



PROTOCOLO DE MOAGEM COM BOLAS UTILIZADO NO PROCESSAMENTO DE MATERIAIS DE REFERÊNCIA DE ROCHAS

GOES, M.A.C.¹, SCHNEIDER, C.L.² ARAUJO, P.C.³

¹Centro de Tecnologia Mineral (CETEM), agoes@cetem.gov.br

²Centro de Tecnologia Mineral (CETEM), cschneid@cetem.gov.br

³Centro de Tecnologia Mineral (CETEM), paraujo@cetem.gov.br

RESUMO

Materiais de origem natural como minérios e rochas são heterogêneos. A heterogeneidade de constituição e a heterogeneidade de distribuição de um conjunto de fragmentos ou partículas podem ser reduzido por meio de operações de fragmentação e subsequente homogeneização. O manuseio, o preparo, a embalagem e o armazenamento do material devem evitar quaisquer efeitos adversos nas propriedades de interesse e contaminação entre amostras e fontes externas, e garantir que todas as unidades de material de referência conttenham uma parte representativa do material. No processamento de amostras de rochas para o desenvolvimento de materiais de referência, a operação de fragmentação fina deve ser realizada em moinho de bolas, a seco, para obtenção de um produto com aproximadamente 95% passante em 0,075 mm, tamanho de partícula adequada para a retirada de porções de ensaio representativas de unidades de MRC, para a caracterização química do material. O presente trabalho tem por objetivo descrever o protocolo de moagem com o moinho de bolas Paul O. Abbe CLM 40, instalado no laboratório do CETEM para o processamento de materiais de referência e a sua aplicação em amostras de basalto e diabásio.

PALAVRAS-CHAVE: material de referência, rochas, moagem com bolas.

ABSTRACT

Materials of natural origin such as ores and minerals are heterogeneous. The constitution heterogeneity and the distribution heterogeneity of a set of fragments or particles can be diminished by proceeding with comminution and subsequent homogenization or mixing operations. The material handling, preparation, package and storage should prevent any adverse effects on the properties of interest and contamination among samples as well as from outside sources, and ensure that all reference material units contain a representative portion of the material. In the processing of rock samples for the development of reference materials, the fine fragmentation operation must be carried out in dry ball mill to obtain a product with approximately 95% passing through 0.075 mm, suitable particle size for taking representative test portions from MRC units for the material chemical characterization. The present work aims to describe the grinding protocol with the Paul O. Abbe CLM 40 ball mill, installed in the CETEM's reference material processing laboratory and its application in samples of basalt and diabase.

KEYWORDS: reference materials, rocks, ball milling.

1. INTRODUÇÃO

Material de referência certificado (MRC) é um material suficientemente homogêneo e estável, caracterizado por uma abordagem metrologicamente válida, para uma ou mais propriedades de interesse especificadas, acompanhado por um certificado que fornece os valores dessas propriedades, incertezas associadas e declarações de rastreabilidade metrológica (International organization for standardization, 2015). Os MRC desempenham um papel importante na garantia de resultados analíticos de alta qualidade uma vez que podem ser utilizados na calibração de um sistema de medição, avaliação de um procedimento de medição, atribuição de valores a outros materiais e controle de qualidade. Os MRC também podem ser usados em comparações interlaboratoriais para validação de métodos analíticos e avaliação de proficiência de laboratórios.

O Centro de Tecnologia Mineral – CETEM é acreditado como produtor de material de referência certificado de minérios e minerais, em conformidade com a norma ISO 17034 (International organization for standardization, 2016), pela American Association for Laboratory Accreditation - A2LA, tendo mantido sua acreditação desde junho de 2011. A produção diz respeito a todas atividades necessárias ao desenvolvimento e entrega de materiais de referência certificados aos clientes, incluindo planejamento de produção, controle de produção, manuseio e armazenamento de material, processamento da matéria-prima, avaliação de homogeneidade e estabilidade, caracterização, atribuição de valores de propriedades e suas incertezas, emissão de certificados e serviço pós-distribuição. O Programa de Material de Referência Certificado – PMRC - foi estabelecido na Coordenação de Competências Técnicas – COCPT para coordenar todos os aspectos gerenciais e técnicos da produção de materiais de referência certificados no CETEM. O PMRC conta com uma infraestrutura laboratorial dedicada ao processamento de materiais de referência de amostras minerais, sendo totalmente equipado para o manuseio de grandes quantidades de material, além de uma equipe técnica qualificada e comprometida em garantir a qualidade dos materiais de referência produzidos.

Materiais de origem natural como minérios e rochas são heterogêneos. A heterogeneidade de constituição e a heterogeneidade de distribuição de um conjunto de fragmentos ou partículas podem ser reduzido por meio de operações de fragmentação e subsequente homogeneização. O manuseio, o preparo, a embalagem e o armazenamento do material devem evitar quaisquer efeitos adversos nas propriedades de interesse e contaminação entre amostras e fontes externas, e garantir que todas as unidades de material de referência contenham uma parte representativa do material (CETEM, 2018).

No processamento de amostras de rochas para o desenvolvimento de materiais de referência, a operação de fragmentação fina deve ser realizada em moinho de bolas, a seco, para obtenção de um produto com aproximadamente 95% passante em 0,075 mm tamanho de partícula adequada para a retirada de porções de ensaio representativas de unidades de MRC, para a caracterização química do material.

O presente trabalho tem por objetivo descrever o protocolo de moagem com o moinho de bolas Paul O. Abbe CLM 40, instalado no laboratório do CETEM para o processamento de materiais de referência, e a sua aplicação em amostras de basalto e diabásio.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Moinho e meio moedor

O moinho Paul O. Abbe CLM 40, com revestimento interno em tijolos de cerâmica 90% alumina de alta densidade, possui diâmetro interno de 0,5334 m e comprimento interno de 0,6858 m. Em conformidade com a sua especificação técnica (PAUL O ABBE, s.d), em moagem a seco, a capacidade de trabalho é de 25% do volume total interno (0,03964 m³), o meio moedor em alumina é 50% da carga (164,65 kg) e a velocidade de rotação de 33 rpm (nominal) corresponde a 55% da velocidade crítica.

O meio moedor consiste em bolas com 25,4 mm e 12,7 mm de diâmetro, ambas em cerâmica 90% alumina de alta densidade (densidade aparente de 3,53 g/cm³). A Figura 1 mostra o moinho instalado no laboratório do PMRC.



Figura 1. Moinho Paul O. Abbe CLM-40 instalado no laboratório do PMRC.

2.1 Preparação da amostra

A amostra da alimentação da moagem deve ter um tamanho máximo de partícula que atenda à razão de 1:10 entre o tamanho máximo de partícula da alimentação e o diâmetro da maior bola do meio moedor (25,4 mm). Assim, após peneiramento em 2,38 mm, o material retido nessa malha deve ser britado e retornado à amostra inicial.

Considerando que o objetivo do processamento de materiais de referência é a obtenção de um produto com 95% passante em 0,075 mm, o material passante nessa malha deve ser retirado para a obtenção da amostra da alimentação da moagem.

A amostra da alimentação deve ser submetida a etapas de homogeneização, quarteamento, divisão e obtenção de subamostras para os ensaios de determinação da densidade aparente. A densidade aparente deve ser determinada pesando-se a massa de material que ocupa o volume de uma proveta graduada de 1000 cm³, após sedimentação.

2.1 Condições de operação

Um protocolo de moagem consiste no estabelecimento das condições de operação tais como a velocidade de rotação do moinho, a fração do volume do moinho ocupado pela carga de bolas, a massa da alimentação e o tempo de moagem.

2.1.1 Velocidade de rotação do moinho

Em uma moagem a seco, a operação é realizada, normalmente, na faixa 50% - 70% da velocidade crítica, C_s , e mais frequentemente entre 60% - 65% da C_s , conforme relatado em Paul O Abbe (s.d). A Equação 1 é usada para o cálculo de C_s , em rpm, com diâmetro do moinho, D , e diâmetro da maior bola, d , ambos em metros (AUSTIN et al., 1984).

$$C_s = \frac{42,2}{\sqrt{D-d}} \quad (1)$$

2.1.2 Carga de bolas

A carga de bolas é definida pela fração do volume interno do moinho preenchido pelo leito de bolas em repouso, J , e correspondente volume de bolas, considerando a porosidade do leito. Usualmente é assumida uma porosidade do leito de bolas igual a 0,4 (AUSTIN et al., 1984). Valores J de 30% e 35% são comumente utilizados na moagem industrial, mas nada impede o uso de cargas diferentes e qualquer valor entre 20% e 40% é aceitável (SCHNEIDER; DUQUE, 2015). A Equação 2 é usada para o cálculo da massa de bolas, expressa em kg em que J é expressa como uma quantidade fracional, V é volume interno do moinho, em m^3 e ρ_b é a densidade aparente da bola, em kg/m^3 .

$$\text{Massa de bolas} = J V (1 - 0,4) \rho_b \quad (2)$$

2.1.2 Massa da alimentação

A massa da alimentação do moinho é definida pela fração de espaços entre as bolas em repouso que são preenchidos com o material, U , e pelo volume de espaços no leito de bolas, considerando a porosidade do leito igual a 0,4. Um valor U entre 0,6 e 1,1 corresponde a uma razão material e carga de bolas que proporciona uma moagem eficaz (AUSTIN et al., 1984). A Equação 3 é usada para o cálculo da massa de material, expressa em kg , em que J é expressa como uma quantidade fracional, V é volume interno do moinho, em m^3 e ρ_m é a densidade aparente do material, em kg/m^3 .

$$\text{Massa de material} = U (0,4 J V) \rho_m \quad (3)$$

2.1.3 Tempo de moagem

Inicialmente, o tempo de moagem necessário para obtenção de um produto com aproximadamente 95% passante em 0,075 mm deve ser determinado em ensaio preliminar, utilizando um moinho teste, em aço inox, com diâmetro interno de 0,1524 m e comprimento interno de 0,3048 m. Os ensaios devem ser realizados em intervalos regulares, especificados com base no conhecimento prévio do tipo de material. Após cada ensaio, o moinho deve ser esvaziado. O material deve ser homogeneizado e utilizado na confecção de uma pilha de seção triangular, para a retirada de uma subamostra de 100 g para análise granulométrica a úmido. Não é necessário determinar a distribuição granulométrica completa do produto das moagens, somente o passante na peneira de teste de 0,075 mm necessita ser determinado. Após secagem e pesagem, todo material ser retornado para compor a alimentação do próximo tempo de moagem.

Considerando-se que a taxa específica de moagem, em energia, no moinho teste é igual à taxa específica de moagem no moinho de produção Paul O. Abbe CLM 40, o escalonamento pode ser feito pela potência, P , calculada conforme Equações 4 e 5 (TSAKALAKIS; STAMBOLTZIS, 2004).

$$P = 10,38 [\text{Densidade específica da carga}] f_L (1 - f_L) J D^{2,5} L \quad (4)$$

$$\text{Densidade específica da carga} = \rho_b (1 - 0,4) + 0,4 \left(\frac{\text{volume material}}{\text{volume vazios}} \right) \rho_m \quad (5)$$

em que a porosidade do leito igual a 0,4, f_L é a fração da velocidade crítica e L é o comprimento interno do moinho, em metros.

A Equação 6 é usada para o cálculo da energia específica de moagem, E , expressa em kWh/t.

$$E = P \times \frac{\text{tempo}}{\text{massa alimentação}} \quad (6)$$

O tempo de moagem no moinho de produção Paul O. Abbe CLM 40, deve ser estimado a partir do valor da taxa específica de moagem, calculada com as condições de operação e tempo de moagem do moinho teste, e dos valores de massa de alimentação e potência calculados com base nas condições de operação do moinho de produção.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O protocolo de moagem foi aplicado em amostras de basalto e diabásio, fornecidas pelo Grupo Siqueira para o desenvolvimento de materiais de referência. O procedimento de preparação da amostra proporcionou uma diminuição da massa de amostra a ser submetida à moagem, em cerca de 25% e 50%, respectivamente para as amostras de basalto e diabásio. A vantagem é um menor número de operações de moagem, além de se evitar a

sobremoagem do material. A Tabela 1 mostra as massas das amostras antes e após etapa de preparação.

Tabela 1. Características das amostras antes e após etapa de preparação

Tipo de amostra	Amostra inicial (kg)	Amostra > 0,075 mm (kg)	ρ_m da amostra > 0,075 mm (kg/m ³)
Basalto	93	69,5	1560
Diabásio	87	45,9	1745

As condições de operação de moagem das amostras de basalto e diabásio, no moinho Paul O Abble CLM 40, são mostradas na Tabela 2.

Tabela 2. Condições de operação do moinho Paul O Abble CLM 40 ($V = 0,15325 \text{ m}^3$; $\rho_b = 3530 \text{ kg/m}^3$)

Tipo de amostra	J	U	% da C_s	Velocidade de rotação (rpm)	Carga de bolas (kg)	Massa da alimentação (kg)
Basalto	0,37	1,0	0,60	35,5	120	35,4
Diabásio	0,43	1,0	0,60	35,5	140	46,0

Considerando os mesmos valores de % da velocidade crítica, da fração do volume interno do moinho preenchido pelo leito de bolas em repouso (J) e da fração de espaços entre as bolas em repouso que são preenchidos com o material (U), foram determinadas as demais condições de operação no moinho teste. As condições de operação de moagem das amostras de basalto e diabásio, no moinho teste, são mostradas na Tabela 3.

Tabela 3. Condições de operação do moinho teste ($V = 0,0056 \text{ m}^3$; $\rho_b = 3530 \text{ kg/m}^3$)

Tipo de amostra	J	U	% da C_s	Velocidade de rotação (rpm)	Carga de bolas (kg)	Massa da alimentação (kg)
Basalto	0,37	1,0	0,60	71	4	1,3
Diabásio	0,43	1,0	0,60	71	5	1,7

Os resultados das análises granulométrica do material após cada ensaio de moagem das amostras de basalto e diabásio, no moinho teste, são mostrados na Tabela 4.

Tabela 4. Ensaios moinho teste - % passante em 0,075 mm

Tipo de amostra	1 h	2 h	3 h	4 h	5 h	6 h	7 h	8 h	9 h
Basalto	44,69	58,39	67,21	75,25	84,71	89,20	92,59	94,92	96,40
Diabásio	52,73	65,30	74,06	83,93	91,95	96,55			

A taxa específica de moagem, expressa em energia, foi calculada tendo como base as condições de operação do moinho teste e o tempo de moagem necessário para obtenção de um produto com aproximadamente 95% passante em 0,075 mm obtido nos ensaios de moagem no moinho teste. A Tabela 5 mostra os valores de potência e energia para os ensaios no moinho teste.

Tabela 5. Taxa específica de moagem moinho teste

Tipo de amostra	Tempo moagem (h)	P moinho teste (kW)	Massa de alimentação (t)	Energia (kWh/t)
Basalto	9	0,0070	0,0013	48,5
Diabásio	6	0,0084	0,0017	29,6

A Tabela 6 mostra os valores de energia, potência e o tempo estimado de moagem necessário para obtenção de um produto com aproximadamente 95% passante em 0,075 mm, para os ensaios no moinho de produção Paul O Abble CLM 40.

Tabela 6. Escalonamento para estimação do tempo de moagem no moinho Paul O Abble CLM 40

Tipo de amostra	Energia (kWh/t)	P moinho produção (kW)	Massa de alimentação (t)	Tempo moagem Estimado (h)
Basalto	48,5	0,3593	0,035	4 h 43 min
Diabásio	29,6	0,4299	0,046	3 h 10 min

Os resultados dos ensaios de moagem das amostras de basalto e diabásio, no moinho Paul O Abble CLM 40, são mostrados nas Figuras 2 e 3. A cada intervalo de 1 hora, o material no interior do moinho foi amostrado, retirando-se cinco porções com cerca de 2,3 kg cada. A amostra composta pelas 5 porções foi homogeneizada e utilizada na confecção de uma pilha de seção triangular, para a retirada de uma subamostra de 100 g para análise granulométrica a úmido. Após secagem e pesagem, todo material foi retornado para compor a alimentação do próximo tempo de moagem. Observa-se que o tempo de moagem necessário para obtenção de um produto com aproximadamente 95% passante em 0,075 mm, obtido para as amostras de basalto e diabásio, validam o procedimento de escalonamento pela potência.

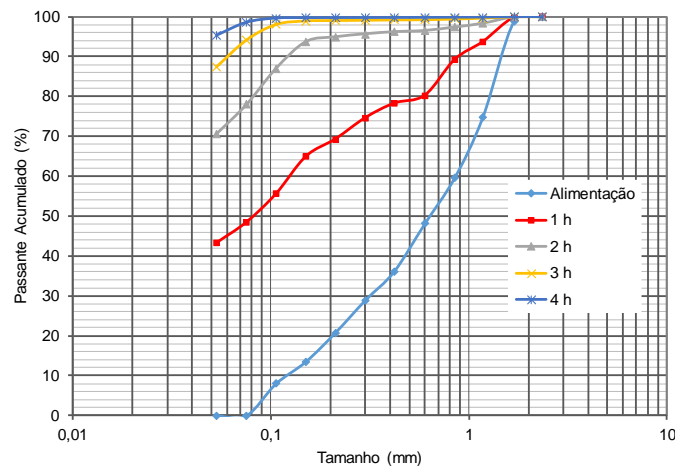


Figura 2. Resultados do ensaio de moagem de amostra de basalto, no moinho Paul O Abble CLM 40.

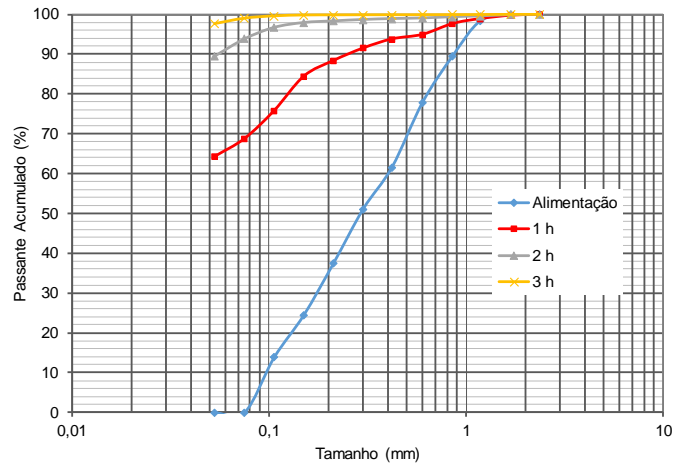


Figura 3. Resultados do ensaio de moagem de amostra de diabásio, no moinho Paul O Abble CLM 40.

4. CONCLUSÕES

O protocolo de moagem estabelecido para moinho Paul O Abble CLM 40 e, em especial, o procedimento de escalonamento pela potência utilizado para estimar o tempo de moagem necessário para obtenção de um produto com aproximadamente 95% passante em 0,075 mm, se mostraram adequados para a moagem de amostras de basalto e diabásio. O procedimento de preparação de amostra evita a sobremoagem do material e diminui a massa a ser submetida à moagem, o que reduz o número de operações de moagem. A vantagem da estimativa do tempo de moagem é reduzir o número de atividades de carregamento e descarregamento do moinho de produção, tarefa trabalhosa que consome tempo.

5. REFERÊNCIAS

- Austin, L.G., Klimpel, R.R., Luckie, P.T. Process Engineering of Size Reduction: Ball Milling. Society of Mining Engineers of the American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 1984.
- CETEM – Centro de Tecnologia Mineral. Programa Material de Referência Certificado. Procedimento Específico PE 01 rev. 16 – Produção de Material de Referência. Rio de Janeiro, 2018.
- ISO – International Organization for Standardization. ISO Guide 30:2015. Reference materials — Selected terms and definitions.
- _____. ISO 17034:2016. General requirements for the competence of reference material producers.
- Minérios: Práticas Laboratoriais, CETEM/MCT, 2007. Disponível em: <http://mineralis.cetem.gov.br/bitstream/cetem/1019/1/Cap%202%20Densidade%20Final.pdf>. Acesso em: out. 2018.
- Paul O Abbe. Variables in Ball Mill Operation. [homepage on the internet] [cited 2018 Set 26]. Available from: <http://www.pauloabbe.com/size-reduction/resources/variables-in-ball-mill-operation.pdf>
- Schneider, C.L.; Duque, T.F.M.B. Ensaio de Laboratório para Escalonamento de Moinhos de Bolas usando o Modelo de Herbstfuerstenau . XXVI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa Poços de Caldas, 2015.
- Tsakalakis, K.G.; Stamboltzis, G.A. Modelling the Specific Grinding Energy and Ball Mill Scaleup. IFAC Automation in Mining. Mineral and Metal Processing, Nancy, France, 2004.