

AVALIAÇÃO DA ABSORÇÃO DE ÁGUA EM BENTONITAS PARA PELOTIZAÇÃO EMPREGANDO DIFERENTES PROCEDIMENTOS E DIMENSÕES DE PLACAS POROSAS¹

Vinicius Oliveira Fonseca²
Wagner Dutra de Mendonça³

Resumo

Uma das propriedades mais importantes da bentonita para pelotização é a capacidade de absorção de água, porém, a ausência de um padrão de referência para testes de avaliação tem contribuído para o surgimento de procedimentos alternativos, os quais, são bastante divergentes, até mesmo no aparato de teste, dificultando o consenso entre fornecedores e consumidores. É objetivo do presente trabalho, evidenciar com fundamentação estatística, as diferentes possibilidades de interpretação de dados de absorção de água, decorrentes da falta de padronização para a realização dos testes, criando uma oportunidade para discussão técnica entre fornecedores e consumidores de bentonita. Como conclusão, observou-se que em alguns experimentos, os resultados estiveram fora da faixa adotada como especificação, o que poderia caracterizar, indevidamente, uma não conformidade da amostra, ou do lote, ficando assim, evidenciada a necessidade de desenvolvimento de um procedimento padrão para os testes de avaliação de absorção de água, o que deve favorecer o aprimoramento tecnológico e a melhoria da qualidade deste insumo para uso no processo de pelotização.

Palavras-chave: Placa; Procedimento; Bentonita; Absorção.

EVALUATION OF WATER ABSORPTION IN BENTONITES FOR PELLETIZING PROCESS USING DIFFERENT PROCEDURES AND DIMENSIONS OF POROUS PLATES

Abstract

One of the main properties attributed to bentonite for pelletizing, is the water absorption, however, there is not any standard for test evaluation of water absorption, and in this case, it is very common the usage of alternative procedures, which frequently, are divergent in many aspects, bringing strong difficulties to consensus between suppliers and pellets producers. The purpose of this paper is to present, base on statistic, the existing lack in the field of standardization for water absorption tests, for bentonite evaluation, creating an opportunity to begin an important discussion with technical approach, through a test where were evaluated two samples of bentonite, in two different procedures, and two different porous plates. As conclusion, it was observed that in some experiments, it was found some results out of the specification, that could be unduly understood, causing rejection of the sample, or lot. In addition, it was evidenced the need for development of a standard for tests to evaluate water absorption in the bentonite for pelletizing process, promoting the technical development and quality improvement.

Key words: Plate; Procedure; Bentonite; Absorption.

¹ Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil

² M.Sc., Engº. Metalúrgico, Mestre em Engenharia de Materiais pela REDEMAT, Engenheiro Especialista da Gerência de Engenharia de Processo e Automação da Samarco Mineração S/A, Unidade de Ponta Ubu, ES.

³ Técnico Metalúrgico, Técnico de Processo da Gerência de Engenharia de Processo e Automação da Samarco Mineração S/A, Unidade de Ponta Ubu, ES.

1 INTRODUÇÃO

Na pelotização de minério de ferro, uma das principais matérias-primas utilizadas é a bentonita, cujas propriedades favorecem o processo de aglomeração e formação das pelotas cruas, ou verdes, conferindo-lhes resistência física suficiente para manter sua integridade estrutural na próxima etapa deste processo, a queima.

Um dos aglomerantes mais empregados no processo de pelotização é a bentonita, argila constituída principalmente do argilomineral montmorilonita.

Podendo ser cáustica ou sódica, a bentonita apresenta uma característica física muito particular: expande várias vezes o seu volume, quando em contato com a água, formando géis tixotrópicos.

A Figura 1 ilustra a estrutura química da montmorilonita sódica que, de forma genérica, é um aluminossilicato do tipo 2:1, ou seja, sua estrutura cristalina apresenta uma camada octaédrica de alumina entre duas camadas octaédricas de sílica, que por um processo de substituições isomórficas, denominado troca catiônica, requer cátions para compensar as cargas negativas das extremidades de suas camadas.^[1] Neste caso, as faces das camadas estão carregadas negativamente, enquanto as bordas estão carregadas positivamente. O balanço de cargas entre as camadas carregadas negativamente se processa através da presença de cátions Na^+ ou Ca^{++} , os quais podem ser permutados através do processo conhecido como ativação.^[2] As diversas aplicações industriais destes materiais são determinadas pela sua elevada área específica e elevada capacidade de troca de cátions.^[3]

Para uso em pelotização, normalmente, após a lavra, a bentonita é submetida a um processo de beneficiamento, que consta de desintegração, ativação através da adição de barrilha, homogeneização, laminação ou extrusão, cura, secagem, moagem, classificação pneumática e ensacamento para transporte. É através deste beneficiamento que a bentonita adquire algumas das propriedades que a torna adequada ao uso no processo de pelotização.^[4]

Assim, o papel da bentonita no processo de pelotização, juntamente com a água presente na mistura a pelotizar, composta de minério de ferro e demais aditivos, é o de formar um gel de viscosidade crescente, que sob o efeito do rolamento das partículas nos discos ou tambores de pelotização, levam a formação das pelotas cruas. Uma das propriedades da bentonita, e que exerce influência importante no processo de pelotamento é a capacidade de absorção de água. Dependendo da eficiência da ativação da bentonita e da troca catiônica, a bentonita pode apresentar maior ou menor capacidade de absorção de água. A avaliação desta propriedade, no entanto, torna-se um desafio, considerando que o único padrão internacional utilizado como referencia para esse fim, o padrão “ASTM E946-92 - *Test Method for Water Absorption of Bentonite by the Porous Plate Method*”, foi retirado de circulação pela ASTM Sponsoring Comitee, em 1997, sem substituição.

Desta forma, na prática industrial, é bastante comum encontrar diferença entre resultados de análises desta propriedade, uma vez que a falta de um padrão de referência para testes de absorção de água, tem contribuído para o surgimento de procedimentos alternativos, os quais, em sua maioria, são bastante divergentes em muitos aspectos, até mesmo no aparato de teste, dificultando bastante a interpretação técnica dos resultados e o consenso entre fornecedores e consumidores. Normalmente, a faixa adotada como especificação para o parâmetro “percentual de absorção de água” está entre 400 e 450.

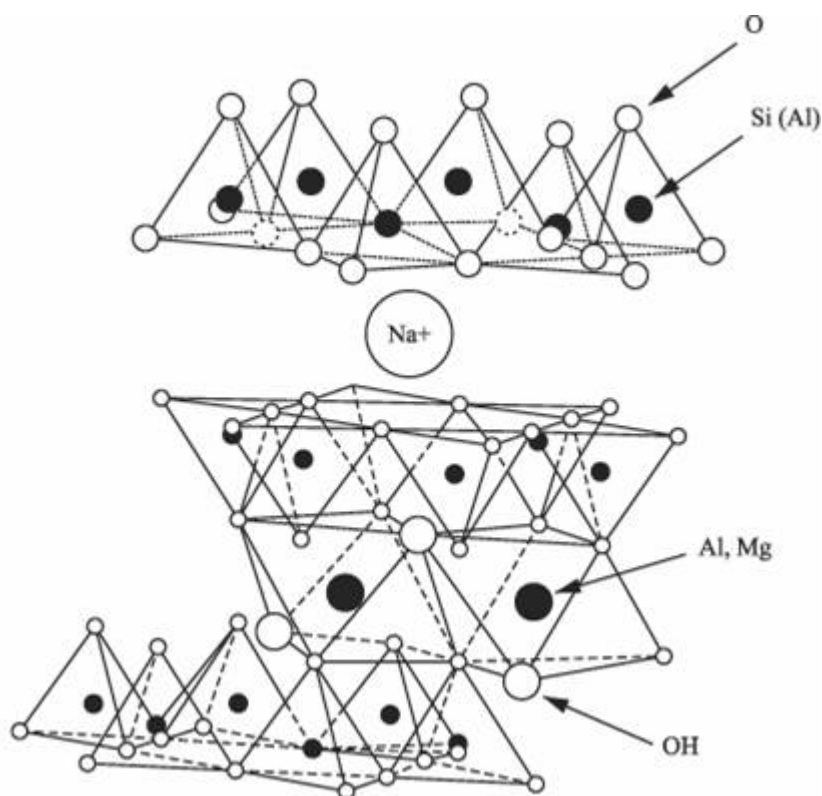


Figura 1 - Estrutura química da montmorilonita sódica.

Desta forma, através de uma avaliação comparativa entre duas diferentes amostras de bentonita, considerando dois diferentes procedimentos usuais de teste e duas diferentes dimensões usuais de placas porosas, é objetivo do presente trabalho, evidenciar com fundamentação estatística, as diferentes possibilidades de interpretação de dados de absorção de água, decorrentes da falta de padronização para a realização dos testes, criando uma oportunidade para discussão técnica entre fornecedores e consumidores de bentonita.

2 METODOLOGIA

Foi empregada a metodologia estatística de planejamento de experimento fatorial, considerando três fatores e dois níveis, sendo o percentual de absorção de água adotado como variável de resposta. Os fatores e níveis avaliados foram 1) a bentonita, sendo duas amostras provenientes de jazidas diferentes 2) o procedimento de teste de absorção de água, sendo dois procedimentos diferentes e usuais, e 3) as dimensões da placa porosa, sendo uma placa maior e outra menor, também usuais. Os testes foram realizados com replicação e foram empregadas as ferramentas do programa computacional estatístico Statgraphics Plus^[5] para a análise dos dados.

Para efeito ilustrativo, as principais características dos procedimentos de testes A e B, avaliados no presente trabalho, foram descritas na Tabela 1. Além disso, foram incluídos na Tabela 1, os dados do antigo procedimento ASTM E946-92.

Adicionalmente, a Tabela 2 apresenta as principais características das placas A e B, utilizadas neste trabalho. Da mesma forma, para ilustrar, foram incluídos na Tabela 2, dados da placa descrita no antigo procedimento ASTM E946-92

Tabela 1 – Principais características dos procedimentos de testes de absorção de água A e B.

Característica do teste	Procedimento A	Procedimento B	ASTM E946-92 (retirado de uso)
Tempo de teste	18 horas	2 horas, após um período de repouso de 12 horas da placa porosa em água.	18 horas
Peso da amostra	2,0g	2,0g	2g +/- 1 mg
Temperatura de secagem da amostra	100°C +/- 10°C	60°C	105°C
Posicionamento da amostra no papel de filtro	No centro em diâmetro de 5cm+/-0,5cm	Em qualquer parte fora da borda e sem formação de montes	Em diâmetro de 5cm
Seqüência de deposição do papel de filtro e da amostra na placa úmida	Colocar o papel na placa e em seguida, colocar a amostra no papel	Colocar o papel na placa por 30 minutos, retirar, pesar, colocar a amostra no mesmo papel, e retorná-lo para a placa	Colocar a amostra no papel seco e em seguida, colocar o papel com a amostra na placa.
Monitoramento da temperatura da água	Não se aplica	Não se aplica	Registrar a temperatura inicial e final do teste
Posição da placa no recipiente com água	Apoiado diretamente sobre o fundo do recipiente	Apoiado diretamente sobre o fundo do recipiente	Apoiado sobre 04 suportes inertes a absorção de água, com 25,4mm ² de área superficial e 6,35mm de altura

Tabela 2 – Principais características das placas A e B.

Característica da placa	Placa A	Placa B	ASTM E946-92 (retirado de uso)
Descrição da placa no procedimento	Tijolo refratário aluminoso	Tijolo refratário isolante	Placa de óxido de alumínio de média grossura, sinterizado
Altura x largura x comprimento (mm)	70 x 230 x 345	60 x 160 x 230	304,8 x 304,8 x 25,4
Volume aparente (cm ³)	5554,5	2208	2359,74
Massa (g)	15000	1734	Não disponível
Densidade seca (g / cm ³)	2,70	0,78	Não informada a massa
Permeabilidade requerida (unidades)	Não se aplica	Não se aplica	12 unidades
Tamanho aproximado requerido para os poros	Não se aplica	Não se aplica	164

As Figuras 3 e 4 ilustram as placas A e B avaliadas.



Figura 3 - Placa A



Figura 4 – Placa B

A análise química das amostras de bentonita foi realizada de acordo com o padrão ISO11535-98.

A análise granulométrica foi realizada de acordo com o padrão ISO4701-99.

A superfície específica foi determinada através do método Fisher.

3 RESULTADOS DOS TESTES

A seguir, são apresentados os resultados dos testes e os comentários relacionados. A tabela 3 apresenta os principais componentes químicos e a caracterização física das amostras de bentonita A e B, evidenciando algumas diferenças entre as mesmas.

Tabela 3 – Análise química e física das amostras de bentonita A e B.

Análise	Bentonita A	Bentonita B
Fe total (%)	5,44	5,31
Fe ₂ O ₃ (%)	7,78	7,59
SiO ₂ (%)	57,20	51,40
Al ₂ O ₃ (%)	15,53	20,4
CaO	1,01	0,004
MgO	2,27	3,01
Perda por calcinação (%)	8,71	14,60
K ₂ O (%)	1,24	0,04
Na ₂ O (%)	2,18	1,97
Granulometria +200# (%)	4,0	0,0
Superfície específica (cm ² /g)	4802	2760
Umidade (%)	12,58	13,12

Na Tabela 3, dentre as principais diferenças encontradas entre as amostras de bentonita A e B, destacam-se os teores de SiO₂, CaO, Al₂O₃, K₂O, perda por calcinação, granulometria na faixa maior que 200 *meshes* (0,074mm), e superfície específica. De acordo com as referências bibliográficas descritas na introdução deste trabalho, e através da análise dos dados da Tabela 3, espera-se que a bentonita B apresente maior absorção de água do que a bentonita A.

Os dados de absorção de água obtidos nos testes foram tratados com auxílio do programa computacional Statgraphics Plus.^[5] Para verificar a confiabilidade destes dados, foi avaliada a variabilidade associada às diferenças entre as médias dos valores obtidos no experimento, e a variabilidade associada ao erro, através de

análise variância, considerando um nível de 95% de significância. A tabela 4 apresenta os valores obtidos na análise de variância.

Tabela 4 – Análise de Variância dos dados de Absorção de Água do experimento.

Fonte	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrados médios	Fator F	Probabilidade
A: PLACA	18632,3	1	18632,3	17,88	0,0029
B: PROCEDIMENTO	6320,25	1	6320,25	6,07	0,0391
C: BENTONITA	106276,0	1	106276,0	102,00	0,0000
AB	16002,3	1	16002,3	15,36	0,0044
AC	15876,0	1	15876,0	15,24	0,0045
BC	7396,0	1	7396,0	7,10	0,0286
Blocos	4,0	1	4,0	0,00	0,9521
Erro	8335,0	8	1041,88	-	-
Total	178842,0	15	-	-	-

Nesta análise, também foi calculado o valor do coeficiente de correlação de *Pearson*, e o resultado obtido a partir do experimento realizado indica que o modelo é capaz de explicar 95,34% da variabilidade da variável de resposta “Absorção de Água”. Considerando que os fatores são independentes, o valor do coeficiente pode ser ajustado para 92,23%, que é considerado um valor de alta relevância.

Na Figura 5, é feita uma análise gráfica da heterocedasticidade da variância dos resíduos em função dos resultados previstos no modelo. Nesta análise, a posição aleatória ocupada por cada um dos pontos em torno da linha de referência indica que a variância dos resíduos é constante em toda a faixa de valores obtidos para a absorção de água. Isso significa que o modelo selecionado para a análise, descreve adequadamente os resultados observados.

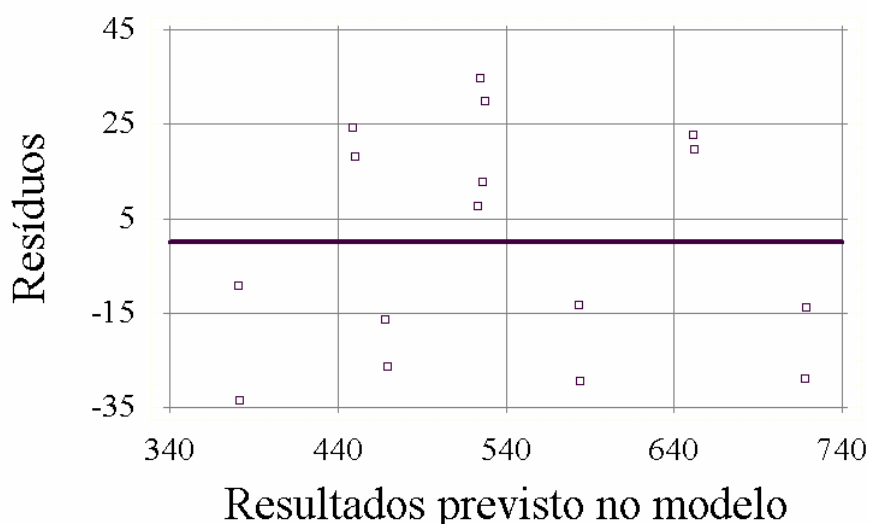


Figura 5 – Gráfico de resíduos *versus* resultados previstos

Também foi calculado o coeficiente de *Durbin-Watson*, o qual determina se há significativa auto-correlação dos resíduos, através da análise de regressão dos quadrados mínimos. Nesta análise, quanto menos significativa for a auto-correlação, mais confiáveis serão os resultados da análise de regressão, indicando que os resíduos também são independentes. Neste trabalho, o valor obtido no cálculo do coeficiente de *Durbin-Watson* foi de 2,1802. Como esse valor é maior do que 1,4, que é o valor considerado como referência dentro dos limites críticos tabelados em

função da comparação com os resultados preditos, com 95% de significância, é possível afirmar que, não há auto-correlação nos resíduos.

Na Figura 6, é apresentado o gráfico de pareto dos efeitos dos fatores e suas interações, nos resultados de absorção de água, considerando 95% de significância. Neste gráfico, o comprimento de cada barra é proporcional ao valor absoluto da estimativa do efeito associado. As barras estão dispostas em ordem de tamanho, representando os efeitos mais significativos a partir do topo do gráfico. Assim, o efeito das bentonitas apresentou forte significância, e em menor escala porém não menos importante, também foi significativa o efeito da placa porosa, seguido pelo efeito das interações, e finalmente, pelo efeito do procedimento.

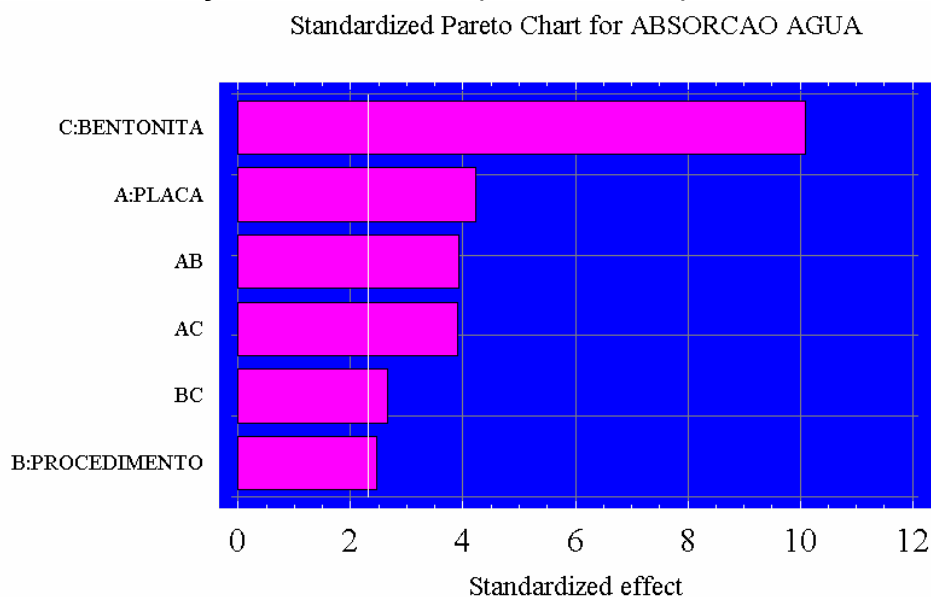


Figura 6 – Diagrama de Pareto dos efeitos dos fatores e suas interações, nos resultados de absorção de água.

A Figura 7 apresenta o diagrama dos efeitos principais, no qual se observa que as diferenças entre as duas amostras de bentonita causaram um efeito fortemente significativo nos resultados de absorção de água. Da mesma forma, porém, com um efeito menos significativo, porém importante, as diferenças existentes entre as placas porosas e entre os procedimentos, também afetaram os resultados de absorção de água.

Neste caso, a placa B, o procedimento A e a bentonita A, apresentaram menores valores de absorção de água.

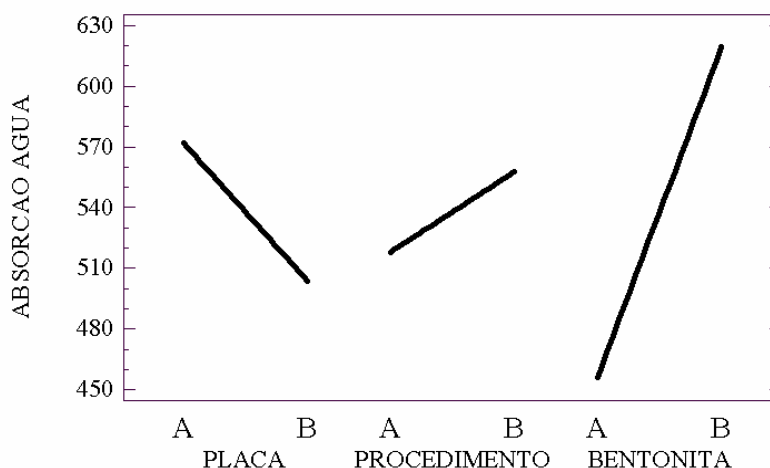


Figura 7 – Diagrama dos efeitos principais

Por outro lado, embora o efeito principal atribuído aos procedimentos A e B tenha sido pouco significativo quando comparado com o efeito das bentonitas, ilustrado na Figura 6, na análise das interações, os resultados mostraram que a interação dos efeitos do uso de diferentes procedimentos e diferentes placas porosas, foi mais significativa. Este mesmo tipo de efeito também foi observado para a interação entre diferentes placas porosas com as diferentes bentonitas. Ainda, de forma menos evidente mas também importante, ocorreu um efeito da interação entre os procedimentos e as bentonitas.

Na Figura 8, é apresentado diagrama das interações, onde se observa os seguintes resultados:

- O uso do procedimento A, juntamente com a placa B, gera valores de absorção de água menores do que quando se usa a placa A, porém, a absorção de água não é afetada pelo uso do procedimento B, independente da placa utilizada. De forma geral, quando se utiliza a placa A, a absorção de água é pouco afetada pelo uso do procedimento A ou procedimento B.
- A bentonita A apresenta valores de absorção de água significativamente e consistentemente menores do que a bentonita B, independente da placa e do procedimento utilizados. Porém, especificamente no caso da bentonita B, quando é utilizada a placa B, os valores de absorção de água são significativamente menores do que aqueles encontrados com o uso da placa A. No entanto, esse mesmo efeito não foi observado na análise da bentonita A. Por outro lado, a bentonita A, apresenta valores de absorção de água significativamente menores quando se emprega o procedimento A, em relação ao emprego do procedimento B.

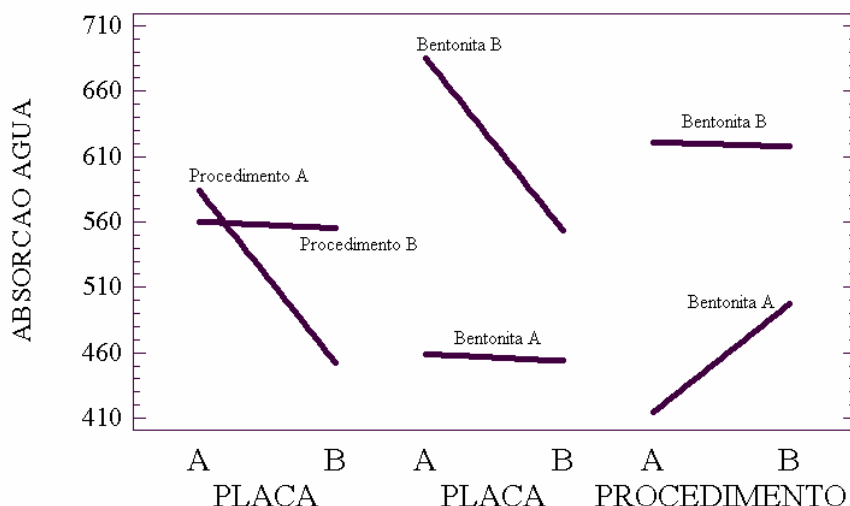


Figura 8 – Diagrama das interações

4 CONCLUSÕES

Considerando a revisão bibliográfica desenvolvida e a análise dos resultados relativos aos testes em escala de laboratório, cabem os seguintes comentários a título de conclusão:

- 1- Em alguns experimentos ocorreram resultados de absorção de água, significativamente diferentes para uma mesma amostra de bentonita A ou B, tanto nos efeitos principais, como nas interações, evidenciando a forte influência das diferenças existentes entre as placas porosas, e também das diferenças existentes entre os procedimentos.
- 2- Em outros experimentos, os resultados ficaram abaixo da faixa adotada como especificação, entre 400% e 450%, o que poderia caracterizar, indevidamente, uma não conformidade da amostra, ou do lote.
- 3- Em outros experimentos, ainda ocorreram, tanto resultados com inversão de tendência de valores entre as bentonitas A e B, como também ocorreram resultados significativamente sem variação significativa, o que dificulta a caracterização.
- 4- De forma geral, os resultados evidenciam que a falta de padronização do teste de absorção de água em bentonitas destinadas ao processo de pelotização, dificulta fortemente a interpretação técnica dos resultados e, muitas vezes, a obtenção de consenso entre fornecedores e consumidores com relação a este parâmetro de qualidade.
- 5- Fica evidenciada, neste trabalho, a necessidade de desenvolvimento de um procedimento padrão para os testes de avaliação de absorção de água, o que deve favorecer o aprimoramento tecnológico e a melhoria da qualidade deste insumo para uso no processo de pelotização.

REFERÊNCIAS

- 1 COSTA FILHO, A. P.; GOMES, A. S.; LUCAS, E.F. – Preparação e caracterização de organobentonita modificada com ionenos alifáticos. *Polímeros*, São Carlos, v.15, n.3, 2005. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0104-14282005000300012&lng=pt&nrm=iso>. Acesso em: 30 Out 2007.
- 2 HEINZ, A., STENGELE, R.H., PLÖTZE, M.. Rheological properties of bentonite suspensions modified with polymers. *Annual Transactions of the Nordic Rheology Society*, Vol. 12, Zurich, Switzerland, 2004.
- 3 H. H. Murray, *Applied Clay Science* 17 (2000)207-221 APUD AMORIM, L. V., FARIAS, K. V., VIANA, J. D. et al. Fluidos de perfuração à base de água. Parte I: efeitos de aditivações poliméricas nas propriedades reológicas. *Cerâmica*, abr./jun. 2005, vol.51, no.318, p.128-138. ISSN 0366-6913.
- 4 LUZ, A.B., LINS, F.F., *Rochas & Minerais Industriais – Usos e Especificações*, CETEM – Centro de Tecnologia Mineral. Rio de Janeiro, 2005, 726 páginas.
- 5 MANUGISTICS, Inc., *Statgraphics Plus*, Version 1, Maryland, USA, 1996.
- 6 MEYER, K. – *Pelletizing of Iron Ores*, Düsseldorf, 1980, p.122.
- 7 MONTGOMERY, D. C., PECK, E. A. and VINING, G. G. (2001). *Introduction to Linear Regression Analysis*. 3rd Edition, New York, New York: John Wiley & Sons.