

ESTUDO VARIOGRÁFICO DO SINTER CSP*

Ulisses Tetti ¹

Miguel Araújo Vasconcelos Filho ²

Resumo

Com o objetivo de determinar a influência do número de incrementos das amostras de sinter sobre a variabilidade da composição química obtida na produção da Sinterização, foi realizado um estudo variográfico. Foi realizado com duas séries de amostras. A primeira série foi composta por 40 amostras com intervalo de 6 segundos, com o objetivo de obter o chamado erro prático mínimo, resultante dos processos de extração da amostra da correia transportadora e da preparação e análise em laboratório e a segunda série composta por 60 amostras com um intervalo de 4 minutos, que indica o erro de seleção da amostra. Os resultados obtidos mostraram que a minimização do erro de seleção da amostra ocorre para incrementos espaçados em 15 minutos, estando de acordo com a ISO 3082, mas com resultados significativamente melhores do que aqueles praticados atualmente, se praticado intervalos entre incrementos de 1 hora. Decidiu-se então a adequação do amostrador para permitir a coleta de um incremento por hora e, em uma segunda oportunidade, a instalação de uma torre de amostragem com amostradores primário e secundário para coletar incrementos a cada 15 minutos, incluindo a redução do tamanho da amostra..

Palavras-chave: Amostragem representativa; Teoria da amostragem; Variograma; Sinter.

CSP SINTER ORE VARIOGRAPHIC STUDY

Abstract

In order to determine the influence of the number of increments of the sinter sample on the variability of the chemical composition obtained in Sinter Plant production, a variographic study was carried out. It was performed with two series of samples. The first series was composed of 40 samples with a 6-second interval, with the objective of obtaining the so-called minimum practical error, resulting from the extraction processes of the sample of the conveyor belt and preparation and analysis in the laboratory and the second series composed of 60 samples with a range of 4 minutes, which points to the sample selection error. The results obtained showed that the minimization of the sample selection error occurs for increments spaced in 15 minutes, being in agreement with ISO 3082, but with significantly better results than those currently practiced for intervals between 1hour increments. It was then decided on the suitability of the sampler to allow hourly increments to be collected and on a second opportunity to install a sampling tower with primary and secondary samplers to collect increments every 15 minutes including sample size reduction.

Keywords: Representative sampling; Theory of sampling; Variogram; Sinter ore.

¹ Engenheiro Metalurgista, MSc, Especialista de Sinterização, Companhia Siderúrgica do Pecem, São Gonçalo do Amarante, Ceará, Brasil.

² Técnico Metalúrgico, Técnico de Sinterização, Companhia Siderúrgica do Pecem, São Gonçalo do Amarante, Ceará, Brasil.

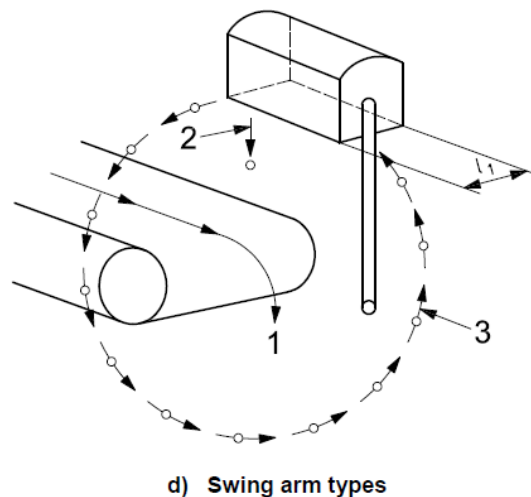
1 INTRODUÇÃO

A Companhia Siderúrgica do PECEM (CSP), Usina do tipo “Single Line” conta com uma Planta de Sinterização de 400 m² e um Alto Forno de 3800 m³.

A estabilidade operacional do Alto Forno é fundamental e, quando necessário, ajustes no carregamento e ou no ritmo de produção do Alto Forno bem como ações visando corrigir desvios de qualidade do sinter na Planta de Sinterização, são realizados com base em resultados de análise de amostras coletadas a cada 4 horas, correspondendo a uma produção de cerca de 2400 t de sinter nesse período.

A representatividade dessa amostra é fundamental para que decisões erradas sejam evitadas (alterar um carregamento quando não necessário ou não alterar quando na realidade seria necessário).

A coleta dessas amostras é feita pelo amostrador da planta que é do tipo braço oscilante como mostrado na figura 1, tendo como principais características uma velocidade de corte de 0,18 m/s e abertura de corte de 150 mm. Nessas condições um incremento coletado pesa cerca de 130 kg sendo suficiente para todos os ensaios realizados no laboratório (granulometria, resistência a queda, testes metalúrgicos e análise química).



Key

- 1 main ore flow
- 2 increment
- 3 travelling pass of primary sampler
- l_1 Cutting aperture of primary sampler.

Figura 1: Tipo de amostrador instalado na Sinterização. ⁽²⁾

A coleta de maior número de incrementos com vantagens quanto a representatividade da amostra é inviável, pois essa prática, resultaria em massas de amostra de sinter que inviabilizariam seu manuseio no laboratório que é feito em boa parte de forma manual.

Métodos manuais de divisão de amostras como quarteador de rifle não são previstos para lotes com top size de 50 mm⁽¹⁾ como é o caso do sinter.

Sendo assim, a prática operacional adotada é a de coleta de 1 incremento / amostra a cada 4 horas.

O principal objetivo desse trabalho é o de determinar o número adequado de incrementos que deve compor uma amostra, de modo a permitir melhor domínio do

processo de produção através da maior precisão dos resultados de análises do síter.

A norma ISO 3082 ⁽²⁾, disciplina a amostragem de minérios de ferro inclusive na forma de aglomerados como o síter. É fundamentada nos estudos realizados por Pierre Gy ⁽³⁾ e mostra principalmente:

- A amostragem sempre aplicada quando o lote está em movimento na correia transportadora.
- O numero de incrementos para representar um determinado lote é função da classificação do minério em determinado grupo de variação (pequena, média ou grande). Para tal é necessário previamente classificar o minério em um desses grupos através de experimento. Para lotes de tamanho 2400 t são necessários no mínimo 25 incrementos.
- Determina a abertura mínima de corte do amostrador como sendo três vezes o top size (abertura da peneira cujo percentual retido acumulado é igual a 5 %) do material e a velocidade máxima como 0,6 m/s.
- Garante precisão de 95 % (correspondendo a duas vezes o desvio padrão combinado de amostragem, preparação e análise) para teores de ferro, sílica, alumina, fósforo e umidade.
- Não especifica precisão para outras propriedades físicas e metalúrgicas.

A característica essencial em um fluxo de materiais granulados em uma correia transportadora descrita por Pierre Gy⁽⁵⁾, é a autocorrelação que é uma medida da continuidade de alguma característica no tempo. Sua determinação prévia é necessária para o plano de amostragem.

“Para ilustrar a continuidade, consideremos dois fragmentos adjacentes na correia transportadora vindos da mina. Eles provavelmente são oriundos do mesmo bloco de rocha ou de blocos muito adjacentes. Para fazer uma comparação com os humanos, esses fragmentos são irmãos ou pelo menos primos. Suas composições são provavelmente similares, certamente mais que do que a de dois fragmentos coletados do mesmo fluxo com horas ou dias de diferença...”

Diante desse cenário decidiu-se pela abordagem aplicada de Pierre Gy ⁽³⁾, proposta por Petersen ⁽⁴⁾ na forma de um tutorial.

2 DESENVOLVIMENTO

2.1 Métodos e Materiais

Para caracterizar a autocorrelação entre partes do lote é derivada a função variograma. Essa função descreve a variação entre as partes do lote como uma função da distância entre elas (no tempo ou no espaço) como mostrado na Equação [1].

$$v(j) = \frac{1}{2(Q-j)} \sum_1^Q (h_{q+j} - h_q)^2 \quad [1]$$

$v(j)$: variograma para o intervalo j entre amostras

Q : numero amostras igualmente espaçadas no intervalo estudado

j : parâmetro adimensional refletindo a distância entre duas amostras , $j = 1, 2, \dots, Q/2$

q : posição da amostra na série , $q = 1, 2, 3 \dots Q$

h_q : Contribuição individual da heterogeneidade, mostrado na Equação [2]

$$h_q = \frac{a_q - a_L}{a_L} [2]$$

a_q : valor de uma característica do lote na posição q.

a_L : valor médio da característica do lote.

A forma gráfica do variograma fornece parâmetros relativos à variabilidade do lote estudado, conforme mostrado por Petersen ⁽⁴⁾ na Figura 2:

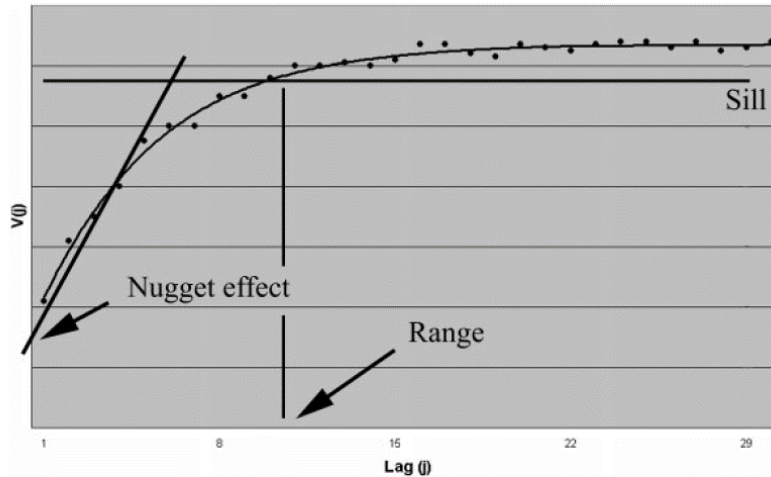


Figura 2: Variograma genérico com ilustrações do efeito pepita (nugget effect) ou erro prático mínimo e o Range que mostra que para espaçamentos acima dele, a autocorrelação não é mais observada ⁽⁴⁾.

- Efeito pepita – também chamado de erro prático mínimo é a parcela de variabilidade devida à extração mecânica da amostra da correia acrescido da preparação da amostra e análise. Essa parcela de variação é inerente aos métodos e equipamentos de preparação e análise.
- Range – distância entre amostras a partir da qual não há mais autocorrelação entre elas. A variância causada pelo erro de seleção de amostra pode ser reduzida significativamente extraindo-se incrementos para compor uma amostra em intervalos inferiores ao Range (indo no sentido do espaçamento zero, o variograma tende ao erro prático mínimo, ou seja, sem o erro de seleção de amostra).
- Patamar (Sill) – representa a máxima variabilidade do lote, se as amostras consideradas estão distantes entre si com intervalo além do Range.

Ainda segundo Petersen ⁽⁴⁾, após cálculo e interpretação do variograma, um conjunto de funções auxiliares que retratam a variação, devido á seleção de amostras (em função do nº de incrementos) e que podem ser calculadas pelo método ponto a ponto como proposto por Gy ⁽⁶⁾:

- A integral $S_{(i)}$ do variograma $V_{(i)}$
- A integral média $w_{(i)}$ de $S_{(i)}$
- A integral dupla $S'_{(i)}$ do variograma $V_{(i)}$
- A integral dupla média $w'_{(i)}$ de $S'_{(i)}$

Com esses valores, é possível calcular finalmente a variância do erro de seleção da amostra - s^2 (CE) mostrado na Equação [3]

$$s^2(CE) = \frac{2w\left(\frac{j}{2}\right) - w'(j)}{Nu} [3]$$

Nu: numero de incrementos

Petersen ⁽⁴⁾ em seu tutorial recomenda o seguinte procedimento para realizar um estudo variográfico:

1. Extrair de 60 a 100 amostras a intervalo constante cobrindo o intervalo esperado de autocorrelação.
2. Prepara e analisar cada uma das amostras de acordo com método rotineiro.
3. Calcular as contribuições de heterogeneidade individuais h_q para todas as amostras .
4. Calcular o variograma $v_{(j)}$ com intervalo j de 1 até 30 ou 50 dependendo do numero de amostras (no máximo metade do numero de amostras coletadas para que em todos os cálculos do variograma , todas as análises sejam consideradas .
5. Extrair outras 30 a 50 amostras a intervalos tão curtos quanto possíveis. Preparar e analisar essas amostras. Calcular outro variograma com intervalo j de 1 até 15 ou 25 dependendo do numero de amostras. Essa prática resultará na melhor estimativa possível do erro prático mínimo. Quando não for possível, esse erro pode ser estimado pela extrapolação para trás dos cinco primeiros pontos do variograma obtido no passo 4, interseccionando o eixo das ordenadas (estimativa do variograma sem intervalo entre amostras – V_0)
6. Calcular as funções auxiliares de acordo com o método ponto a ponto.
7. Finalmente calcular a função que fornece o erro de seleção s^2 (CE).

Com os erros prático mínimo e de seleção conhecer a precisão que será alcançada para cada situação.

Foram realizadas coleta e análise de duas séries de amostras de sinter

	Série M (minutos)	Série S (segundos)
Nº amostras	60	40
Intervalo entre amostras	4 minutos	6 segundos
Método de coleta	Amostrador de rotina	Correia ao lado do Pátio de Sinter parada e gabarito de 0,5 metro.
Acondicionamento das amostras	Big bag	Big bag
Peso médio das amostras	120 kg	60 kg
Prepara das amostras / análise	De acordo com rotina atual	De acordo com rotina atual
Objetivos	Determinar o Range Obter dados para cálculo do erro de seleção de amostra $s^2(CE)$	Determinar o efeito pepita (erro prático mínimo) para análise química
Ensaio realizados	Análise química, Análise granulométrica , Ensaio Shatter	Análise química

2.2 Resultados Obtidos

As Figuras 3, 4, 5 e 6 mostram valores obtidos para :

- Fração < 5 mm, Índice Shatter e Teor de SiO₂ na série M
- Teor de SiO₂ na Série S

Respectivamente.

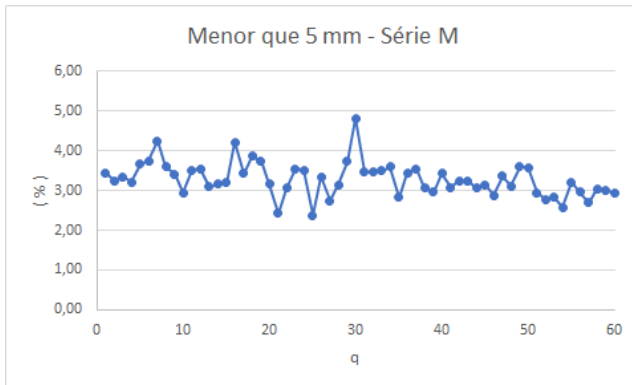


Figura 3 : Valores da fração menor que 5 mm obtidos na Série M.

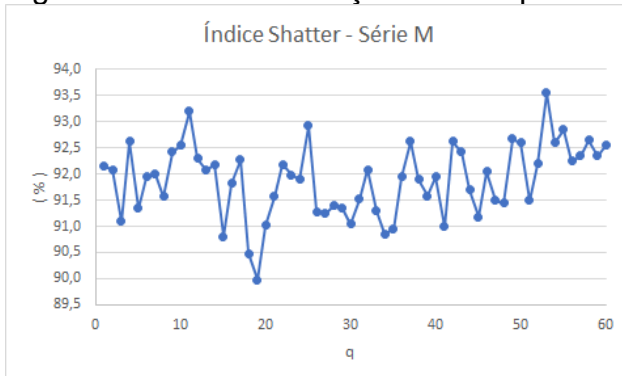


Figura 4: Valores do Índice Shatter obtidos na Série M.

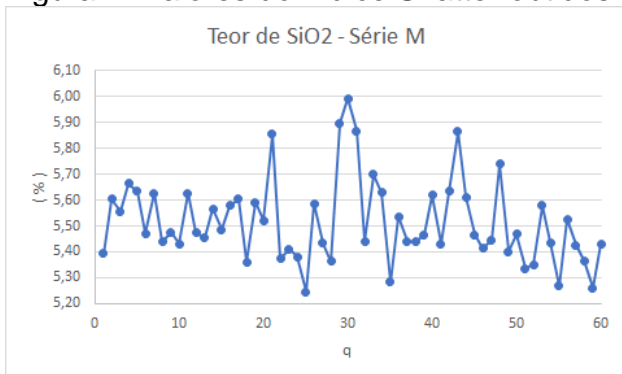


Figura 5 : Valores do teor de SiO₂ obtidos na Série M.

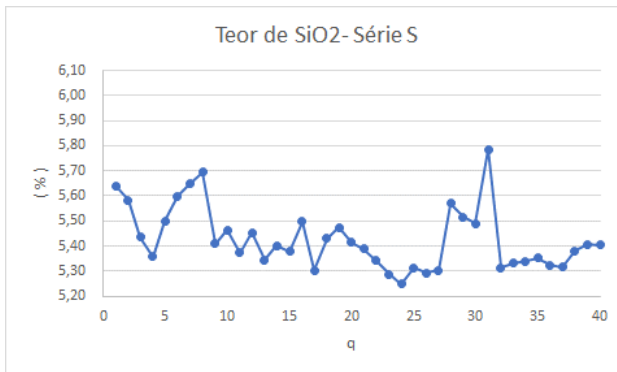


Figura 6 : Valores do teor de SiO2 obtidos na Série S.

A figura 7 apresenta para a fração menor que 5 mm, a estimativa feita de V_0 , por extrapolação dos cinco primeiros valores do variograma e as figuras 8 e 9 apresentam o variograma e a variância do erro de seleção s^2 (CE).

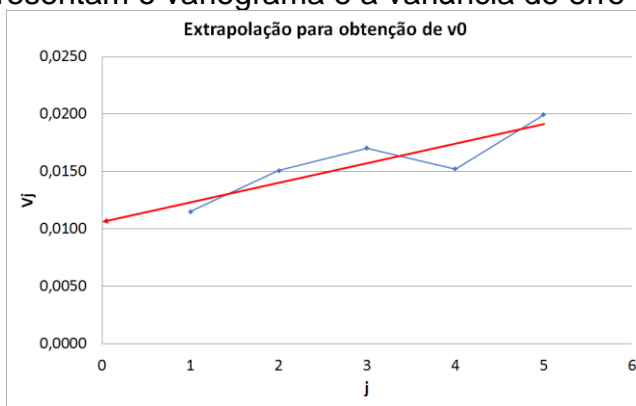


Figura 7: Obtenção de v_0 por extrapolação

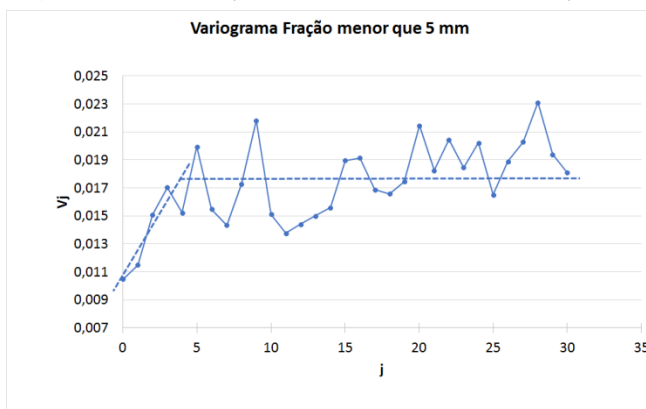


Figura 8 : Variograma mostrando uma estimativa do range em $j=4$ (16 minutos) e do erro prático mínimo .

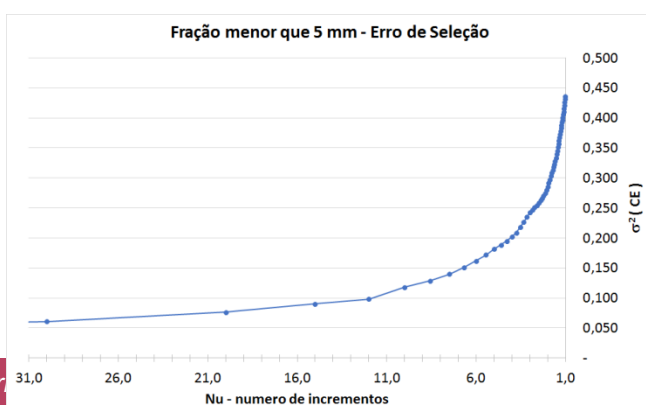


Figura 9 : Erro de seleção como uma função do numero de incrementos para a fração menor que 5 mm.

O Variograma do Índice Shatter cujo valor de V_0 foi obtido por extrapolação é mostrado na figura 10 e na figura 11, o correspondente erro de seleção.

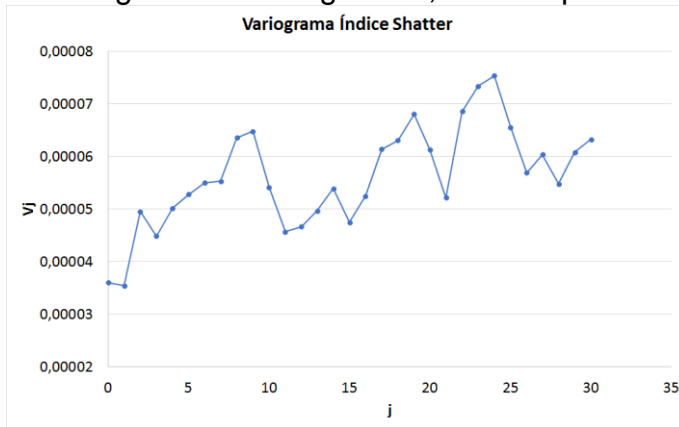


Figura 10 : Variograma do Índice Shatter

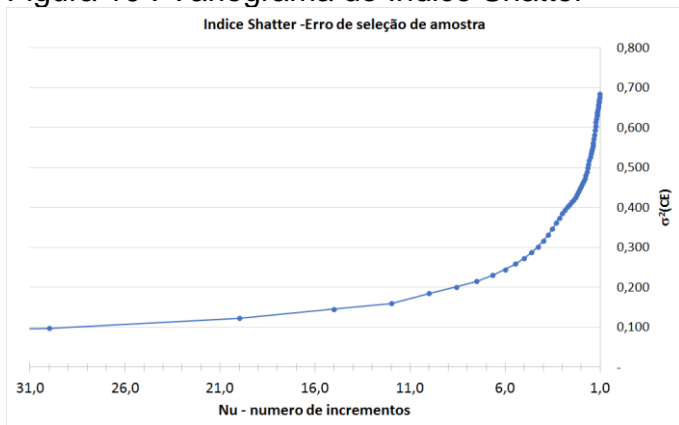


Figura 11: Erro de seleção de amostra para o índice Shatter

Para o teor de SiO₂ do sinter, a estimativa de V_0 foi feita com o variograma da Série S como mostrado na Figura 12

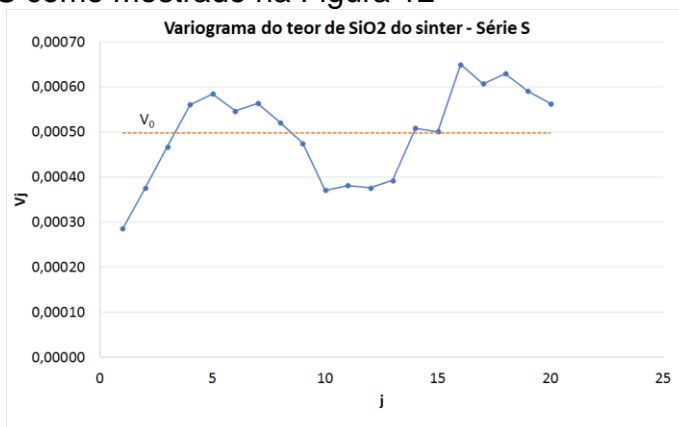


Figura 12 : Variograma teor de SiO₂ – Série S

Os variograma e erro de seleção para o teor de SiO₂ do sinter são apresentados nas figuras 13 e 14.

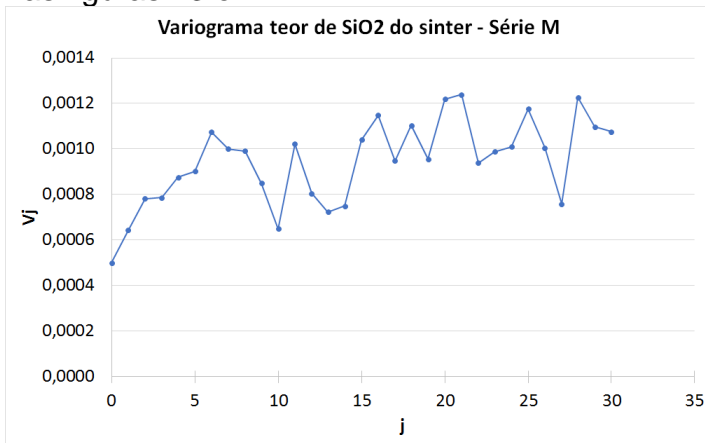


Figura 13: Variograma do teor de SiO₂ do sinter

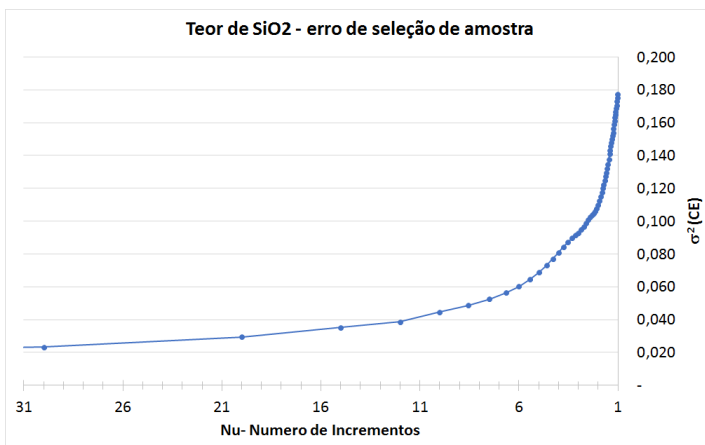


Figura 14: Erro de seleção de amostra para o teor de SiO₂ do sinter

1.3. Discussão

Da análise da Figura 13 nota-se que a obtenção do erro prático mínimo V_0 através da extrapolação dos cinco primeiros valores da Série M esteve em boa concordância com o valor de V_0 obtido da Série S, ambos os valores próximos à 0,0005, sendo que o método pela Série S de maior precisão de acordo com Petersen ⁽⁴⁾.

Dessa forma, os valores de V_0 obtidos nas Figuras 8 e 10 para a fração menor que 5 mm e para o Índice Shatter respectivamente serão considerados na análise.

A análise da equação do variograma mostra que para se obter o desvio padrão do erro prático mínimo, que na Norma ISO 3082 corresponde ao valor de σ_{PM} (desvio padrão de preparação e análise), é necessário considerar que o variograma é calculado com o quadrado das diferenças relativas entre análises. Portanto para transformar o valor em desvio padrão e na forma absoluta mostrado na Equação [4]:

$$\sigma_{PM} = \sqrt{V_0} \times a_L [4]$$

Os valores de σ_{PM} estão mostrados na Tabela 1

Tabela 1 : Valores obtidos do desvio padrão de preparação e análise σ_{PM}

	Vo	aL	σ_{PM}
Fração < 5 mm	0,010500	3,28	0,34
Shatter	0,000036	91,89	0,55
SiO2	0,000500	5,52	0,12

Mantidos os mesmos métodos e equipamentos de análise, esses valores serão constantes para obter os desvios padrões, total, de amostragem, da preparação e da análise. Esses valores devem ser combinados com o desvio padrão do erro de seleção de amostra, mostrados nas Equações [5] e [6].

$$\sigma_S = \sqrt{\sigma^2(CE)} [5]$$

$$\sigma_{SPM} = \sqrt{\sigma_S^2 + \sigma_{PM}^2} [6]$$

Na tabela 2 são apresentadas três condições: Nu=1, Nu=25 e Nu =4 objetivando simular o aumento da precisão ao alterar as coletas de amostra da situação atual, para a situação prevista na ISO 3082 ou para uma situação intermediária.

Tabela 2: Decomposição do erro total de amostragem para três situações

	Atual Nu=1			ISO 3082 Variação Pequena Nu=25			Situação Intermediária Nu=4		
	σ_{PM}	σ_S	σ_{SPM}	σ_{PM}	σ_S	σ_{SPM}	σ_{PM}	σ_S	σ_{SPM}
Fração menor 5 mm (%)	0,34	0,66	0,74	0,34	0,26	0,43	0,34	0,45	0,56
Índice Shatter (%)	0,55	0,82	0,99	0,55	0,33	0,64	0,55	0,55	0,78
Teor de SiO2 (%)	0,12	0,42	0,44	0,12	0,16	0,20	0,12	0,28	0,30

A Norma ISO utiliza o critério de dois desvios padrões (95 %) para a precisão total β_{SPM} e para o teor de SiO2 o valor mostrado é de 0,55 %, o que corresponde a um desvio padrão de 0,275 %, valor esse, um pouco superior ao encontrado no presente estudo como sendo 0,20 %. Uma das possíveis causas para o melhor resultado obtido no teste variográfico é o fato dos minérios de ferro que compõe o sinter sofrerem forte grau de homogeneização durante empilhamento Chevron e recuperação com equipamento de ponte com duas rodas de caçambas, antes de serem enviados para a Sinterização, resultando em um sinter com baixa variabilidade devido baixa variabilidade dos minérios.

Para atingir esse grau de precisão (resultante de uma amostra com 25 incrementos) será necessário a implantação de novo amostrador com cortadores primário e secundário visando reduzir o tamanho da amostra durante o próprio processo de amostragem. Essa etapa envolve provisão de recursos para esse fim que será considerado em futuros planos anuais de investimentos.

Como a equipamento atual está operando com velocidade de corte inferior ao máximo permitido pela norma ISO , foi simulada a situação onde aumentando-se a velocidade de corte até o máximo (0,6 m/s) com conseqüente diminuição da massa do incremento e permitindo a reunião de mais incrementos para compor a amostra mantendo praticamente a mesma massa de amostra atual .Na tabela 2 , a coluna Situação Intermediária com 4 incrementos por amostra . Nota-se uma melhoria de cerca de 30 % na precisão em relação à atual.

3 CONCLUSÃO

Foi realizado um estudo variográfico do sínter da CSP mostrando que:

- É possível através dessa técnica quantificar a precisão dos resultados obtidos da qualidade do sínter, servindo como apoio na tomada de decisões e ajustes nos processos de produção.
- Mesmo somente com o estudo da Série M é possível estimar o valor do erro prático mínimo que corresponde basicamente aos erros de preparação da amostra e análise.
- Parte da atual variabilidade apresentada no sínter é devida ao fato de coleta de um único incremento por amostra sendo esse intervalo de 4 horas maior que o range que é da ordem de 15 a 20 minutos.
- Alterando-se as condições do amostrador atual de modo que permita a coleta de 4 incrementos por amostra (incrementos a cada hora) haverá uma redução de 32 % no erro de seleção de amostras e 25 % de aumento na precisão total (menor β_{SPM}).
- Para resultados mais precisos, além do novo amostrador, é necessária a mudança de equipamentos e ou métodos de preparação e análise.

REFERÊNCIAS

- 1 ISO 14488: 2007 (E) Particulate Materials – Sampling and sample splitting for the determination of particulate properties .
- 2 ISO 3082: 2009(E) Iron Ores – Sampling and sample preparation procedures.
- 3 Gy, P., Sampling of particulate materials – Theory and practice , 2nd Edition (Elsevier , Amsterdam) , 1982
- 4 Petersen L, Esbensen K.H., Representative process sampling for reliable data analysis – a tutorial. Journal of Chemometrics 2005; 19: 625-647.
- 5 Gy, P., A new theory of Bed-Blending derived from the theory os sampling – Development and full- scale experimental check. International Journal of Mineral Processing, 8 (1981) 201-238.
- 6 Gy, P. Sampling of discrete materials III. Quantitative approach – sampling of one-dimensional objects . Chemometrics and Inteligent Laboratory Systems 74 (2004) 39-47.