

Processamento de amostra de rocha fonolito e dunito para a produção de materiais de referência certificado de remineralizadores de solo

Phonolite and dunite rock sample processing for the production of certified reference materials of soil remineralizer

Carla de Matos Ribeiro
Bolsista PCI, Química, M. Sc.

Maria Alice Cabral de Goes
Supervisora, Eng. Metalúrgica, D. Sc.

Resumo

O Centro de Tecnologia Mineral – CETEM está produzindo materiais de referência certificados – MRC de rocha fonolito e dunito, visando atender a demanda de laboratórios de análises minerais por MRC de remineralizadores de solo. Uma das etapas da produção é o processamento da matéria-prima que tem como objetivo assegurar a representatividade e homogeneidade das unidades de MRC produzidas. O presente trabalho descreve o processamento de amostras de rocha fonolito e dunito, com cerca de 125 kg cada, que consistiu em: i) preparação da amostra de alimentação do moinho de bolas *Paul O. Abbe CLM 40*; ii) realização da moagem em conformidade com o “Protocolo de Moagem com Bolas” (GOES et al., 2019) e iii) obtenção de unidades de MRC com aproximadamente 100 g cada.

Palavras-chave: material de referência certificado; processamento de material; remineralizadores de solo; dunito; fonolito.

Abstract

The Mineral Technology Center – CETEM is producing certified reference materials – CRM for phonolite and dunite rocks, aiming to meet the demand of mineral analysis laboratories for MRC for soil remineralizers. One of the production stages is the processing of the raw material, which aims to ensure the representativeness and homogeneity of the CRM units produced. The present work describes the processing of phonolite and dunite rock samples, weighing approximately 125 kg each, which consisted of: i) preparation of the *Paul O. Abbe CLM 40* ball mill feed sample; ii) carrying out the grinding in accordance with the “Protocolo de Moagem com Bolas” (GOES et al., 2019) and iii) obtaining CRM units weighing approximately 100 g each.

Keywords: certified reference material; material processing; soil remineralizers; dunite; phonolite.

1. Introdução

Os remineralizadores de solos (pó de rochas) sendo definido como “material de origem mineral que tenha sofrido apenas redução e classificação de tamanho por processos mecânicos, e que altere os índices de fertilidade do solo por meio da adição de macro e micronutrientes para as plantas, bem como promova a melhoria das propriedades físicas ou físico-químicas ou da atividade biológica do solo” (BRASIL, 2013).

O Centro de Tecnologia Mineral – CETEM está produzindo materiais de referência certificados – MRC de rocha fonolito e dunito. Esses materiais são importantes para atender a demanda dos laboratórios de análises minerais por remineralizadores de solo, pois podem ser utilizados para garantir a confiabilidade e rastreabilidade das análises do macro e micronutrientes, e dos contaminantes presentes nas amostras, em atendimento as especificadas na Instrução Normativa – IN nº 5/2016 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento – MAPA (BRASIL, 2016).

Uma das etapas para a produção dos MRC é o processamento da matéria-prima cujo objetivo é assegurar a integridade e homogeneidade das unidades de MRC produzidas. Esse trabalho descreve o processamento das amostras de fonolito e dunito que consistiu em: i) preparação da amostra de alimentação do moinho de bolas *Paul O. Abbe CLM 40*; ii) realização da moagem em conformidade com o “Protocolo de Moagem com Bolas” (GOES et al., 2019) e iii) obtenção de unidades de MRC com aproximadamente 100 g cada.

2. Objetivos

O presente trabalho descreve o processamento de duas amostras de rocha, fonolito e dunito, para o desenvolvimento de MRC de remineralizadores de solo com aproximadamente 95% de passante em 0,075 mm.

3. Material e Métodos

3.1 Amostras

As matérias-primas correspondem a um lote de fonolito (FNMG-1) e um lote de dunito (DNMG-1), de aproximadamente 123 kg e 125 kg, enviadas pelas mineradoras Pedras Congonhas e Mineração Curimbaba, de Nova Lima e Poços de Caldas, respectivamente, do Estado de Minas Gerais.

3.2 Preparação da Amostra de Alimentação do Moinho

Antes de iniciar o ensaio de moagem, cada matéria-prima foi homogeneizada, quarteada e dividida, com o uso de um alimentador vibratório e divisor rotativo acoplado a doze coletores, seguida da confecção de uma pilha cônica e longitudinal de seção triangular para retirada de uma subamostra para a análise granulométrica a úmido. Essa etapa foi importante para identificar o tamanho de partícula de cada material e verificar a necessidade ou não da realização de britagem das amostras, visto que para a moagem utilizando o moinho *Paul O. Abbe CLM 40*, o tamanho da maior partícula precisa ser, no máximo, de 2 mm, que corresponde a 1/10 do diâmetro da maior bola de alumina utilizada como meio moedor.

Para o ensaio de peneiramento a úmido, foi utilizado um peneirador vibratório com as peneiras: 1,700 mm; 1,180 mm; 0,850 mm; 0,600 mm; 0,420 mm; 0,300 mm; 0,212 mm; 0,150 mm; 0,106 mm; 0,075 mm; 0,053 mm; 0,045 mm e 0,038 mm. Após, as frações foram secas na estufa a 80 °C por 2 h. No entanto, a amostra de fonolito apresentou material retido apenas a partir da peneira de 0,300 mm, enquanto que a amostra dunito a partir da peneira de 0,600 mm, sendo assim, não foi preciso britar as amostras antes da moagem.

Outra etapa do processamento das matérias-primas foi o peneiramento a seco, cujo objetivo foi separar o material com tamanho de partícula < 0,075 mm dos materiais, considerado adequado ao uso, dos materiais mais grosseiros para serem moídos no moinho de alumina. Para o ensaio, foi utilizado um peneirador vibratório de três decks com as peneiras: 0,212 mm; 0,150 mm e 0,075 mm. Neste caso, foi identificada a necessidade de moagem de aproximadamente 23 kg da amostra de fonolito e cerca de 80 kg da amostra de dunito.

Após essa etapa, as amostras de fonolito e dunito foram submetidas às etapas de homogeneização, quarteamento e divisão para a obtenção de subamostras para a determinação da densidade aparente, cujos valores foram de 1145 kg/m³ para a amostra de fonolito e 1300 kg/m³ para dunito.

3.3 Moinho de Alumina *Paul O. Abbe CLM 40*

A moagem da amostra total foi utilizando o moinho de alumina *Paul O. Abbe CLM 40*, que é confeccionado internamente com tijolos de 90 % alumina de alta densidade, diâmetro interno de 0,5334 m e comprimento interno de 0,6858 m, localizado no laboratório do Programa de Material de Referência Certificado – PMRC do CETEM. O meio moedor empregado foi de bolas de 90 % alumina de alta densidade com diâmetros de 25,4 mm e 12,7 mm. As condições de operação do moinho foram pré-estabelecidas seguindo o “Protocolo de Moagem com Bolas” (GOES *et al.*, 2019) e os dados estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1. Condições de operação do moinho *Paul O. Abbe* ($V = 0,15325 \text{ m}^3$; $\rho_b = 3530 \text{ kg/m}^3$).

Amostra	J (fração)	U (fração)	% da C_s	Velocidade de rotação (rpm)	Carga de bolas (kg)		Massa de alimentação (kg)
					1"	½"	
FNMG	0,33	1,0	60	53,6	53,6	53,6	23,17
DNMG	0,33	1,0	60	53,6	53,6	53,6	26,80

3.4 Moinho de Aço Inox 6" x 12"

Antes de utilizar o moinho de alumina foram realizados testes com o moinho de aço inox 6" x 12", localizado na usina piloto do CETEM, a fim de estimar o tempo de moagem a ser empregado no moinho de alumina para obter um MR com aproximadamente 95 % de passante em 0,075 mm. O meio moedor foi o mesmo empregado no moinho de alumina. As condições de operação de moagem das amostras são mostradas na Tabela 2.

A moagem de partículas em moinhos é um processo de primeira ordem, ou seja, a taxa de moagem é proporcional à quantidade de partículas disponíveis para moer. A Equação 1 foi utilizada para calcular a constante cinética, k , considerando-se $f(0)$ como 100 % da amostra retida em 0,053 mm para um tempo inicial de 60 min e $f(t)$ como resultado do material retido na malha de 0,053 mm (SCHNEIDER, C.L.). Com base no

resultado de k , foram estimados os tempos adicionais de moagem, t , considerando $f(0)$ como porcentagem do material retido em 0,053 mm do teste anterior $f(t)$ como 20 %, pois é a porcentagem restante de onde se deseja chegar, neste caso, 80 % de passante na malha de 0,053 mm.

$$\frac{f(t)}{f(0)} = e^{-k} \quad (1)$$

Embora o objetivo seja que o MR apresente 95 % de passante em 0,075 mm, nos cálculos foram observados os resultados de 80 % do material passante na malha de 0,053 mm, pois ao atingir esse tamanho de partícula é provável que seja encontrado 95 % passante na malha de 0,075 mm.

4. Resultados e Discussão

4.1 Testes de Moagem Utilizando o Moinho de Aço Inox 6" x 12"

Os testes de moagem foram realizados com uma porção da amostra, de massa descrita na Tabela 2, separada a partir de uma pilha cônica e uma pilha longitudinal de seção triangular. Depois de cada moagem, o moinho foi descarregado, as amostras homogeneizadas e nova pilha foi realizada a fim de retirar uma amostra de 100 g para a análise granulométrica, a úmido, com as peneiras de 0,075 mm e 0,053mm. A Tabela 3 apresenta os resultados dos testes de moagem das amostras até obter 95 % de passante em 0,075 mm.

Tabela 3. Moagem das amostras de fonolito e dunito utilizando o moinho de aço inox 6" x 12".

Amostra	60 min	1h 34min	2h 04min	3h 34min	5h 04min	6h 04min	7h 04min
FNMG-1	87,76 %	93,93 %	96,68 %	-	-	-	-
DNMG-1	46,69 %	-	-	79,32 %	90,14 %	93,72 %	95,26 %

Como resultado temos que a amostra de dunito precisou de um tempo maior, 7 h 04 min, de moagem para obter um material com passante de 95 % na malha de 0,075 mm, enquanto que para a amostra de fonolito esse tempo foi de 2 h 04 min.

4.2 Escalonamento para o Moinho Paul O. Abbe CLM 40

O tempo de moagem utilizado no moinho de alumina foi calculado considerando que a taxa específica de moagem, em energia, para o moinho de inox e moinho de alumina são iguais. Os cálculos foram realizados de acordo com o "Protocolo de Moagem com Bolas" (GOES *et al.*, 2019). A Tabela 4 mostra os valores da potência e energia para ambos os moinhos, além do tempo de moagem utilizando o moinho de inox e o escalonamento para o tempo estimado de moagem para o moinho de alumina a fim de obter um material com 95 % de passante em 0,075 mm.

Tabela 4. Taxa específica de moagem do moinho de inox e escalonamento para o moinho de alumina.

Moinho	Amostra	Potência (P)	Massa de alimentação	Energia	Tempo de moagem
		(Kw)	(t)	(kWh/t)	(h)
Inox	FNMG-1	0,0058	0,0008	15,0	2,07
	DNMG-1	0,0061	0,001	42,8	7,07
Alumina	FNMG-1	0,3019	0,0232	15,0	1,15
	DNMG-1	0,3091	0,0263	42,8	3,64

4.3 Moagem no Moinho de Alumina *Paul O. Abbe CLM 40*

Depois as condições de operação de moagem estabelecidas, Tabelas 1 e 4, a amostra e a carga de bola foram transferidas para o moinho. Devido à grande quantidade de material de dunito > 0,075 mm, 80,49 kg, foi necessário dividir a amostras em três porções com aproximadamente 26,8 kg cada, ou seja, a moagem foi realizada em três bateladas. Após cada moagem, uma porção de aproximadamente 3 kg de material foi descarregado a cada 5 voltas completa do moinho. O material amostrado foi homogeneizado e confeccionado uma pilha cônica e pilha longitudinal para retirada de uma porção de 100 g para o ensaio de peneiramento a úmido. Os resultados das análises granulométricas a úmido das amostras podem ser visto na Tabela 5.

Tabela 5. Ensaio de peneiramento a úmido.

Fração de tamanho (mm)	Fonolito		Dunito					
	Batelada única		1ª Batelada		2ª Batelada		3ª Batelada	
	Acumulado (%)	Passante (%)	Acumulado (%)	Passante (%)	Acumulado (%)	Passante (%)	Acumulado (%)	Passante (%)
- 0,300 + 0,212	-	-	0,10	99,90	0,12	99,88	0,12	99,88
- 0,212 + 0,150	0,19	99,81	0,23	99,77	0,27	99,73	0,28	99,72
- 0,150 + 0,106	0,74	99,26	0,87	99,13	0,90	99,10	0,90	99,10
- 0,106 + 0,075	1,99	98,01	4,76	95,24	4,79	95,21	4,71	95,29
- 0,075 + 0,053	4,94	95,06	12,35	87,65	12,46	87,54	12,27	87,73
- 0,053	-	-	-	-	-	-	-	-

Embora o objetivo de 95 % de passante na peneira de 0,075 mm tenha sido alcançado, as amostras de fonolito e dunito apresentaram material retido a partir da peneira de 0,150 mm e 0,212 mm, respectivamente. Com isso, toda a amostra moída no moinho de alumina foi peneirada a seco e os resultados são mostrados na Tabela 6.

Tabela 6. Ensaio de peneiramento a seco das amostras.

Fração de tamanho (mm)	FNMG-1			DNMG-1		
	Fração (kg)	Acumulado (%)	Passante (%)	Fração (kg)	Acumulado (%)	Passante (%)
+ 0,212	-	-	100,00	0,13	0,16	99,84
- 0,212 + 0,150	0,03	0,13	99,87	0,19	0,40	99,60
- 0,150 + 0,075	0,52	2,42	97,58	5,85	7,78	92,22
- 0,075	22,16	-	-	73,15	-	-

A amostra de fonolito apresentou 97,58 % de passante na malha de 0,075 mm alcançando assim, o objetivo de tamanho de partícula para o material de referência. No entanto, a amostra de dunito apresentou apenas 92,22%, com isso, os 6,17 kg do material foram divididos em subamostras de 1 kg cada, as quais foram moídas no moinho de inox, mantendo as mesmas condições de operação descritas na Tabela 2 em tempos de 60 min. Ao final de cada moagem, a amostra foi peneirada a seco na peneira de 0,075 mm e o material acima dessa granulometria foi separada para que novas moagens fossem realizadas até que 95 % do material estivessem com tamanho de partícula < 0,075 mm. A Tabela 7 apresenta o resultado das 8 moagens necessárias para alcançar o objetivo.

Tabela 7. Moagem final no moinho de inox da amostra de dunito.

	Batelada							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Massa alimentação (kg)	1,03	1,00	1,01	1,01	1,00	1,00	1,02	0,19
Massa < 0,075 mm (kg)	0,11	0,13	0,15	0,17	0,16	0,18	0,24	0,05

4.4 Obtenção de Unidades de Material de Referência

Ao final das moagens, as amostras de fonolito e dunito foram transferidas para um homogeneizador do tipo "V" e homogeneizadas por 4 h. Posteriormente, as amostras foram submetidas à etapa de homogeneização e quartejamento no divisor rotativo, a fim de dividir as amostras em 12 sacos plásticos contendo cerca de 10 kg cada. Em seguida, cada saco de 10 kg, foi subdividido em 12 pouches revestidos com PET+alumínio+PE, contendo aproximadamente 830 g cada, identificados, lacrados a vácuo e pesados.

Algumas unidades de pouches de cada lote foram selecionadas para o estudo de homogeneidade. Utilizando o divisor rotativo de fino, o material de cada pouche foi dividido em oito unidades de material de referência, contendo aproximadamente 100 g de material cada, e embaladas em frasco de vidro. Os demais pouches foram estocados na câmara fria a temperatura de 16 °C. O estudo de homogeneidade das amostras de fonolito e dunito, a análise química e mineralógica, assim como a caracterização para a certificação dos materiais será realizado em uma próxima etapa do projeto.

5. Conclusão

Os procedimentos adotados para o processamento das amostras de rocha fonolito e dunito para a produção de materiais de referência certificado utilizando o moinho de inox e o moinho de alumina *Paul O. Abbe* apresentaram-se adequados. Para a amostra de fonolito, o resultado de 97,58 % de passante na malha 0,075 mm após a moagem, mostrou que o tempo estabelecido para o moinho *Paul O. Abbe* foi satisfatório. Já para a amostra de dunito, por ser tratar de uma amostra mais dura, o resultado foi de 92,22 % de passante na malha de 0,075 mm, sendo necessária a moagem de cerca de 6 kg de material para obtenção de 95 % de passante em 0,075 mm.

Ao final obtiveram-se unidades das amostras de fonolito e dunito em pouche revestidos com PET+alumínio+PE, contendo aproximadamente 830 g cada, em estoque, armazenado na câmara fria a temperatura de 16 °C. Algumas unidades de pouches foram divididas em frascos de vidro com aproximadamente 100 g cada e selecionada para o estudo de homogeneidade. As etapas de certificação desses materiais de referência serão realizadas numa próxima etapa.

6. Agradecimentos

Sou grata à equipe do PMRC, pelo apoio ao desenvolvimento deste projeto. Ao suporte financeiro do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e ao CETEM, pela bolsa concedida através do Programa de Capacitação Institucional (PCI).

7. Referências Bibliográficas

BRASIL. **Lei 12.890 de dezembro de 2013**. Altera a Lei nº 6.894, de 16 de dezembro de 1980, para incluir os remineralizadores como uma categoria de insumo destinado à agricultura, e dá outras providências. Brasília, 2013. Disponível em: <http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2011-2014/2013/lei/l12890.htm>. Acesso em: out. 2020.

_____. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Instrução Normativa Nº 5, de 10 de março de 2016**. Brasília, 2016. Disponível em: <<https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/insumos-agropecuarios/insumos-agricolas/fertilizantes/legislacao/in-5-de-10-3-16-remineralizadores-e-substratos-para-plantas.pdf>>. Acesso em: out. 2020.

GOES, M.A.C., SCHNEIDER, C.L. ARAUJO, P.C. **Protocolo de moagem com bolas utilizado no processamento de materiais de referência de rochas**. XXVIII Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa. Belo Horizonte- MG, Novembro, 2019.

SCHNEIDER, C.L.. **Ensaio de moagem em Laboratório**. Módulo 0: Previsão do tempo de moagem.