

CONTROLE DA EFICIÊNCIA DE COMINUIÇÃO NOS MOINHOS DE PULVERIZAÇÃO DE LABORATÓRIOS DE MINÉRIO DE FERRO POR MEIO DO USO DE PADRÕES COM ITABIRITO DURO ¹

Rodrigo Alves Costa²
Rui Alves Barbosa³
Marcelo Cota⁴

Resumo

Esse estudo tem por objetivo desenvolver uma metodologia robusta, sensível e de fácil aplicação no controle da eficiência de cominuição dos moinhos de pulverização. Esta metodologia é usada em laboratórios de análise química de minério de ferro para garantir uma distribuição granulométrica mínima adequada para as análises químicas por Espectrometria de Fluorescência de Raios-X (FRX) via pastilha prensada, evitando desvios na análise química. O princípio do estudo está no uso de padrões de minério de ferro que permitem observar alterações mecânicas nos moinhos capazes de provocar a diminuição da eficiência de cominuição com o tempo ou após manutenções e reformas. Os padrões foram confeccionados a partir de uma amostra "in" natura de itabirito duro com alta dureza pelas etapas de britagem, secagem, moagem e divisões sucessivas até se obter porções de 100 g de material entre 1 mm a 0,25 mm. A avaliação do comparativo da análise granulométrica por peneiramento a úmido de 100 g de amostras do padrão pulverizado por 2 minutos entre moinhos com e sem problemas mecânicos, detectou diferença significativa nas peneiras avaliadas (0,15mm; 0,106mm; 0,075mm, 0,045mm; 0,038 e -0,038mm). Esse problema não era detectado pelo método de controle antigo dos moinhos. Também foi observado na análise química por FRX –pastilha prensada que os resultados provenientes do moinho com problemas mecânicos apresentaram um vício relativo médio de 2,3 %. Assim, pelo uso método desenvolvido é possível verificar problemas na pulverização dos moinhos. Aumentando a confiabilidade e sensibilidade na verificação do grau de pulverização.

Palavras-chave: Fluorescência de raios-X; Pastilha prensada; Minério de ferro; Moinho de pulverização.

EFFICIENCY CONTROL OF COMMINUTION IN THE VIBRATION MILL OF IRON ORE'S LABORATORIES THROUGH THE USE OF HARD ITABIRATE STANDARDS

Abstract

This study has the objective to develop a robust, sensitive and easy methodology to control in the efficiency of the comminution of the vibrating mills. This methodology is used in laboratories for chemical analysis of iron ore to ensure an appropriate size distribution for chemical analysis by X-ray fluorescence spectrometry – FRX by pressed disc and avoiding bias in chemical analysis. The principle of this study is the use of standards' iron ore in which mechanical problems can be observed in vibration mills capable of causing the decrease of the efficiency of comminution with time or after maintenance and repairing. The standards were prepared from a sample "in" nature of hard itabirite with high hardness through the steps of crushing, drying, milling and divisions to obtain successive portions of 100 g of material from 1 mm to 0.25 mm . An comparative of the size distribution by the wet sieving of 100 g of standards samples powdered for 2 minutes in mills with and without mechanical problems, found a significant difference in evaluated sieves (0.15 mm, 0.106 mm, 0.075 mm, 0.045 mm; 0.038 and -0.038 mm). This problem was not detected by the old method of vibration mills' control. It was also observed in chemical analysis by FRX-pressed disc that results from the mill with mechanical problems had a mean relative bias of 2.3%. Thus, the method developed is used to check problems in the pulverized mills, increasing reliability and sensitivity in the verification of the level of pulverization.

Key words: X-ray fluorescence; Pressed disc; Iron ore; Vibrating mill.

¹ *Contribuição técnica ao 39º Seminário de Redução de Minério de Ferro e Matérias-primas e 10º Seminário Brasileiro de Minério de Ferro, 22 a 26 de novembro de 2009, Ouro Preto, MG.*

² *Engenheiro Químico, Gerência de Laboratório do Sistema Sudeste, Vale, Brasil.*

³ *Analista Sênior, Gerência de Laboratório do Sistema Sudeste, Vale, Brasil.*

⁴ *Técnico de Laboratório, Gerência de Laboratório do Sistema Sudeste, Vale, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

A composição química das amostras de produção e carregamento de minério de ferro em diversos laboratórios da Vale é determinada via Fluorescência de Raios-X – FRX por pastilha prensada devido ao rápido tempo de resposta e baixo custo quando comparada a pastilha fundida.

A condição ideal para a execução das análises por FRX, via pós prensados, exige uma pastilha compacta e homogênea, que só é atingida quando a amostra é pulverizada até um determinado grau de pulverização. Normalmente, o tempo de pulverização necessário para atingir este grau é inviável na prática e a alternativa passa a ser a adoção de um tempo cujo impacto no resultado seja aceitável. Assim, as condições dos moinhos têm papel preponderante na obtenção de bons resultados analíticos e, por estar em uma “faixa de instabilidade” em relação ao grau de pulverização, é de se esperar que qualquer desvio no funcionamento de um moinho venha causar variações nesses resultados. Assim, a precisão da técnica analítica é altamente dependente das etapas de preparação da amostra, principalmente da qualidade da pulverização.⁽¹⁾

Estudos demonstram que a intensidade de energia detectada pelo equipamento de FRX, após a pastilha prensada ser irradiada, varia com o grau de cominuição da amostra, tendendo à estabilidade à medida que a amostra se torna mais finamente cominuída. Essa tendência varia de elemento para elemento. Em teste de definição de tempo de pulverização, alguns elementos não atingiram boa estabilização, em termos de intensidade, mesmo em tempos próximos a 30 minutos de pulverização. O tempo de pulverização adotado no laboratório de 1,5 minutos a 2 minutos é mais adequado à rotina de preparação em relação ao custo/benefício. Porém, não é o melhor tempo em relação à cominuição da amostra. O tempo de pulverização escolhido pelo laboratório é uma condição analítica definida, que não pode ser alterada pelos laboratoristas, pois a sua alteração pode implicar em mudanças na intensidade de leitura, já que o grau de pulverização não se encontra no nível da estabilidade desejada.

Para as análises via úmida, como determinação de sílica, ferro total, óxido de ferro II e outras, as normas estabelecem que a granulometria do material deve estar abaixo de 0,106 mm. Caso contrário, o procedimento de abertura da amostra fica muito prejudicado, podendo causar erros no resultado final do ensaio.

O controle atual da eficiência dos moinhos de pulverização nos laboratórios da Vale são, em geral, realizados com amostras de rotina e preparadas por etapas de redução e cominuição até se obter uma massa representativa de 60 g com granulometria inferior a 1 mm. Em seguida, o material é pulverizado por dois minutos em moinhos de pulverização. De cada porção pulverizada é retirada uma massa de 20 g para ser novamente moída por mais dois minutos no mesmo moinho. A porção de minério, após a segunda pulverização, encontra-se numa granulometria abaixo de -0,045 mm e, em seguida, é transferida para um molde de alumínio e prensada a 200 kN. A pastilha formada é analisada em uma curva de calibração exclusiva para cada tipo de minério de ferro, a qual foi confeccionada com amostra de características geológicas semelhantes e provenientes da respectiva mina. Esse fato possibilita minimizar interferências analíticas como efeito mineralógico, granulométrico, de ligação química e de efeito matriz, melhorando a qualidade dos resultados. Para que os moinhos estejam conformes e aprovados para uso na rotina, a granulometria da porção teste deve estar 100% abaixo de 0,075 mm e ter, no máximo, 5% em massa retida na peneira de 0,045 mm. Caso contrário, o

equipamento deve ser retirado de uso e feita a verificação da parte mecânica do equipamento, bem como da massa dos corpos moedores.

Baseando-se nessa premissa, pode-se afirmar que a qualidade das análises via FRX com pastilha prensada é dependente de um bom funcionamento dos moinhos de pulverização, pois qualquer variação de funcionamento pode implicar em alteração de resultados. Vários fatores podem afetar a eficiência de pulverização das amostras, como, por exemplo, problemas mecânicos nas molas do moinho, alteração da vibração por outros motivos, desregulagem do tempo de pulverização, painéis e corpos moedores com massa fora da faixa de aceitação. Conseqüentemente, uma pastilha prensada confeccionada com uma porção de minério de ferro que não foi pulverizada o suficiente pode ocasionar erros nos resultados químicos, principalmente para os elementos de maior interesse como, por exemplo, ferro total e sílica. Geralmente, quando a amostra não está bem pulverizada, ocorre migração dos grãos maiores de sílica para a superfície da pastilha gerando a tendência de se obter resultado maior que o real para sílica e menor para ferro. Isso se deve ao fato do quartzo ser mais difícil de pulverizar que outros minerais. Desta forma, conclui-se ser necessário o controle do grau de cominuição dos moinhos de pulverização através de procedimentos como, por exemplo, a análise granulométrica de amostras pulverizadas.

Recentemente, mesmo com o controle do grau de pulverização dos moinhos, observou-se que falhas podem acontecer na verificação dos equipamentos e aprovar um moinho apesar dele não estar adequado para uso. Na Figura 1 é apresentada a carta de acompanhamento do grau de pulverização dos moinhos 1 e 2 e pode-se observar que a curva granulométrica de ambos os moinhos é praticamente a mesma. No entanto, na Figura 2 é apresentada a carta de acompanhamento da sílica para um sinter feed, na qual as pastilhas do material de referência interno foram analisadas por FRX na mesma curva de calibração. Essas pastilhas foram confeccionadas a partir de pulverizações feitas nos moinhos 1 e 2, utilizando a mesma panela, anel e tarugo.

Observa-se pela carta de acompanhamento do material de referência (Figura 2), que os resultados das análises de sílica do moinho 1 são tendenciosamente maiores que as do moinho 3 ao longo do tempo, apresentando um viés relativo de 2,3% para a SiO_2 ou um viés absoluto de 0,0%.

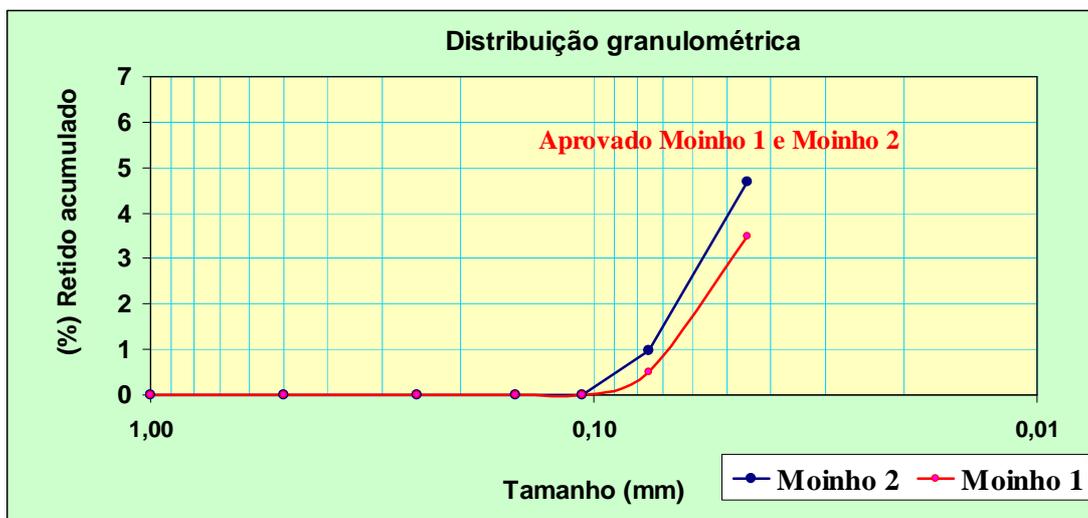


Figura 1 – Distribuição granulométrica de uma amostra de controle pelo método atual, após 2 minutos de pulverização no moinho.

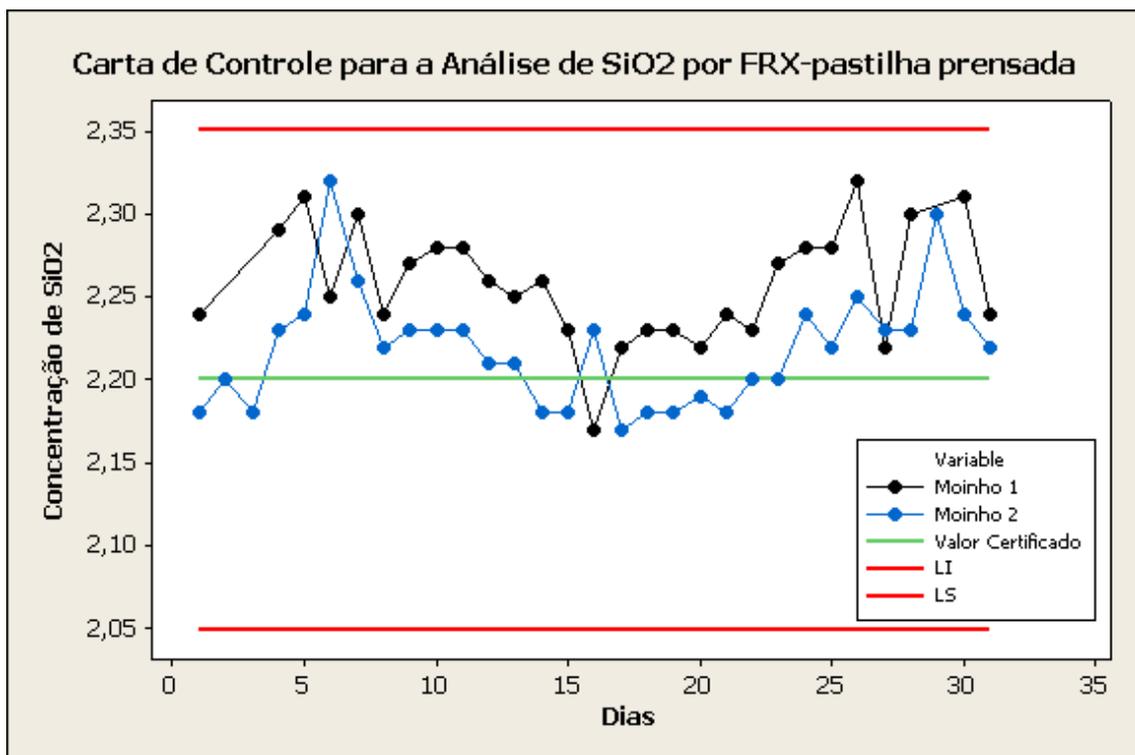


Figura 2 – Carta de Acompanhamento do padrão de sinter feed para o elemento SiO₂ pulverizado nos moinhos de pulverização 1 e 2 conforme rotina (20 g durante 2 minutos).

O Viés Relativo é calculado de acordo com a Equação 1:

$$Viés = \frac{\left| \sum (Certificado - Leitura - Moinho1) \right|}{\sum (Certificado)} \times 100\% \quad 1$$

- Certificado - Valor de referência do padrão de SiO₂ mostrado na Figura 2;
- Leitura do padrão de SiO₂ pulverizado no moinho 1 e mostrado na Figura 2;

Caso os moinhos ou os corpos moedores estivessem adequados para uso, o esperado era que as seqüências de resultados mostradas na carta do moinho 1 e 2 se entrelaçassem ao longo do tempo, pois só haveria erros aleatórios. Portanto, conclui-se que provavelmente um dos dois moinhos não estava adequado para uso, mesmo estando conforme pelos critérios de controle da pulverização. Fatos como esse mostram que o procedimento para controle do grau de cominuição é pouco sensível em relação a pequenas alterações no funcionamento dos moinhos, ou seja, a alteração no grau de pulverização provoca alterações nos resultados analíticos antes de ser detectado pelo procedimento de controle.

Este trabalho pretende estudar e propor critérios mais eficazes para o controle do grau de cominuição dos moinhos de pulverização de forma a garantir a eficiência dos moinhos e o grau de cominuição adequado para as análises por FRX via pastilha prensada. Para isso, deverá confeccionar e implementar padrões de controle de com maior sensibilidade ao grau de cominuição dos moinhos de pulverização, garantindo uma distribuição granulométrica adequada para as análises por FRX via pastilha prensada.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Avaliando o procedimento de controle atual do grau de pulverização, conclui-se que a sua baixa sensibilidade está associada ao processo de medição granulométrica, pois a retenção de material ocorre apenas na última peneira do conjunto (0,045 mm) e em pequena quantidade uma vez que a massa inicial também é pequena. Para esse grau de cominuição, a possibilidade de aumentar a massa de alimentação das peneiras foi descartada, porque no peneiramento a úmido de materiais finamente cominuídos, o aumento da massa dificultaria o peneiramento e diminuiria a sua eficiência devido ao acúmulo de material e vedação das peneiras de malhas mais finas. Uma alternativa simples e viável seria criar um procedimento em que a massa peneirada ficasse distribuída nas peneiras. Nessa condição, a massa de alimentação das peneiras poderia ser aumentada sem prejudicar a eficiência do peneiramento e, como ganho, a distribuição granulométrica ficaria mais sensível às variações de eficiência dos moinhos.

Para melhorar a distribuição granulométrica, optou-se por escolher uma amostra de difícil cominuição e aumentar a massa de amostra a ser pulverizada por dois minutos. Para que a distribuição granulométrica ficasse dependente apenas da eficiência dos moinhos, optou-se por estreitar a faixa granulométrica da amostra a ser pulverizada e compor padrões de controle com partículas de distribuição granulométrica entre 1 mm a 0,25 mm. Assim, decidiu-se escolher uma amostra de Itabirito duro com alto valor de WI (*work index*), para ser utilizado na preparação do material de referência para controle da eficiência dos moinhos. Esse padrão terá uma massa de 100 g e pelo novo método de controle proposto a massa será pulverizada por dois minutos e peneirada a úmido considerando o set de peneiras de 0,15 mm, 0,106 mm, 0,075 mm, 0,045 mm; 0,038 mm e -0,038 mm.

2.1 Preparação do Padrão

O padrão foi confeccionado conforme as etapas descritas abaixo:

- britagem de toda a amostra de itabirito duro da mina a 31,5 mm e depois a 12,5 mm;
- secagem de toda a amostra em estufa térmica durante 24 horas;
- subdivisão do material em alíquotas de 3 kg em RSD de 120 kg (divisor rotativo de amostra);
- cominuição sequencialmente da massa de 3 kg nos moinhos de 4,0 mm por 2 vezes e no de 1,0 mm por 1 vez;
- repetição do passo 4 até que toda a massa esteja cominuída a 1,0 mm;
- divisão da massa total em amostras de 600 a 700 gramas no RSD de 12 kg (divisor de carrossel);
- peneiramento a seco das massas divididas no conjunto de peneiras série micro (1,0 mm, 0,50 mm, 0,25 mm, fundo coletor) por 5 minutos.
- separação da massa retida nas peneiras (1,0 mm, 0,50 mm, 0,25 mm), e descartar o passante;
- repetição do procedimento até que toda a massa esteja peneirada;
- pesagem de cada massa retida e estabelecimento das massas para composição das amostras-padrão;
- homogeneização das massas de cada uma das faixas de utilização separadamente no RSD de 12 kg (divisor rotativo de carrossel);

- abertura de uma matriz com altura de 8mm a 10mm para cada fração de 1,0 mm, 0,50 mm e 0,25 mm) e compor uma amostra padrão com massa de 100 ± 2 g, retirando no mínimo 30 incrementos com a pá nº 2⁽²⁾ de cada fração; e
- armazenagem em pacotinho fechados e identificados com numeração de acordo com a ordem de confecção.

3.2 Validação do Padrão

Após a confecção do padrão foi necessário validá-lo, isto é, definir quais os novos critérios de aceitação ou perfil granulométrico para os padrões de itabirito duro, após a etapa de cominuição no moinho de pulverização, pois como os padrões antigos e o desenvolvido apresentam características diferentes, irão apresentar limites de aprovação também diferentes. Os novos padrões foram validados conforme roteiro abaixo:

- selecionados 35 padrões de controle de modo aleatório
- selecionada uma panela que esteja com seus corpos moedores novos dentro dos limites aceitáveis.
- pulverização dos padrões de controle no moinho 2. Obs.: As amostras devem ser cominuídas na mesma panela, lavada após cada pulverização e preparadas pelo mesmo operador;
- peneiramento a úmido⁽³⁾ das massas de cada amostra padrão no conjunto de peneiras série micro (0,15 mm, 0,106 mm, 0,075 mm, 0,045 mm, 0,038 mm e - 0,038 mm);
- repetição das etapas 2, 3 e 4 pela pulverização de 3 padrões de controle para no moinho 1 para análise comparativa entre os moinhos com e sem problema; e
- realização de estudo estatístico e definição dos critérios ou limites de aceitação para aprovação do perfil granulométrico da amostra padrão após sua pulverização.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Tabela 1 são apresentados os resultados em replicata do perfil granulométrico obtido para cada moinho com os padrões de controle confeccionados conforme a metodologia descrita no item 3.1 deste relatório. Os padrões de 100 ± 2 g foram cominuídos por 2 minutos. Observa-se, tanto pela Tabela 1, quanto pela Figura 02, que o perfil granulométrico obtido pelo moinho 1 é diferente dos demais. De acordo com os resultados, a eficiência de pulverização do moinho 1 é bem inferior aos demais, justificando a diferença constante na sílica, conforme mostrado na Figura 03. Essa discrepância entre os moinhos foi possível ser verificada porque o novo padrão confeccionado é mais sensível, ou seja, mais difícil de ser cominuído. Logo, caso o equipamento não esteja 100 % nas condições de operação, não se obterá o grau de pulverização adequado para a análise química. Neste caso específico, o moinho 1 foi retirado de uso e encaminhado à manutenção, sendo realmente constatado que uma das molas estava com avaria.

Tabela 1 – Perfil Granulométrico obtido no moinho 1 e 2 para os novos padrões confeccionados de controle de pulverização

Análise granulométrica (% retido acumulado) - Peneiramento a úmido								
SEQUÊNCIA	IDENTIFICAÇÃO	0,15mm	0,106mm	0,075mm	0,045mm	0,038mm	Pass.	Fech.
1	Padrão de Controle A no Moinho 1	0,5	6,6	3,8	10,3	14,4	64,4	100,0
2	Padrão de Controle B no Moinho 1	0,4	3,4	7,0	10,9	15,8	62,5	100,0
3	Padrão de Controle C no Moinho 1	0,8	4,6	6,9	12,3	9,1	66,3	100,0
1	Padrão de Controle A no Moinho 2	0,0	0,0	0,0	5,1	6,5	88,4	100,0
2	Padrão de Controle B no Moinho 2	0,0	0,0	1,2	4,4	3,3	91,1	100,0
3	Padrão de Controle C no Moinho 2	0,0	0,0	0,0	3,1	7,6	89,3	100,0

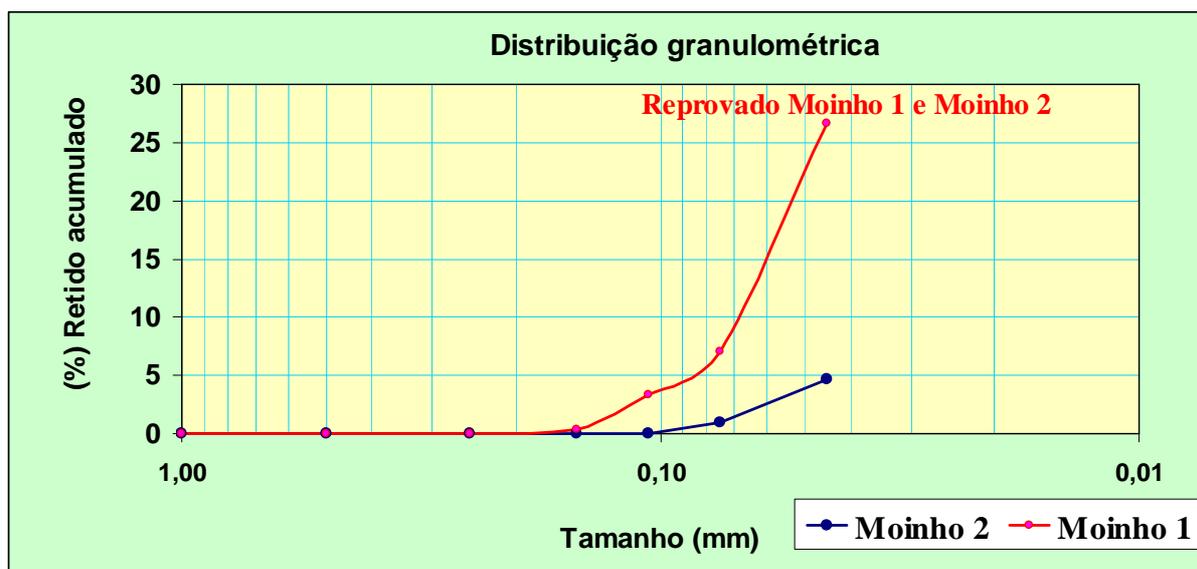


Figura 3 – Distribuição granulométrica do novo padrão de de controle de itabirito duro após 2 minutos de pulverização no moinho.

O limite de aceitação para aprovar ou reprovar o grau de eficiência do moinho foi definido pelo passante da fração 0,075 mm e calculado pela equação com um grau de confiança de 99,73%, pois pelo histograma mostrado na Figura 4 a distribuição do -0,075 mm de várias amostras pulverizadas segue uma distribuição normal. Assim, para os novos padrões de controle de pulverização, foi definido estatisticamente que o equipamento estará conforme para uso caso o passante - 0,075 mm do padrão pulverizado seja maior que 98,0%.

$$LM = \overline{M}_F - 3\sigma \quad 2$$

- LM – Limite mínimo de aceitação do padrão para o percentual passante na fração -0,075 mm;
- \overline{M}_F – Média do percentual passante na fração -0,075 mm dos padrões de controle pulverizado nos moinhos 2 e 3 mostrados na Figura 4;
- σ – Desvio Padrão do percentual passante na fração -0,075 mm dos padrões de controle pulverizado nos moinhos 2 e 3 mostrados na Figura 4;

Conclui-se então que os padrões de controle do grau de pulverização dos moinhos são mais eficazes e confiáveis. Portanto, o novo padrão confeccionado pode ser usado em rotina.

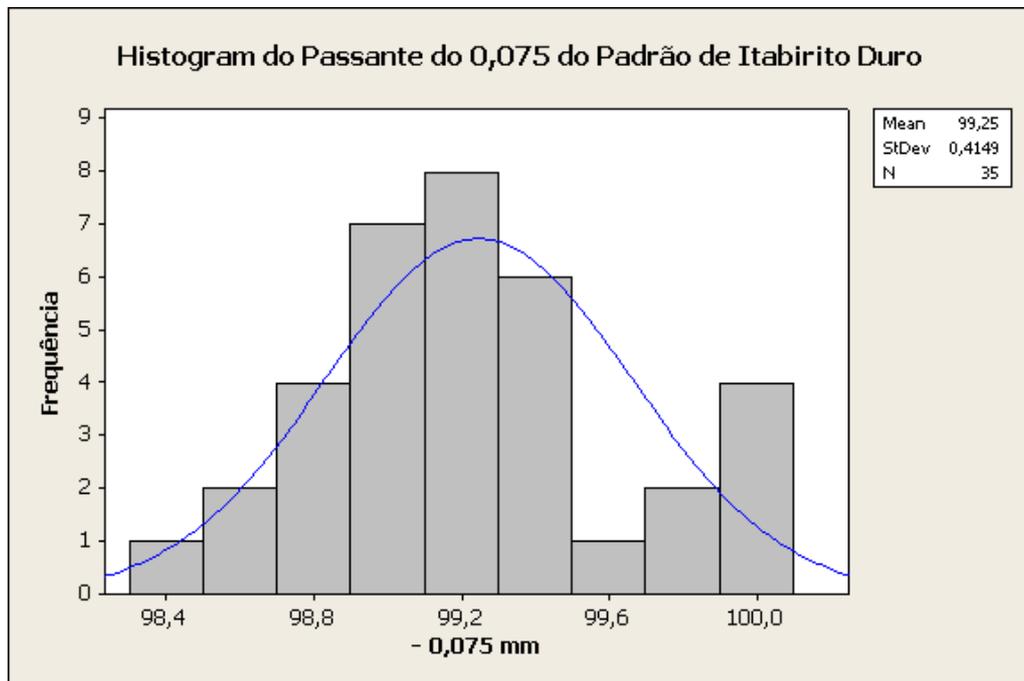


Figura 4 – Histograma do Passante de 0,075 mm referente ao padrão de controle itabirito duro pulverizado por 2 minutos.

5 CONCLUSÃO

Verificou-se que a nova metodologia de controle de pulverização aumentou a confiabilidade de verificação do grau de pulverização dos moinhos por meio de um procedimento mais robusto e eficaz com uso de um padrão de minério com maior grau de dureza. Isto garante que a amostra pulverizada estará com uma distribuição granulométrica adequada para a realização de ensaios via FRX pastilha prensada e via úmida, evitando possíveis erros na execução de análises químicas.

REFERÊNCIAS

- 1 CASTILHO, M. V. Estudo do Efeito da Preparação de Amostras em Análises de Óxidos na forma de Pós Prensados Por fluorescência de Raios-X. In: XI SEMINÁRIO DE CONTROLE QUÍMICO EM METALURGIA E VII SEMINÁRIO DE CARBOQUÍMICA, 7., 1995, Vitória. São Paulo: ABM.
- 2 NBR ISO 3082:2002 – Minérios de ferro – Procedimentos de amostragem e preparação de amostras.
- 3 NBR ISO – 4701:2004 – Minérios de ferro □ Determinação da distribuição granulométrica por peneiramento.