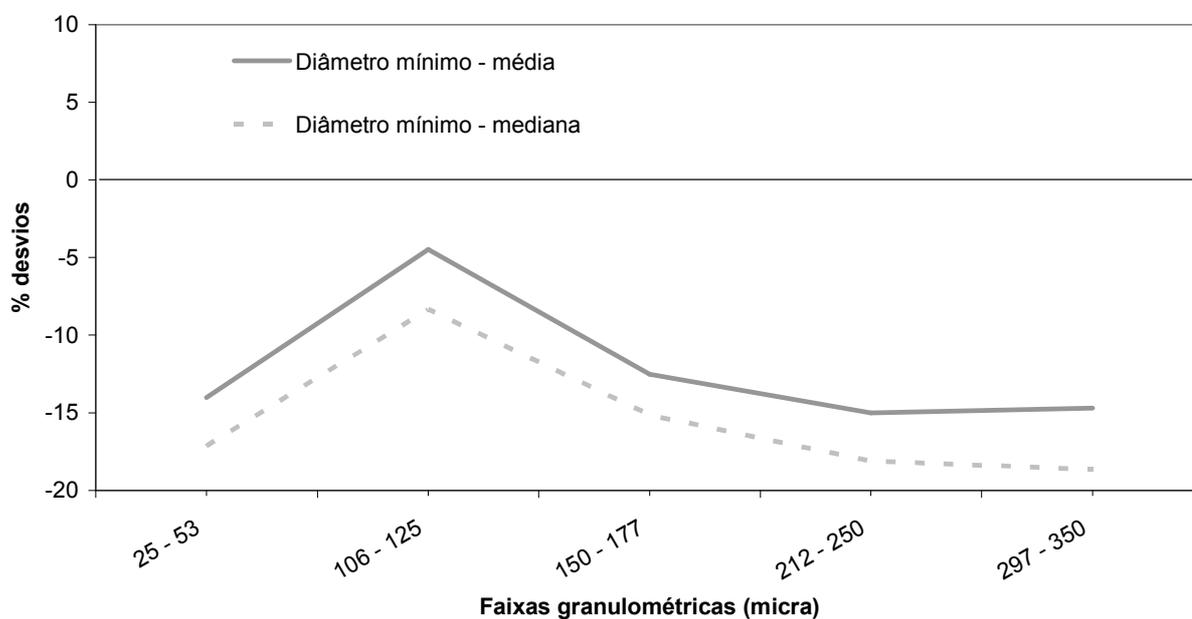


Figura 5.56 – Representações gráficas dos desvios percentuais entre diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Diâmetro mínimo”, nas faixas compreendendo o intervalo de 25-350 micra.

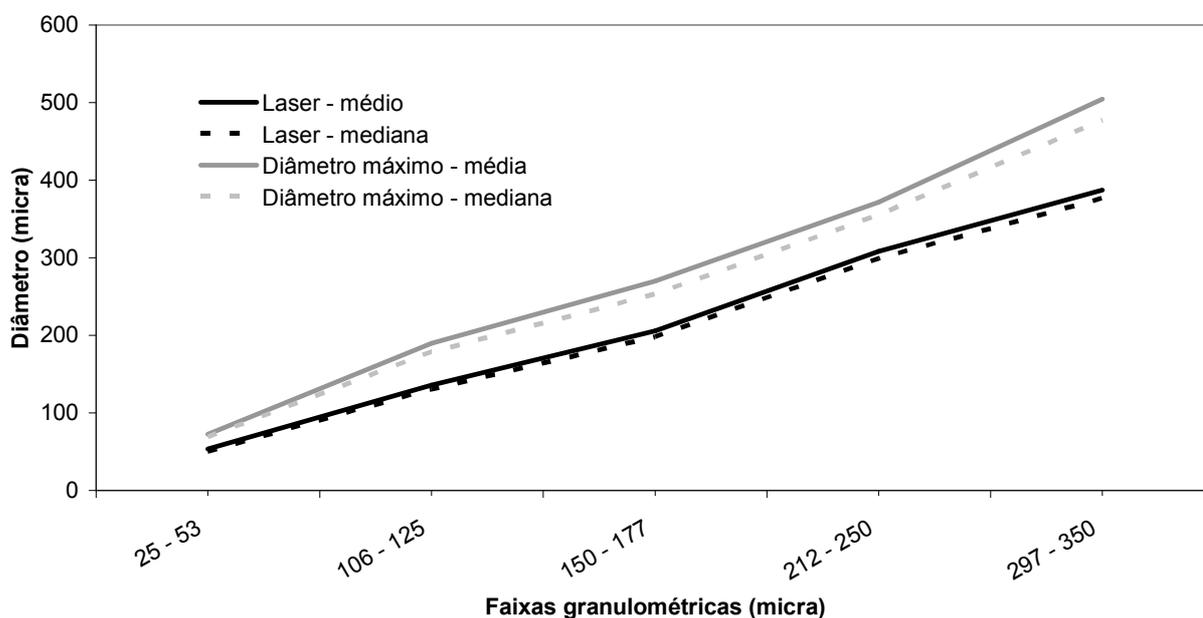


Figura 5.57 – Representações gráficas dos diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Diâmetro máximo”, nas faixas compreendendo o intervalo 25-350 micra.

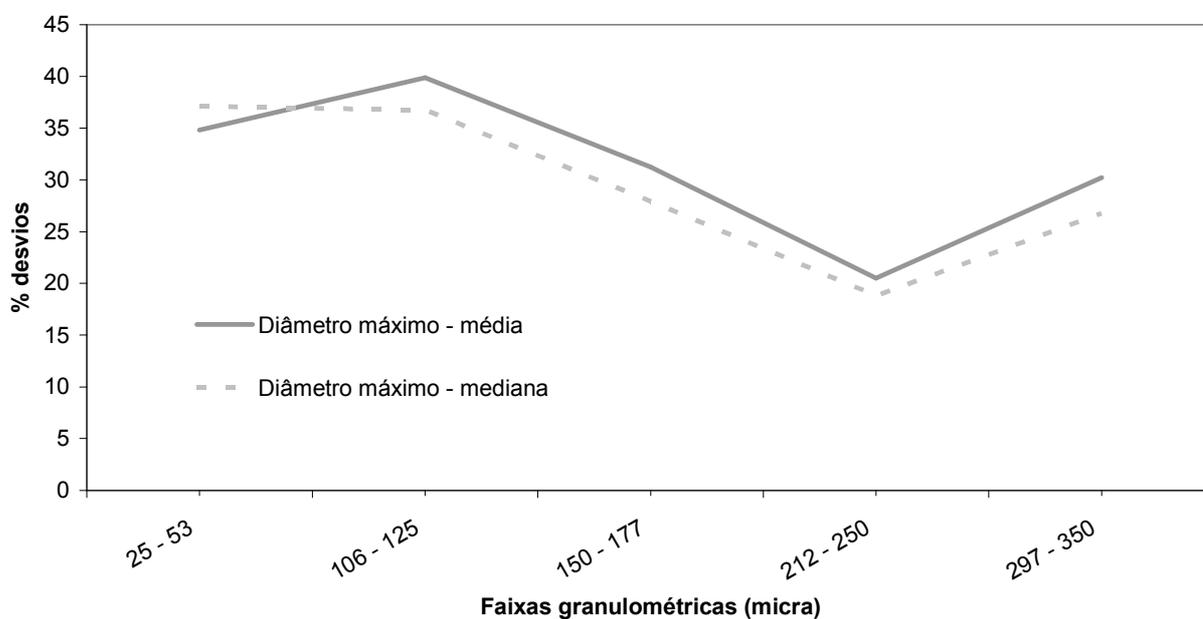


Figura 5.58 – Representações gráficas dos desvios percentuais entre diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Diâmetro máximo”, nas faixas compreendendo o intervalo de 25-350 micra.

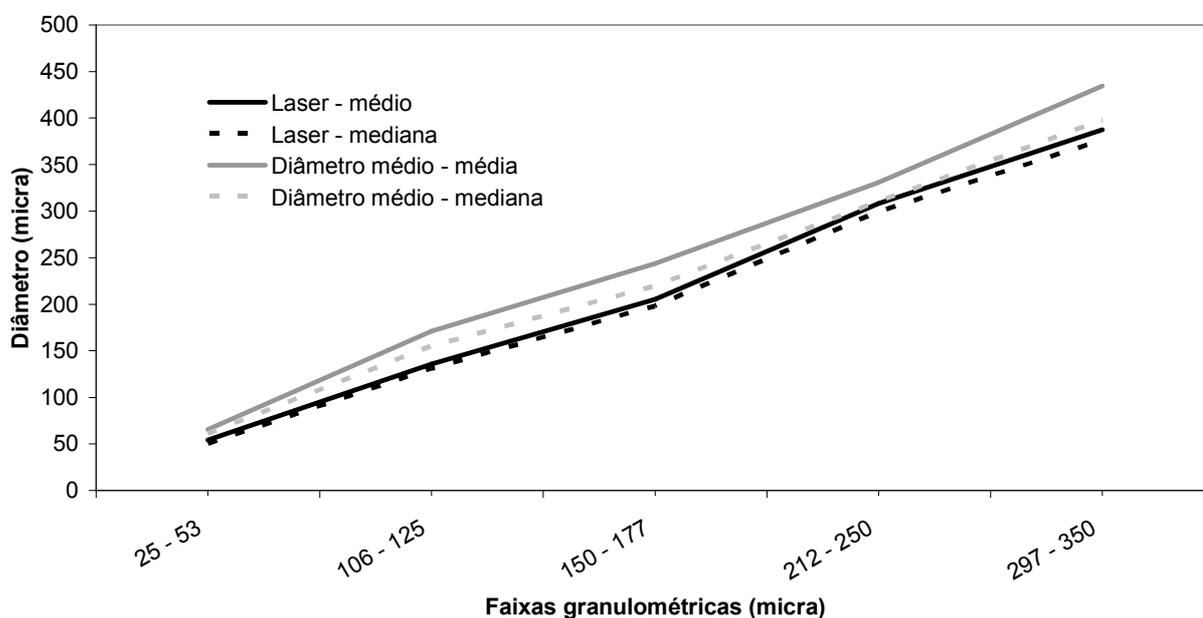


Figura 5.59 – Representações gráficas dos diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Diâmetro médio”, nas faixas compreendendo o intervalo 25-350 micra.

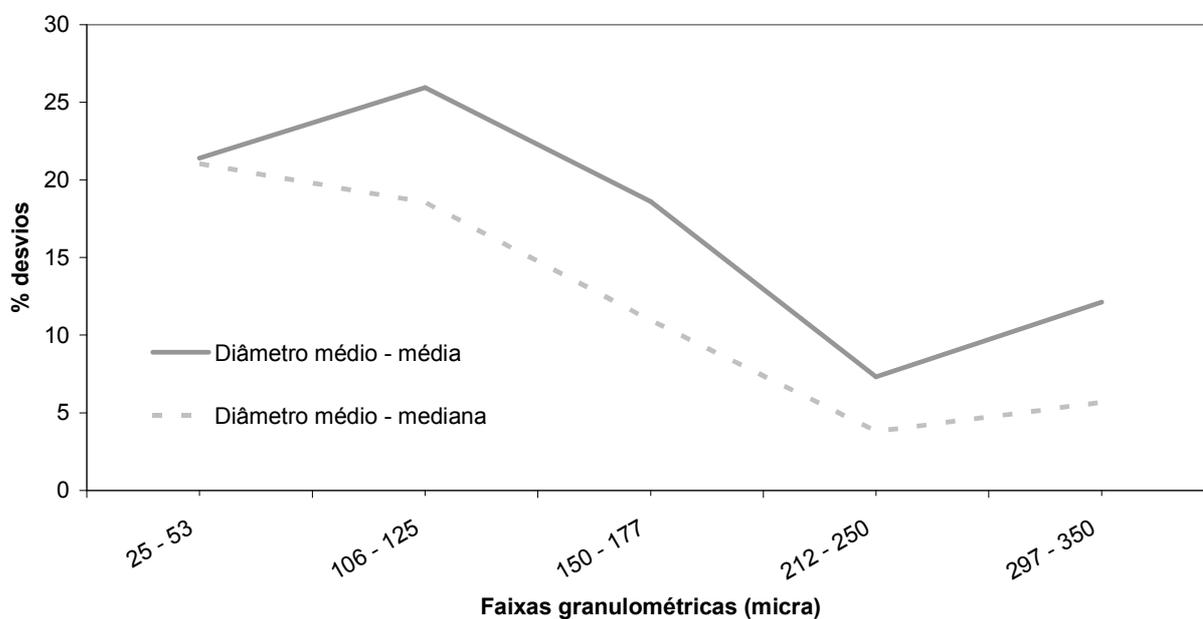


Figura 5.60 – Representações gráficas dos desvios percentuais entre diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Diâmetro médio”, nas faixas compreendendo o intervalo de 25-350 micra.

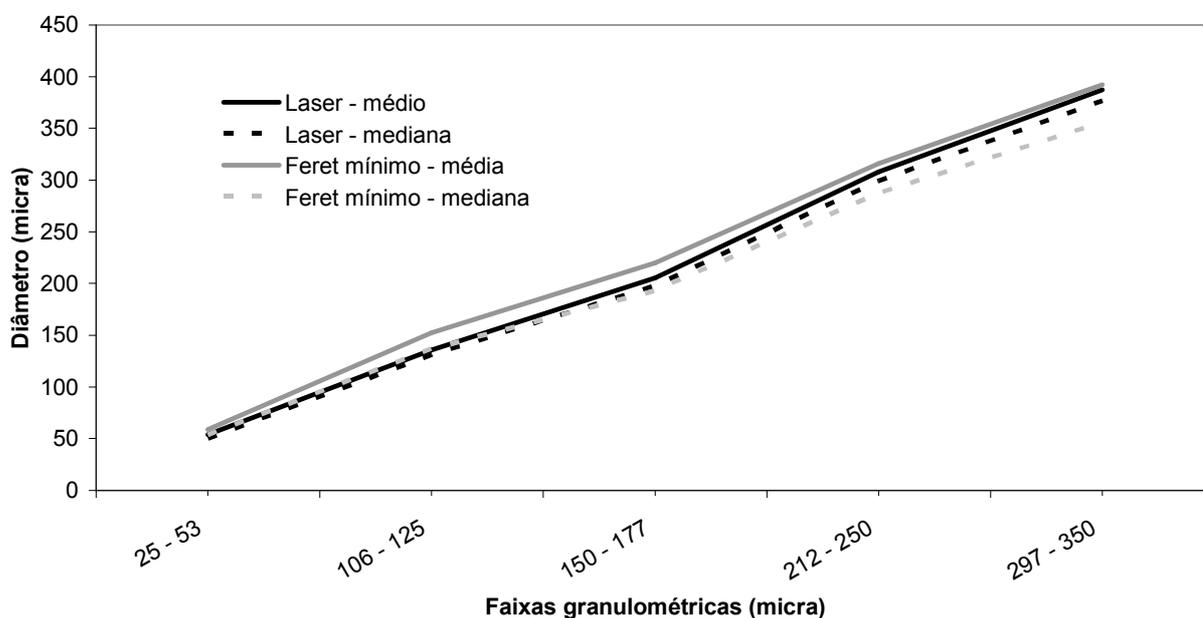


Figura 5.61 – Representações gráficas dos diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Ferret mínimo”, nas faixas compreendendo o intervalo 25-350 micra.

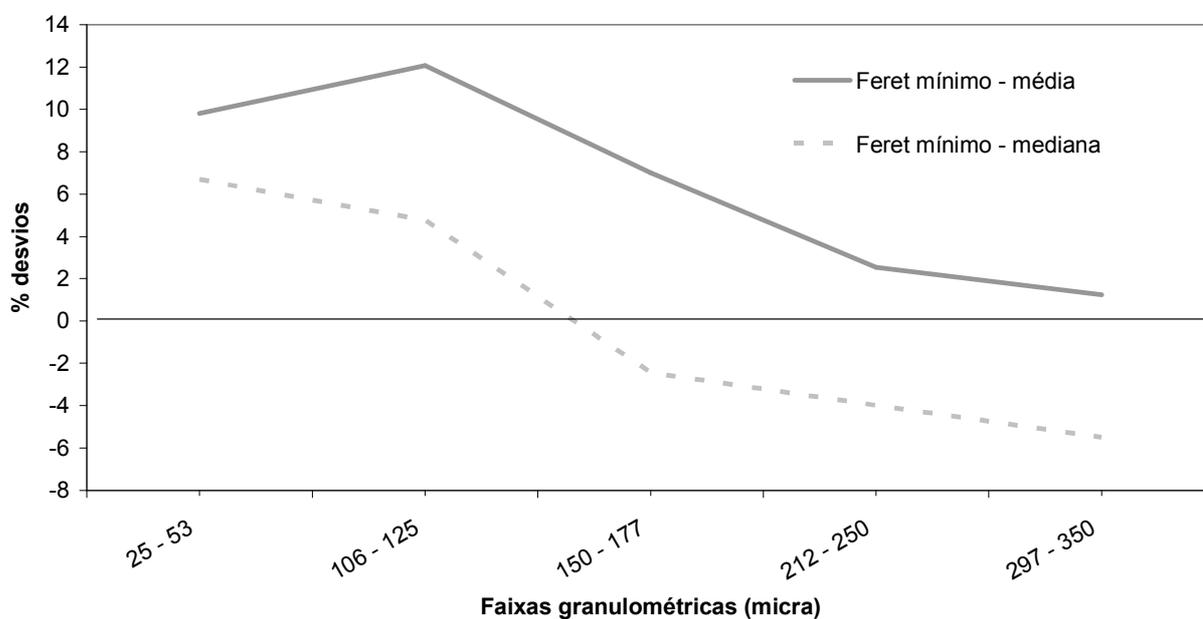


Figura 5.62 – Representações gráficas dos desvios percentuais entre diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Ferret mínimo”, nas faixas compreendendo o intervalo de 25-350 micra.

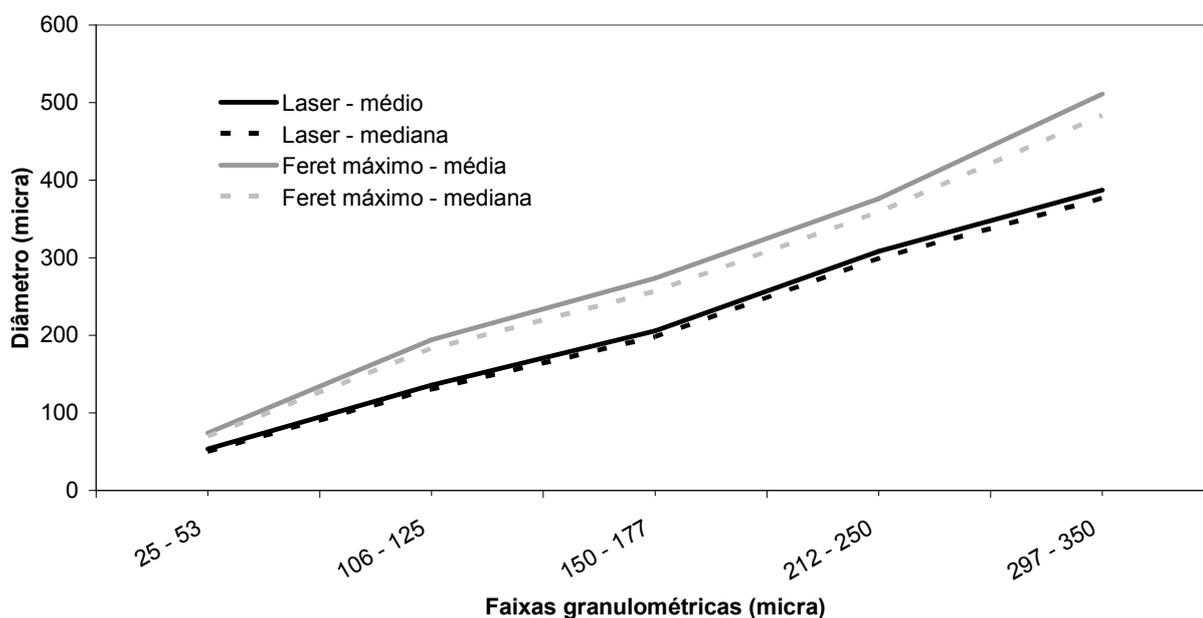


Figura 5.63 – Representações gráficas dos diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Ferret máximo”, nas faixas compreendendo o intervalo 25-350 micra.

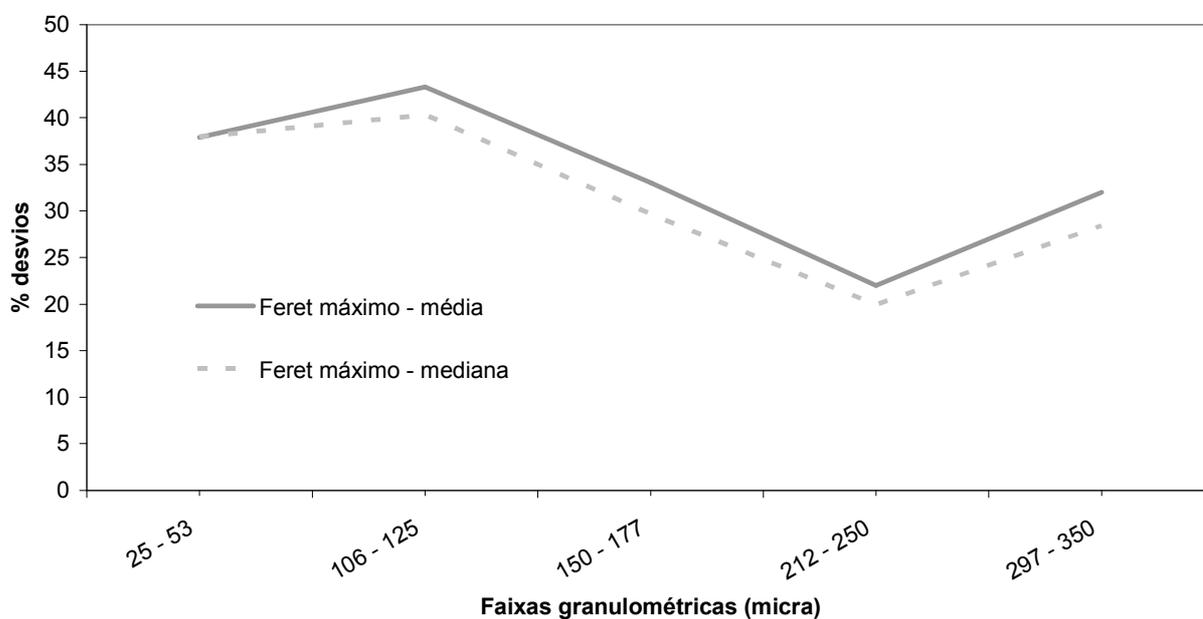


Figura 5.64 – Representações gráficas dos desvios percentuais entre diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Ferret máximo”, nas faixas compreendendo o intervalo de 25-350 micra.

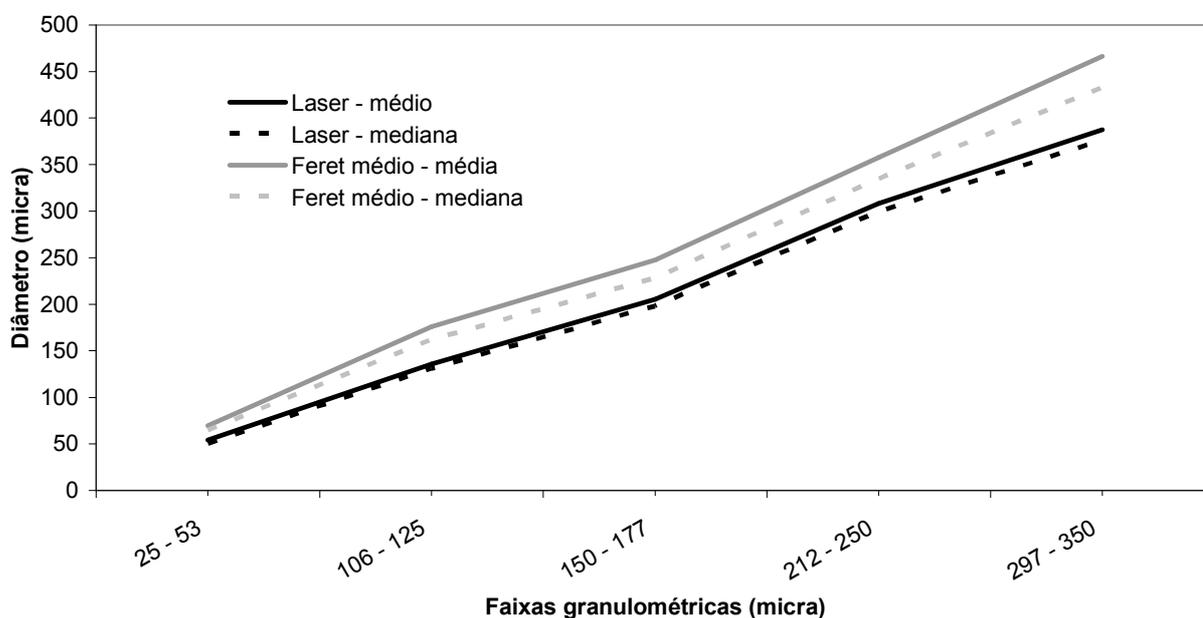


Figura 5.65 – Representações gráficas dos diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Ferret médio”, nas faixas compreendendo o intervalo 25-350 micra.

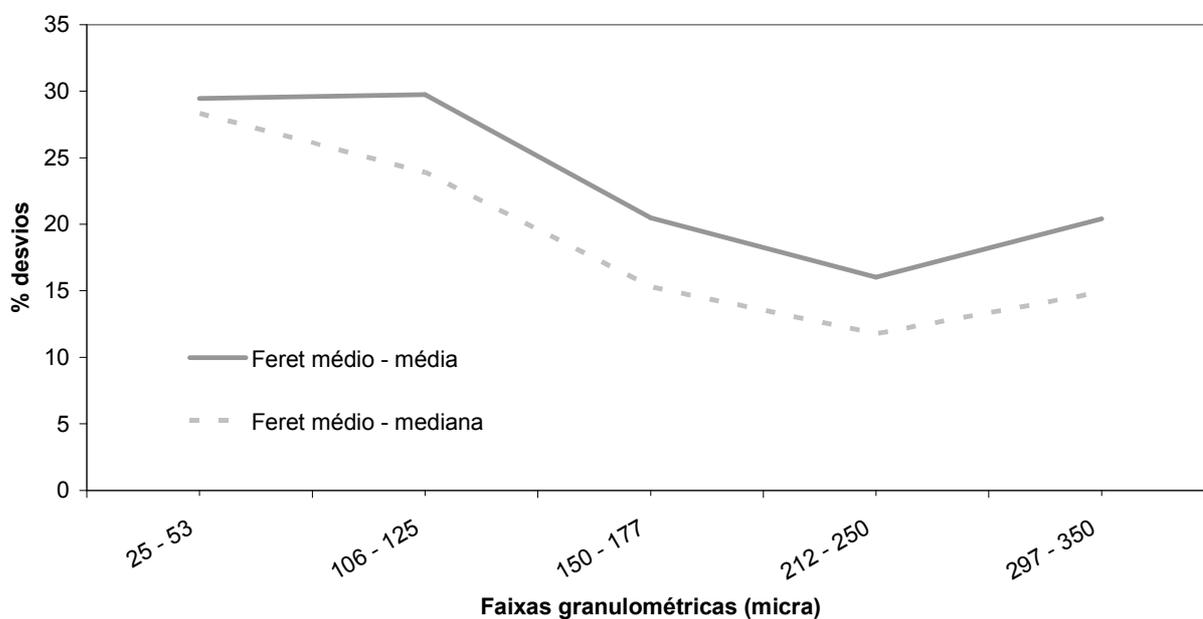


Figura 5.66 – Representações gráficas dos desvios percentuais entre diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Ferret médio”, nas faixas compreendendo o intervalo de 25-350 micra.

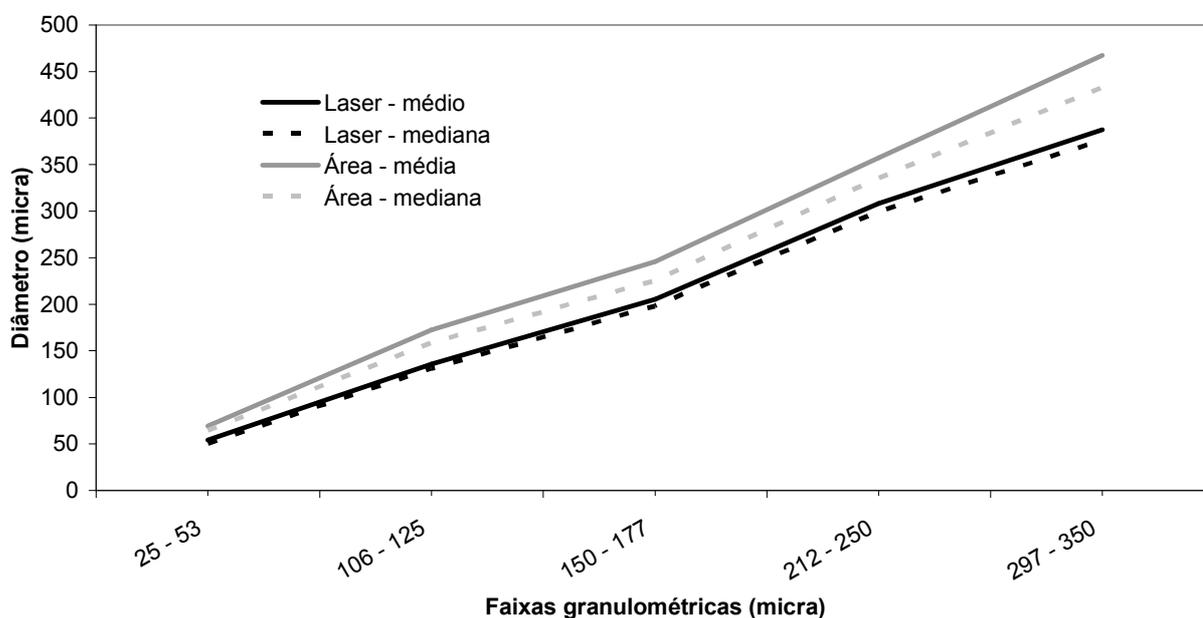


Figura 5.67 – Representações gráficas dos diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Área”, nas faixas compreendendo o intervalo 25-350 micra.

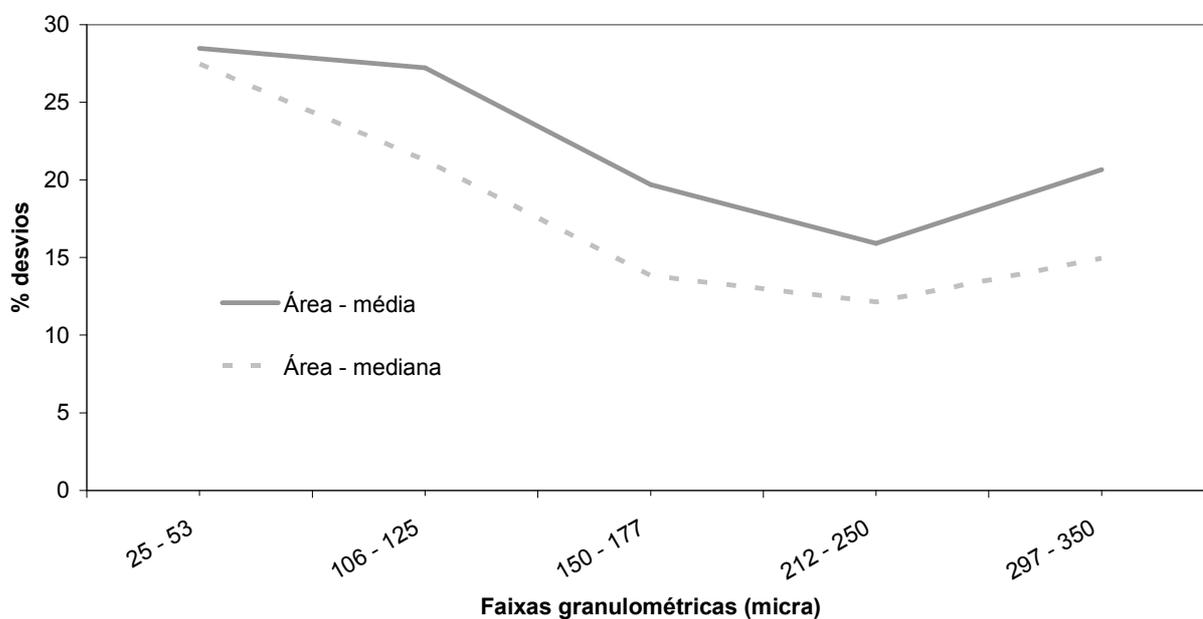


Figura 5.68 – Representações gráficas dos desvios percentuais entre diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Área”, nas faixas compreendendo o intervalo de 25-350 micra.

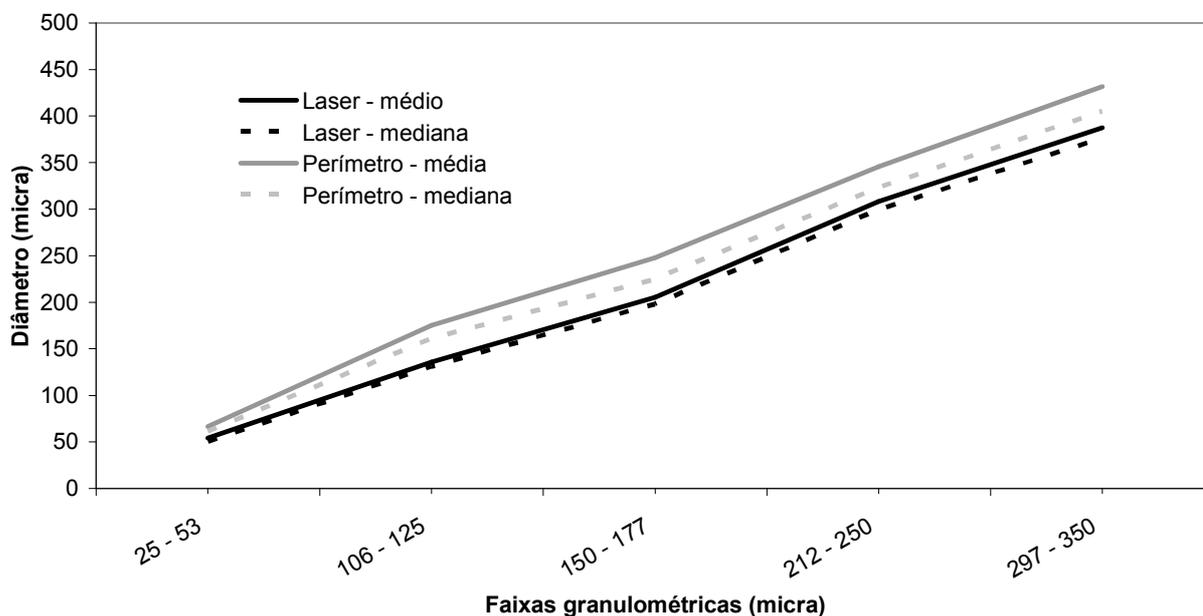


Figura 5.69 – Representações gráficas dos diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Perímetro”, nas faixas compreendendo o intervalo 25-350 micra.

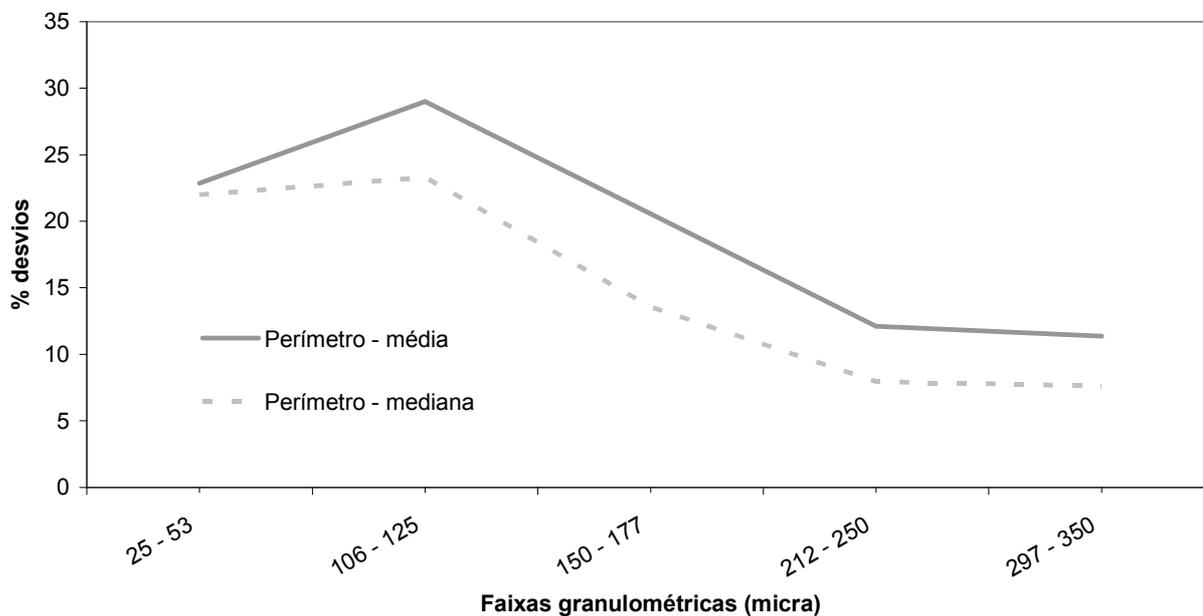


Figura 5.70 – Representações gráficas dos desvios percentuais entre diâmetros médios e medianas determinados por difração de laser e por microscopia óptica, considerando a extensão “Perímetro”, nas faixas compreendendo o intervalo de 25-350 micra.

Tabela 5.8 – Resultados dos diâmetros médios e medianas das faixas de tamanho de partículas consideradas, em todas as extensões de medidas analisadas por microscopia óptica e seus respectivos percentuais de desvios.

Faixa (micra)	Laser (d_(4,3))	Laser (d_(0,5))	Extensão	Extensão (d_(4,3))	Desvios d_(4,3) (%)	Extensão (d_(0,5))	Desvios d_(0,5) (%)
25 - 53	53,82	50,26	Diâmetro mínimo	46,27	-14,03	41,64	-17,15
106 - 125	135,81	130,74		129,71	-4,49	119,84	-8,34
150 - 177	205,49	197,98		179,73	-12,54	167,97	-15,16
212 - 250	308,13	299,15		261,94	-14,99	244,96	-18,11
297 - 350	387,41	376,48		330,52	-14,68	306,31	-18,64
25 - 53	53,82	50,26	Diâmetro máximo	72,57	34,84	68,91	37,11
106 - 125	135,81	130,74		189,94	39,86	178,77	36,74
150 - 177	205,49	197,98		269,67	31,23	253,22	27,90
212 - 250	308,13	299,15		371,28	20,49	355,33	18,78
297 - 350	387,41	376,48		504,59	30,25	477,18	26,75
25 - 53	53,82	50,26	Diâmetro médio	65,34	21,40	60,84	21,05
106 - 125	135,81	130,74		171,06	25,96	155,00	18,56
150 - 177	205,49	197,98		243,69	18,59	219,64	10,94
212 - 250	308,13	299,15		330,69	7,32	310,52	3,80
297 - 350	387,41	376,48		434,35	12,12	397,82	5,67
25 - 53	53,82	50,26	Feret mínimo	59,10	9,81	53,62	6,69
106 - 125	135,81	130,74		152,20	12,07	136,95	4,75
150 - 177	205,49	197,98		219,89	7,01	193,16	-2,43
212 - 250	308,13	299,15		315,96	2,54	287,24	-3,98
297 - 350	387,41	376,48		392,20	1,24	355,83	-5,49

Continua

Tabela 5.8 – Resultados dos diâmetros médios e medianas das faixas de tamanho de partículas consideradas, em todas as extensões de medidas analisadas por microscopia óptica e seus respectivos percentuais de desvios – Continuação.

Faixa (micra)	Laser (d_(4,3))	Laser (d_(0,5))	Extensão	Extensão (d_(4,3))	Desvios d_(4,3) (%)	Extensão (d_(0,5))	Desvios d_(0,5) (%)
25 - 53	53,82	50,26	Feret máximo	74,20	37,87	69,34	37,96
106 - 125	135,81	130,74		194,63	43,31	183,41	40,29
150 - 177	205,49	197,98		273,38	33,04	256,64	29,63
212 - 250	308,13	299,15		375,87	21,98	358,84	19,95
297 - 350	387,41	376,48		511,43	32,01	483,40	28,40
25 - 53	53,82	50,26	Feret médio	69,68	29,47	64,50	28,33
106 - 125	135,81	130,74		176,18	29,73	161,97	23,89
150 - 177	205,49	197,98		247,58	20,48	228,29	15,31
212 - 250	308,13	299,15		357,45	16,01	334,40	11,78
297 - 350	387,41	376,48		466,55	20,43	432,62	14,91
25 - 53	53,82	50,26	Área	69,14	28,47	64,06	27,46
106 - 125	135,81	130,74		172,79	27,23	158,52	21,25
150 - 177	205,49	197,98		245,94	19,68	225,33	13,81
212 - 250	308,13	299,15		357,17	15,92	335,48	12,14
297 - 350	387,41	376,48		467,47	20,67	432,75	14,95
25 - 53	53,82	50,26	Perímetro	66,12	22,85	61,32	22,01
106 - 125	135,81	130,74		175,16	28,97	161,20	23,30
150 - 177	205,49	197,98		247,77	20,58	224,78	13,54
212 - 250	308,13	299,15		345,49	12,12	322,92	7,95
297 - 350	387,41	376,48		431,40	11,35	405,14	7,61

5.5 – Discussão geral dos resultados

Com base nos resultados apresentados e resumidos na Tabela 5.8, pode-se tecer as seguintes considerações:

Quando comparados os resultados obtidas na avaliação da extensão “diâmetro mínimo”, são observados desvios em todas as faixas consideradas, tanto para os diâmetros médios ($d_{(4,3)}$) e medianas ($d_{(0,5)}$), com valores inferiores aos obtidos por difração de raios-laser. Os desvios determinados, excetuando-se a faixa correspondente às partículas entre 106-125 micra, apresentaram-se na mesma ordem de grandeza, com valores entre 12,54 a 14,99% para o diâmetro médio e com valores entre 15,16 a 18,64% para as medianas, indicando que as diferenças obtidas referentes aos resultados na microscopia óptica utilizando esta extensão, podem ser correlacionados no intervalo de tamanho considerado, ou seja, 25 e 350 micra.

O menor desvio verificado para as partículas entre 106-125 micra, pode ser decorrente da menor deformação das partículas nesta faixa, como apresentado na Figura 5.71, em comparação às demais, apresentadas nas Figuras 5.72 a 5.75.

O mesmo comportamento foi verificado para a extensão “diâmetro máximo”, sendo os valores, no entanto, superiores aos obtidos por difração de raios-laser, com desvios variando entre 20,49 a 39,86% para o diâmetro médio e valores entre 18,78 a 37,11% para as medianas. Estes intervalos, comparativamente ao “diâmetro mínimo” apresentaram-se em ordem de grandeza duas vezes superiores. Novamente tal fato deve estar associado às diferentes medidas determinadas decorrentes das deformações das partículas. No entanto, observa-se um menor desvio quanto maior a deformação das partículas, como é o caso da faixa 212 – 250 micra.

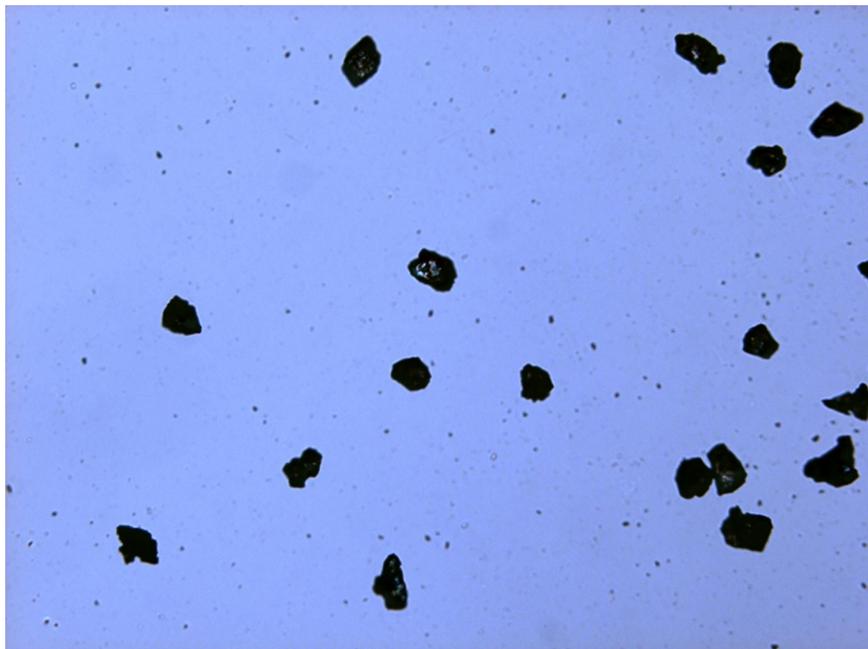


Figura 5.71 – Formas típicas das partículas compreendidas entre 106-125 micra.



Figura 5.72 – Formas típicas das partículas compreendidas entre 25 -53 micra.

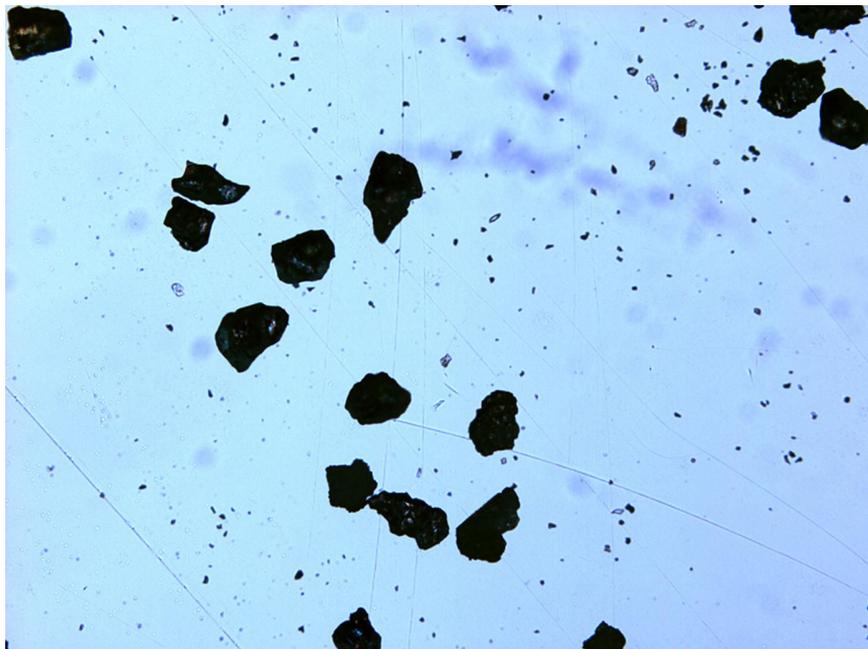


Figura 5.73 – Formas típicas das partículas compreendidas entre 150 -177 micra.



Figura 5.74 – Formas típicas das partículas compreendidas entre 212 -250 micra.

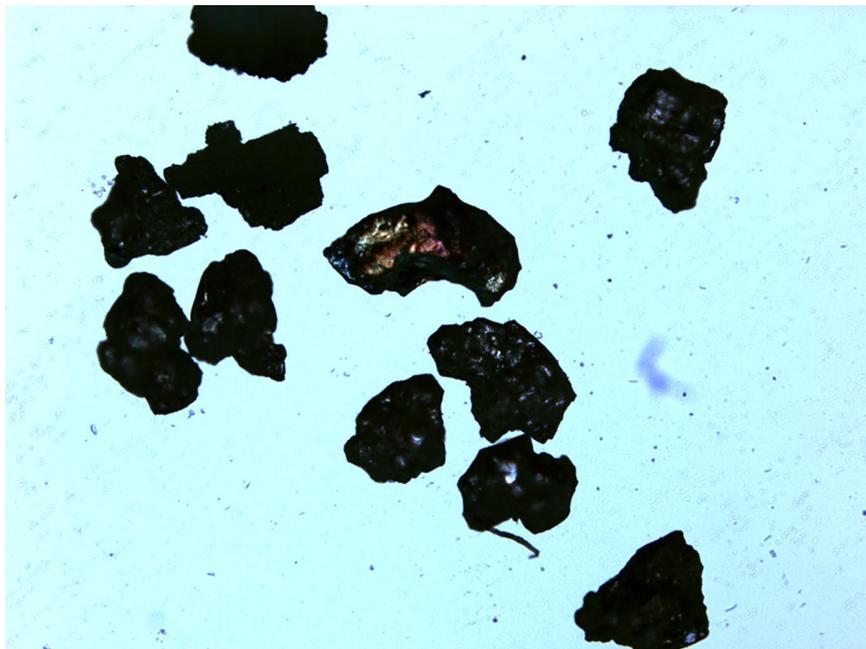


Figura 5.75 – Formas típicas das partículas compreendidas entre 297-350 micra.

Quando se considera a extensão “diâmetro médio”, observa-se o mesmo comportamento que o “diâmetro máximo”, ou seja, menores desvios são verificados com a maior deformidade das partículas. Os desvios para esta extensão ficaram entre 7,32 a 25,96% para o diâmetro médio e entre 3,80 a 21,05% para as medianas, destacando-se o fato de que para as populações maiores, menores foram os desvios (partículas maiores que 200 micra).

Este mesmo fato foi verificado para as extensões “Ferret mínimo” e “perímetro”, indicando que independentemente destas extensões consideradas, boas correlações são obtidas com a técnica de difração de raios-laser, para partículas com tamanhos superiores a 200 micra.

Para as partículas menores, maiores desvios são verificados, no entanto, os valores dos desvios não ultrapassam 40%.

A extensão “Ferret mínimo” forneceu resultados mais próximos dos obtidos por difração de raios-laser, especialmente quando os diâmetros médios foram comparados com a mediana.

6 – CONCLUSÕES

Com base no apresentado, pode-se concluir que:

- ✓ Os desvios das determinações, excetuando-se a extensão “diâmetro mínimo”, não se conservam ao longo das faixas consideradas. Desta maneira, pode-se supor que os vários valores de desvios observados em literatura, para o mesmo material, sejam decorrentes das diversas larguras das distribuições, fator este que não foi controlado nos estudos efetuados;
- ✓ Dependendo da extensão determinada da partícula, na análise de imagem, diferentes desvios podem ser obtidos;
- ✓ Os resultados obtidos por difração de raios-laser, para as partículas analisadas, aproximam-se mais da extensão “Ferret mínimo” para partículas maiores que 200micra, ou seja, “o mínimo comprimento de uma partícula determinado pela menor distância entre tangentes, a uma dada direção”;
- ✓ Feret mínimo e Perímetro apresentam boa correlação para partículas maiores que 200 micra e para partículas menores, maiores desvios são observados, os quais não ultrapassam 40%;
- ✓ O desvio do Diâmetro mínimo apresenta-se praticamente constante em relação àquele obtido por difração de raios laser, estando em torno de 15% , para o material estudado;
- ✓ Há proximidade de resultados entre Diâmetro médio e Perímetro, Feret médio e Área, Feret máximo e Diâmetro máximo;

- ✓ O fato de haver limitação das análises com peneiras não descarta tal método, havendo necessidade de renovação das mesmas sempre que necessário, principalmente as de menor calibre.

7 – SUGESTÕES DE CONTINUIDADE

Como sugestões para continuidade deste tema, tem-se:

- Avaliação dos desvios em função de graus de irregularidade de partículas, com a extensão “Ferret mínimo”;
- Avaliação das diversas extensões para partículas menos irregulares;
- Ampliação da faixa de avaliação, para partículas maiores que 350 micra;
- Avaliação de outros materiais em faixas inferiores a 25 micra e
- Comparação do método das peneiras com a microscopia, analisando seus desvios.

8 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALLEN, T. *Particle Size Measurement*, 2th Edition, London: Chapman and Hall, 1974.

ALLEN, T. *Particle Size Measurement*, 4th edition, London: Chapman and Hall, 1993.

ALLEN, T. *Particle Size Measurement*, 5th edition, v.1, London: Chapman and Hall, 1997.

ANDRADE, 1993: DISSERTAÇÃO DE MESTRADO, Universidade Federal de Minas Gerais, Instituto de Ciências Exatas.

BANNISTER, M. J. Particles, Powders and Crystallinities – Their Characterization for Fabrication, *Metals Australia*, v.3, p.127-133,1973.

BARREIROS, F. M.; FERREIRA, P. J.; FIGUEIREDO, M. M.; Calculating Shape Factors from Particle Sizing Data, *Part. Part. Syst. Charact.*, v.13, p.368-373, 1996.

BOHREN, C. F. and HUFFMAN, D.R.,(1993), Absorption and Scattering of light by small particles, Wiley New York.

BOWEN, P.; SHENG, J; JONGEN, N. Particle Size Distribution Measurement of Anisotropic – Particle Cylinders and Platelets – Practical Examples, *Powder Technol.* v.128, p.256-261, 2003.

BOXMAN, A., 1992, Particle Size Measurement for the control of Industrial Crystallisers, PhD thesis Delft University of Technology.

CHAMBERS, H. F.: Shock Tube Studies of Boron Particle Ignition US Air Force Aero Propulsion Laboratory Report, (1974).

CULLITY, B.D.; Elements of X-Ray Diffraction. Second Edition. Addison-Wesley Publishing Company: Menlo Park (1978).

DA SILVA, C. G. O que é nanotecnologia? Com ciência – Nanociência e Nanotecnologia.

Disponível em : <http://www.comciencia.br/reportagens/nanotecnologia/nano10.htm> Acesso em maio de 2005.

DAVIDSON, J. A.; HALLER, H. S. : Latex Particle Size, Analysis of Errors in Electron Microscopy. *J. Colloid Interface Sci.* 47(1974) 59.

DAVIES, J. A.; COLLINS, D. L. Comparison of the size Distribution of Boron Powders as Measured by Malvern Diffractometer and Coulter Counter, *Part. Part. Syst. Charact.* v.5, p116-121,1988.

DERENZO, S.; GUARDANI, R.; SKRUZDELIAUSKAS, A. T.; GIOIELLI L. A. Efeito da Forma da Partícula Sobre a Distribuição Granulométrica Medida por Difração de Laser, In:XX ENEMP – ENCONTRO NACIONAL DE MEIOS POROSOS, São Carlos, 1993. *Anais...Univ. Fed. S. Carlos*, v.2, p.369-380, 1993.

ETZER, F. M.; DEANNE, R. Particle Size Analysis : A Comparison of Various Methods II. *Part. Part. Syst. Charact.* v.18, p.278-282, 1997.

ETZER, F. M.; SANDERSON, M. S. Particle Size Analysis: A Comparative Study of Various Methods, *Part. Part. Syst. Charact.* v.12, p.217-224, 1995.

FERRARIS, C. F.; HACLEY, V. A.; AVILÉS, A. I.; BUCHANAN JR.; C. E. Analysis of the ASTM Round-Robin Test on Particle Size Distribution of Portland Cement : Phase I – NISTR 6883, *NIST*, Bakersville, 2000.

- GERLA, J. H. Modelling Measurement and Manipulation of Crystallisers, 1995, PhD thesis Delft University of Technology.
- GERMAN, R. M. *Powder Metallurgy Science*, 2nd ed., Princeton, NJ:MPIF, 1994.
- GERMAN, R. M. A Measure of the number of Particles in Agglomerates, *Int. J. Powder Metall.*, v.32, n.4, p.365-373, 1996.
- GERMAN, R. M. A Measure of the Number of Particles in Agglomerates, *Int. J. Powder Metall.*, v.32, n.4, p. 158, 1996.
- GOUVÊA, D.; MURAD, B. B. S.; Influência das Características Ácido-básicas da Superfície de Suspensões Cerâmicas de Al₂O₃ ou SnO₂ com Dispersantes Comerciais, *Cerâmica*, v.47, p.51-56, 2001.
- GUARDANI, R.; NASCIMENTO, C. A. O.; ONIMARU, R. S. Use of Neural Networks in the Analysis of Particle Size Distribution by Laser Diffraction: Tests with Different Particle Systems, *Powder Technol.* v.126, p.42-50,2002.
- HAUSNER, H. H. Powder Characteristics and their Effect on Powder Processing, *Powder Technol.* V.30, p. 3-8, 1981.
- HILDEBRAND, H. Refractive Index Considerations in Light Scattering Particle Size Measurements in Advances in Process Control Measurements for the Ceramic Industry, A. Jilavenkatesa and G. Onoda, ed., *American Ceramic Society*, Westerville, OH p.379, 1999.
- HUNT, C. M.; WOOLF, A. R. Comparison of Some Different Methods for Measuring Particle Size Using Microscopically Calibrated Glass Beads, *Powder Technol.*, v.3, p.9-23, 1969.
- HUNTER, W. S.; HUNTER, J. S. Statistics for experiments: an Introduction for Design, Data Analysis and Model Building, 1978, Jhon Wiley and Sons, New York, NY, p. 204.

HUNTER, R. J.; "Foundations of Colloid Science" Vol.1. Clarendon Press: Oxford (1992).

IACOCCA, R. G. Particle Size and Size Distribution, *ASM Handbook*, v.7, p. 234-338,1998.

IACOCCA, R. G.;GERMAN, R.M. a Comparation of Powder Particle Size Measuring Instruments, *Int. J. Powder Metall.*, v.33, n.8, p.35-48, 1997.

INSTRUTÉCNICA, Analisador de partículas, Disponível em <http://www.instrutecnica.com.br>, Acesso em fevereiro de 2005.

JILLAVENKATESA, A.; DAKPUNAS, S. J.; LUM, L. H.; GOETZEL, G. C. *Particle size Characterization*, NIST Recommended Practice guide – Special Publication 960-1, Washington, 2001.

KAYE, B. H.; ALLIET, D.; SWITZER, L.; TURBITT-DAOUST, C. Part 1: Correlating the Size Distribution Measured by Sieving, Image Analysis and Diffractometer Methods The effect of Shape on Intermethod Correlation of Techniques for Characterizing the Size Distribution of Powder, *Part. Part.. Syst. Charact.* v.14, p.219-224, 1997.

KAYE, B. H. Particle Image Analysis, *ASM Handbook*, v.7, p.259-273, 1998.

KING, M. K.: Boron Particle Ignition in Hot Gas Streams. *Combust. Sci. Technol.* 8 (1974) 255.

KING, R. P. Measurement of Particle Size Distribution by Image Analyser, *Powder Technol.*, v.39, p.279-289,1984)

KNÖSHE, C.; FRIEDRICH, H.; STINTZ, M. Determination of Particle Size Distribution and Electrokinetic Properties with the AcoustoSizer in Comparison with Other Methods, *Part. Part Syst. Charact.* v.14, p.175-180, 1997.

- MASUDA, H.; ILINOYA, K. Theoretical Study of the Scatter of Experimental Data Due to Particle Size Distribution, *J. Chem. Eng., Japan* 4, 60-67, 1971.
- NAITO, M.; HAYAKAWA, O.; NAKAHIRA, K.; MORI, H.; TSUBAKI, J. Effect of Particle Shape on the Size Distribution Measured with Commercial Equipment, *Powder Technol.* v.100, p.52-60, 1998.
- NUSSENZVEIHG, H. M., Curso de Física Básica (Editora Edgar Blücher Ltda, SP, 1998), V. 4, p. 83.
- OLIVEIRA, R.; STUDART, A. R.; PILEGGI R. G., PANDOLFELLI, V. C. *Dispersão e Empacotamento de Partículas*, Princípios e Aplicações em Processamento Cerâmico: Fazendo Arte Editorial, São Paulo, 2000.
- POHL, M.C. Light Scattering, *ASM Handbook*, v.7, p.250-255, 1998.
- PAPINI, C. J., Estudo Comparativo de Métodos de determinação do tamanho de partícula – Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Mestre em Ciências na área de Tecnologia Nuclear- Materiais, IPEN, 2003.
- PUGH R. J.; BERGSTROM L. *surface and Colloid Chemistry in Advanced Ceramics Processing – Surfactant science series*, v.51, p.104, Edited by, New York, 1994.
- PUGH, D. Dry Particle Size Analysis – Do's, Don'ts and Data Endorsement, *Am. Ceram. Soc. Bull.* , v.76, n.7, p.42-44, 1997.
- RAWLE, A. Basic Principles of Particle Size Analysis. Disponível em <http://www.malvern.co.uk> >. Acesso em maio de 2005.
- RENE, R.; BERLEZE, S. L. M. Revista Brasileira do Ensino de Física, V. 26, n.1, p. 33-36 (2004).

- RIEBEL, U., LÖFFFLER, F.: 1989, The Fundamentals of Particle Size Analysis by Means of Ultrasonic Spectrometry, Part. Part. Syst. Charact., 6, pp 135-143.
- SALAGER, J.L., Tamanõ de Gotas de Uma Emulsion. Mérida Universidade de Los Andes. Laboratório de Fenômenos Interfaciales Y Recuperacion del crudo, 1993. 28 p. (Cuaderno FIRP 235).
- SANTOS, N. A.; LEITÃO JR., C. B.; ROSSI, J. L.; RIELLA, H. G. Uso de uma Planilha de Cálculo na Determinação da Distribuição de Tamanho de Partículas, In: 48º CONGRESSO BRASILEIRO DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS, Rio de Janeiro, 1993. *Anais...* São Paulo: ABM, p.725-741, 1993.
- SOMMER, K. *Aufbereit Tech.*, v.22, p. 96-105, 1981 apud ALLEN, T. *Particle Size Measurement*, 5th edition, v.1, p.1, London: Chapman and Hall, 1997.
- TAUSK ; Light Transmission Instrument for Particle Size Analyses of Colloidal Dispersions- Powder Technology, 27, (1980), 215-218
- THE SOCIETY OF POWDER TECHNOLOGY, Japan(ed.): "Particle Size Analysis and Technology", Nikkan Kogyo Shinbunsha, 1994.
- TURBITT-DAOUST, C; ALLIET, D. F.; KAYE B. H.; MATCHETT, A. J. Orientation Effects in the Evaluation of Populations of Irregularly Shaped Particles by Image Analysis, *Part. Syst. Charact.* v.17 , p.159-166, 2000.
- TWOMEY, S. Comparison of Constrained Linear Inversion and an iterative Nonlinear Algorithm Applied to the Indirect Estimation of Particle Size Distribution, *J. Comput Phys.* 18, 188-200 (1975).

VALERY JUNIOR, W.; EVELIN, S. S.; OLIVEIRA, R. N. Comparação de Técnicas de Análise Granulométrica de Partículas Finas e Ultrafinas. In: SIMPÓSIO EPUSP DE CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA NE ENGENHARIA E INDÚSTRIA MINERAL, São Paulo, 1990. *Anais...* São Paulo:EPUSP, p.179-209, 1990.

WERTHEIMER, AL.; WILCOCK, WL. Light Scattering Measurements of Particle Distributions. *Appl Opt* 1976: 15(6) : 1616-22.

YOSHIDA, H.; MASUDA, H.; FUKUI, K.; TOKUNAGA, Y.; TAKARADA, K.; SAKURAI, T.; MATSUMOTO, H. Particle Size Measurement of Standart Reference Particle Candidates with Improved Size Measurement Devices, *Advanced Powder Technol.*, vol.14, n.1, p.17-31, 2003.

ZIEGLER, W. Optical Performance of The Light Microscope Publications Ltd., 1973.

ANEXO A

**RESULTADOS DAS DISTRIBUIÇÕES GRANULOMÉTRICAS
DIFERENCIAIS**

Livros Grátis

(<http://www.livrosgratis.com.br>)

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)
[Baixar livros de Matemática](#)
[Baixar livros de Medicina](#)
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)
[Baixar livros de Meteorologia](#)
[Baixar Monografias e TCC](#)
[Baixar livros Multidisciplinar](#)
[Baixar livros de Música](#)
[Baixar livros de Psicologia](#)
[Baixar livros de Química](#)
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)
[Baixar livros de Serviço Social](#)
[Baixar livros de Sociologia](#)
[Baixar livros de Teologia](#)
[Baixar livros de Trabalho](#)
[Baixar livros de Turismo](#)