

## **AValiação DE Diferentes Técnicas DE Análise DE Tamanho DE Partículas PARA AmostrAS FinAS DE Minério DE COBRE**

**LIMAVERDE, M.S.V.<sup>1</sup>, BERGERMAN, M.G.<sup>2</sup>, DELBONI JR., H.<sup>3</sup>**

<sup>1</sup>Universidade de São Paulo. stella.limaverde@usp.br

<sup>2</sup>Universidade Federal de Alfenas. mauricio.bergerman@unifal-mg.edu.br

<sup>3</sup>Universidade de São Paulo. hdelboni@usp.br

### **RESUMO**

A caracterização física de partículas é de extrema importância para a indústria mineral como um todo. O comportamento das partículas em circuitos de britagem e moagem, operações de concentração e separações sólido-líquido é altamente dependente dos seus tamanhos. Existe hoje uma ampla gama de métodos de análise de tamanho de partículas baseados em diferentes técnicas e diferentes princípios físicos, medindo diâmetros equivalentes distintos. Como consequência, os resultados obtidos com tais análises apresentam significados próprios, o que muitas vezes não é levado em consideração. Este trabalho apresenta um estudo comparativo de diferentes técnicas de análise de tamanho de partículas para amostras do circuito de remoagem de minério de cobre da mina do Sossego, da Vale. As técnicas estudadas foram: análise dinâmica de imagens (CAMSIZER XT); classificação (Cyclosizer); espalhamento de luz laser de baixo (Malvern Mastersizer 2000); e peneiramento. Concluiu-se que a seleção do método mais adequado depende de uma série de fatores, tais como: qualidade, custo, tempo e faixa de aplicação dos ensaios.

**PALAVRAS-CHAVE:** distribuição de tamanho de partículas; caracterização tecnológica; cobre.

### **ABSTRACT**

Physical characterization of particles is extremely important for the mineral industry as a whole. The particle behavior in crushing and milling, concentration and solid-liquid separation is size dependent. A number of different techniques are currently available for particle size analysis, which are based on different physical principles, measuring different equivalent diameters. As a consequence, the results obtained according to each technique should be considered. This work presents a comparative study of different techniques for particle size analysis as carried out on samples obtained from the Sossego regrinding circuit. The studied methods were: dynamic image analysis (CAMSIZER XT); classification (Cyclosizer); low angle laser light scattering (Malvern Mastersizer 2000); and sieving. The selection of the most adequate method depends on: quality, cost, time and application range.

**KEYWORDS:** particle size distribution; technological characterization; copper.

## 1. INTRODUÇÃO

A importância dos materiais particulados na sociedade moderna tem se tornado cada vez mais notável. Na indústria mineral, mais especificamente na área de processos, cujo objetivo principal é a obtenção de produtos com propriedades específicas, os sistemas de materiais particulados exercem um papel de extrema importância desde o minério lavrado até o concentrado final.

Meloy e Clark (1986) afirmam que, na área de beneficiamento mineral, as seguintes características das partículas são importantes para se determinar o comportamento das mesmas: tamanho, densidade, características superficiais e forma. De acordo com Rhodes (2008), a caracterização de tamanhos só pode ser realizada de forma fácil e acurada para populações que contenham apenas partículas esféricas ou cúbicas. Entretanto, é preciso lembrar que partículas reais possuem formas que requerem mais de uma dimensão para descrevê-las.

### 1.1. Tamanho de partículas

A caracterização dos tamanhos de partículas difere das outras formas de caracterização de materiais, uma vez que, se não para partículas homogêneas e esféricas, um único resultado de tamanho não é facilmente obtido. Para partículas não regulares diversos diâmetros podem ser utilizados para a caracterização dos tamanhos, uma vez que essas partículas possuem três dimensões.

Geralmente, o diâmetro das partículas é expresso em termos do diâmetro da esfera equivalente. Esse diâmetro reproduz o diâmetro de esferas com propriedades geométricas ou físicas semelhantes às das partículas não esféricas, sendo que uma lista dos diâmetros equivalentes mais comumente empregados na caracterização física de partículas pode ser observada em Allen (1997).

### 1.2. Técnicas de análise de tamanho de partículas

Segundo Davies (2001) os métodos de análise de tamanho de partículas podem ser classificados em seis grupos, sendo eles: Métodos visuais; Métodos de separação; Métodos de varredura de fluxo; Métodos de varredura de campo; Sedimentação; e Métodos de superfície.

Cada método possui uma faixa de aplicação, conforme ilustrado na tabela I, que é dada pelos limites de medição e de detecção. O primeiro caracteriza a faixa em que a medição é restrita, ou seja, partículas fora dessa faixa também são detectadas e quantificadas. Conforme, por exemplo, o peneiramento. Já no segundo caso, partículas fora da faixa de detecção não são reconhecidas, apesar de o método considerá-las como distribuídas dentro da mesma.

**Tabela I. Faixas de tamanho recomendadas para cada método de determinação de tamanho de partículas (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006, adaptado pela autora).**

Método	Seco ou úmido	Fracionamento da amostra	Faixa de aplicação (µm)
Peneiramento	Ambos	Sim	5 – 100.000
Difração a laser	Ambos	Não	0,1 – 2.000
Microscopia óptica	Seco	Não	0,2 – 50

Microscópio eletrônico de varredura	Seco	Não	0,005 – 100
Elutriação (cyclosizer)	Úmido	Sim	4 – 45
Sedimentação (gravidade)	Úmido	Sim	1 – 40
Sedimentação (centrífuga)	Úmido	Sim	0,05 - 5

A análise dinâmica de imagens é um método óptico-eletrônico, que mede tamanho e forma de partículas através da análise de imagens por fluxo dinâmico, em duas dimensões. O equipamento CAMSIZER XT, fabricado pela empresa Retsch Technology, fornece resultados tanto de tamanhos de partículas, quanto de aspectos morfológicos das mesmas, tais como: esfericidade, relação de aspecto, convexidade e simetria. Os resultados podem tanto ser expressos em malhas de peneiras da série Tyler e ASTM como em quaisquer outras faixas definidas pelo usuário.

A medição da distribuição de tamanhos dá-se pela avaliação, através de um *software*, das projeções das partículas, que se movem por ação da gravidade, ar comprimido ou fluido, no campo de medida. Conforme Westermann (2010), a velocidade de medição é de cerca de 275 imagens por segundo, com aproximadamente 100 partículas por imagem. Para isso são utilizadas duas câmeras alinhadas e opostas a duas fontes de luz, que realizam a iluminação. Uma das câmeras, com alta resolução, detecta partículas menores em um pequeno campo de medida. A outra, com menor resolução, detecta partículas maiores

A classificação, aqui referida como separação de partículas por tamanhos em meio fluido, geralmente água ou ar, tem por base o movimento das partículas, suspensas em diferentes pontos, sob diferentes forças, que podem ser gravitacionais, centrífugas ou de Coriolis. O cyclosizer, equipamento utilizado, é composto por ciclones hidráulicos elutriadores, que realizam classificação sequencial.

As medições por espalhamento de luz laser de baixo ângulo, realizadas no Malvern Mastersizer 2000, se enquadram nos métodos de varredura de campo. Segundo Allen (1997), nesses métodos a distribuição de tamanhos de uma população de partículas é inferida pela interação entre a população e o dispositivo de medida.

A distribuição de tamanhos gerada tende a ser ampliada devido ao fato de que as partículas são medidas em todas as direções. Assim, partículas finas tendem a dar maior peso ao final da parte fina da distribuição.

O peneiramento, considerado por Heywood (1970) como sendo a Cinderela dos métodos de análise de tamanho de partículas é, certamente, o método mais utilizado, que faz o trabalho mais duro e recebe o menor crédito.

O procedimento operacional consiste inicialmente na colocação de uma amostra sobre uma superfície e na agitação da mesma. A separação depende somente da largura máxima e da espessura máxima das partículas, sendo que o comprimento só afetará de fato o processo se for excessivo.

## 2. OBJETIVOS

Pretende-se com a realização do presente trabalho confrontar estimativas obtidas para tamanhos e distribuições de tamanhos de partículas através de diferentes técnicas de análise, comparando características tais como, qualidade, tempo e custo dos ensaios e estabelecendo desse modo vantagens e desvantagens de cada método. Cabendo ainda ressaltar que a escolha de um método mais adequado não fez necessariamente parte do escopo deste trabalho.

## 3. MATERIAIS E MÉTODOS

A realização dos ensaios contou com amostras de minério de cobre da mina do Sossego, que foram retiradas de diferentes etapas do circuito de remoagem em diferentes dias. Ao todo foram utilizadas dezesseis sendo:

- Nove de concentrado *cleaner* (CF1, CF2, CF3, CF4, CF5, CF6, CF7, CF8, CF9 e CF10);
- Duas de alimentação dos ciclones (AL1 e AL2);
- Duas de descarga do moinho vertical (DM1 e DM2);
- Duas do *underflow* dos ciclones (UF1 e UF2).

Tais amostras foram secas, desagregadas e ensaiadas em separado. Os equipamentos empregados nos ensaios foram: CAMSIZER XT, Cyclosizer, Malvern Mastersizer 2000 e peneiras. Foram utilizadas peneiras com as seguintes aberturas: 610; 425; 300; 212; 150; 105; 75; 53; 45; e 38  $\mu\text{m}$ .

A qualidade dos resultados de cada equipamento foi estudada através da análise da repetitividade dos mesmos, sendo que a íntegra da metodologia adotada e dos resultados obtidos encontra-se em Limaverde (2012).

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

No que se refere à determinação de tamanho de partículas, os ensaios realizados com o CAMSIZER XT indicaram elevada aderência com os resultados obtidos nas medições por peneiramento, conforme demonstra a figura 1.

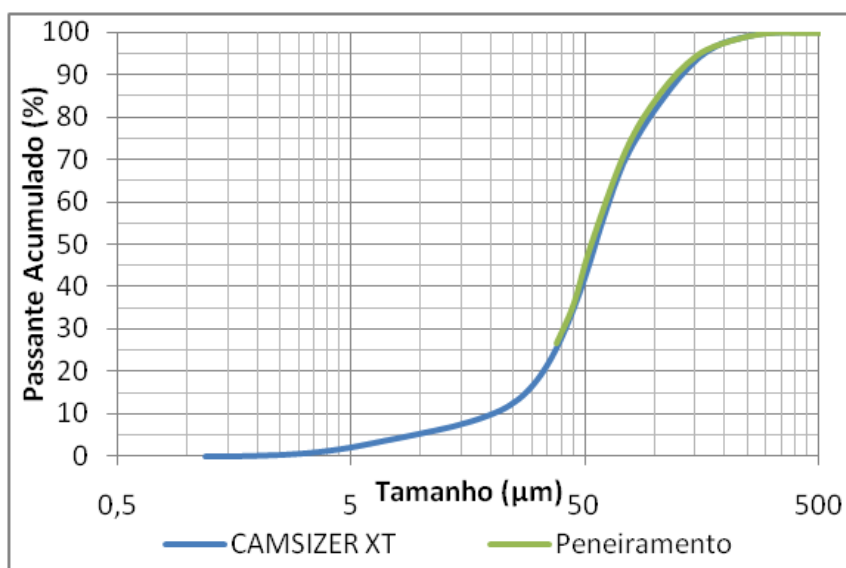


Figura 1. Resultados dos ensaios no CAMSIZER XT e por peneiramento para a amostra UF2

Tal aderência deveu-se ao fato de que ambos as técnicas realizaram medições diretas da largura máxima e da espessura máxima das partículas. Para realizar a comparação entre os resultados estudou-se a correlação através do coeficiente de Pearson estudando-se os valores de  $d_{95}$ ,  $d_{80}$  e  $d_{50}$ . Os resultados obtidos, indicados na tabela II, apontaram que os ensaios realizados através do CAMSIZER XT e do peneiramento apresentaram alta correlação.

Tabela II. Resultados para correlação entre o CAMSIZER XT e peneiramento para a amostra UF1

Tamanho ( $\mu\text{m}$ )	CAMSIZER XT			Peneiramento			Coeficiente de correlação de Pearson
	Ensaio 1	Ensaio 2	Ensaio 3	Ensaio 1	Ensaio 2	Ensaio 3	
$d_{95}$	172	151	173	167	163	171	0,9
$d_{80}$	93	92	99	93	95	97	0,8
$d_{50}$	54	55	59	57	56	61	0,9

Os resultados obtidos para o Cyclosizer mostraram-se na mesma tendência que os demais, porém indicando uma distribuição de tamanhos menores, quando comparados os valores de  $d_{50}$  com os demais resultados, conforme ilustra a figura 2.

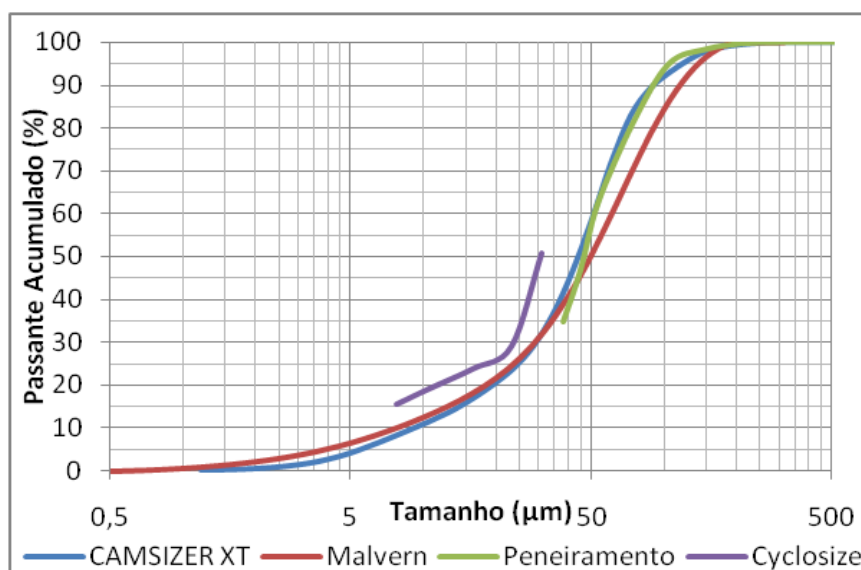


Figura 2. Resultados para o CAMSIZER XT, Malvern, peneiramento e Cyclosizer, o para a amostra DMV1.

O Malvern apresentou como característica marcante uma distribuição mais ampla de tamanhos. A figura 3 ilustra tal fato, mostrando uma comparação entre os dois equipamentos com maior gama de tamanhos medidos, CAMSIZER XT e Malvern.

Destaca-se também que, dentre todos os equipamentos estudados, o Malvern apresentou melhores resultados quanto à detecção de partículas finas, abaixo de  $1 \mu\text{m}$ , uma vez que nenhum dos outros permitiu a medição de valores inferiores a esta faixa de tamanho.

Os resultados dos peneiramentos foram obtidos com limite inferior de medição, que caracteriza a faixa em que a medição é restrita, neste caso o valor da menor abertura empregada, de forma que todas as partículas menores que esse valor foram consideradas como *undersize*. Diante deste fato é

possível verificar que o método não é adequado para amostras com grande número de partículas menores que a menor abertura de peneira utilizada, como é o caso das amostras de concentrado final estudadas.

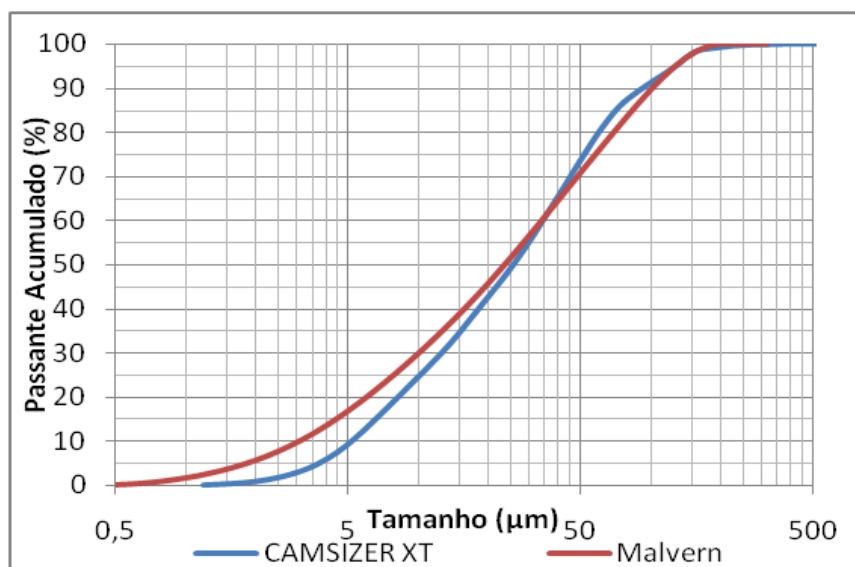


Figura 3. Resultados para o CAMSIZER XT e o Malvern para a amostra AL2.

Tratando-se de determinação da qualidade dos ensaios, podem ser observados, na tabela III, os resultados de desvios padrões relativos obtidos para os ensaios realizados através do CAMSIZER XT, Malvern, e peneiramentos.

Tabela III. Resultados obtidos para repetitividade para o CAMSIZER XT

Tamanho ( $\mu\text{m}$ )	Desvio Padrão Relativo (%)		
	CAMSIZER XT	Malvern	Peneiramento
$d_{95}$	10	1,3	2,4
$d_{80}$	8,2	1,5	2
$d_{50}$	6,3	1,7	4,5
$d_{10}$	21,7	4,4	*

\*Os valores de  $d_{10}$  não são de possível obtenção devido à faixa de medição do método.

É fundamental ressaltar os desvios padrões relativos obtidos têm acentuado aumento quando se trata de diâmetros menores, no caso  $d_{50}$  e  $d_{10}$ , com destaque para o CAMSIZER XT, que apresentou valores de até 21,7% no estudo da repetitividade do  $d_{10}$ . Tal conjuntura pode ser justificada pela dificuldade de manipulação de amostras contendo partículas de tamanhos inferiores a 50  $\mu\text{m}$ .

Devido à restrição na faixa de aplicação do método de sedimentação gravitacional optou-se por estudar a repetitividade do mesmo a partir da porcentagem de material retido por tamanho de partícula medido e não por valores de  $d_{95}$ ,  $d_{80}$ ,  $d_{50}$  e  $d_{10}$ . Os desvios padrões relativos, em porcentagem, para os tamanhos de 31, 23, 16, 11, e 8  $\mu\text{m}$ , foram, respectivamente, 4,9; 9,6; 10,5; 7,8; e 4,9.

Os resultados obtidos de estimativa de tamanho de partículas não possuíram uma forma de comparação direta. Cada método estudado demonstrou possuir características próprias, sendo algumas vantajosas e outras nem tanto. Dessa forma foi possível estabelecer parâmetros de comparação para facilitar a escolha de um método mais adequado, conforme sugere a tabela 5.

A escolha deverá levar em conta a situação em que a medida será realizada. Por exemplo, em um caso em que se precisa de uma medição contínua com boa repetitividade, recomenda-se a realização de ensaios por espalhamento de luz laser de baixo ângulo, já no caso de se desejar obter resultados para partículas grosseiras, com recuperação de alíquotas de frações discretas, o peneiramento é o método mais adequado. Cada método estudado demonstrou possuir características próprias, sendo algumas vantajosas e outras nem tanto. A análise dinâmica de imagens através do CAMSIZER XT apresentou diversas opções de resultados, tais como, mais de um diâmetro equivalente, forma e superfície específica. Além disso, os ensaios apresentaram boa correlação com o peneiramento, método mais utilizado na indústria mineral.

**Tabela IV. Comparação entre as principais características de cada método de medida**

	<b>Análise dinâmica de imagens (CAMSIZER XT)</b>	<b>Classificação (Cyclosizer)</b>	<b>Espalhamento de luz laser de baixo ângulo (Malvern)</b>	<b>Peneiramento</b>
Custo aproximado do ensaio	R\$ 200,00	R\$ 500,00	R\$ 150,00	R\$ 350,00
Custo de aquisição do equipamento	Alto	Médio	Alto	Baixo
Grau de automação	Alto	Baixo	Alto	Nenhum
Massa aproximada de amostra utilizada	Um grama	Cinquenta gramas	Cinco gramas	Trezentos gramas
Influência da habilidade do operador	Alta	Alta	Alta	Média
Qualidade dos ensaios	Média	Média	Boa	Boa
Tempo aproximado	Cinco minutos	Uma hora	Cinco minutos	Três horas
Possibilidade de recuperação de alíquotas discretas	Não é possível	É possível	Não é possível	É possível
Diâmetro equivalente medido	Possibilidade de seleção em diferentes bases	Da área projetada	De volume	Da peneira
Faixa de aplicação (µm)	1 - 3.000 30 - 30.000	4 - 45	0,02 - 2.000	5 - 100.000

Todavia, quando se considerou sua repetitividade, o método perdeu robustez. Valores de desvio padrão relativos altos foram observados tanto nas frações extremas. Tal fato pode ter sido acarretado pela dificuldade de se obter uma amostra representativa com a massa necessária para a realização do ensaio, bem como por uma possível aglomeração da amostra, uma vez que, para evitar algum tipo de quebra, optou-se por não utilizar o dispositivo de ultrassom nas medidas. Estudos acerca de tal fato estão sendo realizados de modo que possivelmente erros como esses possam ser minimizados futuramente.

A classificação se mostrou um método de difícil execução e interpretação dos resultados, o que justificou seu custo elevado. Entretanto, é importante levar em conta que fatores como tempo de

medida e possibilidade de recuperação de alíquotas com frações discretas forneceram ao Cyclosizer destaque.

Os ensaios por espalhamento de luz laser de baixo ângulo através do Malvern se mostraram extremamente eficientes quando são desejados resultados rápidos, com elevada qualidade e confiabilidade. Além disso, é válido destacar sua eficiência na medição de partículas de pequeno diâmetro, o que faz com que o método seja praticamente imbatível nessa faixa de tamanhos.

O peneiramento demonstrou fazer jus à sua popularidade, uma vez que, apesar da faixa de aplicação com limite inferior restrito, apresentou bons resultados frente à repetitividade, além da extrema facilidade operacional. É válido considerar que apesar do custo do ensaio ser ligeiramente elevado quando comparado aos demais, o custo de aquisição do equipamento utilizado é inferior.

Em face do exposto, também é necessário considerar que cada método possui sua própria forma de medição e, assim, apresenta valores distintos de tamanhos de partícula, que, se desejado, podem ser combinados com a devida correção.

## **5. CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES**

Como principal conclusão, o presente trabalho demonstrou que de acordo com o princípio de medida empregado no método de análise de tamanhos de partículas é obtido um tipo de diâmetro equivalente. Assim, diferentes resultados de distribuição de tamanhos são obtidos para uma mesma amostra.

A escolha do método mais adequado está diretamente associada a diversos fatores, como faixa de tamanho em que se encontra a amostra, custo e tempo despendidos, qualidade desejada, massa disponível, possibilidade de recuperação de alíquotas com frações discretas, meio de suspensão, impacto da habilidade do operador nos resultados, diâmetro equivalente adequado e grau de automação.

Nunca é demais insistir que não existe método melhor ou pior, uma vez que a adequação do método varia conforme os fatores já citados. Do mesmo modo, recomenda-se que comparações diretas entre as técnicas sejam evitadas, a não ser que para a mesma técnica ou com a aplicação correta de fatores de correção e que para qualquer distribuição de tamanhos de partículas, o método de medição deve ser citado, evitando-se, assim, uma possível interpretação errônea dos resultados.

## **6. REFERÊNCIAS**

ALLEN, T. Particle size measurement. Volume 1. Powder sapping and particle size measurement. London: Chapman & Hall. 1997. 5th ed. 525 p.

DAVIES, R. Size measurement. In: Powder technology handbook. Edited by Masuda, H, Higashitani, K., Yoshida, H. Boca Raton: CRC Press. 2001. p. 13 a 32.

HEYWOOD, H. Proc. Particle Size Analysis Conf., Ed M.J. Groves and J.L. Wyatt-Sargent, Soc. Analyt. Chem., 1970.150, 177.

LIMAVERDE, M.S.V. Técnicas para análise do tamanho de partículas: Um estudo comparativo. 2012. 93 p. Monografia (Trabalho de Formatura) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.



MELOY, T.P.; CLARK, N.N. Modern particle shape analysis: it's meaning, relevance and problems. In: Advances in mineral processing, 1986, Vancouver. Proceedings: Symposium honoring Nathaniel Arbiter, 1986. Littleton: SME, 1986. p. 67 - 80.

RHODES, M. Introduction to fine particle technology. 2 ed. Willey: West Sussex. 2008. 450 p.

WESTERMANN, J. Particle Size Distributions - Dynamic Image Analysis Beats Laser Diffraction in a Micron to Millimeter Range. GIT Laboratory Journal Europe, v. 14, n 9/10, p. 34-41, 2010.

WILS, B.A.; NAPIER-MUNN, T. Wills's mineral processing technology: an introduction to the practical aspects of ore treatment and mineral recovery. Elsevier, 2006.

