

5 MATERIAIS E METODOS

Neste capítulo são apresentados, os materiais, reagentes e equipamentos utilizados no estudo do processo de remoção de boro por adsorção com MgO, assim como a metodologia experimental desenvolvida para o estudo em questão. Inicialmente é descrito o adsorvente. Em seguida são descritas a metodologia e as condições operacionais no estudo do efeito de algumas variáveis na eficiência de remoção do boro. São apresentados os procedimentos analíticos para a determinação quantitativa de boro e assim como os procedimentos empregados na caracterização do adsorvente antes e após à adsorção.

5.1. Preparação da solução contendo boro

As soluções sintéticas foram preparadas com água destilada nas concentrações de boro de 30, 350 e 700 mg.L⁻¹ a partir do ácido bórico (H₃BO₃) fornecido pela Vetec Química. No caso da concentração de boro de 30 mg.L⁻¹, foram preparadas soluções estoque de 1000 mg.L⁻¹, e posteriormente alíquotas da solução estoque eram retiradas para diluição e obtenção da concentração requerida.

No caso da preparação das soluções sintética de água de mar (SSAM) e solução sintética de água geotermal (SSAG), foram preparadas segundo a Tabela 5.1.

Tabela 5.1 – Composição química das soluções sintéticas de água de mar e solução sintética de água geotermal (Choi e Chen, 1979, Valenti, 2002).

Espécies	SSAM	SSAG
Na	14000	12000
K	1050	390
Ca	0,6	434
Mg	0,02	1262
Li	135	0,2
Si	64	1,0
Cl	19700	19400
F	Nd	1,32
HCO ₃ ⁻	1820	120
CO ₃ ²⁻	18	12
SO ₄ ²⁻	2250	2700
TDS	39100	36500
pH	8,2	8,0

SSAM: solução sintética de água de mar. SSAG: solução sintética de água geotermal)

5.2. Oxido de Magnésio

O adsorvente utilizado no processo de remoção de boro foi o óxido de magnésio fornecido pela Magnesita nas suas formas de MgO-200, MgO-325 e MgO-500, as suas propriedades são apresentadas nas Tabelas 5.3, 5.4, e 5.5, e a distribuição de tamanho de partícula nas Figuras 6.9, 6.8 e 6.7.

5.2.1. Propriedades gerais

O magnésio é o oitavo elemento mais abundante constituindo cerca de 2% da crosta terrestre e tipicamente 0,12% da água do mar. Situa-se acima do cálcio na tabela periódica dos elementos químicos e sua estrutura elétrica externa é semelhante à dele e o seu raio é menor. Estas propriedades tornam as

ligações que o magnésio forma com o oxigênio mais fortes que as ligações cálcio-oxigênio.

Estas ligações fortes tornam o hidróxido de magnésio quase insolúvel. Os tratamentos térmicos do óxido de magnésio reduzem a sua velocidade de hidratação. De acordo com a temperatura do tratamento, os pós são chamados "dead burnt" ou "hard burnt". O método "dead burning" permite reduzir mais a velocidade de hidratação do óxido de magnésio (Kramer 2002, Perche 2004, NM Magnésia 2008)

Óxido de magnésio é um óxido metálico alcalino. A maioria do óxido de magnésio produzido na atualidade é obtido da calcinação de minérios que estão presentes no seu estado natural, onde $MgCO_3$ (Magnesita) é o mais comum. Outras fontes importantes de óxido de magnésio são água de mar, depósitos subterrâneos de sal e em camadas profundas na forma de $Mg(OH)_2$.

Ambos os tipos de minérios $MgCO_3$ e $Mg(OH)_2$ são convertidos em MgO por calcinação. O tratamento térmico do processo de calcinação afeta a área superficial e o tamanho dos poros, e por tanto a reatividade do óxido de magnésio formado. A fonte determina o nível e natureza de impurezas presentes no material calcinado.

Magnésia calcinada causticamente é usada para uma ampla faixa de aplicações industriais, por exemplo, plásticos, borracha, adesivos e neutralização de ácidos. Forma-se por calcinação em uma faixa de temperatura de 700 – 1000 °C. O óxido de magnésio obtido por calcinação na faixa de temperatura de 1000 – 1500 °C é usado em atividades que requerem uma menor atividade química, como por exemplo fertilizantes e suplemento alimentar para animais.

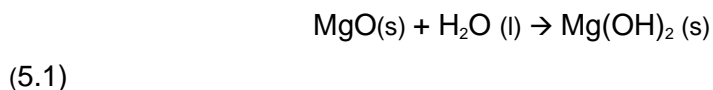
O óxido de magnésio calcinado em fornos rotatórios em altas temperaturas acima dos 1500°C tem uma reatividade química reduzida, por tanto é mais adequado para aplicações refratárias. Finalmente, o óxido de magnésio que é produzido em fornos de arco elétrico por calcinação caustica acontece a temperaturas acima de 2650°C, e é usado para uma grande variedade de aplicações refratárias e elétricas. (Kramer 2002, NM Magnésia 2008)

O óxido de magnésio (em suspensão aquosa) possui um ponto isoelétrico de 12,4. e tem uma fraca reatividade nos níveis altos de pH, ou seja em pHs próximos do seu ponto isoelétrico, em consequência a solução básica em

contacto com o MgO contem um fraco teor em íons magnésio devido à fraca solubilidade do MgO em meios muito alcalinos. (Gulkova 2004, Perche 2004)

5.2.2. Propriedades termodinâmicas

O óxido de magnésio (MgO) reage com a água para formar o hidróxido de magnésio $Mg(OH)_2$, de acordo com a Equação 5.1:



A variação de energia livre de Gibbs (ΔG^0) associada a esta reação é dada pela relação seguinte:

$$\Delta G^o = \Delta G_p^0 - \Delta G_r^0 \quad (5.2)$$

Onde:

$$\Delta G^o = \Delta H^0 - T\Delta S^0$$

e

ΔG_p^0 : energia livre de Gibbs de formação dos produtos da reação

ΔG_r^0 : energia livre de Gibbs de formação dos reagentes

$$\Delta G^o = (\Delta H_p^0 - \Delta H_r^0) - T(\Delta S_p^0 - \Delta S_r^0) \quad (5.3)$$

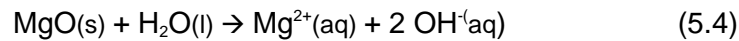
Os valores das entalpias e as entropias padrão dos diferentes compostos são dados na tabela 5.2. Obtidos para a equação 5.1.

$$\Delta G^o = -27,18 \text{ kJ.Mol}^{-1}$$

Tabela 5.2 -Entalpias e entropias padrão a 25°C.

Especies	ΔH° (kJ.mol ⁻¹)	ΔS° (J.K ⁻¹)
H ₂ O (liq)	-285,83	69,95
Mg ²⁺ (aq)	-466,96	-138,10
MgO (sol)	-601,60	26,95
Mg(OH) ₂ (sol)	-924,66	63,18
OH ⁻ (aq)	-230,05	-10,76

Na água, o óxido de magnésio pode-se dissolver na solução de acordo com a Equação 5.4:



Para a Equação 5-4, aplicando a Equação 5.2, obtém-se:

$$\Delta G^\circ = 36,85 \text{ kJ.Mol}^{-1}$$

Tendo em conta o equilíbrio desta reação, pode-se escrever

$$\Delta G_{298 \text{ reação}} = \Delta G^\circ_{298 \text{ reação}} + RT \ln K \quad (5.5)$$

Com

$$K = \frac{[\text{Mg}^{2+}][\text{OH}^-]^2}{[\text{MgO}][\text{H}_2\text{O}]}$$

Obtém-se então

$$\Delta G_{298 \text{ reação}} = 36,85 + 5,705 \log \frac{[\text{Mg}^{2+}][\text{OH}^-]^2}{[\text{MgO}][\text{H}_2\text{O}]} \quad (5.6)$$

Desprezando a mudança de atividade de H₂O, as atividades do MgO sólido e H₂O líquido são iguais à 1 e [OH⁻] pode ser substituído por 10⁻¹⁴/[H⁺], a Equação 5.6 escreve-se então:

$$\Delta G_{298 \text{ reação}} = 36,85 + 5,705 \log \frac{[\text{Mg}^{2+}] \times 10^{-28}}{[\text{H}^+]^2} \quad (5.7)$$

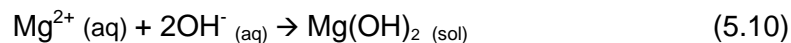
Substituindo $-\log [H^+]$ por pH, a Equação 4-7 escreve-se de acordo com a Equação 5.8:

$$\Delta G_{298 \text{ reação}} = -122,89 + 5,705 \log [Mg^{2+}] + 11,41pH \quad (5.8)$$

No equilíbrio $\Delta G_{298 \text{ reação}} = 0$, a Equação 5.8 escreve-se sob a forma

$$\text{Log } [Mg^{2+}] = 21,54 - 2pH \quad (5.9)$$

A estabilidade do hidróxido de magnésio pode-se escrever:



Para a Equação 4-10, aplicando a Equação 5.2, obtém-se:

$$\Delta G^0 = -64,03 \text{ kJ.mol}^{-1}$$

Fazendo os mesmos cálculos que os efetuados na Equação 5.4, as condições de equilíbrio são obtidas de acordo com a Equação 5.11:

$$\log[Mg^{2+}] = 16,78 - 2pH \quad (5.11)$$

Com as Equações 5.9 e 5.11 pode-se obter um diagrama como a Figura 5.1 que mostra que o domínio de estabilidade de $Mg(OH)_2$ inclui o domínio de estabilidade de MgO . Isto confirma a irreversibilidade da reação de hidratação do óxido de magnésio. Para o sistema $MgO-H_2O$, um equilíbrio estável pode ser atingido somente, após toda a hidratação do MgO .

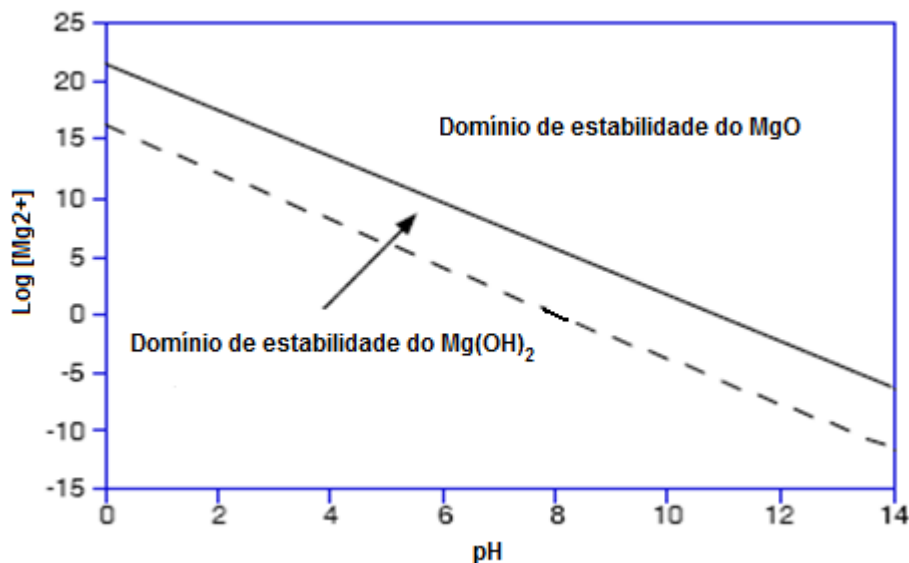


Figura 5.1- Domínios de estabilidade de MgO e o Mg(OH)₂ na água pura à 25°C

Com ajuda da Equação 5.9, é possível calcular o produto de solubilidade (K_s) do óxido de magnésio.

$$\Delta G^\circ = -RT \ln(K_s) \quad (5.12)$$

Com $K_s = [\text{Mg}^{2+}][\text{OH}^-]^2$ e negligenciando os coeficientes de atividade

A $[\text{Mg}^{2+}] = 0,5[\text{OH}^-]$, obtem-se então:

$$K_s = 0,5 [\text{OH}^-][\text{OH}^-]^2 = 0,5[\text{OH}^-]^3 = 10^{-6,46} \quad (5.13)$$

Com ajuda da Equação 5.11, é igualmente possível calcular o produto de solubilidade do hidróxido de magnésio

$$\Delta G^\circ = -RT \ln(K_s) \quad (5.14)$$

com $K_s = [\text{Mg}^{2+}][\text{OH}^-]^2$ e negligenciando os coeficientes de atividade

A $[\text{Mg}^{2+}] = 0,5[\text{OH}^-]$, se obtém então:

$$K_s = 0,5 [\text{OH}^-][\text{OH}^-]^2 = 0,5[\text{OH}^-]^3 = 10^{-11,22} \quad (5.15)$$

5.2.3. Características do MgO escolhido

A caracterização do MgO-200, MgO-325 e MgO-500 é apresentada nas Tabelas 5.3, 5.4 e 5.5 e suas respectivas distribuições de diâmetro de partícula nas Figuras 6.9, 6.8 e 6.9.

Tabela 5.3 – Características do MgO-200.

Parâmetros				Método	Especificação
Perda ao fogo 1.000° C- %				ABNT	Max. 9,0
Atividade ácido acético (segundos)				MAS	Max. 50
MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SiO ₂	MnO	CaO
96,0	0,7	0,3	0,31	0,2	2,1

Área superficial BET : 14m²/g

Tabela 5.4 - Características do MgO-325

Parâmetros				Método	Especificação
Perda ao fogo 1.000° C- %				ABNT	Max. 7,0
Resíduo em malha 400 (38 um)				MAS	Max. 12
Atividade ácido acético (segundos)				MAS	Max. 50
MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SiO ₂	MnO	CaO
97,0	0,5	0,10	0,30	0,20	1,50

Área superficial BET : 17 m²/g

Tabela 5.5 - Características do MgO-500

Parâmetros				Método	Especificação
Perda ao fogo 1.000° C- %				ABNT	Max. 9,0
Resíduo em malha 400 (38 um)				MAS	Max. 1,5
Atividade ácido acético (segundos)				MAS	Max. 50
MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SiO ₂	MnO	CaO
98,4	0,4	0,1	0,15	0,1	0,9

Área superficial BET : 31,47 m²/g

5.3. Experimentos de Adsorção

5.3.1. Efeito do pH

Foi estudado o efeito do pH no processo de remoção de boro por adsorção em MgO. As condições das experiências são apresentadas na Tabela 5.6.

Os experimentos foram realizados em béquer de plástico (PP) de 600 mL. Foi evitado o uso de vidro, para evitar a contaminação da solução com dosagens extras de boro devido a que o vidro em valores de pH alcalinos se corroi e libera boro na solução.

Tabela 5.6 – Condições experimentais na remoção de boro com MgO em função do pH.

Parâmetros	Valor
Volume da solução contendo B (mL)	500
Concentração inicial de B (mg.L ⁻¹)	350
Concentração do MgO (g.L ⁻¹)	40
Temperatura (°C)	25
Agitação (rpm)	150
Tempo (min)	60
pH	3,4,5,6,7,8,9,....,13

Inicialmente, foram adicionados ao béquer 500 mL de solução de boro com uma concentração inicial de 350 mg.L⁻¹ e em seguida foram adicionados 40g.L⁻¹ de MgO e a solução foi mantida em agitação mediante uma agitador da marca Corning, modelo PC-420 a uma velocidade de rotação de 150 rpm, temperatura de 25°C, durante 60 min. O pH correspondente a experiência foi ajustado com soluções de NaOH 1M e/ou HCl 1M e foi controlado com pH-metro modelo W3B da marca Bel Engineering.

Após os 60 min de agitação, a amostra ficou em repouso por outros 60 min e finalmente foi coletado o sobrenadante e filtrado a vácuo em um filtro da marca Nalgene, através de uma membrana de nitrato de celulose com tamanho de poro de 0,4 μ m.

Finalmente as amostras filtradas foram levadas para a análise da concentração de boro por um espectrômetro de Plasma Indutivamente Acoplado

a Espectrometria de Emissão Ótica (ICPOES) e uma amostra de lodo foi armazenada para sua posterior análise por microscopia eletrônica e DRX.

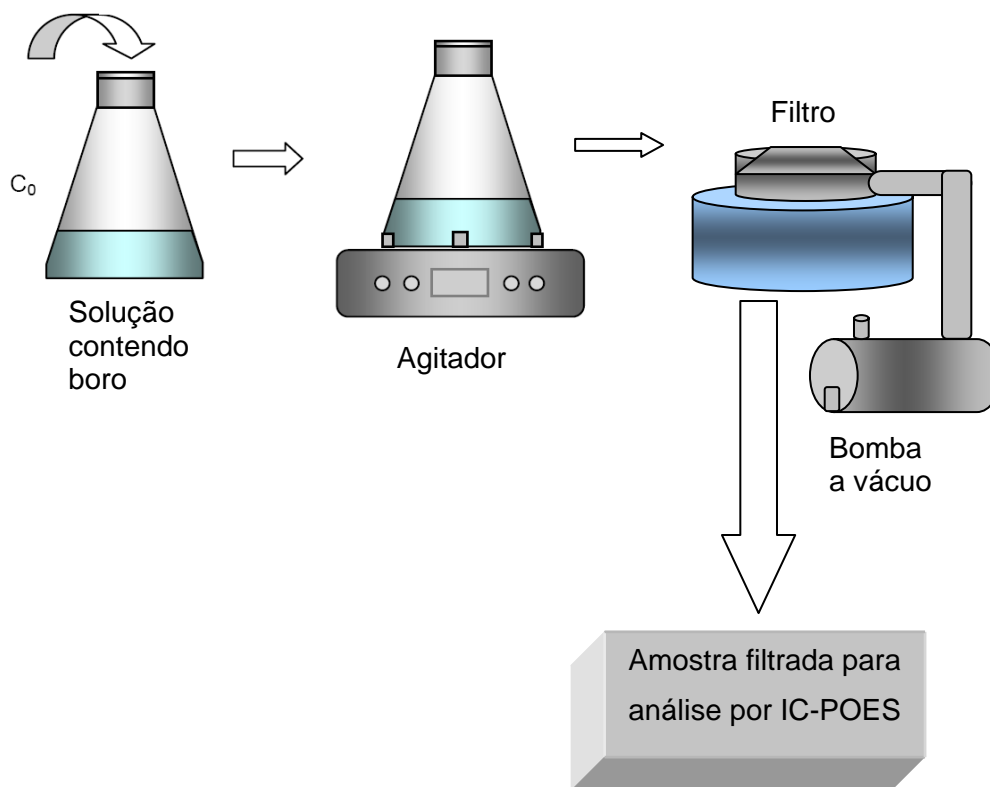


Figura 5.2 – Esquema dos experimentos de remoção de boro por adsorção em MgO.

5.3.2. Efeito da área superficial do MgO

Foi estudado o efeito da área superficial na eficiência de remoção de boro por adsorção em MgO. Foram consideradas duas concentrações iniciais de boro de 30 mg.L^{-1} e 350 mg.L^{-1} , e o valor de pH para realizar o ensaio foi obtido na seção 5.3.1.

As experiências foram realizadas de forma similar aos ensaios do item 5.3.1 e as condições para estas experiências são apresentadas na Tabela 5.7, a seguir:

Tabela 5.7 – Condições experimentais na remoção de boro com MgO em função da área superficial do MgO

Parâmetros	Valor
Volume da solução contendo B (mL)	500
Concentração inicial de B (mg.L ⁻¹)	30 e 350
Concentração do MgO (g.L ⁻¹)	8, 16, 24, 32, 40, 48, 56, 64
Área superficial. 31,47 m ² /g (m ²)	252, 503, 755, 1007, 1259, 1510, 1762, 2014
Temperatura (°C)	25
Agitação (rpm)	150
Tempo (min)	60
pH	10

5.3.3. Efeito da concentração inicial de boro

O efeito da concentração inicial na remoção de boro foi analisado para três tipos diferentes de soluções contendo boro, sendo elas, solução sintética de água destilada, SSAD (0% de salinidade), solução sintética de água de mar, SSAM (33% de salinidade) e solução sintética de água geotermal, SSAG (37% de salinidade).

As experiências foram de maneira similar ao item 5.3.2, o valor de área superficial/concentração de MgO a ser utilizada foi obtida no item 5.3.2, e as condições para estas experiências são apresentadas na Tabela 5.8, a seguir:

Tabela 5.8 - Condições experimentais na remoção de boro com MgO em função da concentração inicial de boro

Parâmetros	Valor
Volume da solução contendo B (mL)	500
Concentração inicial de B (mg.L ⁻¹)	30, 100, 200, 350, 500, 700
Concentração do MgO (g.L ⁻¹)	40
Temperatura (°C)	25
Agitação (rpm)	150
Tempo de agitação (min)	60
pH	10

5.3.4. Efeito do tamanho de partícula

Foram realizadas experiências para determinar a influencia do tamanho de partícula no processo de remoção de boro por adsorção.

Para isso foram testados três tipos de MgO fornecidos pela Magnesita de diferentes tamanho de partícula e foram denominadas de MgO-200, MgO-325 e MgO – 500.

As experiências foram realizadas de forma similar ao item 5.3.1 e os parâmetros das experiências estão apresentados na Tabela 5.9, a seguir:

Tabela 5.9 - Condições experimentais na remoção de boro com MgO em função do tamanho de partícula, para MgO-200, MgO-325 e MgO-500.

Parâmetros	Valor
Volume da solução contendo B (mL)	500
Concentração inicial de B (mg.L ⁻¹)	350
Concentração do MgO (g.L ⁻¹)	8, 16, 24, 32, 40, 48, 56, 64
Temperatura (°C)	25
Agitação (rpm)	150
Tempo (min)	60
pH	10

5.3.5. Efeito da temperatura

O efeito da temperatura foi estudado no processo de remoção de boro para diferentes temperaturas na faixa de 5 a 50°C e para duas concentrações iniciais de boro de 350 mg.L⁻¹ e 700mg.L⁻¹.

No caso das temperaturas menores a 25°C o esfriamento foi por adição de gelo no recipiente onde estava contido o béquer com a solução de boro e a temperatura foi mantida constante durante todo o experimento. No caso de temperaturas acima de 25°C a temperatura foi elevada utilizando banho-maria.

As condições experimentais são apresentadas na Tabela 5.10, a seguir:

Tabela 5.10 - Condições experimentais na remoção de boro com MgO em função do tepeperatura.

Parâmetros	Valor
Volume da solução contendo B (mL)	500
Concentração inicial de B (mg.L ⁻¹)	350
Concentração do MgO (g.L ⁻¹)	40
Temperatura (°C)	5, 10, 15, 25, 30, 40 e 50
Agitação (rpm)	150
Tempo (min)	60
pH	10

5.3.6. Efeito da salinidade

As experiências para estudar o efeito de salinidade foram levadas a cabo com três tipos de soluções contendo boro com diferentes salinidades. As soluções de boro foram, solução sintética de água destilada, SSAD (0% de salinidade), solução sintética de água de mar, SSAM (35% de salinidade) e solução sintética de água geotermal, SSAG (37% de salinidade).

O efeito na eficiência de remoção para cada salinidade, foi estudado para diferentes concentrações de MgO na faixa de 8 a 64 g.L⁻¹.

Os experimentos foram realizados de forma similar a os itens anteriores e as condições experimentais são apresentadas na Tabela 5.11, a seguir:

Tabela 5.11 - Condições experimentais na remoção de boro com MgO, para solução sintética de água destilada, SSAD (0% de salinidade); solução sintética de água de mar, SSAM (33% de salinidade) e solução sintética de água geotermal, SSAG (37% de salinidade).

Parâmetros	Valor
Volume da solução contendo B (mL)	500
Concentração inicial de B (mg.L ⁻¹)	350
Concentração do MgO (g.L ⁻¹)	8, 16, 24, 32, 40, 48, 56, 64
Temperatura (°C)	25
Agitação (rpm)	150
Tempo (min)	60
pH	10
Salinidade (%)	0, 33, 37

5.3.7. Isotermas de adsorção

Os ensaios para a obtenção das isotermas de adsorção foram levados a cabo numa faixa de concentração de MgO de 8 g.L⁻¹ a 64 g.L⁻¹ e em três deferentes temperaturas de 25°C, 40°C e 50°C, durante um tempo de 240 min.

As condições experimentais são apresentadas na Tabela 5.12, a seguir:

Tabela 5.12 - Condições experimentais para determinar as isotermas de adsorção de boro com MgO.

Parâmetros	Valor
Volume da solução contendo B (mL)	500
Concentração inicial de B (mg.L ⁻¹)	350
Concentração do MgO (g.L ⁻¹)	8, 16, 24, 32, 40, 48, 56, 64
Temperatura (°C)	25
Agitação (rpm)	150
Tempo (min)	240
pH	10

5.3.8. Cinética de adsorção

Foi estudada a cinética de adsorção em temperaturas de 25°C, 40°C e 50°C, para uma solução contendo boro de 350 mg.L⁻¹.

O pH foi igual a 10 e foram coletadas amostras de sobrenadante em uma faixa de tempo de 5 a 240 min de tempo em intervalos estabelecidos na Tabela 5.10. As experiências foram similares às dos itens anteriores e as condições experimentais são apresentadas na Tabela 5.13, a seguir:

Tabela 5.13 - Condições experimentais para determinar a cinética de adsorção de boro com MgO.

Parâmetros	Valor
Volume da solução contendo B (mL)	500
Concentração inicial de B (mg.L ⁻¹)	350
Concentração do MgO (g.L ⁻¹)	40
Temperatura (°C)	25, 40 e 50
Agitação (rpm)	150
Tempo (min)	5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 60, 90, 120, 150, 200, 250, 350, 400
pH	10

5.4. Técnicas Analíticas

5.4.1. Difração de raios X

5.4.1.1 Geração de raios X

Os raios X são ondas eletromagnéticas de comprimentos de onda entre 0,05 e 0,25 nm que ocupam uma posição intermediária entre o ultravioleta e a radiação gama no espectro eletromagnético. São produzidos quando partículas carregadas com alta energia cinética são desaceleradas rapidamente.

A origem dos raios X está na radiação gerada por um alvo quando elétrons que colidem com o mesmo excedem certa energia cinética. Esta radiação característica resulta da retirada dos elétrons mais internos de um átomo pelos elétrons incidentes. Esses elétrons arrancados correspondem às camadas eletrônicas K, L, M, etc. O espaço deixado pelo elétron na camada provoca um rearranjo das demais camadas eletrônicas e os elétrons das camadas mais afastadas do núcleo pulam para uma das camadas envolvidas. A radiação gerada no processo pode, por tanto, ser empregada para fazer uma análise química do material já que a resposta do material à incidência da radiação X - pode ser análoga a uma “ impressão digital” do material.

Para o estudo das amostras apresentadas no presente trabalho se utilizou o difratômetro de Raios X Modelo D5000 da marca SIEMENS, operado em 40 kV e 35 mA de corrente.

A análise se fez por comparação usando o programa EVA, e a base de dados JCPDS para identificação dos picos.

5.4.2. Plasma Indutivamente Acoplado a Espectrometria de Emissão Ótica (ICPOES).

As análises das amostras filtradas contendo boro foram realizadas em um espectrômetro de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado da marca

PerkinElmer, modelo Optima 4300 DV, equipado com câmara Scott-Fassel (Ryton) e nebulizador de fluxo cruzado.

As condições operacionais utilizadas na determinação de boro estão apresentadas na Tabela 5.14, a seguir:

Tabela 5.14 - Condições operacionais utilizadas na determinação de boro por IC-POES.

Parâmetro	Valores
Potencia (W)	1300
Vazão do gás do plasma (L. min ⁻¹)	15
Vazão do gás auxiliar (L. min ⁻¹)	0,5
Vazão do gás de nebulização (L. min ⁻¹)	0,8
Vazão de aspiração (mL. min ⁻¹)	1,5
Tempo de retardo (delay, em s)	40
Replicatas	2
Tipo de calibração	Externa e quantitativa
Pontos por pico	5
Modo de detecção	Área de pico
Tipo de aerossol	úmido
Visão	Axial

5.4.3. Microscopia eletrônica de varredura.

Foram obtidas fotografias no microscópio eletrônico de varredura com a finalidade de observar as características do MgO em seu estado inicial e após o processo de adsorção de B na sua superfície. As amostras antes de serem fotografadas foram recobertas por um filme fino de ouro em um sistema a vácuo do tipo BAL-TEC. As imagens foram obtidas em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) (Carl Zeiss - DSM 960)

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) (Carl Zeiss - DSM 960) foi utilizado para avaliar a morfologia do adsorvente antes e após da adsorção do boro e assim, analisar qualitativamente o processo de adsorção. O MEV tem uma capacidade única para analisar superfícies. A incidência do feixe de elétrons sobre a superfície da amostra promove a emissão de elétrons

secundários retro-espalhados e absorvidos assim como de raios X característicos. Estes elétrons são utilizados para a formação da imagem. Os elétrons têm muito mais curto comprimento de onda que os fótons luminosos, e mais curtos comprimentos de onda são capazes de gerar informação de alta resolução. Realçada resolução permite maiores magnificações sem perda de detalhes. As micrografias do MEV podem manter a aparência tridimensional da textura das superfícies (Bueno, 2007).

A combinação de alta resolução acima de 4nm, extensiva faixa de magnificação (10 a 2×10^5 vezes), e alta profundidade de campo (voltagem de 0.2 a 40 Kv) faz que o MEV seja adequado para o estudo da superfície da biomassa microbiana.

O MEV esta equipado com um sistema EDS (Energy Dispersive System) o qual é capaz de detectar raios-X emitidos por as espécies durante a excitação de um feixe de elétrons, sendo o limite de detecção da ordem de 0,5%. Estes raios X carregam uma energia e comprimento de onda característicos, cuja medida determinará a composição qualitativa e semi-qualitativa das amostras.

As amostras que não são condutoras de corrente elétrica para serem analisadas no MEV/EDS devem ser previamente metalizadas. A metalização consiste na precipitação a vácuo de uma película micrométrica de um material condutor (ouro, prata ou argônio) sobre a superfície da amostra, possibilitando a condução da corrente elétrica.

Para observar como a adsorção do boro na superfície do MgO poderia alterar a morfologia a sua morfologia análises de MEV/EDS foram empregadas neste estudo. As amostras do MgO antes e depois ao processo de adsorção foram secadas durante 24h a uma temperatura de 50 °C e finalmente metalizadas.

A metalização foi realizada com Au e Ar por deposição a vácuo para formar um filme delgado condutor antes de serem introduzidas as amostras para análises no MEV/EDS.

5.4.4. Distribuição do tamanho de partícula

Foi analisado o tamanho de partícula dos três tipos de MgO comerciais fornecidos pela Magnesita MgO-200, MgO-325 e MgO-500. A análise de tamanho de partícula foi feita em um analisador de tamanho de partícula da marca CILAS modelo 1064L, por dispersão a laser.