ESTUDO DE CASO: Tempo padrão de pulverização de amostras cotidianas de uma mineradora Beta de X.

Autores:
Daniel Cândido Neiva da Silva – danielcandidoneiva@gmail.com
Rodrigo Custodio Andrade da Silva – rodrigocustas2013@hotmail.com
Westter Ferreira da Costa – westter21@gmail.com

Me Professora Orientadora:
Janice Rodrigues – janice.rodrigues@prof.una.br

Resumo

Dentro das técnicas de amostragem na mineração, a pulverização é um dos procedimentos, que tem como objetivo a redução das partículas em pequenas granulometrias, bem como a homogeneização da amostra. Para obter a granulometria desejada é preciso programar o tempo de pulverização para cada amostra, levando em consideração que cada uma possui espessuras distintas em seus grãos. Então cada amostra possuirá tempos diferentes de pulverização. Com isso o presente trabalho descreve o experimento realizado, em uma Mineradora Beta de X, com 10 amostras de rotina onde elas são pulverizadas de 15 a 20 segundos, sendo que 6 dessas amostras são de X e 4 são de Y. No teste foram analisados 6 tempos distintos de pulverização e verificado em cada tempo a granulometria das amostras, se essa possui influência no processo de fusão e se as amostras apresentaram alguma alteração nos teores dos elementos químicos se comparado com as amostras habituais. Este experimento teve o intuito de padronizar o tempo ideal de pulverização de cada amostra, para realizar de forma adequada a fusão e análise química, sendo uma pesquisa exploratória, de natureza aplicada, que o ponto principal do artigo é aplicar práticas destinadas à solução de problemas específicos, a abordagem utilizada na pesquisa do artigo foi quantitativa e o procedimento adotado foi um estudo de caso pelo conhecimento amplo e aprofundado da área do problema estudado. Contudo não foi possível determinar um tempo característico para cada amostra, pois a análise química apresentou bastante divergência em seus resultados. Portanto faz-se necessária a realização de mais testes para a comprovação deles, uma vez que esses procedimentos englobam uma série de etapas cabíveis de erros, o que podem influenciar no resultado.

Palavras-chave: Pulverização; Granulometria; ***Mesh***; Análise química; Fluorescência de Raios X.

1. INTRODUÇÃO

A empresa beta, uma indústria que atua na mineração e beneficiamento de X e Y. Esses minerais são muito importantes para o desenvolvimento da indústria global e o aumento da agricultura no Brasil. A corporação é uma subsidiária da China, que trabalha com investimentos na sustentabilidade dos negócios, por meio da sinergia entre os ativos, a

Public

qualidade funcional, além de ter a preocupação do bom relacionamento com cliente e a condição de seus produtos.

A mineradora trabalha com metodologia de amostragem, que pretende formar uma amostra por remoção de porções seriadas. Essa amostra deve representar de forma geral a qualidade da produção da empresa como um todo. Para isso ela deverá passar por diversos processos de preparação que abarcam intervenções de fragmentação, homogeneização e quarteamento, esses visam ter uma amostra final com padrões pré-estabelecidos para execução de análises físicas-químicas e mineralógicas (GÓES et al., 2010).

A amostragem é o processo de tomar amostras através de seleção e inferência onde, a partir de uma pequena parte, pode-se tirar conclusões sobre o todo, com finalidade de generalizar o material inicial a partir de uma pequena porção. Técnicas de amostragem necessitam ser tomadas nas fases do processo, lembrando que uma amostragem ruim pode trazer vários malefícios como: perda de partículas pertencentes à amostra, contaminação da amostra na preparação por material estranho resultante do desgaste dos instrumentos/equipamentos utilizados, entre outros (GÓES et al., 2010).

A amostragem pode ser considerada uma das intervenções mais complexas, pois essa é uma das operações que mais causa falhas nas indústrias de mineração e metalurgia (LIMA, 2015).

Dentro das técnicas, a pulverização é um dos procedimentos realizado e consiste em uma forma de moagem que tem como objetivo a redução das partículas em pequenas granulometrias, bem como a homogeneização da amostra. O equipamento provoca um movimento circular contínuo e temporizado que fornece uma diminuição das partículas com grande qualidade, proporcionando uma padronização no procedimento de cominuição (GÓES et al., 2010).

Para obter a granulometria desejada é preciso programar o tempo de pulverização para cada amostra, levando em consideração que cada uma possui espessuras distintas em seus grãos, então possuirão tempos diferentes de pulverização, sendo que, quanto mais espessas as partículas maiores será o tempo (BRISOLA e FERNANDES, 2008).

Cada amostra possui elementos específicos, que são representados na forma de seus óxidos, e apresenta uma heterogeneidade, o que faz necessário um procedimento de homogeneização para a realização de análise. O processo de pulverização possui a finalidade também de homogeneização da amostra fator relevante para a leitura no equipamento de Raios X e obtenção de resultados mais realista (GÓES et al. 2010).

Public

Segundo Brisola e Fernandes (2008) a análise por Espectroscopia de Fluorescência de Raios X (FRX) é uma técnica quali-quantitativa que mede o número de raios X detectados por unidade de tempo. Para realizar esse experimento a granulometria é muito relevante, pois a incidência dos raios X deve atingir todas as partículas da amostra para que todos os elementos contidos possam ser detectados. Tendo em conta esse fato, para chegar a um resultado de qualidade a homogeneização e cominuição são indispensáveis, sendo necessária a pulverização das amostras com ***mesh*** abaixo de 150, devido esta ser a programação do FRX para fazer a análises das amostras.

Os resultados alcançados nos experimentos, quando apresentam um padrão aleatório, podem ser consideradas possíveis falhas durante a concretização das etapas, uma vez que, todas tem interferências humanas e considerando que nem todas foram realizadas pelo mesmo operador, esta divergência pode ser ainda maior.

Dessa forma, a relevância deste estudo se dá pela crescente busca de amostragens mais eficientes afim de resolver a problemática de melhorar e estimar um tempo de pulverização da amostra, uma vez que esse processo influencia diretamente todas as etapas subsequentes visando o aprimoramento e principalmente a adequação desses métodos para materiais semelhantes.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

Fixar o tempo ideal de pulverização de cada amostra analisada durante o experimento, com intuito de identificar e padronizar o menor tempo para a realização do procedimento.

2.2. Objetivos Específicos

- Analisar se há interferência do tempo de pulverização na realização do processo de fusão das amostras (pastilhas de vidro);

- Identificar se há influência do tempo de pulverização nas concentrações dos teores dos elementos químicos após a análise por Fluorescência de Raios X;

- Quantificar o menor tempo de pulverização de cada amostra que não interfira na qualidade do resultado da análise química e fusão;

Public

3. REFERENCIAL TEÓRICO

3.1. Setor de Mineração

A mineração é um dos setores básicos da economia do país, contribuindo de forma decisiva para o bem-estar e a melhoria da qualidade de vida dos presentes e futuras gerações, sendo fundamental para o desenvolvimento de uma sociedade, desde que seja operada com responsabilidade social.

De acordo com acervo próprio da empresa CMOC (2020), o minério é de grande interesse econômico, aplicados na medicina, insumo para importantes atividades de conservação ambiental, e elementos que geram conforto, saúde, educação, lazer, segurança e desenvolvimento à sociedade. O planejamento e controle operacional em mineração são fundamentais para o pleno exercício da atividade da indústria mineral, o desenvolvimento sustentável deste setor depende do bom senso e da boa administração. O bem mineral existente em uma determinada jazida não é infinito, nem renovável, desde o início das atividades extrativas, é possível planejar a vida útil do empreendimento minerário, sendo o único segmento que pode prever seu fechamento e sua desativação em razão da exaustão do bem mineral ou sua possível inviabilidade, sob o aspecto técnico ou econômico. Os bens minerais se encontram em maciços rochosos, vales, depressões e rios.

O minério possui muitas utilidades e aplicações em diversos ramos econômicos: da siderurgia a setores intensivos em tecnologia. A aplicação mais comum do Y, ao contrário dos demais metais refratários, encontra uso principalmente na siderurgia e ocasionalmente no segmento não metalúrgico. As tecnologias de processamento que são utilizadas para planejar, construir e reabilitar, permitem reduzir o desperdício, economizar água, aumentar a eficiência e impulsionar a inovação CMOC (2020). Isso minimiza o impacto ambiental e, ao mesmo tempo, ajuda a preservar os recursos naturais. O processamento se inicia com a remoção de todos os contaminantes possíveis.

Na indústria mineral, a amostragem é um processo muito importante presente na avaliação de depósitos minerais, no controle de processo em laboratórios, instalações de beneficiamento e na comercialização de produtos. Além disso, uma grande responsabilidade é depositada nessa etapa que representa o primeiro passo para o conhecimento das características de um produto ou das condições de uma determinada operação Stopa (2017).

Public

Portanto, uma amostragem malconduzida pode resultar em prejuízos e em dados distorcidos de consequências técnicas imprevisíveis.

3.2. Teoria da amostragem

De acordo com Chieregati (2007), é quase impossível que uma amostra apresente 100% das características do material de onde foi retirada, isso porque existem erros de amostragens e heterogeneidade de lotes. O objetivo da amostragem é tentar controlar essas deficiências adequando a cada situação uma solução que possibilite eliminar os erros ou, ao menos, minimizá-los. A teoria da amostragem visa um estudo detalhado da relação entre uma população e suas amostras, avaliando características da população a partir da amostra (OLIVEIRA, 2016).

3.3. Espectrômetro de Fluorescência de Raio-X (FRX)

A espectrometria de fluorescência de raios X (FRX) é uma técnica que permite identificar os elementos químicos presentes em uma amostra, assim como estabelecer a proporção em que cada elemento se encontra presente. Isso é possível através da emissão de raios-X. Os raios emitidos incidem no material e provocam a ionização dos átomos. Estes, ao se estabilizarem, produzem radiações características permitindo a identificação e quantificação dos elementos presentes no material (PANALYTICAL).

Segundo Malvern Panalytical (2019) para se obter uma boa análise química por FRX, a finalidade é chegar na maior precisão possível, levando assim em consideração que esta é uma análise quantitativa usando a técnica comparativa. Sendo assim considerando a mineralogia, homogeneidade de partícula, tamanho de partícula e propriedades de matriz do usuário, mais concisa será a análise deixando mais próximos dos padrões. Usada frequentemente em amostras minerais, rochas, solos, sedimentos e produtos industriais, a espectrometria de FRX é uma técnica rápida, precisa e de alta sensibilidade.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Quanto ao objetivo é uma pesquisa exploratória, de natureza aplicada, já que o ponto principal do artigo é aplicar práticas destinadas à solução de problemas específicos. O pesquisador é instigado pela necessidade de contribuir para fins práticos, buscando solucionar

Public

problemas concretos, assim, tem a pretensão de concretizar os resultados de seu trabalho. Considerando os procedimentos da metodologia, a abordagem utilizada na pesquisa do artigo foi quantitativa e o procedimento adotado foi um estudo de caso pelo conhecimento amplo e aprofundado da área do problema estudado. Este domínio permite escapar o uso mecânico de técnicas de análise quantitativa e até detectar os maus usos dessas e as distorções de análises. O levantamento bibliográfico e o estudo de caso embasaram o trabalho para melhor entendimento sobre o conceito real da verdadeira importância das amostras. Os resultados das amostras auxiliam a gestão em escolhas e decisões de caráter estratégicos, demostrando-se muito eficaz para análises e sendo considerada uma ferramenta de apoio de possíveis cenários futuros. A FRX é uma técnica que permite análise qualitativa (identificação dos elementos presentes numa amostra) e quantitativa (quantificação dos elementos constituintes da amostra) dos mais variados materiais. Baseia-se na excitação da amostra por um feixe de raios X e a quantificação da energia emitida (fluorescência de raios X) da superfície da amostra excitada. A análise de FRX realizada, combina alta precisão e exatidão com preparação de amostra simples e rápida. Ela pode ser facilmente automatizada para uso em ambientes industriais de alta produtividade, pela facilidade de combinar informações do tipo "o quê?" e "quanto" também viabiliza a rapidez da análise do exame.

4.1. Materiais

Para realização do teste foram utilizados os equipamentos, reagentes e amostras descritos nos Quadros 1, 2 e 3, respectivamente.

Quadro 1 - Equipamentos utilizados nas análises das amostras

EQUIPAMENTOS	FABRICANTE	MODELO	Nº DE SÉRIE
FRX Axios Max	Malvern Panalitycal	Axios Max DY – 5001	12NC943004400241
FRX Axios	Malvern Panalitycal	DY- 1787	12NC943004400241
Balança Analítica	Toledo	AB204 – S FACT	1129430818
‘Maquina de fusão	Nova Analítica	Vulcan 6MA	135
Pulverizador Pneumático	Labtech	LM02	100314
Peneira 150 mesh	A Bronzinox	106 µm	NA
Estufa Elétrica	Thermosolda	F11x22x085	39362
Divisor de polpa	Engedrar	DRP-20	NA
Banho Ultrassônico	Micronal	Elmasonic E180H	101491115

Fonte: Autoria Própria (2022)

Public

Quadro 2 - Reagentes, utensílios e software utilizados para análises das amostras

REAGENTES	UTENSÍLIOS		SOFTWARE
Tetraborato de Lítio	Espátula	Bandeja de alumínio	myLIMS
Iodeto de Potássio	Cadinho	Jarras de Plásticos	-
Brometo de Lítio	Molde	Sacos de Papel	-
Ácido Cítrico	Homogeneizador	Etiquetas	-
-	Navículas	Panelinhas de pulverizar	-

Fonte: Autoria Própria (2022)

Quadro 3 - Amostras utilizadas no experimento

AMOSTRAS		
USINAS 76 E 47		***TAILINGS***
UDD	RFX	AL. 1 CLASS
UDC	CFX	OV 100#
AMG	MAG	RFY
-	-	CFY

Fonte: Autoria Própria (2022)

4.2. Métodos

Para realização do experimento foram empregados conceitos de Brisola e Fernandes (2008) e procedimentos do acervo interno da Mineradora Beta de X utilizados na empresa.

As amostras utilizadas no experimento seguem um padrão de pulverização, adotado pela empresa, entre 15 e 20 segundos antes de serem submetidas à análise química. Essas amostras foram retiradas de várias etapas da produção das usinas 76 e 47 que realiza o beneficiamento de X e da usina Tailings que faz o beneficiamento de Y.

Nas Usinas 76 e 47, as porções que fizeram parte do experimento foram: Under D (UDD), Under C (UDC), Magnético (MAG), Alimentação Magnética (AMG), Concentrado Final (CF) e Rejeito Final (RF). E as amostras da usina Tailings foram: Alimentação 1 Classificação (AL. 1 CLASS), OVER 100# (OV. 100#), Rejeito Final de Y (RFY) Concentrado Final de Y (CFY). O período de realização do experimento está descrito na Quadro 4.

Public

Quadro 4 - Período de realização do experimento

TEMPO DE PULVERIZAÇÃO	DATA DO EXPERIMENTO
60 segundos	11, 12,13 e 14 de janeiro de 2022
40 segundos	18, 19, 20 e 21 de janeiro de 2022
30 segundos	03 e 04 de fevereiro, 07 e 08 de fevereiro de 2022
20 segundos	14, 15, 16 e 17 de março de 2022
10 segundos	22, 23, 24 e 25 de março de 2022
0 segundos	28, 29, 30 e 31 de março de 2022

Fonte: Autoria Própria (2022)

O experimento foi realizado entre os dias 11/01/2022 e 31/03/2022. As amostras foram submetidas a 6 tempos distintos de pulverização (60 segundos, 40 segundos, 30 segundos, 20 segundos, 10 segundos e 0 segundos), sendo que cada tempo de pulverização foi realizado em 4 dias, ou seja, cada amostra foi testada 4 vezes em dias distintos para o mesmo tempo de pulverização.

Em cada dia da realização do ensaio as amostras foram quarteadas utilizando o quarteador de polpas (Figura 1) para reduzir em média de 5 kg para 100 gramas, utilizando jarras de plástico no bico do quarteador para recolhimento da amostra desejada.

Figura 1 – Quarteador de polpas

Fonte: Autoria Própria (2022)

Logo após o quarteamento as amostras foram transferidas para bandejas de alumínio previamente identificadas e levadas para estufa para a secagem das mesmas, conforme mostrado na Figura 2.

Public

Figura 2 – Bandejas de alumínio e estufa

Fonte: Autoria Própria (2022)

Após a secagem as amostras foram colocadas nas panelinhas e submetidas ao processo de pulverização em diferentes tempos (Figura 3) e então transferidas para um saco de papel com etiqueta contendo um código individual de identificação gerado pelo software myLIMS (Figura 4).

Figura 3 – Panelinhas e pulverizador

Fonte: Autoria Própria (2022)

Public

Figura 4 – Saco de papel etiquetado com código de identificação

Fonte: Autoria Própria (2022)

Em seguida utilizando uma espátula a amostra foi colocada na navícula para ser pesada na balança analítica de precisão, sendo que a pesagem foi de 0,5000 g de amostra para 3,0000 g de tetraborato de lítio que é o fundente, tendo função de fazer a amostra se tornar uma pastilha de vidro.

Depois de todas as amostras já estarem pesadas, elas foram transferidas para cadinhos, previamente lavados na solução de ácido cítrico 20% no aparelho de banho ultrassônico. As amostras foram homogeneizadas com homogeneizador e fundidas na máquina de fusão (Figura 5), formando assim uma pastilha de vidro na lingoteira. As pastilhas formadas podem ser perfeitas, que serão analisadas sua espectrometria no FRX (Máquina de fusão por fluorescência de raios X), ou pastilhas defeituosas que não servem para serem analisadas no FRX (Figura 6). As pastilhas perfeitas receberam a mesma identificação anteriormente gerada pelo software MyLims, porém com etiqueta específica para o tamanho da pastilha. Sendo então submetidas à análise por Fluorescência de Raios X (Figura 7), verificando assim os elementos constituintes de cada uma das amostras, na forma de seus óxidos.

Public

Figura 5 – Máquina de fusão

Fonte: Autoria Própria (2022)

Figura 6 – Pastilhas quebradas e pastilhas perfeitas identificadas

Fonte: Autoria Própria (2022)

Figura 7 – Espectrômetro de Fluorescência de Raio-X -FRX

Fonte: Autoria Própria (2022)

Public

Após a leitura das pastilhas no equipamento de FRX, os resultados obtidos foram comparados com os resultados das análises das amostras de rotina do laboratório (Originais) a fim de verificar se ocorreu diferença entre elas em seus respectivos tempos de pulverização. Como para cada tempo de pulverização foram realizados em 4 dias diferentes, para a análise química os teores alcançados foram calculados obtendo a média de cada tempo, tanto para o experimento que foi determinado como Amostra Teste, quanto para as amostras de rotina do laboratório que foram identificadas como originais e a seguir houve o comparativo das divergências dos teores alcançados em ambas.

Na análise química por FRX foram considerados apenas os óxidos de maior relevância para os comparativos dos teores. Sendo eles:

- **Para amostra de X - CaO, Fe_2O_3 e X_2O_5**
- **Para amostras de Y - Y_2O_5 e SiO_2**

Além disso, cada amostra após realizada a pulverização foi colocada na peneira de 150 ***mesh*** (Figura 8), com uma massa de aproximadamente 50g, para verificar a porcentagem que cada tempo de pulverização conseguiu atingir em granulometria. Para obter uma fusão ideal (pastilhas perfeitas), é necessário que a granulometria atinja no mínimo 150 ***mesh***, caso contrário as pastilhas tornam-se quebradiças impossibilitando a leitura no equipamento de FRX.

Figura 8 – Peneira de 150 ***mesh***

Fonte: Autoria Própria (2022)

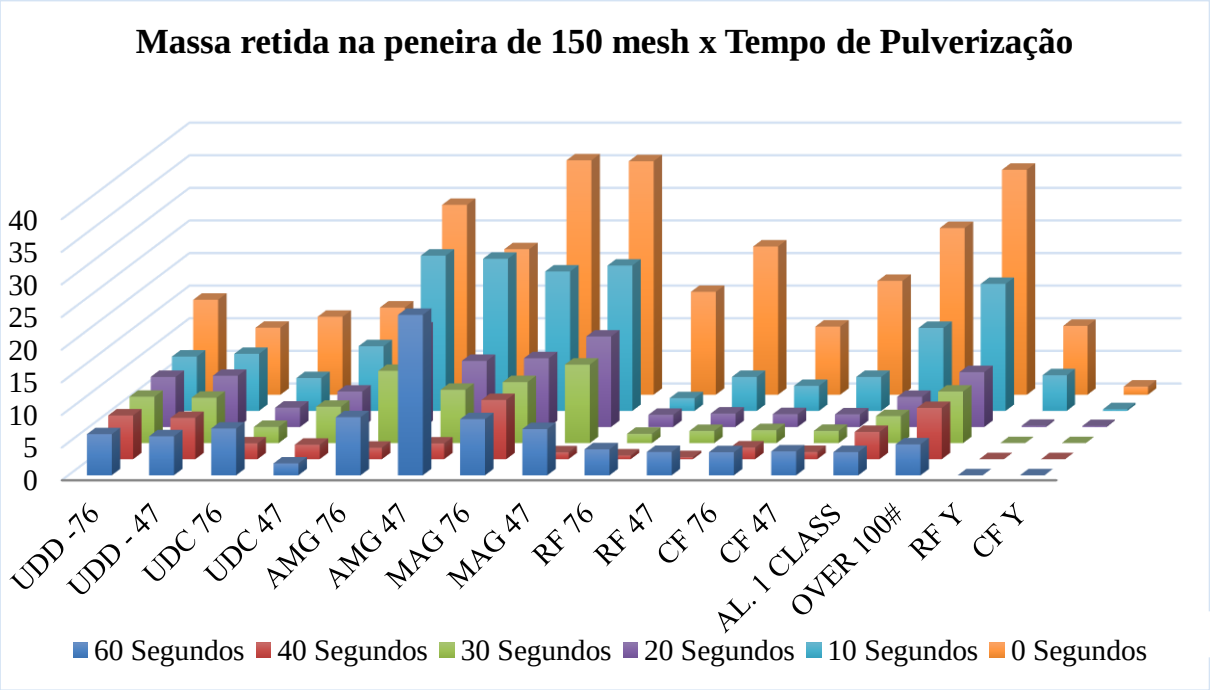
Para o alcance do resultado cada amostra foi pesada em cada tempo pulverizado durante os 4 dias, então a massa retida na peneira de 150 ***mesh*** dos 4 dias foi somada e dividida por quatro fazendo assim a média de cada amostra em seu respectivo tempo de pulverização.

Public

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após a realização do experimento verificando os 6 tempos distintos de pulverização, obteve-se os resultados conforme ilustrado no Gráfico 1.

Gráfico 1 - Comparativo da massa retida na peneira com o tempo de pulverização



Fonte: Autoria Própria (2022)

De acordo com as regras de pulverização, quanto maior o tempo de realização do procedimento, menor será o grânulo da amostra. Então segundo o experimento realizado a quantidade de massa retida na peneira de 150 ***mesh*** tende a ser menor nos tempos maiores de pulverização e quanto menor o tempo da atividade maior será a massa retida.

O teste realizado seguiu a tendência esperada, quanto maior o tempo de pulverização da amostra, menor a massa retida e mais próximo da granulometria com ***mesh*** de 150. Porém, os resultados obtidos tiveram algumas divergências, segundo a quantidade de massa retida comparado com tempo de pulverização de algumas amostras. As amostras que entraram em desacordo foram UDC 76 e 47, AMG 76 e 47, MAG 47, RF 76 e 47, e CF 76 e 47.

Na amostra UDC 76 com 60 segundos de pulverização obteve-se massa retida maior do que em 40 segundos. No UDC 47 a massa retida foi maior no tempo de 30 segundos do que no de 20 segundos. As amostras MAG 47, AMG 76 e 47 resultaram em maior quantidade

Public

de massa retida em 60 segundos se comparado com o de 40 segundos, sendo que a AMG 47 teve uma discrepância bem significativa indo de 24,57 g para 2,41 g, nos respectivos tempos de pulverização, além de variar também com valor inferior de 0 segundos para 10 segundos de pulverização. Nas duas amostras de RF e CF as massas retidas foram menores no tempo de 40 segundos do que em 60 segundos e apenas no tempo de 20 segundos o CF 76 apresentou uma pequena baixa no seu valor se comparado ao tempo de 30 segundos. Na amostra Al 1 Classificação no tempo 40 segundo a massa retida foi pouco maior do que no de 30 segundos.

Essas divergências nos resultados podem ser explicadas por diversos fatores, sendo que alguns deles resultam em alterações na pilha que alimenta a usina. Essa pilha é a forma de estocar o minério para a alimentação da usina, (chamada de pilha cônica) podendo ter alterações de um minério para o outro, até mesmo na espessura de grânulo. Então pode-se dizer que o material analisado com um determinado tempo pode não ter sido o mesmo que foi testado no tempo seguinte, ou seja, houve mudança da pilha de uma análise para outra.

Pode ser observado que as discordâncias maiores foram no tempo de 60 segundos para o de 40 segundos o que leva a ser considerada a mudança do material em estudo. Outro fato que também possui interferência é o próprio processo de beneficiamento da amostra uma vez que este requer várias etapas, podendo influenciar no tamanho do seu grânulo. Um exemplo é o moinho que pode ocorrer alterações. Além disso, pode ocorrer erro no equipamento, nesse caso pode ser considerada falha na peneira (OSTI, 2018).

A única amostra que teve o processo de fusão influenciado pelo tamanho dos seus grânulos foi a ***Over*** 100# que teve as pastilhas quebradas no tempo de pulverização de 10 e 0 segundos sendo novamente repetido o procedimento até a formação dela. Para o restante das amostras, em todos os tempos de pulverização, as pastilhas foram formadas perfeitamente no processo de fusão. Podemos assim associar o fato da formação da pastilha não somente a granulometria da amostra. Entretanto faz-se necessário realizar um novo teste levando em consideração as substâncias químicas constituintes de cada amostragem e até mesmo ser considerado erro do operador.

Os resultados dos teores avaliados no experimento da análise através de FRX estão apresentados na Quadro 5.

Quadro 5 - Resultados dos principais teores químicos por tempo de pulverização (Continua...)

Amostras	0	10	20	30	40	60
CF76						
CaO	**1,29**	**0,03**	**0,43**	**0,79**	**1,86**	**0,38**

Public

Originais	49,05	48,59	47,78	47,54	48,51	47,36
Amostra Teste	47,77	48,56	47,35	46,75	46,65	46,98
Fe_2O_3	**-0,03**	**0,10**	**-0,06**	**0,00**	**0,11**	**-0,09**
Originais	3,02	2,99	3,00	3,22	3,17	3,31
Amostra Teste	3,05	2,90	3,06	3,22	3,06	3,40
X2O5	**0,42**	**0,30**	**0,18**	**-0,26**	**-0,07**	**0,25**
Originais	35,93	35,90	35,81	35,24	36,19	35,13
Amostra Teste	35,51	35,60	35,63	35,49	36,26	34,89
CF47						
CaO	**1,09**	**0,53**	**0,53**	**0,83**	**1,39**	**-0,23**
Originais	48,19	47,49	47,89	47,41	47,28	46,14
Amostra Teste	47,10	46,96	47,36	46,58	45,89	46,36
Fe_2O_3	**0,13**	**0,12**	**-0,02**	**0,04**	**-0,05**	**0,28**
Originais	3,22	3,26	2,84	3,19	3,14	3,33
Amostra Teste	3,08	3,14	2,86	3,15	3,18	3,06
X2O5	**0,15**	**0,07**	**0,22**	**0,14**	**0,10**	**-0,35**
Originais	35,45	34,97	35,78	35,45	35,48	34,23
Amostra Teste	35,30	34,90	35,56	35,31	35,39	34,58
RF76						
CaO	**-0,83**	**-0,45**	**-0,55**	**-0,97**	**-0,01**	**0,13**
Originais	5,51	6,40	6,12	7,65	7,35	4,87
Amostra Teste	6,34	6,85	6,66	8,62	7,36	4,74
Fe_2O_3	**1,17**	**-1,68**	**1,00**	**1,13**	**0,04**	**-0,17**
Originais	29,12	29,10	29,47	30,46	27,58	31,44
Amostra Teste	27,96	30,77	28,47	29,33	27,54	31,61
X2O5	**-0,39**	**-0,13**	**-0,31**	**-0,19**	**-0,15**	**0,16**
Originais	4,64	5,45	5,40	6,64	6,63	4,39
Amostra Teste	5,03	5,58	5,71	6,84	6,79	4,23
RF47						
CaO	**-0,62**	**-0,67**	**0,13**	**-1,88**	**0,06**	**0,20**
Originais	8,14	7,06	8,64	9,08	8,41	8,89
Amostra Teste	8,75	7,73	8,52	10,96	8,34	8,69
Fe_2O_3	**0,73**	**4,28**	**0,28**	**3,73**	**2,90**	**-0,72**
Originais	30,86	30,80	29,21	30,77	31,01	26,82
Amostra Teste	30,13	26,52	28,93	27,04	28,11	27,54
X2O5	**-0,17**	**-0,36**	**0,13**	**-1,30**	**-0,13**	**0,22**
Originais	6,59	5,98	7,29	7,71	7,37	7,58
Amostra Teste	6,76	6,34	7,16	9,01	7,50	7,37
UDD76						
CaO	**-0,69**	**-0,05**	**-0,16**	**0,21**	**1,95**	**2,57**
Originais	27,46	26,17	26,55	26,64	27,73	25,21
Amostra Teste	28,15	26,23	26,71	26,42	25,78	22,64
Fe_2O_3	**0,15**	**0,55**	**0,17**	**0,99**	**0,99**	**-7,07**
Originais	16,07	17,62	16,78	18,16	16,00	17,22
Amostra Teste	15,91	17,07	16,62	17,17	15,01	24,29
X2O5	**0,11**	**0,16**	**-0,39**	**0,10**	**0,32**	**2,21**
Originais	21,50	20,55	20,36	21,07	21,91	20,12
Amostra Teste	21,39	20,39	20,75	20,97	21,58	17,91
UDD47						
CaO	**-0,44**	**0,50**	**-0,45**	**-2,21**	**1,54**	**-0,23**
Originais	27,49	26,68	27,30	26,94	27,06	25,68
Amostra Teste	27,93	26,18	27,75	29,14	25,52	25,92

Public

Fe_2O_3	**0,22**	**-0,65**	**-0,20**	**1,23**	**1,15**	**-0,30**
Originais	16,72	15,87	17,86	17,40	17,40	16,78
Amostra Teste	16,50	16,51	18,06	16,17	16,26	17,08
X2O5	**-0,29**	**0,31**	**-0,29**	**-0,67**	**0,75**	**0,08**
Originais	21,30	20,77	21,13	21,33	21,62	20,31
Amostra Teste	21,59	20,46	21,42	22,00	20,87	20,23
UDC76						
CaO	**-1,43**	**-0,41**	**-0,41**	**-1,44**	**0,50**	**0,09**
Originais	27,72	26,87	25,96	26,87	27,72	25,13
Amostra Teste	29,14	27,28	26,37	28,31	27,21	25,03
Fe_2O_3	**-0,97**	**1,25**	**0,05**	**0,96**	**1,01**	**-0,29**
Originais	15,54	19,72	16,12	16,94	16,48	17,34
Amostra Teste	16,51	18,47	16,08	15,98	15,47	17,63
X2O5	**-0,05**	**-0,20**	**0,05**	**-0,39**	**0,06**	**0,15**
Originais	21,42	20,53	20,52	21,26	21,90	19,79
Amostra Teste	21,47	20,73	20,47	21,66	21,84	19,64
UDC47						
CaO	**-1,56**	**0,32**	**-0,32**	**-1,84**	**1,16**	**0,22**
Originais	27,56	27,24	25,99	26,38	26,70	25,99
Amostra Teste	29,12	26,92	26,32	28,22	25,55	25,77
Fe_2O_3	**-0,27**	**0,83**	**-0,32**	**1,75**	**0,52**	**-0,23**
Originais	16,35	19,09	16,19	17,58	16,70	16,52
Amostra Teste	16,62	18,26	16,51	15,82	16,18	16,75
X2O5	**-0,33**	**-0,02**	**-0,02**	**-0,50**	**0,74**	**0,31**
Originais	21,43	20,92	20,41	21,05	21,53	20,38
Amostra Teste	21,76	20,93	20,43	21,55	20,79	20,07
AMG76						
CaO	**1,19**	**-0,52**	**0,17**	**-0,07**	**-0,06**	**0,22**
Originais	20,02	18,60	17,52	18,51	19,92	18,71
Amostra Teste	18,83	19,12	17,36	18,58	19,98	18,49
Fe_2O_3	**-3,26**	**-0,22**	**-2,48**	**0,00**	**1,37**	**-1,43**
Originais	35,45	37,66	37,04	38,59	34,13	34,05
Amostra Teste	38,72	37,88	39,51	38,59	32,76	35,47
X2O5	**0,44**	**-0,06**	**0,24**	**0,10**	**-0,22**	**0,34**
Originais	15,28	14,49	13,92	14,59	15,98	14,98
Amostra Teste	14,85	14,56	13,67	14,50	16,20	14,64
AMG47						
CaO	**-0,08**	**-0,08**	**-0,17**	**-2,13**	**0,04**	**-1,63**
Originais	18,91	19,29	16,91	18,64	17,92	16,96
Amostra Teste	18,99	19,37	17,08	20,77	17,88	18,58
Fe_2O_3	**1,48**	**2,47**	**-2,88**	**2,66**	**2,80**	**2,06**
Originais	39,50	38,97	37,13	37,00	40,30	37,91
Amostra Teste	38,02	36,51	40,01	34,33	37,49	35,85
X2O5	**-0,40**	**-0,33**	**0,03**	**-1,15**	**-0,19**	**-0,88**
Originais	14,54	14,65	13,72	14,97	14,50	13,84
Amostra Teste	14,94	14,98	13,70	16,12	14,69	14,73
MAG76						
CaO	**1,64**	**-0,48**	**0,83**	**1,37**	**-1,16**	**-0,01**
Originais	3,94	3,55	4,39	4,77	4,60	3,80
Amostra Teste	2,30	4,03	3,56	3,41	5,75	3,81
Fe_2O_3	**-0,23**	**3,51**	**-1,29**	**0,51**	**2,33**	**-1,19**
Originais	80,96	80,88	77,77	78,59	75,62	77,94

Public

Amostra Teste	81,19	77,37	79,06	78,08	73,29	79,13
X2O5	**0,65**	**-0,75**	**0,30**	**0,33**	**-0,81**	**0,01**
Originais	3,01	2,71	3,41	3,63	3,78	3,10
Amostra Teste	2,36	3,46	3,11	3,30	4,58	3,09
MAG47						
CaO	**1,19**	**-0,45**	**0,47**	**1,12**	**-0,50**	**-0,19**
Originais	3,42	3,32	4,72	4,81	4,05	3,51
Amostra Teste	2,23	3,77	4,25	3,69	4,55	3,70
Fe_2O_3	**0,11**	**2,40**	**-1,10**	**1,18**	**0,67**	**-0,35**
Originais	82,05	82,03	76,27	77,91	77,00	79,04
Amostra Teste	81,94	79,64	77,36	76,73	76,33	79,39
X2O5	**0,39**	**-0,60**	**0,05**	**0,17**	**-0,21**	**-0,12**
Originais	2,62	2,55	3,70	3,67	3,34	2,88
Amostra Teste	2,23	3,16	3,64	3,50	3,55	3,00
CFY						
Y2O5	**-1,42**	**-6,20**	**-0,91**	**0,24**	**10,60**	**-1,37**
Originais	38,17	36,16	41,45	38,71	43,37	41,77
Amostra Teste	39,59	42,35	42,35	38,47	32,77	43,14
SiO_2	**-0,07**	**2,27**	**0,23**	**-0,20**	**-9,04**	**-0,07**
Originais	0,96	3,81	1,77	2,04	1,89	1,64
Amostra Teste	1,03	1,53	1,53	2,24	10,93	1,71
RFY						
Y2O5	**0,05**	**0,09**	**-0,03**	**0,00**	**0,17**	**-0,01**
Originais	0,54	1,02	0,54	0,60	0,57	0,54
Amostra Teste	0,49	0,93	0,57	0,60	0,40	0,55
SiO_2	**-2,14**	**-2,68**	**2,51**	**2,33**	**-8,90**	**0,29**
Originais	27,83	30,59	34,02	27,91	31,40	28,88
Amostra Teste	29,97	33,27	31,51	25,58	40,30	28,60
OV 100#						
Y2O5	**-0,09**	**-0,03**	**-0,05**	**-0,04**	**0,17**	**-0,01**
Originais	0,29	0,35	0,38	0,43	0,39	0,38
Amostra Teste	0,39	0,38	0,44	0,47	0,21	0,39
SiO_2	**5,15**	**2,70**	**3,82**	**4,55**	**-7,85**	**0,02**
Originais	53,36	53,19	53,47	46,13	46,92	51,12
Amostra Teste	48,21	50,49	49,65	41,59	54,76	51,10
AL. 1 Class						
Y2O5	**-0,08**	**-0,01**	**-0,05**	**-0,03**	**0,22**	**-0,06**
Originais	0,46	0,61	0,64	0,66	0,66	0,57
Amostra Teste	0,55	0,62	0,69	0,69	0,45	0,63
SiO_2	**6,48**	**-0,50**	**1,70**	**7,18**	**2,23**	**0,56**
Originais	40,03	39,25	45,58	38,91	37,06	40,12
Amostra Teste	33,55	39,75	43,87	31,73	34,83	39,56

Fonte: Autoria Própria (2022)

Na Tabela 5, os valores destacados em negrito representam a diferença entre o teor/concentração da substância analisada nas amostras originais e o teor nas amostras teste. Os valores negativos indicam que a amostra teste obteve maior concentração/teor da substância analisada.

Public

Na análise geral dos resultados foi observado que ocorreram muitos saldos aleatórios, ou seja, os aumentos ou declínio dos teores não seguem um padrão específico para determinar que um tempo de pulverização é mais relevante para um tipo de amostra. Como exemplo, podemos citar os RF 47, uma vez que nas amostras do teste o X_2O_5 aumentou no tempo de 0 e 10 segundos, entretanto, esse aumento também ocorreu no tempo de 30 e 40 segundos.

Nas amostras AMG houve divergência nos valores dos comparativos entre as duas, uma vez que os elementos CaO e X_2O_5 nos tempos de 60 e 0 segundos na usina 47 os teores no teste tiveram acréscimo, e na usina 76 houve atenuação nos mesmos.

Outra forma de resultado aleatório foi no caso do CF 76, que o CaO em todos os tempos de pulverização teve queda nas amostras do experimento o que demonstra uma importância na pulverização, o que no caso, quando se comparado com outros estudos como de Malvern Panalytical (2019) não condiz com a realidade.

Pode-se ressaltar que para os CF das duas usinas: em relação aos teores de CaO e X_2O_5 a fusão de amostras sem pulverização, traz teores mais baixos sendo indicativo de baixa qualidade da usina na produção. Sendo que não condiz quando são observados os teores obtidos em qualquer tempo de pulverização, o que mais uma vez ressalta a importância da pulverização.

Algumas diferenças alcançadas para esses teores podem ser consideradas erros durante a pesagem, dosagem de desmoldantes ou até mesmo variações de equipamentos. Logo, para concentrados de fosfatos qualquer tempo de pulverização pode ser considerado apropriado para formação de pastilhas e teores de qualidade. Para teores de ferro não houve diferenças significativas.

Para amostras de Rejeito Final de X, de um modo geral, nota-se que devido os componentes da amostra (impurezas do processo produtivo), é necessária a pulverização no tempo de 60 segundos, o que favorece a adequada homogeneização durante o processo de fusão e leitura no FRX segundo a sua calibração.

Nas amostras de baixo teor de X e de Y de um modo comum, tiveram menores variações comparadas entre os resultados originais para o tempo de 60 segundos, o que para rotina do laboratório químico, indica uma maior qualidade na obtenção e reporte dos teores de todos os elementos.

Para amostra de CFY obteve-se resultados que apresentaram menores variações nos teores, todavia esta foi no tempo de 30 segundos. Nos tempos de 40 e 60 segundos não foi possível observar tendências que indiquem alterações na qualidade, considerando possíveis erros de análise durante a pesagem.

Public

Nas fases citadas podem ocorrer falhas na operação, por diversos motivos, por isso é importante manter um padrão e precisão nessas. Para isso existem os procedimentos padronizados, para que todos os operadores tentem repetir da mesma forma essas etapas, para que possíveis erros sejam atenuados.

Os resultados alcançados nos experimentos, quando apresentaram um padrão aleatório, podem ser consideradas possíveis falhas durante a concretização das etapas, uma vez que, todas tem interferências humanas e considerando que nem todas foram realizadas pelo mesmo operador, esta divergência pode ser ainda maior. Um exemplo de falha, foi no resultado da análise química da amostra CFY, no tempo de 40 segundos a discrepância na diferença dos teores foram grandes, sendo que no teste os teores de Y_2O_5 reduziu e o SiO_2 aumentou o que indica uma queda na pureza da amostra.

Portanto, uma boa análise química não se deve apenas ao fato de uma boa pulverização, mas se faz necessário a boas práticas de uma série de procedimentos como foram citados acima.

6. CONCLUSÃO

Ante o exposto, amostras que contém partículas com granulometria menor que 150 ***mesh*** (grandes), podem ter elementos (na forma de óxidos) presentes em menor quantidade na amostra, podendo assim não ser quantificados. Então mesmo que a granulometria das amostras não tenha influenciado na fusão das pastilhas, ela pode influenciar diretamente na análise química.

De um modo geral, o tempo de pulverização que mais se aproximou da granulometria almejada foi o de 60 segundos, uma vez que quanto maior o tempo de pulverização da amostra maior a granulometria dela. Entretanto os resultados da análise química apresentaram muitas divergências, não sendo possível estimar uma redução neste tempo. Pois existem erros sistemáticos envolvidos na realização dos testes como operadores diferentes, equipamentos (incertezas das balanças, máquinas de fusão, equipamentos de fluorescência de raios X), que podem ter influenciado significativamente e mascarado alguns resultados em tempos menores de pulverização.

Para uma constatação melhor sobre a estimativa ideal do tempo de pulverização foi compreendido pelo presente experimento que é necessário a realização de mais testes de

Public

pulverização, considerando análises físicas e químicas, para diminuir o viés dos procedimentos e obter um resultado de alta certificação de qualidade.

Através da realização do presente estudo, pode se colocar em prática diversos aprendizados que foram aplicados, desde a preparação da amostragem (quarteamento, secagem, pulverização), também a produção de pastilha (pesagem e fusão), a análise química (leitura por FRX), além de ter englobado também o manuseio do software myLIMS utilizado na empresa.

Por fim, conclui-se que é muito importante que os profissionais responsáveis por tal tarefa tenham um bom nível de conhecimento em relação ao funcionamento do equipamento, em técnicas de amostragem e no processo de produção de concentrados de minério.

7. REFERÊNCIAS

BRISOLA, D. F.; FERNANDES, T. L. A. P. **Otimização no Preparo de Amostras para Análise em Espectrofotômetro de Fluorescência de Raios X.** In: XVI Jornada de Iniciação Científica - CETEM, 16. 2008. p. 202-208. Disponível em: https://www.ufjf.br/baccan/files/2012/11/Quarteamento.pdf. Acesso em: 23 abr. 2022.

CHIEREGATI, A. C. **Reconciliação pró-ativa em empreendimentos mineiros**. REM: Revista Escola de Minas, Ouro Preto, v.61, n.3, p297-302. (2007).

CMOC Internacional Brasil. **Quem somos?** Disponível em: https://cmocbrasil.com/br/cmoc. Acesso em: 23 abr 2022.

CMOC OUVIDOR. **Preparo de amostras**. Acervo proprio da empresa CMOC de Ouvidor - GO, 2020.

FERNANDES, J. G. B.; LIRA, M. F. T.; MENEZES, R. F. Instrução de Trabalho -. **Operação do equipamento Espectrômetro de Fluorescência de Raios X.** Acervo proprio da empresa CMOC de Ouvidor - GO, 2020a.

FERNANDES, J. G. B.; LIRA, M. F. T.; MENEZES, R. F. Instrução de Trabalho - **Preparação Física de Amostras**. Acervo proprio da empresa CMOC de Ouvidor - GO, 2020b.

FERNANDES, J. G. B.; CASTRO, T. G. C.; LIRA, M. F. T.; MENEZES, R. F. Procedimento - **QA/QC – Garantia da Qualidade e Controle da Qualidade**. Acervo proprio da empresa CMOC de Ouvidor - GO, 2020c.

Public

FERNANDES, J. G. B.; LOPEZ, V. R. T.; LIRA, M. F. T.; MENEZES, R. F. Instrução de Trabalho - **Determinação de Elementos Químicos por Fluorescência de Raios -X.** Acervo proprio da empresa CMOC de Ouvidor - GO, 2020d.

GÓES, M. A. C. de; LUZ, A. B. da; POSSA, M. V. AMOSTRAGEM: Capítulo 2. CETEM. **Comunicação Técnica elaborada para a 5ª Edição do Livro de Tratamento de Minérios**, p. 23-53, Rio de Janeiro, 2010. Disponível em: http://mineralis.cetem.gov.br/bitstream/cetem/721/1/CCL00230010.pdf. Acesso em: . Acesso em: 24 abr. 2022.

LIMA, R. V. O. **Avaliação do Circuito de Amostragem de uma Mineradora de Ouro do Noroeste Mineiro: Um estudo de Caso.** 2015. 53 f. Trabalho de Conclusão de Curso em Engenharia de Minas do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Araxá, 2015.

MALVERN PANALYTICAL**. Curso de Preparação de Amostra com ênfase em Metodologia de Fusão.** Acervo proprio da empresa CMOC de Ouvidor - GO, 2019.

OLIVEIRA A. **Blog de Estatística do Professor Alexandre**. (2016) link: http://alexandreprofessor.blogspot.com.br/

OSTI, J. **Avaliação do Comportamento na Moagem e Flotação de Diferentes Tipologias do Minério de Fosfato.** 2018. 47 f. Trabalho de Conclusão de Curso em Engenharia de Minas da universidade Federal de Ouro Preto - Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2018.

STOPA, I. S. **Análise das principais técnicas de amostragem manual para amostras binárias diferentes em granulometria e densidade.** Trabalho de Conclusão de Curso, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto – MG: 2017. Disponível em: https://www.eng-minas.araxa.cefetmg.br/wp-content/uploads/sites/170/2021/12/Versao_final_RAFAEL-FERNANDES-MACHADO.pdf. Acesso em: 11 jul. 2022.

Public