

Conversão para distribuição de tamanhos de peneira de quartzo hialino, muscovita e magnetita, a partir de medidas por difratometria a laser

Bruno Barros Brandão

Bolsista de Iniciação Científica, Geologia, UFRJ

Claudio Luiz Schneider

Orientador, Eng. de Minas, Ph.D.

Reiner Neumman

Co-orientador, Geólogo, D. Sc.

Resumo

Sendo a distribuição de tamanhos de partículas uma das variáveis mais importantes em processamento mineral, é coerente que haja diversos métodos diretos e indiretos para a sua determinação. Contudo, os resultados gerados por diferentes métodos necessariamente divergem quando comparados ou quando há um cruzamento dos dados. Neste trabalho foram medidas as distribuições de tamanho de partículas, obtidas em granulômetro a laser comercial, de doze frações geradas por um peneiramento em faixas estreitas de tamanho (progressão de $\sqrt{2}$), entre 841 e 20 micrômetros aplicadas para quartzo, magnetita e muscovita. Os distintos comportamentos apresentados pelas fases mineralógicas foram responsáveis pelos diferentes limites metodológicos de cada fase, sendo necessariamente frações inferiores a 400 μm para quartzo, 149 μm para magnetita e 53 μm para a muscovita a fim de seguir um modelo logístico. Com isso obtiveram-se os parâmetros necessários para a conversão estereológica das as fases aqui citadas.

1. Introdução

O método de determinação da distribuição de tamanhos de partículas mais utilizado em processos minerais, tanto em escala industrial quanto em laboratório, é o tamanho de peneira, obtido por peneiramento em malha quadrada. Essa é a medida padrão em termos de engenharia mineral. A determinação da distribuição de tamanhos por peneiramento de partículas finas, menores que 38 μm , é, no entanto, considerada pouco eficiente. Além disso, a malha mais fina comercialmente disponível é a de 20 μm , e as peneiras mais finas são relativamente frágeis, susceptíveis a perfurações e deformações. O tempo para obtenção de uma boa análise granulométrica também é elevado.

Para corrigir essas deficiências ou desvantagens, são utilizadas metodologias indiretas de distribuição de tamanho de partículas, com equipamentos que medem outras grandezas físicas e as recalculam para distribuições de diâmetros de esferas equivalentes. Apesar de existirem diversos métodos indiretos (por exemplo, em Xu 2002), os mais utilizados em tecnologia mineral são os baseados em sedimentação gravitacional fundamentado na Lei de Stokes, e mais recentemente o difratômetro (ou granulômetro) a laser.

O difratômetro a laser é um equipamento baseado na teoria completa de Mie, pela qual a distribuição de tamanho de partículas é medida a partir de um cálculo estatístico envolvendo fenômenos de espalhamento,

difração e absorção de luz, em função do ângulo de espalhamento e intensidade de detecção (Xu, 2002). O difratômetro (ou granulômetro) a laser apresenta grandes vantagens, particularmente na velocidade de análise, passível de ser completada entre poucos segundos e poucos minutos. Outra vantagem é que pode ser executada a seco, em fluxo de ar ou outro gás de arrasto. No entanto, é necessário saber os índices de refração, tanto da amostra quanto do fluido de análise, o que pode ser um problema se o dado não estiver disponível (particularmente em minerais opacos), ou em amostras polifásicas. Neste caso, pode ser necessário que se use a aproximação da difração Fraunhofer, ao invés da teoria completa de Mie. A difração Fraunhofer só pode ser usada para partículas maiores que 30 μm , e com índice de refração muito superior ao do meio (pelo menos 20% acima, no caso da água), ou com coeficiente de absorção elevado, acima de 0,5 (Xu, 2000). Para a maioria das aplicações em tecnologia mineral, portanto, a aplicação da teoria completa de Mie se impõe.

Todos estes métodos indiretos geram distribuições de tamanho de esferas equivalentes. Estes valores poderiam ser utilizados ao invés dos tamanhos de peneira, se as partículas em questão fossem realmente esféricas, o que não é o caso em minérios e materiais geológicos em geral. Neste caso, é imprescindível que os dados de equivalentes esféricos sejam convertidos para tamanhos de peneira, através de uma função de transformação apropriada. Neste trabalho são apresentadas as funções de transformação para três minerais relevantes para a indústria mineral, e com propriedades físicas que potencialmente interferem com a execução e os resultados das análises: quartzo, magnetita e muscovita.

2. Metodologia

Uma amostra de quartzo hialino, disponível no CETEM, foi britada em britador de mandíbulas até 100% abaixo de 1 mm, e moída em moinho de bolas por 60 minutos. A moagem inadequada do quartzo pode gerar partículas aciculares, como já foi observado utilizando-se grau de ágata, mas o moinho de bolas as produz equidimensionais. O material foi então classificado a seco em um Ro-Tap por 10 minutos, e em seguida por via úmida, em um jogo de peneiras novas, com abertura de 595, 420, 297, 210, 149, 103, 74, 53, 44, 37 e 20 μm . Todas as frações foram passadas num cone de acetato adaptado a um separador magnético isodinâmico Frantz operado na vertical, para completa remoção de limalhas de ferro da cominuição, com controle por microscópio estereoscópico. A densidade de alíquotas de todas as frações foi medida em micropicnômetro a hélio Micromeritics Accupyc 1330, assegurando a pureza das amostras analisadas.

A amostra de magnetita provém do processamento do carbonatito de Jacupiranga, em Cajati, SP. Foi recebida pelo CETEM já na granulometria de trabalho. Uma alíquota representativa foi classificada como foi o quartzo, a partir de 210 μm . As frações foram reconcentradas com um imã de mão, e depois atacadas com HCl 10%, por um período de 1 8h, com a finalidade de remover os carbonatos residuais, sendo classificadas novamente. O controle da pureza da magnetita foi efetuado com microscopia óptica, difração de raios X e pela densidade, medida em micropicnômetro a hélio.

A amostra de muscovita é oriunda de um pegmatito localizado na região de Seridó, Rio Grande do Norte, foi moída em um moinho de facas Astro 1000 em água, e também classificada como descrito acima. A pureza da amostra foi controlada opticamente.

As análises foram executadas em um difratômetro a laser Malvern Mastersizer 2000E, com luz monocromática vermelha (632,8 nm) de um laser de HeNe. Optou-se na configuração de análise pela teoria completa de Mie, e pelo cálculo estatístico da distribuição de tamanho de partículas para equivalentes esféricas. Opções de software por partículas irregulares foram preteridas, uma vez que provavelmente utilizam funções de transformação internas sobre as quais não se tem controle. Pela mesma razão, optou-se por “propósitos gerais”, ao invés de “pico estreito” ou “múltiplos picos”. Os índices de refração empregados foram 1,544 para quartzo, 1,552 para a muscovita, 2,42 para a magnetita, e 1,33 para a água. As amostras foram dispersas em água destilada e deionizada, com hexametáfosfato de potássio 0,05% como dispersante; nesta concentração o reagente não afeta o índice de refração da água. A concentração de amostra na dispersão foi ajustada *in loco* para o obscurecimento adequado.

Neste experimento utilizou-se a equação geral estereológica para distribuição de tamanhos de partículas de King (1982), com solução proposta por King e Schneider (1998), a fim de correlacionar medidas de distribuição por peneiramento com medidas por difratometria a laser (Schneider *et al.*, 2007). A função de transformação (2) é estabelecida com base em um modelo logístico (1),

$$P(M) = \frac{1}{1 + \left(\frac{M_{50}}{M}\right)^\lambda} \quad (1)$$

$$P(M | D) = \frac{1}{1 + \left(\frac{\alpha D}{M}\right)^\lambda} \quad (2)$$

onde $P(M)$ é a distribuição de tamanhos medida pelo granulômetro a laser, $P(M | D)$ representa a distribuição de tamanhos medidos, gerada por partículas de tamanho D , e M é o tamanho medido. O parâmetro α é adquirido a partir da normalização da equação da linha de tendência do gráfico dos valores medianos das medições das esferas equivalentes contra tamanhos representativos de peneira (d_p), equivalentes às médias geométricas das faixas estreitas de tamanho de partículas. Já o parâmetro λ é calculado a partir das distribuições medidas no difratômetro a laser, após normalização com o parâmetro α .

3. Resultados

3.1 Quartzo

Os parâmetros das análises de distribuição de tamanho de partículas do quartzo estão reproduzidos na Tabela 1, e a correlação entre tamanho de peneira e os tamanhos medidos por difração de luz (tamanhos de Mie) é representada graficamente na Figura 1(a). A esperada discrepância dos resultados de tamanho de peneira e de

Mie pode ser aferida ali, pois resultados convergentes deveriam resultar numa curva de tendência com coeficiente angular 1.

Tabela 1: Parâmetros do modelo log-logístico para quartzo.

Faixa de tamanho de peneira (μm)	Tamanho representativo d_p (μm)	M_{50} medido (μm)	λ
595x420	499,90	625,13	6,39
420x297	353,19	409,47	5,28
297x210	249,74	288,18	6,29
210x149	176,89	184,06	4,93
149x103	123,88	126,82	4,92
103x75	87,89	91,21	4,75
75x53	63,05	71,20	5,64
53x44	48,29	52,32	5,61
44x38	40,89	41,59	5,64
38x20	27,57	29,57	4,51

A função de transformação determinada para o quartzo, a partir da substituição dos dados acima na Eq. 2, é:

$$P(M | D) = \frac{1}{1 + \left(\frac{1,10D}{M}\right)^{5,18}} \quad (3)$$

e as distribuições de tamanho das diversas frações, após conversão, são representados na Figura 1(b). Observa-se uma concordância muito boa dos dados convertidos com a curva teórica decorrente da função de transformação.

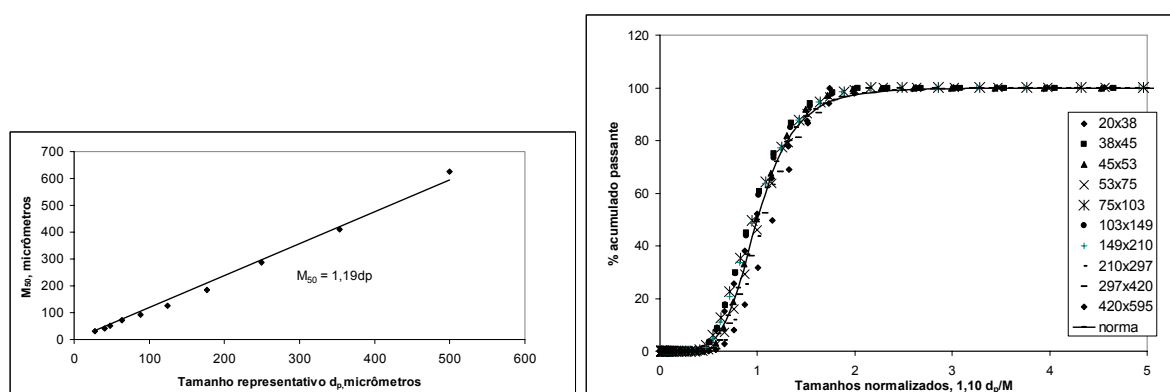


Figura 1: (a) Tamanhos medianos de esferas equivalentes das medições no difratômetro versus tamanhos representativos de peneira, para quartzo. (b) Distribuições de tamanhos de esferas equivalentes normalizadas, com o a linha do modelo da equação para quartzo.

3.2 Magnetita

A análise de um material de densidade mais elevada, como a magnetita, apresentou os esperados problemas hidrodinâmicos, decorrentes da maior energia necessária para manter as partículas em suspensão e evitar um gravíssimo vício na análise. Na análise de frações mais grossas da magnetita, uma população de partículas

muito mais finas do que a faixa de tamanho em questão foram analisadas, e confirmadas por microscopia óptica. Considera-se que foram produzidas pela fragmentação de partículas causada pela hélice da agitação, uma vez que velocidade da hélice maior é requerida para manter as partículas apropriadamente em suspensão. Esse comportamento acaba funcionando como fator limitante para análises dessa magnetita em difratometria a laser, limitando-as a frações menores que 149 micrômetros.

Os parâmetros das análises de distribuição de tamanho de partículas da magnetita estão reproduzidos na Tabela 2, e a correlação entre tamanhos de peneira e os tamanhos de Mie na Figura 2(a). Novamente os resultados divergem, como se observa pelo coeficiente angular.

Tabela 2: Parâmetros do modelo log-logístico, para magnetita.

Faixa de tamanho de peneira (μm)	Tamanho representativo d_p (μm)	M_{50} medido (μm)	λ
149x103	123,88	128,11	4,48
103x75	87,89	106,99	4,92
75x53	63,05	79,28	5,19
53x44	48,29	64,74	5,41
44x38	40,89	53,24	4,90
38x20	27,57	38,20	4,29

A função de transformação determinada para magnetita, a partir da substituição dos dados acima na Eq. 2, é:

$$P(M | D) = \frac{1}{1 + \left(\frac{1,25D}{M}\right)^{4,82}} \quad (4)$$

e as distribuições de tamanho das diversas frações, após conversão, são representados na Figura 2(b). A concordância dos dados convertidos com a curva teórica decorrente da função de transformação é, novamente, muito boa.

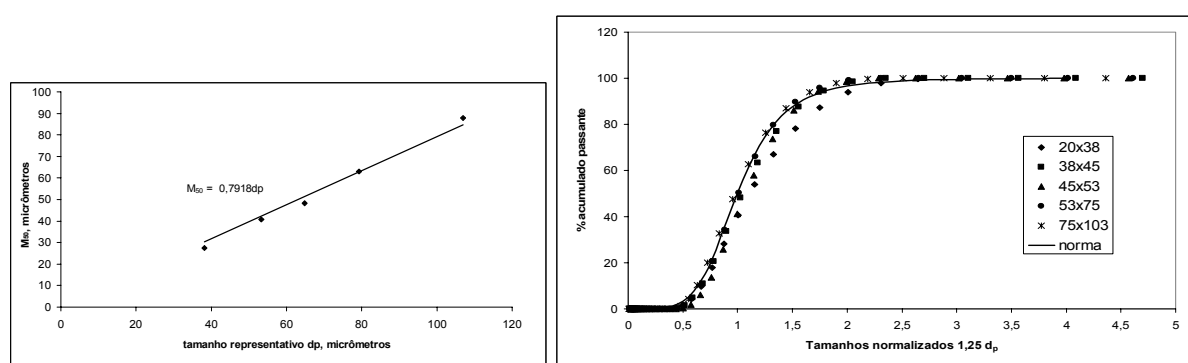


Figura 2: (a) Tamanhos medianos de esferas equivalentes das medições no difratômetro versus tamanhos representativos de peneira, para magnetita. (b) Distribuições de tamanhos de esferas equivalentes normalizadas, com o a linha do modelo da equação para magnetita.

3.3 Muscovita

A muscovita foi selecionada para este estudo justamente por ser lamelar, fortemente inequigranular. As curvas

de distribuição de tamanhos de partículas das frações medidas no difratômetro a laser refletem o forte desvio da esfericidade das partículas, particularmente nas frações mais grossas, acima de 53 μm , como pode ser observado na Figura 3(a). Esta aparente bimodalidade na distribuição de tamanhos é prevista (Xu, 2002). Conseqüentemente, a conversão dos resultados pelo modelo logístico, que descreve distribuições essencialmente unimodais, não produziu resultados satisfatórios.

Abaixo de 53 μm , no entanto, as curvas de distribuição de tamanhos medidas são aparentemente unimodais [Figura 3(a)], provavelmente em função da menor diferença entre as medidas paralelas e perpendiculares ao destacado plano basal das partículas. Para estas distribuições os parâmetros da Tabela 3 permitiram a utilização do modelo logístico para a função de transformação da muscovita):

Tabela 3: Parâmetros do modelo log-logístico, para muscovita (exclusivamente <53 μm).

Faixa de tamanho de peneira (μm)	Tamanho representativo dp (μm)	M_{50} medido (μm)	λ
53x44	48,29	48,92	4,04
44x38	40,89	38,68	4,16
38x20	27,57	28,62	3,99

A função de transformação determinada para muscovita, a partir da substituição dos dados acima na Eq. 2, é:

$$P(M | D) = \frac{1}{1 + \left(\frac{0,9979D}{M}\right)^{4,05}} \quad (5)$$

E os novos dados de distribuição de tamanhos após conversão, apresentados no gráfico da Figura 3(b).

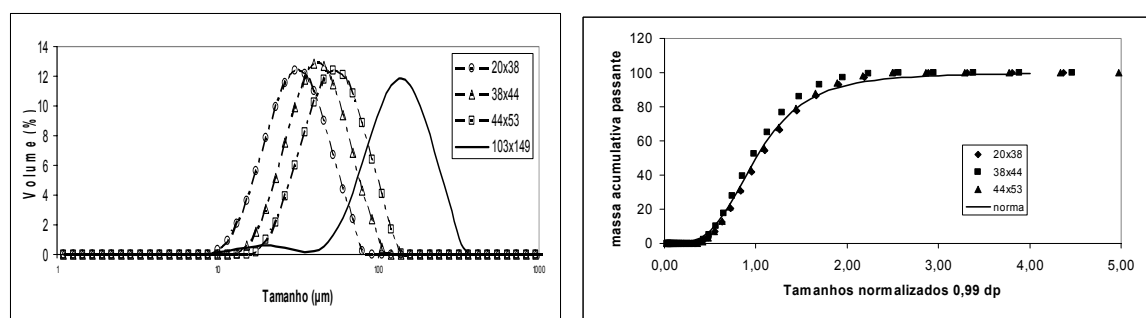


Figura 3: (a) Curvas de distribuição de tamanhos de partículas de algumas frações, medidas no difratômetro a laser. (b) Distribuições de tamanhos de esferas equivalentes normalizadas, com o a linha do modelo da equação para muscovita.

Observa-se nos gráficos acima que a distribuição de tamanhos de peneira e as medidas no difratômetro a laser são bem menos divergentes do que se esperaria, ainda mais se considerando a forma das partículas. É possível que isso se deva às tendências iguais de ambos os métodos de medirem a dimensão maior das lamelas da muscovita: a lamela passar pelo furo quadrado da peneira depende praticamente com exclusividade das suas dimensões maiores, e não da dimensão ao longo de seu eixo c. De modo análogo, a partir do tamanho em que os padrões de difração se aproximam dos gerados por esferas, deve predominar a difração devida à maior dimensão da partícula.

4. Conclusões

As análises por difração a laser são as mais rápidas e simples para determinação da distribuição de tamanhos de partículas em amostras minerais. São necessários, no entanto, cuidados básicos, que advém tanto de fatores metodológicos quanto instrumentais. Além disso, são medidas indiretas, recalculadas para diâmetros de esferas equivalentes, e que precisam ser convertidas para tamanhos de peneira, padrão em engenharia mineral.

As funções de transformação de quartzo e magnetita funcionam muito bem para larga faixa de tamanhos. As limitações, no caso destes minerais, são instrumentais, ligadas ao peso das partículas e à dificuldade em mantê-las em suspensão, de forma a não descaracterizar a amostra e invalidar o resultado da análise. Para o equipamento utilizado, e água como meio de dispersão, os tamanhos máximos foram, respectivamente, 400 e 149 μm .

Em relação à muscovita, o granulômetro a laser interpreta seu caráter lamelar como bimodalidade de tamanhos, para partículas maiores do que 53 μm . Como o modelo logístico se aplica exclusivamente a populações unimodais, este modelo de função de transformação não pode ser utilizado para partículas acima deste tamanho. Um modelo simples, que inclua o menor número de parâmetros possível, e que possa descrever a função de transformação deve ser desenvolvido para partículas com hábito lamelar.

A forma das partículas irregulares resultou em parâmetros distintos para o fator de conversão do valor mediano da distribuição de tamanho de esferas equivalentes para tamanho representativo de peneira (α) e para a inclinação dos tamanhos normalizados (λ), correspondendo a 1,09 e 5,18 para quartzo, 1,25 e 4,82 para a magnetita, e 0,9979 e 4,05 exclusivamente para frações inferiores a 53 μm da muscovita, respectivamente.

5. Agradecimentos

Gostaria de agradecer aos meus orientadores Claudio Schneider e Reiner Neumann pelos conhecimentos transmitidos, ao CETEM, principalmente ao SCT - Setor de Caracterização Tecnológica, pela oportunidade de estágio, ao CNPQ pela bolsa oferecida.

6. Referências

KING, R.P.; SCHNEIDER, C.L. Stereological correction of linear grade distributions for mineral liberation, Powder Technology, v. 98, p. 21-37, 1998.

SCHNEIDER, C.L.; NEUMANN, R.; SOUZA, A.S. Determination of the distribution of size of irregularly shaped particles from laser diffractometer measurements. International Journal of Mineral Processing, v. 82(1), p. 30-40, 2007.

XU, R.. Particle characterization: Light scattering methods. Particle Technology Series, 13. Kluwer Academic Publishers, 397 pp, 2002.