

MODERNIZAÇÃO E PADRONIZAÇÃO DO ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DE SUPERFÍCIE ESPECÍFICA NOS LABORATÓRIOS DO SISTEMA NORTE¹

Andrea Milene Apolinário Rosa Costa²

Daniela Sedraz Silva²

Keila Cristina Frazão Almeida³

Luisivan Macedo Oliveira³

Rita Virginia Gabriel da Silva⁴

Elvis Couto Auzier³

Rossana Bezerra de Azevedo Vasconcelos Seabra de Melo²

Resumo

A superfície específica expressa a área superficial por grama de um determinado produto. Este é um dos parâmetros mais importantes no projeto e otimização de plantas de moagem modernas para a produção de *pellet feed*, principalmente para o processo de pelletização. A sua magnitude influencia diretamente na eficiência das filtragens, qualidade da pelota e custos associados às etapas de cominuição. A permeamtria a ar é uma técnica utilizada na determinação de superfície específica. Em busca de melhores práticas em seus processos, os laboratórios do Sistema Norte, substituíram o ensaio através do método Fisher (completamente manual) pelo método de Blaine (automático). Neste trabalho será feita uma comparação da precisão de medida obtida pelos métodos Fisher (manual) e de Blaine (automático) e avaliar a aderência dos resultados e padronização do método de Blaine (automático) entre os laboratórios do Sistema Norte da Vale.

Palavras-chave: Superfície específica; Método fisher; Método de blaine.

MODERNIZATION AND STANDARDIZATION OF THE ASSAY OF DETERMINATION OF SPECIFIC SURFACE IN THE LABORATORIES OF SYSTEM NORTH

Abstract

The specific surface express the surface area per gram of a determined product. This is one of the most important parameters in design and optimization of modern milling plants for the production of pellet feed, mainly for the pelletizing process. Its magnitude influences directly in the efficiency of the filterings, quality of the pellet and costs associates to the stages of comminution. The permeametry air is one technique used in the determination of specific surface. In search of better practical in its processes, the laboratories of the System North, had substituted the assay through the Fisher method (completely manual) for the method of Blaine (automatic). In this work compares the accuracy of measurement obtained by the Fisher (manual) and Blaine (auto) and evaluate the adherence of results and standardization of the method of Blaine (automatic) between laboratories System North Vale.

Key words: Specific surface; Fisher method; Method of blaine.

¹ Contribuição técnica ao 41º Seminário de Redução de Minério de Ferro e Matérias-primas e 12º Seminário Brasileiro de Minério de Ferro, 12 a 26 de setembro de 2011, Vila Velha, ES.

² Engenheira Química, Gerência de Desenv., Otimização de Processo e Laboratórios – Vale .

³ Técnica em Química, Gerência de Desenv., Otimização de Processo e Laboratórios – Vale .

⁴ Engenheira de Minas, Gerência de Desenv., Otimização de Processo e Laboratórios – Vale.

1 INTRODUÇÃO

No processo industrial de pelletização de minérios de ferro, as matérias primas empregadas têm que ser submetidas a uma etapa de moagem com o objetivo de obter granulometria adequada e alta superfície específica. Para garantir a eficiência nas etapas de formação da pelota crua e posteriormente da sua queima, é necessária a operação de cominuição das partículas minerais com a finalidade de controlar os principais parâmetros de qualidade do produto moído, nos quais um deles é a superfície específica.

A superfície específica é uma variável muito importante para controle na produção de *pellet feed*, principalmente para o processo de pelletização. Quanto maior a superfície específica média, maior a energia superficial da população de partículas, favorecendo o processo de pelletização, independentemente do método. Por outro lado, a superfície específica é gerada pela cominuição do concentrado do minério de ferro, que contribui expressivamente para o custo de produção de *pellet feed* moído. A rentabilidade de um empreendimento de produção de pelotas é, portanto uma função consideravelmente sensível à superfície específica do *pellet feed* moído, ou seja, a relação custo/benefício ótima está associada a um valor de superfície específica somente suficientemente alta para que o processo de pelletização seja suficientemente eficiente.

Schneider e Neumann⁽¹⁾ explicam que sua medida representa a área superficial por unidade de massa de um determinado produto e geralmente é expressa em cm^2/g e m^2/kg

$$S = A / m$$

Onde:

S = superfície específica

A = área superficial

m = massa

Segundo Schneider e Neumann,⁽¹⁾ o valor da superfície específica influencia diretamente na eficiência das filtragens, na qualidade da pelota e nos custos associados às etapas de cominuição.

A técnica de permeabilidade a ar fornece uma medida indireta de superfície específica que depende da densidade do material, volume e massa da amostra e diâmetro médio das partículas. O procedimento para se determinar a superfície específica utilizando o equipamento *Fisher Scientific – Sub-Sieve Sizer* manual, consiste em obter graficamente a porosidade do material e o diâmetro médio das partículas. E em seguida, efetuar o cálculo da superfície específica utilizando as informações de densidade e diâmetro médio. No equipamento *PC Blaine Star* são inseridas as informações de volume, massa e densidade da amostra. E automaticamente é calculado o valor de superfície específica.

Meyer⁽²⁾ aponta que os diferentes métodos de determinação de superfície específica por permeabilidade mostram consideráveis diferenças entre os valores medidos. Entretanto, na prática essas medidas provenientes de métodos distintos são padronizáveis e suficientes para controle de processo.

Nunes⁽³⁾ afirma que os aparelhos utilizados atualmente, na grande maioria ainda são manuais, mas começaram a ser substituídos por equipamentos automáticos ou semiautomáticos, devido à necessidade crescente de agilidade nos processos e minimização de erros de leitura e transcrição.

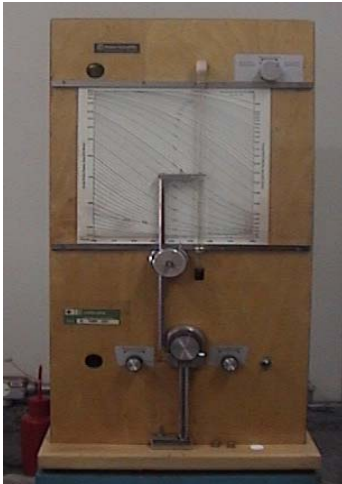
Os laboratórios do Sistema Norte da Vale utilizavam o *Fisher Scientific – Sub-Sieve Sizer Model 95* para determinação de superfície específica e, a partir de outubro de 2010, este equipamento foi substituído pelo *PC Blaine Star*.

O objetivo deste trabalho é fazer uma comparação da precisão de medida obtida pelos métodos Fisher (manual) e de Blaine (automático) e avaliar a aderência dos resultados e padronização do método de Blaine (automático) entre os laboratórios do Sistema Norte da Vale.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Para conhecer a precisão de medida dos métodos Fisher e de Blaine, a determinação da superfície específica foi feita utilizando os equipamentos *Fisher Scientific – Sub-Sieve Sizer Model 95* e *PC Blaine Star* (Figura 1). Os testes foram realizados com quarenta amostras de *pellet feed* produzido nas minas de Carajás, sendo vinte amostras ensaiadas em duplicata pelo método Fisher e vinte amostras, também em duplicata, pelo método de *Blaine*. Os testes foram conduzidos no laboratório de Carajás por analistas diferentes. A precisão de medida βm foi calculada conforme a norma NBR ISO 3085:2008 para cada uma das metodologias.

(a)



(b)



Figura 1. (a) *Fisher Scientific*; e (b) *PC Blaine Star*.

Os testes para a avaliação da aderência e padronização entre os laboratórios foram feitos apenas para o método de *Blaine*, utilizando o equipamento *PC Blaine Star*. Foram ensaiadas dezessete amostras em duplicatas, uma em cada laboratório.

3 RESULTADOS

Os resultados de superfície específica obtidos pelo método Fisher e de Blaine estão apresentados na Tabela 1 (a) e (b), respectivamente. O cálculo da precisão de medida βm foi feito de acordo com a norma NBR ISO 3085:2008.⁽⁴⁾

Pelo método Fisher, para um material com superfície específica média de $2.052 \text{ cm}^2/\text{g}$, a precisão da medida é de $112 \text{ cm}^2/\text{g}$. Enquanto que pelo método de *Blaine*, para um material com superfície específica média de $2.349 \text{ cm}^2/\text{g}$, a precisão da medida é de $59 \text{ cm}^2/\text{g}$.

Os resultados demonstram que a precisão da medida pelo método de *Blaine*, utilizando equipamento automático é significativamente melhor do que pelo método *Fisher* através do equipamento manual.

Tabela 1. Resultados de superfície específica (cm²/g) obtidos pelos métodos: (a) Fisher e (b) Blaine

| (a) Superfície Específica (cm ² /g) FISHER SCIENTIFIC | | | | | (b) Superfície Específica (cm ² /g) PC BLAINE STAR | | | | | |
|--|-------|-------|-----------|-----------------|---|-------|-------|-----------|-----------------|--|
| Amostra | A.1.1 | A.1.2 | \bar{X} | R1 | Amostra | A.1.1 | A.1.2 | \bar{X} | R1 | |
| 1 | 2313 | 2182 | 2248 | 131 | 1 | 2430 | 2480 | 2455 | 50 | |
| 2 | 2627 | 2460 | 2544 | 167 | 2 | 2180 | 2180 | 2180 | 0 | |
| 3 | 1751 | 1751 | 1751 | 0 | 3 | 2400 | 2440 | 2420 | 40 | |
| 4 | 1581 | 1626 | 1604 | 45 | 4 | 1990 | 1920 | 1955 | 70 | |
| 5 | 1835 | 1895 | 1865 | 60 | 5 | 2330 | 2340 | 2335 | 10 | |
| 6 | 1460 | 1460 | 1460 | 0 | 6 | 2660 | 2630 | 2645 | 30 | |
| 7 | 1538 | 1581 | 1560 | 43 | 7 | 2650 | 2680 | 2665 | 30 | |
| 8 | 2142 | 2182 | 2162 | 40 | 8 | 2040 | 2010 | 2025 | 30 | |
| 9 | 2029 | 1927 | 1978 | 102 | 9 | 2640 | 2700 | 2670 | 60 | |
| 10 | 2627 | 2460 | 2544 | 167 | 10 | 2150 | 2160 | 2155 | 10 | |
| 11 | 2029 | 2029 | 2029 | 0 | 11 | 2350 | 2360 | 2355 | 10 | |
| 12 | 1725 | 1627 | 1676 | 98 | 12 | 2050 | 2040 | 2045 | 10 | |
| 13 | 2182 | 2224 | 2203 | 42 | 13 | 2330 | 2370 | 2350 | 40 | |
| 14 | 2029 | 1994 | 2012 | 35 | 14 | 2610 | 2570 | 2590 | 40 | |
| 15 | 2409 | 2409 | 2409 | 0 | 15 | 2420 | 2390 | 2405 | 30 | |
| 16 | 2224 | 2360 | 2292 | 136 | 16 | 2520 | 2480 | 2500 | 40 | |
| 17 | 2887 | 2687 | 2787 | 200 | 17 | 2090 | 2150 | 2120 | 60 | |
| 18 | 1582 | 1582 | 1582 | 0 | 18 | 2560 | 2580 | 2570 | 20 | |
| 19 | 2103 | 2103 | 2103 | 0 | 19 | 2310 | 2360 | 2335 | 50 | |
| 20 | 2224 | 2224 | 2224 | 0 | 20 | 2180 | 2220 | 2200 | 40 | |
| | | | | \bar{X} | | | | | \bar{X} | |
| | | | | 2052 | | | | | 2349 | |
| | | | | $\overline{R1}$ | | | | | $\overline{R1}$ | |
| | | | | 63 | | | | | 34 | |
| | | | | β_m | | | | | β_m | |
| | | | | 112 | | | | | 59 | |

Legenda:

- A.1.1 Resultado da replicata 1
- A.1.2 Resultado da replicata 2
- \bar{X} Média entre A1.1 e A1.2
- R1 Diferença absoluta entre A1.1 e A1.2
- \bar{X} Média dos \bar{X}
- $\overline{R1}$ Média dos R1
- β_m Precisão de medida

A correlação dos resultados de superfície específica, obtidos pelo método de *Blaine*, dos laboratórios do Sistema Norte estão apresentados na Figura 2.

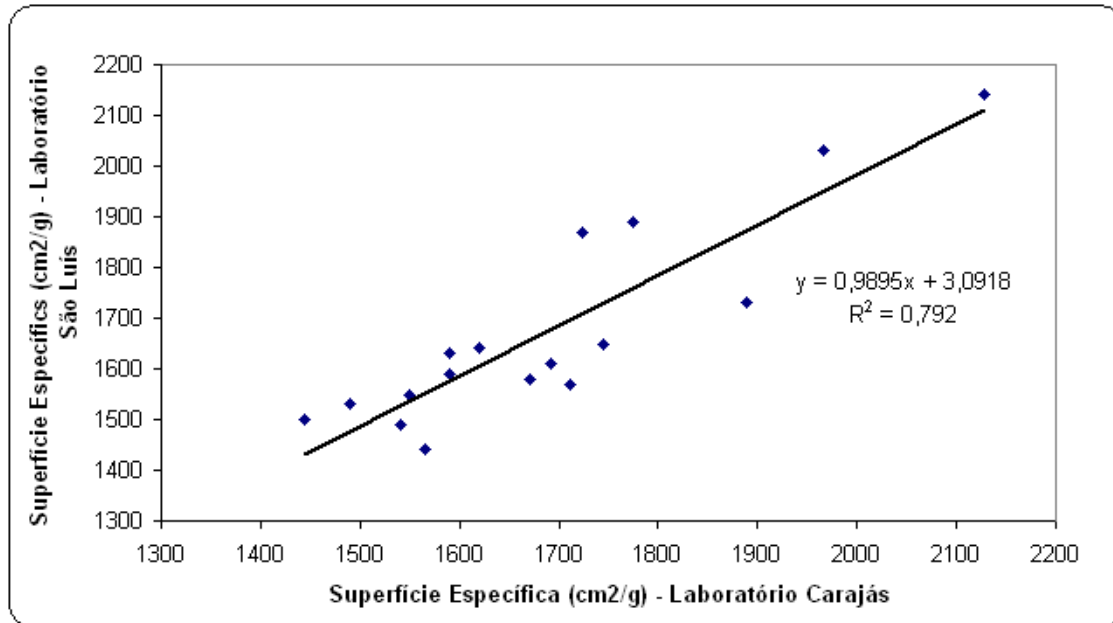


Figura 2. Correlação obtida para mesma amostra pelo equipamento PC Blaine Star nos laboratórios de Carajás e São Luís.

4 DISCUSSÃO

Os dois métodos empregados para a medida de superfície específica se baseiam nas propriedades do fluxo de ar através de um leito de partículas. O Blaine trabalha a volume constante e o método de Fisher a pressão constante.

A correlação obtida pelos laboratórios foi $R^2 = 0,792$, o que indica uma aderência satisfatória nos resultados, melhor do que a obtida pelo método Fisher.

A reprodutibilidade entre medidas é significativamente melhor para o método Blaine Star, comprovando ganhos na aderência entre laboratórios, capacidade de reproduzir resultados e automatização do processo de leitura e exportação de dados de forma automática para o sistema LIMS. Essa boa reprodutibilidade no blainímetro ocorre por que todos os parâmetros são listados nos resultados de análises e influências dependentes de operação (especialmente relativas à compactação com o êmbolo) são virtualmente eliminadas uma vez que todas as influências de quantidades são determinadas pela medição e levadas em consideração nos cálculos. No entanto, no método do permeâmetro Fisher já se esperava que, a reprodutibilidade entre as medidas, não fosse satisfatória visto que é um equipamento onde as variáveis, especialmente pessoa, impactam fortemente nos resultados.

5 CONCLUSÃO

Os resultados de precisão obtidos pelos métodos de *Blaine* automático e *Fisher* manual indicam que o equipamento automático melhora a precisão analítica, já que minimiza a interferência do analista no processo. A correlação obtida entre os laboratórios para o equipamento é satisfatória e indica uma boa aderência e padronização do método.

A substituição do equipamento *Fisher Scientific* (manual) pelo *PC Blaine Star* (automático) contribuiu para a modernização dos laboratórios do Sistema Norte da

Vale, melhorou a precisão analítica, garantindo a padronização e confiabilidade dos resultados.

REFERÊNCIAS

- 1 SCHNEIDER, C.L.; NEUMANN, R. (2002). Considerações sobre a geração de superfície específica em minério de ferro porosos. CT2002-176-00 Trabalho apresentado na XIX ENTMME, Recife, Pernambuco.
- 2 MEYER, K. (1980). Pelletizing of iron ores. Springer.
- 3 NUNES, S. L. (2010). Medida de superfície específica e sua aplicação a minérios de ferro. Monografia (Especialização em Gestão Técnica de Laboratório) – Faculdade de Engenharia Química da Universidade Estadual de Campinas.
- 4 NBR ISO 3085 (2008). Minério de ferro - Métodos experimentais para verificação da precisão de amostragem, preparação de amostras e medida.