FERNANDO CEZAR SCANDOLEIRA

**DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO LABORATORIAL DE
DETERMINAÇÃO DE QUANTIDADE DE PARTICULADOS EM
SUSPENSÃO NO AR**

São Paulo

2012

FERNANDO CEZAR SCANDOLEIRA

**DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO LABORATORIAL DE DETERMINAÇÃO DE
QUANTIDADE DE PARTICULADOS EM SUSPENSÃO NO AR**

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São Paulo,
para a obtenção de título de Mestre em
Engenharia de Minas.

Área de Concentração: Engenharia de Minas

Orientador: Prof. Dr. José Renato B. Lima.

São Paulo

2012

Este exemplar foi revisado e alterado em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, de novembro de 2012.

Assinatura do autor _____

Assinatura do orientador _____

FICHA CATALOGRÁFICA

Scandoleira, Fernando Cezar
Desenvolvimento de método laboratorial de
determinação de
quantidade de particulados em suspensão no ar / F.C.
Scandoleira. -- ed.rev. -- São Paulo, 2012.
60 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da
Universidade
de São Paulo. Departamento de Engenharia de Minas
e de Petróleo.

1.Controle ambiental em mineração 2.Pó de

Dedico este trabalho à minha querida família,
DINALVA, PEDRO e FERNANDA,
pelo incentivo e pela compreensão em
minhas ausências.

AGRADECIMENTOS

Quero expressar minha gratidão a tantos amigos e entidades que colaboraram comigo no desenvolvimento deste trabalho, seria impossível citar todos e a dimensão das ajudas recebidas, mas meus agradecimentos a todos os que me ajudaram a realizar este estudo.

Entretanto, quero externar meu reconhecimento de maneira especial a: Prof. Dr. Arthur Pinto Chaves, que me incentivou a iniciar este trabalho; Dr. Wendel Johnson Rodrigues, que me ajudou com diversos esclarecimentos e informações; Nilson Bartalini, que compartilhou comigo suas experiências, Jorge Arias, que me incentivou e não se opôs às minhas ausências no trabalho; Engº Elyseo de Souza Filho, que me supriu de informações com sua vasta experiência e me permitiu usar a estrutura e os casos históricos da Copebrás; Engº Nilson José Fernandes, que me permitiu ricas discussões e me instruiu a buscar informações técnicas importantes à este trabalho; Maristela Amaral Martins, que me ajudou a organizar, teve toda paciência e boa vontade na condução de minhas disciplinas, Profa. Dra. Pilar Hidalgo Falla, que me orientou e ajudou a realizar avaliações importantes para a conclusão deste estudo, assim como me ajudou nos contatos com editores da revista onde meu *paper* foi publicado e ao caro amigo e orientador Prof. Dr. José Renato B. Lima, que com muita propriedade me orientou, corrigiu, incentivou e fez com que eu conseguisse concluir este trabalho.

Externo também minha gratidão às empresas: Clariant S.A. e sua equipe do setor de Mineração, onde tenho amigos inestimáveis e onde pude realizar todas as medições necessárias para a conclusão deste estudo e Copebrás S.A. e sua equipe, que me supriu de amostras e me permitiu utilizar sua estrutura para meus estudos; sem estas empresas e as pessoas que nelas trabalham, este estudo não poderia ter sido realizado, por isso, o meu muito obrigado!

RESUMO

Este trabalho apresenta os resultados que permitiram o desenvolvimento de um método simples e de baixo custo, para avaliações dos problemas causados pela quantidade de partículas sólidas suspensas no ar, que pode ser usado em escala laboratorial ou em usinas industriais de diversas áreas, mas especialmente no segmento de mineração. Por causa da baixa precisão dos métodos manuais existentes hoje (não se refere especificamente aos métodos eletrônicos) para a finalidade de determinação de quantidade de sólidos suspensos no ar, este estudo mostra a composição de um método com equipamentos já existentes, que juntos os transformam em um sistema prático e mais preciso. Neste método, usam-se equipamentos portáteis, apresenta boa reprodutibilidade e baixo custo (considerando-se as partes fixas: tubo, carretel, bomba de vácuo e mangueiras, o custo atual do sistema gira entre US\$ 1.200,00 a US\$ 2.000,00, dependendo do fornecedor escolhido), o que leva em conta todas as variáveis e etapas da avaliação de uma atmosfera contaminada com partículas sólidas. A inovação deste método consiste em um recipiente com dimensões calculadas, que é usado para arremessar o material que está sendo utilizado na avaliação, causando o desprendimento ou a suspensão deste pó; este material é recolhido através de um sistema de filtros, com um suporte e uma bomba de vácuo especial. Este sistema é capaz de recolher uma quantidade de partículas separadamente, durante um determinado período de tempo. Depois disto, o conjunto é pesado e o peso é comparado com o peso inicial, dando parâmetros para a definição da qualidade de pó, o que possibilita traçar rotas de tratamento. Considerando-se a vocação do Brasil pelo setor de agricultura e por causa da expressiva ascendência deste mercado no país, este trabalho foi focado em um setor da mineração: a indústria de fertilizantes e a proposta do método é fazer-se avaliações de aditivos (especialmente dos anti pó) e outros materiais utilizados na produção de fertilizantes. Os resultados das avaliações efetuadas, mostraram um método com boa precisão.

Palavras-chave: Abatimento de pó. Suspensão. Método. Medição de quantidade de particulados.

ABSTRACT

This paper presents the results from what was possible to have a general view and the development of a simple and low cost method for the evaluations of the problems caused by the quantity of solids particles in the air that can be used in the lab or in the industrial plant in a lot of areas, but specially in mining segment. Because of the low precision of nowadays manual methodologies (not the electronic methods) available for the proposal of determination of quantity of solids in the air, this study shows a composition of a method with equipments already existents, that when put together transform them it in a more practice and precise one. It uses a portable equipment, with good reproducibility and low cost (considering the parts of the system: tubes, bobbin, vacuum pump and hoses, the actual cost of the system is from US\$1.200,00 to US\$2.000,00, depending on the costs of the choosed supplier), that takes in account the various steps of an evaluation of the polluted atmosphere from solids particles. The innovation of this method consists in a recipient with calculated dimensions that is used to “throw” the material that is going to be evaluated, causing the loose or a suspension of the dust; this material is collected through a system of filter, with a support and a special vacuum pump. This system is able to collect a quantity of particles separated, during a determinate period of time. After this, the system is weighted and the weigh is compared with the initial weigh, giving parameters for the definitions of the dust controls and treatments. Considering that the Brazil’s vocation for the agricultural sector and because of the expressive ascendance of this market in this country, this paper was focused in a sector of the mining: the fertilizer industry and the proposal of the method is to make measurements to evaluate additives (specially the anti dusts) and the others materials used in the fertilizers production. The results of the evaluations done, showed a method with good precision.

Keywords: Anti dust. Suspension. Method. Particles determination.

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 - Reação de formação de ácido fosfórico por via úmida..... 18

Equação 2 - Reação de formação de superfosfato simples 20

Equação 3 - Reação de formação de superfosfato triplo..... 21

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Esquema de produção de fertilizantes fosfatados.....	23
Figura 2 - Torre de extração de pó	29
Figura 3 - Aparato de absorção de pó	33
Figura 4 - Montagem do aparato de absorção de pó.....	34
Figura 5 - Aparato de absorção de pó numerado	35
Figura 6 - Limpeza do aparato montado.....	36
Figura 7 - Bomba de vácuo do sistema de coleta de pó.....	37
Figura 8 - Tubo de turbilhonamento de amostras.....	38
Figura 9 - Orifício superior do tubo de turbilhonamento	39
Figura 10 - Sistema de coleta de pó	40
Figura 11 - Superfície dos filtros com e sem material particulado	41
Figura 12 - Superfície do filtro com material particulado	41
Figura 13 - Pesagem do aparato de coleta de pó.....	42
Figura 14 - Amostra de SSP sendo preparada através do Divisor Jones.....	44
Figura 15 - SSP com pó	45

Figura 16 - Grãos de SSP sem e com recobrimento	46
Figura 17 - Carretéis e filtros com material particulado	47
Figura 18 - Anemômetro digital portátil Instrutherm, modelo AD 250	51
Figura 19 - Barômetro registrando a pressão equivalente a uma vazão de 1m/s de ar	52
Figura 20 - Adição de material de prova à torre de extração de pó.....	52
Figura 21 - Grãos e pó de fertilizantes aderidos à torre de extração de pó, antes de ser limpa	55
Figura 22 - Grãos e pó de fertilizante aderidos à torre de extração de pó, após limpeza.....	56

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Resultados práticos com SSPG..... 46

Tabela 2 - Resultados práticos dos testes com coque..... 49

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
2 OBJETIVOS.....	15
3 REVISÃO DA LITERATURA	16
3.1 PRODUÇÃO DE FERTILIZANTES FOSFATADOS	19
3.1.1 Produção de ácido fosfórico	19
3.1.2 Produção de superfosfatos	21
3.1.3 Produção de superfosfato simples (SSP)	22
3.1.4 Produção de superfosfato triplo (STP)	22
4 PROPRIEDADES FÍSICAS DOS FERTILIZANTES SÓLIDOS	24
4.1 CAKING.....	24
4.2 TAMANHO DA PARTÍCULA DE UM FERTILIZANTE	25
4.3 HIGROSCOPICIDADE	25
4.4 RESISTÊNCIA MECÂNICA.....	26
5 AGENTES CONTROLADORES DE PÓ.....	27
6 MÉTODO DE MEDIÇÃO DE PARTICULADOS SÓLIDOS APLICÁVEL ÀS INDÚSTRIAS DE FERTILIZANTES (DESCRIÇÃO E COMPARAÇÕES)	28
6.1 O MÉTODO MAIS COMUMENTE UTILIZADO (IFDC S-122).....	28
7 MÉTODO PROPOSTO.....	32
7.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS A SEREM AVALIADAS	32
7.2 DESCRIÇÃO DO MÉTODO PROPOSTO.....	32

8 RESULTADOS PRÁTICOS	43
8.1 TESTE COM SSPG	43
8.1.1 Cálculos dos resultados	47
8.1.2 Comentários	48
8.2 AVALIAÇÕES COM OUTROS MATERIAIS.....	48
9 TESTE PRÁTICO COM MÉTODO IFDC S-122.....	50
9.1 PARÂMETROS DEFINIDOS PARA O TESTE, UTILIZANDO-SE O MÉTODO IFDC S-122	50
9.2 RESULTADOS DO ENSAIO COM MÉTODO IFDC S-122	53
9.3 TRATAMENTO DOS DADOS	54
10 CONCLUSÃO.....	57
REFERÊNCIAS	58

1 INTRODUÇÃO

A preocupação ambiental é um tema bastante importante nas indústrias de todos os segmentos e esta tendência deve aumentar com o passar do tempo, à medida que aumenta também a conscientização das pessoas e dos profissionais que por estas empresas são responsáveis. Quando se fala do meio ambiente, fala-se da fauna e flora, onde o elemento mais importante é o ser humano, os maiores interessados na sua preservação e das suas próprias qualidades de vida.

Com base nisto, ou seja, no controle ambiental, evidenciou-se a necessidade técnica para desenvolver-se os produtos anti-pó, para o segmento de mineração, focado na indústria de fertilizantes. Nestas indústrias, algumas empresas já utilizavam aditivos recobridores de grãos para o controle de emissão de particulados, entretanto, o segmento de fertilizantes já esperava por produtos mais eficientes e mais saudáveis ambientalmente. Para o desenvolvimento destes aditivos, havia várias dificuldades técnicas. Uma destas necessidades era a de se ter um método de medição de quantidade de particulados suspensos no ar, no qual se obtivessem resultados confiáveis, a um custo acessível e disponível para aplicação em outros segmentos da indústria.

Alguns métodos já estavam disponíveis no mercado, desenvolvidos fora do Brasil e indisponíveis para a maioria das empresas que neste segmento atuavam, além do que, o custo era impeditivo, já que se tratava de um método baseado em um equipamento que lê a difração de raios e em um *software* que interpreta os resultados, o que exige equipamentos e custos demasiadamente elevados. Outros métodos mais simples, foram avaliados e apesar de serem utilizadas até hoje por algumas empresas produtoras de fertilizantes, concluiu-se que não tem boa precisão.

Desta maneira, através de diversas avaliações práticas, de inúmeras tentativas e adaptações de sistemas, chegou-se a um método, o qual mostrou atender às necessidades técnicas, financeiras e é flexível às outras aplicações, em outros segmentos da indústria.

Através deste método, pode-se avaliar aditivos controladores de poeiras dispersas, pode-se avaliar também os produtos estocados há mais tempo (no caso de fertilizantes, o tempo de estocagem é um fator fundamental na quantidade de finos gerados), pode-se fazer um controle até do próprio ambiente (embora para esta aplicação não se tenham sido realizados ensaios), pode-se medir e simular operações em escala laboratorial e em usinas industriais.

2 OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho foi desenvolver um método de avaliação de quantidade de pós gerados em diversos produtos e assim conseguir-se medir o efeito *anti dust* de determinados aditivos, quando aplicados nestes materiais.

O foco das avaliações realizadas para o desenvolvimento do método proposto foi o segmento de mineração, principalmente as usinas de produção de fertilizantes. Tanto em escala laboratorial, como nas usinas industriais, a teoria e prática utilizada no desenvolvimento foi o estudo comparativo entre resultados de materiais recobertos e materiais não recobertos, considerando-se o primeiro como base, ou padrão, para o cálculo destes resultados.

Assim, após diversos estudos, muitos ajustes de equipamentos e de muitas avaliações de aditivos em diversos materiais (como fertilizantes de diferentes naturezas, coque de petróleo e minério de ferro pelletizado), chegou-se ao método proposto neste trabalho, que conseguiu atender às necessidades iniciais do setor de mineração.

3 REVISÃO DA LITERATURA

O Brasil é atualmente, um dos maiores produtores mundiais de produtos agrícolas, não só pela extensão de terra cultivável, como também pelo clima propício ao plantio de várias culturas. O país conquistou diversos títulos como o de maior produtor mundial de açúcar (vindo da cana), maior produtor e exportador mundial de café, entre outros.

O recorde histórico de vendas de fertilizantes no Brasil, o quarto maior consumidor do mundo, foi registrado em 2007, quando as entregas somaram 24,6 milhões de toneladas. Em 2008 e 2009 somaram aproximadamente 22,4 milhões de toneladas.¹

Estima-se que a indústria brasileira de fertilizantes e seus insumos, produziram no último ano aproximadamente 15 milhões de toneladas de produtos, que embora grande, esta quantidade é suficiente para suprir apenas 60% da quantidade total de fertilizantes consumida no país; o volume faltante é importado de países como Marrocos e Peru (ANDA, 2006).

A necessidade de controle de emissões de particulados em todas as indústrias, principalmente as do setor de mineração, é evidente, não só por questões ambientais, mas também e com mais importância, a questão de saúde ocupacional.

Os minerais fosfatados são atualmente, a maior fonte de fósforo para a agricultura e para o gado, entretanto este mineral contém alguns contaminantes na sua estrutura, que podem causar efeitos prejudiciais à saúde dos animais e do homem. Estudos mostraram a presença de Urânio (um elemento radioativo que também é *metalotóxico* e *mutagênico*) nos minerais fosfatados que podem chegar a quantidades maiores que 187ppm em sua composição (BENEFICIATION..., 2010).

Atualmente, estudos de distribuição de Cádmio e Arsênico em água de chuvas, na superfície do solo e nas águas subterrâneas, nas zonas de produção de fertilizantes fosfatados, e a influência de emissões destas empresas, têm sido investigadas.²

¹ Disponível em: <<http://www.terra.com.br>>. Acesso em: 20 ago. 2011.

² Instituto de Geociências da UFRJ. Informações obtidas via publicação restrita da instituição, 2006.

No que se refere à saúde ocupacional dos trabalhadores das indústrias de fertilizantes, tem-se estudos de concentração de Polônio (Po) e Chumbo (Pb) em urinas, cabelos e manchas de peles, onde amostras de indivíduos expostos à manipulação de fertilizantes fosfatados foram comparadas a um grupo de controle de indivíduos ocupacionalmente não expostos. Amostras de urina e cabelo do grupo de teste, mostraram concentrações de Po e Pb levemente superiores àquelas observadas no grupo controle.

Os valores de manchas de pele indicaram contaminações pelo contato direto com pós, vindos de fertilizantes e isto pode contribuir para a indução de câncer de pele nesta população de risco¹

Este trabalho concentrar-se-á em fertilizantes fosfatados, que tem as maiores produções nacionais e são os mais utilizados nos plantios de culturas brasileiras. Nestes concentram-se também os maiores esforços no desenvolvimento de sistemas de controle e em estudos de novas técnicas de produção e de controle industrial.²

O minério fosfático (também chamado de “fosfato” ou “rocha fosfática”) é de onde se extrai a apatita – $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$, que se usa na produção do ácido fosfórico, que é a principal matéria prima utilizada na produção dos fertilizantes fosfatados.

As principais jazidas de fosfato do Brasil Central são de origem magmática e concentram-se em Araxá (MG), Catalão (GO) e Tapira (MG), pois juntas respondem por aproximadamente 40% das reservas nacionais e por mais de 80% da produção nacional de rocha fosfática (SILVA; LOBO, 1984; LOBO, 1986).

É desejável, ou mesmo necessário, entretanto, que o gerenciamento das operações de processamento de fósforo sejam feitas dentro de uma ótica integrada, olhando-se para toda a cadeia industrial a jusante da lavra, para que a qualidade e o atendimento aos segmentos consumidores sejam alcançados (SILVA, 1994). Uma destas operações que se deve gerenciar é a qualidade dos grãos de fertilizantes, no tocante à sua dureza, solubilidade, tamanho, forma e quantidade de pó gerada em sua superfície.

Com o aumento da demanda de fertilizantes, apareceram os grandes produtores de concentrados fosfáticos, operando instalações concebidas em base a

¹ SANTOS, P. L., GOUVÊA, R. C. E DUTRA, I. R. (Departamento de Biologia, Instituto Biológico da Universidade Federal Fluminense, Niterói – Brasil) .Correspondência pessoa, 1999.

² SOUZA, E. (Copebrás/Cubatão). Informações pessoais, 2009.

uma série de operações unitárias de tratamento, envolvendo homogeneizações do minério, britagens, peneiramentos, moagens, deslamagens, separações magnéticas, separações sólido-líquido (espessamento e filtração), classificações a úmido, flotação por espuma (diretas, reversas, aniônicas e catiônicas), secagem (secadores rotativos e pneumáticos), calcinações, dentre outras operações (DA LUZ, 1989; GIRODO, 1977; SILVA JR, 1980).

Estas mesmas empresas utilizam os concentrados fosfáticos que geram, para produzirem também os fertilizantes fosfatados, os quais seguem especificações técnicas adequadas ao uso otimizado nas culturas e devem atender também a um rígido padrão de qualidade no que se refere a quantidade de emissões de partículas vindas dos mesmos.

Desta maneira, há uma demanda muito grande da sociedade, sobre as empresas produtoras destes materiais que, comprometidas com a proteção ao meio ambiente, passam a controlar a emissão de particulados vindos da manipulação de fertilizantes e suas matérias primas, durante o processo produtivo, sua estocagem e aplicação no usuário final.

Há algum tempo, detectou-se a necessidade de controle mais efetivo da emissão de pó nas empresas e estas, por participarem de desenvolvimentos conjuntos com diversos organismos pesquisadores, chegaram a um anti pó (também chamado de “anti dust”), baseado em derivado de petróleo, o Óleo BPF – Baixo Ponto de Fusão. ¹ Trata-se de um “resíduo” de destilação do petróleo, que contém diversos elementos prejudiciais à natureza, até por se tratar de um produto com efeitos cumulativos no solo e por não ter característica biodegradável. Estes efeitos, através do tempo, após acumular certa quantidade de contaminantes no solo, podem contaminar a camada de água menos profunda, ou seja, o “lençol freático”. ²

Alguns outros aditivos chegaram ao mercado, mas tornaram-se inviáveis pelo preço ou mantêm algumas características do BPF. Assim há que se desenvolver um novo aditivo para controle de pó em indústrias de fertilizantes, que proporcionem o mínimo de efeito prejudicial ao meio ambiente e ao homem, durante sua manipulação e a das suas matérias primas.

¹ PIACENTIM, O. (Fosfertil/Cubatão). Informações pessoais, 2001.

² OLIVEIRA, E. (Hidroplan). Informações pessoais, 2004.

3.1 PRODUÇÃO DE FERTILIZANTES FOSFATADOS

3.1.1 Produção de ácido fosfórico

Após a descoberta do fósforo, em 1669, decorreram dois séculos até a primeira produção comercial de ácido fosfórico por via úmida, para fins de fertilizantes, a partir de fosforitas, por volta de 1870, na Alemanha (CORBRIDGE, 1985 apud SILVA, 1994; SLACK, 1968 apud SILVA, 1994).

A fabricação de ácido fosfórico pela via úmida consiste basicamente de solubilização de concentrados apatíticos em meio reacional, contendo uma mistura de ácidos: fosfórico e sulfúrico. A apatita é primeiramente solubilizada (em tanques agitados) pelo ácido fosfórico, gerando-se o fosfato monocásico (FMC). Este por sua vez, sofre a ação do ácido sulfúrico, transformando-se em sulfato de cálcio e ácido fosfórico, reações mostradas na equação 1.

Equação 1 - Reação de formação de ácido fosfórico por via úmida

onde $n = \frac{1}{2}$ ou 2.

A polpa reacional contendo sulfato de cálcio, ácido fosfórico e uma pequena quantidade de ácido sulfúrico livre é então submetida à filtração para a separação das fases sólidas e líquida, obtendo-se o sulfato de cálcio, em geral descartado e ácido fosfórico. O ácido filtrado é, normalmente, submetido à evaporação para obtenção de concentrações de 46 a 54% de P_2O_5 .

Comumente, o ácido fosfórico assim obtido, é comercializado em concentrações na faixa de 52 a 54% em P_2O_5 (BECKER, 1983; SILVA; CARVALHO, 1985; SLACK, 1985).

Em linhas gerais, nos processos de fabricação de ácido fosfórico, os concentrados fosfáticos alimentados nos reatores são submetidos a condições de temperaturas na faixa de 75 a 100°C, sofrendo ação solubilizadora da fase líquida, constituída de uma mistura de ácidos fosfórico e sulfúrico, em concentrações de 28 a 50% em P_2O_5 e 0,5 a 4% de H_2SO_4 . Nestas condições de ataque, os minerais contaminantes presentes nos concentrados fosfáticos sofrem também solubilização, cuja extensão depende de uma série de fatores, dentre os quais o grau de alteração, a granulometria e a própria estabilidade de cada espécie mineral (SILVA, 1989).

Para se otimizar o processo de digestão dos concentrados fosfáticos na produção de ácido fosfórico, necessário se torna considerar o comportamento de dissolução das diferentes fases minerais presentes durante a etapa de acidulação, bem como seus possíveis efeitos sobre as condições operacionais e propriedades químicas do sistema reacional, como formação de espuma, pós-precipitação, corrosão, cristalização e filtração, cinética de solubilização, viscosidade e características de manuseabilidade dos produtos (GREMILLION; Mc CELLAN, 1981).

Tudo isto vai interferir nas características físico-químicas finais dos fertilizantes granulados como: a forma, o tamanho, a dureza, a fragilização e a conseqüente geração de pó, produzidos a partir do ácido fosfórico.

Na etapa posterior à produção dos fosfatos em pó, a de granulação (de todos os fertilizantes), a forma física dos fertilizantes comercializados é de fundamental importância agronomicamente falando, para uma manipulação satisfatória, para o transporte, a estocagem e a aplicação (DIPANKAR, 2003).

3.1.2 Produção de superfosfatos

Dentre os superfosfatos, os mais difundidos são: o superfosfato simples (SSP), obtido mediante o ataque do concentrado fosfático com ácido sulfúrico e o superfosfato triplo (TSP), através do ataque do concentrado fosfático com ácido fosfórico. A produção de superfosfatos, SSP e TSP, têm sido efetuada por meio de diversas rotas processuais, todavia, as etapas básicas de processamento, comuns a todas estas tecnologias, podem ser resumidas em:

- preparação de matérias primas: fosfato e ácidos;
- adição em proporção adequada às matérias primas;
- mistura e retenção, no reator, para desenvolvimento da acidulação e de propriedades de manuseio;
- tratamento dos gases fluorados resultantes da acidulação; cura do produto acidulado, para aumento da solubilidade, melhoria e estabilização das propriedades físicas

(NIELSSON, 1987; SILVA, 1989; SILVA; CARVALHO, 1988).

Em linhas gerais, o processamento básico do minério apatítico para a produção de superfosfatos, consiste na moagem a seco do concentrado fosfático, até a obtenção das seguintes granulometrias:

Fosfato	SSP	STP ou TSP
Sedimentar	20 - 30% + 200#	10 - 35% + 200#
Magmático	0 - 5% + 200#	0 - 5% + 200#

Ref.: (MOLDOVAN; POPOVICI; CHIVU, 1969; SAUCHELLI, 1966; SILVA, 1987 apud SILVA, 1994; US GOVERNMENT. Department of Agriculture, 1964).

Através destas características físicas obtidas com o processo de moagem (que vai influir diretamente, não só nas propriedades químicas, como também no rendimento das reações de produção), pode-se utilizar o concentrado para a fabricação do ácido fosfórico e de seus derivados.

3.1.3 Produção de superfosfato simples (SSP)

O superfosfato simples é o produto da solubilização da rocha fosfática com ácido sulfúrico, conforme equação 2:

Equação 2 - Reação de formação de superfosfato simples

Esta é a reação global e estequiométrica da produção do superfosfato simples, porém, devido à presença de vários contaminantes vindos da rocha fosfática, diversas outras reações (secundárias) podem ocorrer, simultaneamente. Estas reações dão origem a diversos fosfatos solúveis em outros extratores, diferentes da água, como por exemplo, o citrato neutro de amônia.

As impurezas das rochas e outros fatores, como, por exemplo, o tempo de cura e a granulometria, não permite a reação completa entre rocha e ácido, sempre sobrando ácido livre e rocha não reagida. Isto ocorre principalmente com as rochas brasileiras, por serem de origem magmática, em sua maior parte.

O superfosfato simples, recém produzido, contém alto teor de acidez livre, que será com o passar do tempo, reduzida, pois a reação da rocha fosfatada com ácido sulfúrico é lenta e, em média, só é praticamente completada após 30 dias.

O seu aspecto físico é *farelado* e contém de 17,0 a 18,0% de P_2O_5 solúvel em Citrato Neutro de Amônia + água (GECOC, IAP. [19--?]).

3.1.4 Produção de super fosfato triplo (TSP)

O superfosfato triplo é o produto resultante da solubilização da rocha fosfática com ácido fosfórico, segundo a equação 3:

Equação 3 - Reação de formação de superfosfato triplo

[5] Ref.: GECOC, IAP. [19--?].

A produção de fertilizantes fosfatados em pó, pode ser representada pela Figura 1:

Figura 1 - Esquema de produção de fertilizantes fosfatados
Fonte: Esquema feito pelo autor, baseado em: GECOC, IAP [19--?].

4 PROPRIEDADES FÍSICAS DOS FERTILIZANTES SÓLIDOS

A qualidade de um fertilizante é basicamente classificada por dois critérios: propriedades químicas e propriedades físicas. As propriedades químicas (conteúdo de nutrientes, forma e disponibilidade para a agricultura) e sua efetividade (efeito agrônômico) são as principais razões para o uso de um fertilizante. Por outro lado, as propriedades físicas de um fertilizante e suas possibilidades de resistência à sua degradação é importante com respeito ao processamento, manipulação, estocagem, aplicação no campo e resposta agrônômica (RUTLAND, 1991).

Os problemas mais freqüentemente encontrados, resultantes de deficiências de propriedades físicas, são: *caking* (aglomeração ou formação de pelotas), formação de pó, baixa fluidez, excessiva higroscopicidade (característica de absorção de umidade) e degradação (desuniformidade de composição de um lote de fertilizante) (FERTILIZER MANUAL, 1979).

Os efeitos acima (problemas) estão intimamente ligados entre si e a consequência é a geração de pó, que será melhor detalhado à frente.

4.1 CAKING

Caking de um fertilizante é causado pela formação de pontos de contato entre partículas (grãos, pérolas, tabletes, briquetes, pós, cristais, entre outros) (KURSHINNIKOV; CHELIKID, 1978). A aglomeração é gerada, dentro de determinadas condições, através da formação de pontes de hidrogênio (ligações químicas duplas, entre moléculas de hidrogênio), que faz unirem-se os grãos de fertilizantes até formarem um bloco. Esta formação gera partículas de sais em suas extremidades e quando formado este bloco, haverá a necessidade de rompimento do mesmo, gerando mais pó.

4.2 TAMANHO DA PARTÍCULA DE UM FERTILIZANTE

A distribuição do tamanho da partícula de um fertilizante e/ou as suas matérias primas é que define como o tamanho do material. O tamanho da partícula afeta a resposta agrônômica, a granulação, o desempenho do processo, as misturas, a estocagem, o manuseio e as propriedades de aplicação (*FERTILIZER MANUAL*, 1979). A má formação de grãos é sinal de que haverá separação e os mais finos ficarão nas partes inferiores dos estoques, juntamente com o pó formado e separado.

4.3 HIGROSCOPICIDADE

Higroscopicidade é definida como a capacidade de absorção de água de um fertilizante, sob condições específicas de umidade e temperatura. A maioria dos fertilizantes são higroscópicos e esta é aumentada em função de suas altas solubilidade. Entretanto, quanto mais higroscópico é um fertilizante, maiores os problemas que se pode esperar durante a estocagem e manuseio. Fatores que normalmente influenciam o grau de higroscopicidade em fertilizantes são: 1. composição química; 2. conteúdo das misturas; 3. temperatura ambiente; 4. umidade relativa; 5. estrutura da partícula e a porosidade; 6. tempo de exposição e área da superfície da partícula (BABIN, 1989; HEGNER; JÄGER, 1976; MERZ et al., 1933).

A excessiva higroscopicidade também reflete na geração de pó, pois quando há umidade acima do especificado em determinado fertilizante, há também a fragilização dos grãos (primeiro na superfície dos mesmos) e estes se desintegram formando grande quantidade de particulados.

4.4 RESISTÊNCIA MECÂNICA

O fertilizante granulado deveria ter uma resistência mecânica suficiente para resistir a um manuseio normal e a uma estocagem sem fraturamentos significativos dos grãos, sem a geração de pó. Três tipos distintos de resistência mecânica são reconhecidos como desejáveis: 1. força de esmagamento de grão; 2. resistência à abrasão e 3. resistência a impactos (BHATTI, 1991; IBRAHIM, 1992; RAHMAN; BOZADJIEV; PELOVSK, 1994). A degradação é consequência das características físicas e químicas dos grãos obtidos em sua produção, onde o pó é segregado, geralmente em quantidade maior na superfície inferior de um saco ou de uma pilha.

O tempo de estocagem, assim como as condições ambientais (vale destacar a variação de temperatura, a umidade relativa do ar e a pressão da pilha de fertilizante), é de fundamental importância quando se fala em *caking* e geração de pó. Quanto maior o tempo de estocagem, maior a ocorrência de reações secundárias, absorção de umidade e consequente fragilização dos grãos; quanto maior a umidade relativa do ar, também maior a possibilidade de absorção desta umidade pelos grãos de fertilizantes, assim maior a possibilidade de fragilização destes grãos e quanto maior a pressão exercida sobre a superfície dos grãos de fertilizantes, maior a possibilidade de *caking* e da desintegração destes, o que gera pó.^[6]

Ainda que as características físicas e químicas dos fertilizantes sejam atendidas, há a formação de pó na própria produção dos mesmos, uma vez que a superfície dos grãos, geralmente são de alta porosidade; estes quando manipulados, sofrem uma abrasão espontânea entre eles e entre os equipamentos de produção (FERTILIZER MANUAL, 1979).

^[6] Testes realizados na Copebrás, unidade de Cubatão, em 1993.

5 AGENTES CONTROLADORES DE PÓ

É preferível se produzir fertilizantes isentos de pó, sem o uso de agentes anti pó, entretanto, quando este processo não pode ser controlado, algumas vezes é necessário recorrer-se a tratamentos anti pó (*ANTI-DUST...*, 1981; KRUT'KO et al., 1989; ROBINSON, 1989; SKVISRSKI; KOZEL, 1991; VAN DE WALLE, 1990).

Este tratamento consiste em aplicar no fertilizante, algum produto, geralmente líquido, que causa a aderência das partículas de pó ao grão de fertilizante, ou que aglomere estas partículas, de modo que não se emane particulado durante a sua manipulação. Os líquidos mais comuns de serem aplicados com esta finalidade (anti pó), são os produtos lipofílicos (aqueles que tem incompatibilidade com a água). Os óleos mais efetivos são os de moderada a razoável viscosidade e conseqüentemente os que têm grande efeito de recobrimento e menos tendência a ser absorvido para dentro dos grãos, durante o período de estocagem, resultando em perda de efetividade.

Para estas avaliações, e como método alternativo a ser considerado, frente os métodos já existentes, desenvolveu-se o trabalho descrito a seguir.

6 MÉTODO DE MEDIÇÃO DE PARTICULADOS SÓLIDOS APLICÁVEL ÀS INDÚSTRIAS DE FERTILIZANTES (DESCRIÇÕES E COMPARAÇÕES)

6.1 O MÉTODO MAIS COMUMENTE UTILIZADO

Como já comentado, pelas grandes quantidades de fertilizantes e matérias primas manipuladas a granel, seus pós são de particular atenção e pode causar problemas significantes (BHATTI, 1992; STRATHDEE, 1994).

Primeiramente, significativas quantidades de material podem ser perdidas durante o processo, manipulação e aplicação, resultando em perdas financeiras. Segundo, a questão de poluição ambiental e a exposição de empregados a níveis perigosos de pós, não são indicados para uma organização responsável (*FERTILIZER MANUAL*, 1979).

Utilizando-se este método, a amostra é passada por uma contra corrente de fluxo de ar, dentro de uma “torre de despoeiramento” e medido a quantidade de peso perdido (HOFFMEISTER, 1979; RUTLAND, 1993; TENNESSEE Valley Audithory, 1970).

A corrente de ar é ajustada para retirar apenas uma fração, determinada pela menor partícula que pode ser arrastada por este fluxo controlado de ar, enquanto permite que os grãos de fertilizantes caiam no fundo da torre.

A Figura 2 mostra ilustrativamente a “torre de despoeiramento” usado nas avaliações de anti pó, no método em questão:

Figura 2 - Torre de extração de pó

Ref.: *Fertilizer Manual*, 1979, p. 492, que descreve a Método IFDC S-122.

Especificações da torre de extração de pó:

- o tubo normalmente é de vidro e o diâmetro de 8,5cm;
- grades com malha de 13 mm (no total são 7, com espaços de 7,6 cm entre elas), moldadas com diâmetro ligeiramente inferior ao do tubo e montadas na posição horizontal;
- a entrada de ar é tangencial, pela parte inferior do tubo e o diâmetro de entrada é de 2,5 cm, com uma vazão aproximada de 18 m³/h, nas condições normais de temperatura e pressão.

O pó do fertilizante, quando submetido à torre de extração, é extraído por uma corrente de ar, que passa a uma velocidade aproximada de 1,0m/s, no sentido ascendente. O pó é descarregado juntamente com o ar que sai pela parte superior do tubo.

A quantidade de pó é calculada da seguinte maneira:

$$\text{Pó (MG/kg de produto)} = \frac{OW - D}{OW} \times 1000$$

onde:

D = peso em gramas, da perda de pó após uma passagem pela torre de extração de pó, a uma velocidade estimada de 1,0 m/s.

OW = peso em gramas, da amostra original, antes de passada pela torre de extração de pó.

As amostras podem ser classificadas de acordo com os seguintes valores:

Conteúdo de pó (mg/kg de produto)	Quantidade de pó observada na manipulação
< 200	Pequena quantidade de emissão
200 – 500	Alguma emissão de pó
500 – 1.000	Alta emissão de pó
1.000 – 2.000	Emissão de pó muito alta
> 2.000	Emissão de pó extremamente alta

Ref.: *Fertilizer Manual*, 1979. Método: IFDC S-122.

Este método deixa algumas dúvidas, principalmente em relação ao atrito gerado na queda dos grãos de fertilizantes, quando estes sofrem uma queda de 64 cm quando passam pelas grelhas de ferro. Por mais cuidado que se tome na manipulação do equipamento, sempre há a possibilidade alguns grãos de fertilizantes ficarem presos entre a coluna e as grelhas e de serem triturados na retirada das grelhas, ou mesmo de se perderem junto com pó ou pelo fundo da torre.

Desta maneira, como se trata de uma quantidade de fertilizante relativamente baixa e se comparado à quantidade de pó presente (que geralmente não ultrapassa 5.000 ppm), o número é muito menor, a análise deve ser extremamente criteriosa e minuciosa para não se gerar discrepâncias de forma a se ter resultados inconclusivos.

7 MÉTODO PROPOSTO

7.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS A SEREM AVALIADAS

Devido às análises utilizarem quantidades extremamente pequenas, quando comparadas aos enormes volumes manipulados/produzidos por estes setores, estas devem ser retiradas e estarem o mais homogêneas possível, para que sejam representativas e para que gerem resultados reprodutíveis, o que vai significar que os resultados são úteis.

Utilizou-se como padrão o superfosfato simples (SSP), produzido pela Copebrás, unidade produtiva de Cubatão/SP, onde foram retiradas amostras e informações utilizadas no desenvolvimento deste trabalho.

Desta maneira, deve-se dividir estatisticamente todo o material a ser avaliado. Por exemplo: se forem retirados 20 kg de amostra em uma determinada data, deve-se dividir toda esta amostra em quantidade de aproximadamente 400g. A quantidade é aproximada, uma vez que devem-se fazer as avaliações com volumes próximos, mas não necessariamente idênticos, pois o cálculo de dosagem dos produtos a serem aplicados como anti pós, será feito levando-se em conta o volume, aí sim, exatamente calculado para cada dosagem a ser feita.

Depois de divididas, separadas e embaladas adequadamente, deve-se estocar estas amostras em lugar fresco, sem umidade e com menor variação de temperatura possível, para que não se inicie aí, um processo de reações secundárias, gerando empedramento ou fragilização dos grãos.

7.2 DESCRIÇÃO DO MÉTODO PROPOSTO

Na Figura 3 são mostrados os materiais e equipamentos para formação do “aparato de adsorção de pó”, composto de: filtro de adsorção (a princípio utilizou-se um filtro de PE fornecido pela MAS *Sampling Filters*, com malha de 0,5mm), suporte de filtro, carretel de coleta e pinça para manipulação.

Figura 3 - Aparato de adsorção do pó

Depois de inúmeras avaliações, chegou-se à conclusão que a umidade ambiental interfere severamente nos resultados das análises laboratoriais, assim, os filtros e suportes de filtros a serem utilizados deverão ficar por pelo menos 30 minutos em estufa a 40°C, para que toda a umidade destes materiais seja eliminada. Após a secagem na estufa, os materiais devem ficar no dessecador por 20 minutos, até que a temperatura fique próxima à ambiente.

Dependendo da disponibilidade do local e de investimentos, pode-se instalar no ambiente de trabalho um desumidificador, o qual garante que não haverá absorção de umidade dos componentes do aparato, vinda do ambiente, portanto não haverá interferência deste fator no resultado das análises.

Depois destes passos, o aparato está pronto para o procedimento de montagem. Ele deve ser montado da seguinte maneira:

O carretel de plástico serve de abrigo para o suporte de filtro e para o próprio filtro, sendo que existem duas tampas coloridas (uma vermelha e uma azul), que servem para indicar o fluxo do ar para a medição – a sucção deve ser feita pelo orifício da tampa vermelha e o outro servirá para reter o pó, conforme mestrado na Figura 4:

Figura 4 - Montagem do aparato de adsorção de pó

Observações:

- a) os filtros juntamente com os suportes de filtros, devem passar por estufa por 30 minutos a 40°C aproximadamente, depois por 20 minutos no dessecador. Este procedimento visa retirar do sistema toda a umidade, já que ele é sensível a ponto de poder captar também a umidade do ambiente;
- b) toda manipulação deve ser feita com pinça, para que também a gordura e a umidade (ou eventual sujeira) proveniente das mãos não interfira nos resultados analíticos.

Depois de montado o aparato, ele deve ser identificado – numerado (fig. 5), apesar de cada carretel já possuir um número, pode existir uma outra peça com o mesmo número.

Esta numeração servirá para a identificação dos aparatos na etapa de pesagens. Depois disto, deve-se obter a tara dos aparatos em balança analítica, com precisão de décimo de miligrama (10 - 4g).

Figura 5 - Aparato de adsorção de pó numerado

Depois de numerado, este aparato deve ser limpo (fig. 6) com algodão ou pano seco e álcool 95% ou outro solvente bastante volátil (ex.: éter etílico, n-hexano, n-pentano, entre outros), mas que não ataque o material plástico (ex.: acetona e clorofórmio).

Esta limpeza tirará todo o excesso de sujeiras e gordura (vinda da manipulação, apesar desta dever ser feita com luvas de borracha) e contribuirá para uma pesagem precisa.

Figura 6 - Limpeza do aparato montado

Um dos equipamentos fundamentais do sistema de coleta de pó é a bomba de vácuo (fig. 7). A que foi utilizada neste desenvolvimento foi fornecida pela MSA, Escort Elf Pump – USA, que proporciona um vácuo constante e estável de até 5mm de Hg. Suas baterias são recarregáveis e quando são novas, têm duração de aproximadamente 4 horas de uso; toda atenção à carga das baterias deve ser dada – e isto pode ser feito através do acompanhamento da luz indicadora de carga das baterias – pois se esta estiver parcialmente descarregada, ainda pode funcionar, mas não proporcionará a depressão de vácuo desejada, o que acarretará erro na coleta do pó.

Figura 7 - Bomba de vácuo do sistema de coleta de pó

A pressão de vácuo pode ser padronizada nesta bomba. O que se mostrou recomendável é que para fertilizantes, deve-se trabalhar com uma pressão inicial de vácuo, de 3 mm de Hg. Observou-se também, em alguns ensaios exploratórios, realizados com concentrado de ferro pelotizado, que apresenta quantidades de pó maiores do que a gerada em fertilizantes, que esta pressão de vácuo era demasiadamente alta, saturando rapidamente, os filtros; o que sugere que em ensaios futuros, devem-se padronizar novos valores de pressão (menores) para materiais desta natureza. Por outro lado, se a quantidade de material particulado presente na amostra a ser avaliada for pequena, como a observada em fertilizantes recém produzidos, o sistema terá maior dificuldade em capturá-lo e assim o sistema exigirá uma pressão maior da bomba de vácuo.

Outro item não menos importante é o tempo de retirada de pó; este deve ser cronometrado e padronizado para todos os ensaios. Este item também é uma variável que pode mudar em função da quantidade de particulados presentes na amostra a ser avaliada. Quanto maior a quantidade de particulados, menor pode/precisa ser o tempo de retirada (sucção) destes particulados e vice-versa.

De toda maneira, o importante é que tanto a pressão de vácuo, como o tempo de retirada sejam padronizados para determinada série de ensaios.

O tubo de lançamento é a parte do sistema que provoca o turbilhonamento da amostra, para que o pó presente nesta seja desprendido podendo assim ser retirado pelo sistema de coleta e pó.

Este consiste em um recipiente (que pode ser redondo ou quadrado), de diâmetro e altura definida e que mantém um ambiente interno praticamente inerte, isentando-o de ações do vento (fig. 8). Ele tem abertura na parte superior e inferior, permitindo-se fácil acesso à parte interior do tubo.

Na parte interna do tubo, existe um suporte para o sistema de retenção (filtro, suporte e carretel). Este suporte permite que o pó seja retirado em uma única posição e de maneira padronizada (mesma altura do sistema em relação à superfície inferior do tubo).

Figura 8 - Tubo de turbilhonamento de amostras

Na tampa superior, existe um orifício, por onde se arremessam as amostras a serem avaliadas (fig. 9).

Existe também uma medida, que servirá como padrão para as quantidades de amostras arremessadas pelo orifício do tubo; esta medida também servirá de tampa para que o sistema não sofra ações do vento. Esta operação pode ser repetida várias vezes, contanto que esta seja padronizada para os demais ensaios da série.

Figura 9 - Orifício superior do tubo de turbilhonamento

O sistema todo montado, tem tamanho e peso considerado portátil, onde uma única pessoa pode carregá-lo sem esforço a qualquer ponto de ensaios ou de retirada de amostras (fig. 10).

Figura 10 - Sistema de coleta de pó

Depois de feita a retirada de pó de determinado material, todo o sistema deve ser desmontado e limpo, para a próxima medida.

O sistema de retenção (filtro, suporte e carretel) deve ser mantido e só depois de ser tampado nos dois orifícios, deve ser limpo, com a ajuda de ar comprimido e pano/algodão com solvente. Neste sistema está armazenado o pó retido no ensaio, e isto é o que na verdade se busca pesar (fig. 11 e 12). Nas referidas figuras, pode-se observar a superfície dos filtros: sem a retirada de pó (branco) e com a retirada de pó. Neste caso, utilizou-se uma amostra de GSSP (Super Fosfato Simples Granulado), proveniente da Copebrás, unidade de Cubatão. Este material é relativamente claro, o que dificulta um pouco a visualização do pó retido.

Figura 11 - Superfície dos filtros com e sem material particulado

Figura 12 - Superfície do filtro com material particulado

Depois disto, o próximo passo é a repesagem (fig. 13) em balança analítica de precisão, onde se obtém um peso, que comparado ao “branco” (sem coleta de pó), vai gerar a porcentagem de pó, proveniente do material analisado.

Figura 13 - Pesagem do aparato de coleta de pó

8 RESULTADOS PRÁTICOS

8.1 TESTE COM SSPG

Esta avaliação visou verificar a confiabilidade do sistema proposto, na indústria de fertilizantes.

Especificações dos materiais utilizados e detalhes de operação:

- bomba de sucção: calibrada para operar com 2 L de ar/minuto;
- tempo de sucção: padronizado em 5 minutos;
- diâmetro da membrana de filtração utilizada: 37mm;
- porosidade da membrana de filtração utilizada: 5,0 μm ;
- quantidade de fertilizante utilizada em cada teste: 100 g;
- quantidade de pó do próprio fertilizante aditivada à estas 100 g de fertilizante: 1,60 g.

O material previamente homogeneizado deve ser fracionado novamente, a fim de se obter a quantidade definida para avaliação, de forma representativa; assim, usa-se o Divisor Jones para obter-se esta amostra (fig. 14).

Figura 14 - Amostra de SSP sendo separada através do Divisor Jones

O método aplicado a esta avaliação foi feito para se confirmar a quantidade de pó adicionada à amostra teste. Para isto, utilizou-se o sistema e o método proposto, na amostra sem recobrimento de qualquer aditivo anti pó, em amostra recém produzida (ou seja: sem efeitos de estocagem = empedramento, fragilização da superfície do grão de fertilizante, absorção de umidade entre outros), com dureza próximo a $2,5 \text{ kg/cm}^2$.

Uma amostra do fertilizante (tal qual, ou seja, sem qualquer tratamento de agentes anti-pó e será chamada de “branco”) foi avaliada, para servir de padrão para as outras amostras testadas, com adição de pó, produzido através da moagem de uma amostra do mesmo produto.

A quantidade deste pó adicionada às amostras testes foi de 1,60 g (fig. 15) – esta quantidade foi escolhida e padronizada para estas avaliações, entretanto não necessariamente deve ser padronizada para outros lotes de testes, assim poderia ser qualquer outra quantidade de material particulado que se queira avaliar. Desta maneira, com os resultados da amostra em branco e os resultados dos testes com as amostras de 100 g de fertilizante + 1,60 g de pó (fig. 15), pôde-se confirmar a eficiência do método. Este pequeno volume de pó aditivado, foi estipulado apenas como parâmetro para se ter noção da eficiência do sistema.

Figura 15 - SSP com pó

Esta avaliação foi feita com um SSPG (Super Fosfato Simples Granulado), vinda da Copebrás, unidade de Cubatão (Grupo Anglo American), coletada na unidade AM-5, no Turno: TC 8X16, na data de 10.05.2011, com a seguinte composição: 00-21-00 (definido também como “super simples”) sem qualquer tipo de recobrimento.

O aspecto físico de um fertilizante (ou matéria prima) com e sem recobrimento pode ser completamente diferente, dependendo do aditivo utilizado no recobrimento. Na Figura 16, pode-se ter uma idéia do aspecto visual de um e outro grão, neste caso recoberto com 3,5kg de Dustrol (aditivo produzido pela americana Arrmaz) por tonelada de SSPG.

Figura 16 - Grãos de SSP sem e com recobrimento

Os resultados obtidos foram os seguintes:

Tabela 1: Resultados práticos teste com SSPG

Amostra	P1	P2	Diferença	%
1 SP	19,4637	19,4634	0,0003	0
2 SP	15,2695	15,2695	0	0
3 SP	19,4687	19,4684	-0,0003	0
1 CP	19,4624	19,6684	0,2060	1,06
2 CP	15,2695	15,5000	0,2305	1,51
3 CP	19,4610	19,7603	0,2993	1,54

Nomenclatura:

P1 = peso do carretel antes da coleta de material particulado em g.

P2 = peso do carretel depois da coleta de material particulado em g.

SP = sem pó.

CP = com pó.

Fotos dos corpos de prova:

Figura 17 - Carretéis e filtros com material particulado

8.1.1 Cálculos dos resultados

$$\text{Quantidade de Pó} = P2 - P1$$

Observação: Quantidade absoluta.

Para o cálculo da porcentagem de pó, tem-se a fórmula:

$$\%Pó = (P2 - P1) / P1 \times 100$$

onde:

P1 = quantidade de pó do branco (amostra referência).

P2 = quantidade de pó da amostra teste.

Pelos resultados acima, considerando-se que na triplicata, desconsidera-se o número “fora da linha”, ou seja, considera-se apenas os dois números mais próximos um do outro e tira-se a média, então:

$$\text{Pó} = 1,51 + 1,54 / 2 \rightarrow \boxed{\text{Pó} = 1,53\%}$$

A amostra em branco, apresentou, como se esperava, 0% de pó.

8.1.2 Comentários

O valor médio de pó encontrado na amostra avaliada foi de 1,53%, quando o percentual de pó adicionado à amostra foi de 1,60%, portanto um desvio de 4,375%, que em se tratando de um procedimento manual, estaria dentro de um valor aceitável. Uma certa quantidade de pó fica aderida às paredes do aparato, o que pode justificar um desvio de medidas em relação à quantidade de pó adicionada inicialmente. Apesar de todo o cuidado com a manipulação dos carretéis, filtros e seus suportes, este sistema pode gerar alguma diferença na pesagem, o que gera também uma diferença no resultado de coleta de pó, quando comparado ao volume adicionado à amostra de fertilizante.

O importante é que todos os cuidados sejam tomados neste sentido e que estes procedimentos sejam padronizados no decorrer de todo o teste, assim a amostra em branco pode ser considerada como um padrão para os cálculos de resultados.

8.3 AVALIAÇÕES COM OUTROS MATERIAIS

A fim de se verificar a possibilidade de uso em diversos produtos e aplicações e de se testar a reprodutibilidade do método, realizaram-se também algumas avaliações com amostras de coque verde de petróleo (CVP), produzido na Refinaria Presidente Bernardes de Cubatão, em São Paulo (antes de ser calcinado e sem

qualquer tratamento anti pó) e coque calcinado (calcinado a aproximadamente 400°C e com aditivação de 800 ppm de um óleo mineral que serve como agente anti pó), provenientes da planta industrial da Petrocoque, unidade Cubatão/SP, adotando-se os mesmos procedimentos considerados nos testes anteriores, as amostras foram comparadas sem adição de quaisquer quantidades de pó; os resultados encontrados foram os seguintes:

Tabela 2 - Resultados práticos dos testes com coque

Produto	P1 (g)	P2 (g)	Diferença	%
Recoberto 1	19,4320	19,4600	0,0280	0,15
Recoberto 2	15,4761	15,4992	0,0231	0,15
Recoberto 3	19,4322	19,4495	0,0173	0,09
Verde 1	15,4925	16,4931	1,006	6,46
Verde 2	19,4313	20,4309	0,9996	5,14
Verde 3	15,4934	16,4971	1,0037	6,48

Da mesma forma, os cálculos dos resultados foram:

Coque recoberto $\rightarrow 0,15 + 0,15 / 2$ **Pó = 0,15%**

Coque verde $\rightarrow 6,46 + 6,48 / 2$ **Pó = 6,47%**

Avaliando-se os resultados gerados nestes testes, nota-se que o método apresenta boa reprodutibilidade.

9 TESTE PRÁTICO COM MÉTODO IFDC S-122

Para se ter uma comparação entre a precisão dos resultados, benefícios e dificuldades de operação entre o método proposto e o já existente, realizou-se uma aplicação prática deste último, com o mesmo material utilizado nas experiências do método proposto.

Os procedimentos de preparação das amostras a serem avaliadas foram os mesmos: amostra homogênea para avaliação, fracionamento através do quarteador até tomar-se a amostra na quantia desejada, adição de determinada quantidade de pó e avaliação.

9.1 PARÂMETROS DEFINIDOS PARA O TESTE, UTILIZANDO-SE O MÉTODO IFDC S-122

Devido às próprias condições de teste com a IFDC S-122, teve que adotar-se outros parâmetros para avaliações do mesmo fertilizante:

- quantidade de fertilizante utilizada em cada teste: aproximadamente 250 g (pesagem feita através de balança com precisão de milésimo de grama);
- quantidade de pó adicionada a cada amostra: aproximadamente 1%, em massa;
- velocidade do ar injetado na torre de extração: 1 m/s, medido através de um anemômetro digital portátil (fig. 5);
- as amostras são avaliadas em quadriplicatas, pois a probabilidade de se perder uma amostra durante sua manipulação é grande e neste método, o necessário para tirar-se uma média representativa é de no mínimo três valores.

Figura 18 - Anemômetro digital portátil Instrutherm, modelo AD-250

O ar é ligado e controlado a uma pressão acima estipulada, através de um barômetro (fig. 19), esta pressão é convertida através de um anemômetro para atender a uma vazão de ar necessária para o arraste dos particulados presentes na amostra teste. O volume total de fertilizante é colocado no topo da torre de extração, de acordo com o aparato mostrado na Figura 20.

Figura 19 - Barômetro registrando a pressão equivalente a uma vazão de 1m/s de ar

O volume total de fertilizante é colocado no topo da torre de extração, de acordo com o aparato mostrado na Figura 20.

Figura 20 - Adição de material de prova à torre de extração de pó

O volume total de fertilizante “passante” na torre, ou seja, aquele que passou pela extração de pó pelo ar ascendente, é coletado, pesado novamente e comparado ao peso inicial da amostra.

9.2 RESULTADOS DO ENSAIO COM O MÉTODO IFDC S-122

Depois dos procedimentos acima, mediram-se os pesos iniciais e finais, gerando-se os resultados abaixo.

Amostras em branco:

Amostra	P1 (g)	Qt Pó adicionado	P2 (g)	Qt Pó	% Pó
Branco 1	278,071	0	278,005	0,066	0,02
Branco 2	265,090	0	265,018	0,070	0,03
Branco 3	265,271	0	265,217	0,054	0,02

Amostras a serem avaliadas, com adição de pó:

Amostras	P1 (g)	Qt Pó (g) adicionado	P2 (g)	P3 (g)	Qt Pó (g) Extraído	% Pó	% Pó Padrão
A1	278,005	2,8019	280,8059	278,517	2,289	0,82	1,00
A2	265,018	2,7198	267,7378	265,684	2,054	0,77	1,02
A3	265,217	2,7190	267,9360	265,867	2,0690	0,77	1,01

Nomenclatura: A1, A2, A3: amostras 1, 2 e 3 respectivamente;

P1: peso inicial da amostra (sem pó).

P2: peso da amostra após a adição de pó.

P3: peso da amostra após extração de pó.

%Pó: porcentagem de pó extraído na torre de extração.

%Pó Padrão: porcentagem inicial de pó adicionado à amostra.

Desvio das avaliações de quantidade de pó de fertilizante (SSPG) extraída na torre de extração definida pelo Método IFDC S 122: **22,23%**.

Este resultado foi obtido considerando-se a média dos resultados das amostras, que foram feitas em triplicata.

9.3 TRATAMENTO DOS DADOS

Pelos resultados obtidos, embora o desvio padrão seja considerável, a método IFDC S-122 apresenta-se com boa reprodutibilidade e pode ser utilizada para se ter uma referência de ação de agentes anti pó, não para o monitoramento de particulados suspensos no ar.

Dentre as desvantagens quando comparado ao método proposto, pode-se citar:

- as condições ambientais, de limpeza e de saúde ocupacional durante a realização das avaliações são bastante indesejáveis, uma vez que o pó extraído pela torre vai para o ambiente;
- para a realização deste ensaio, há que se ter disponível uma corrente de ar seco, para a extração do pó;
- o aparato não é portátil;
- houve uma perda de uma das amostras, devido a dificuldade de manipulação; e
- há um maior desvio entre os resultados, uma vez que, mesmo limpando-se a torre de extração e tomando-se todos os cuidados na manipulação do sistema, ainda assim, alguns grãos de fertilizantes (e o pó) podem ficar aderidos à torre, como mostra as Figuras 21 e 22. Isto obriga o analista a usar um pincel para a retirada do material que ficou aderido, mesmo assim, este procedimento pode gerar um desvio de resultados.

Figura 21 - Grãos e pó de fertilizantes aderidos à torre de extração de pó, antes de ser limpa

Grão de fertilizante
enroscado na grade.

Figura 22 - Grão e pó de fertilizante aderidos à torre de extração de pó, após limpeza

10 CONCLUSÃO

O método proposto apresenta diversas vantagens, como a portabilidade, a operação mais limpa e segura, no que diz respeito as questões de SMS (Segurança, Meio Ambiente e Saúde), a possibilidade de aplicação em diversos segmentos, principalmente, mas não só no setor de Mineração, entre outras vantagens, mas uma merece atenção especial: através dos ensaios realizados, concluiu-se que a precisão do método proposto é maior que o método hoje utilizado nestas medições.

No momento já se tem ensaios suficientes para poder-se propor a normatização do método, embora a quantidade de literatura encontrada sobre o assunto não foi abundante, e as referências que foram encontradas, são antigas, todavia foram as que foram encontradas.

O método foi desenvolvido principalmente para a utilização em fertilizantes, entretanto, pode ser aplicado em diversas outras áreas do segmento industrial, inclusive no monitoramento de ambientes explosivos, como a de silos de açúcar, soja, milho, farinha de trigo, entre outros, que seria de grande valia. Entenda-se como ambiente explosivo, todo aquele que tem a presença de pó inflamável que, através de uma fonte de ignição e mistura com o ar, pode gerar uma explosão.

O custo dos aparatos e materiais utilizados para as medições, utilizando-se este método, é relativamente baixo. O método proposto é de fácil (porém cuidadosa) manipulação e o treinamento para a sua condução é de fácil entendimento.

Necessário se torna, porém a pesquisa de mais variáveis e de novas áreas de aplicação o que gerará maiores subsídios para o desenvolvimento e o aprimoramento ainda maior deste método.

REFERÊNCIAS

- ASSOCIAÇÃO NACIONAL PARA A DIFUSÃO DE ADUBOS. ESTATÍSTICAS. **Principais indicadores do setor de fertilizantes**. [2006]. Disponível em: <<http://www.anda.org.br/index.php?mpg=03.00.00&ver=por>> Acesso em: jun. 2006.
- BABIN, J.J. Contribution of the understanding of hygroscopicity of fertilizers. **Hungarian Journal of Industrial Chemistry**, v. 17, p. 61-71, 1989.
- BHATTI, M.E. Quality control measures for developing of 10:20:20 grade fertilizers. **Fertilizer Research**, v. 28, n. 2, p. 213-216, 1991.
- BHATTHI, M.E. Physical properties comparative study of urea of different companies in Pakistan. **Fertilizer Research**, v. 32, n. 1, p. 13-17, 1992.
- BECKER, P. **Phosphates and phosphoric acid**. New York: Marcel Dekker, 1983. 585 p.
- BENEFICIATION of phosphates: technology advance and adoption. Littleton: Society for Mining and Exploration, 2010. 383 p.
- DA LUZ, A.B.; SALVADOR, L.M.A. **Manual de usinas de beneficiamento**. Rio de Janeiro: CETEM/CNPQ, 1989. 201 p.
- DIPANKAR D.E. *Indian council of Agricultural Research. Kirishi Bhawan*. New Delhi, 2003.
- FERTILIZER manual. Dordrecht: Kluwer/UNIDO/IFDC, 1998. p. 471: Physical properties of fertilizers.
- IAP. Gerencia de Controle de Qualidade. **Produção de fertilizantes, suas matérias primas e seus problemas de qualidade**. Cubatão, [198?]. Curso apostilado.
- GIRODO, A.C. Rochas fosfáticas no Brasil e no mundo: aspectos de geologia, mineração e beneficiamento. In: CURSO SOBRE FOSFATOS BRASILEIROS, São Paulo, 1977. **Anais**. São Paulo: IPT/PAA/EIM, 1977. p. 43-55.
- GREMILLION, L.R.; Mc CELLAN, G.H. Importance of chemical and mineralogical data in evaluating apatitic phosphate ores. **Transactions of the Society of Mining Engineers of AIME**, v. 270, p. 1975-1979, 1981.
- HEGNER, P.; JÄGER, L. **Hygroscopicity of fertilizer materials**. Prague: Research Institute of Inorganic Chemistry, 1976.
- HOFFMEISTER, G. Physical properties of fertilizers and methods for measuring them. **TVA Bulletin**, Y-147, p. 13-18, 1979.
- IBRAHIM, Y.A. **Product quality improvement on urea prills**. Trabalho apresentado a IFA Technical Conference, Hague, Netherlands, 1992.

KRUT'KO, N.P. et al. The effect of petroleum hydrocarbons on the properties of potassium fertilizers. **Khimicheskaya Promyshlennost**, Moscow, v. 6, p. 430-434, 1989.

KURSHINNIKOV, I.N.; CHELIKID, G.F. Methods of eliminating the caking of fertilizers. In: SOVIET-SWEDISH SYMPOSIUM ON THE BENEFICIATION OF PHOSPHATE ROCK, 1978, Tallinn, Estonia. **Proceedings**. [s.L.: s.n.], 1978. p. 180-186.

LOBO, M.G. Evolução e perspectivas da indústria nacional de fosfatos. In: ENCONTRO NACIONAL DE ROCHA FOSFÁTICA, 3. Brasília, DF, 1986. **Anais...** Brasília, DF: IBRAFOS, 1986. p. 82-90.

MERZ, A.R. et al. Hygroscopicity of fertilizers salts. **Industrial and Engineering Chemistry**, v. 25, n. 2, p. 136-138, 1933.

MOLDOVAN, I.; POPOVICI, N.; CHIVU, G. **The technology of mineral fertilizers**. London: The British Sulfur Corp Ltda, 1969. 793 p.

NIELSSON, F.T.(Ed.). **Manual of fertilizer processing**. New York: Marcel Dekker, p 125, 1987. 525 p.

RAHMAN, M.J.; BOZADJIEV, P.; PELOVSK, Y. Studies on the effects of some additives on the physicomechanical properties of urea-ammonium sulphate (4UAS) pellets. **Fertilizer Research**, v.38, p. 89-93, 1994.

ROBINSON, S.K. Edible oils prove value as dust suppressants. **Agribusiness Worldwide**, v.11, p. 12-17, Apr. 1989.

RUTLAND, D.W. **Manual for determining physical properties of fertilizer**: Reference Manual IFDC-R-10. 2nd. ed. Muscle Shoals: IFDC, 1993.

RUTLAND, D.W. **The effect of fertilizer physical properties on product quality and the methods used to evaluate them**. Trabalho apresentado ao FADINAP Asia Pacific Regional Symposium on Fertilizer Legislation, em Ho Chi Minh City, Vietnam, 1991.

SAUCHELLI, V. **Química y tecnología de los fertilizantes**. México: Compañía Editora Continental, 1966. 828 p.

SILVA JUNIOR, A.F. Rochas fosfáticas brasileiras. In: TECNOLOGIA DE FERTILIZANTES FOSFATADOS, São Paulo, 1980. **Anais**. São Paulo: CEFER/IPT, 1980. p. 30-51.

SILVA, R.M. (Org.) **Encontro técnico sobre qualidade da rocha fosfática**. Araxá, 1989.

SILVA, R.M. **Minerais associados às apatitas**: análise de sua influência na produção de ácido fosfórico e fertilizantes fosfatados. 1994. 78 f. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo.

SILVA, R.M.; CARVALHO, V.J. Processos Abrafos – produção de ácido fosfórico via dihidrato. In: ENCONTRO TÉCNICO SOBRE ÁCIDO FOSFÓRICO, São Paulo, 1985. **Anais**. São Paulo: Abquim, 1985. p. 14-21.

SILVA, R.M.; CARVALHO, V.J. Produção de fertilizantes fosfatados a partir de rochas fosfáticas de Araxá. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DE PRODUÇÃO DE FERTILIZANTES, São Paulo, 1988. **Anais**. São Paulo: Cefer/IPT, 1988. p. 87-95.

SILVA, R.M.; LOBO, M.G. Produção de fertilizantes fosfatados. In: SIMPÓSIO SOBRE FERTILIZANTES NA AGRICULTURA BRASILEIRA, Brasília, DF, 1984. **Anais**. Brasília, DF: Embrapa/ANDA, 1984. p. 98-112.

SKVIRSKI, L.I.; CHISTYAKOV, A.A.; KOZEL, Z.L. **Production of non-dusting and non-caking potash fertilizers**. Apresentado a 2nd International Potash Technology Conference, Hamburg, Germany, May 26-29, 1991:Kali 91.

SLACK, A.V. **Phosphoric acid**. New York: Marcel Dekker, 1968. p. 4-16.

SLACK, A.V. **Phosphoric acid**. New York: Marcel Dekker, 1968 p. 643-644.

STRATHDEE, G.G. Managing potash product quality in global markets. **Phosphorus and Potassium**, n. 193, Sept./Oct. 1994.

TENNESSEE VALLEY AUDITHORY. Environmental Research Center. **TVA procedures of determining physical properties of fertilizers**. Muscle Shoals, AL, 1970. (Special Report, n. S-444).

U.S. GOVERNMENT. Department of Agriculture. **Superphosphate**: its history, chemistry and manufacture. Washington, D.C., 1964. 349 p.

VAN DE WALLE, R.H. The benefits of using binders/conditioners in fertilizers granulation. **Fertilizer Focus**, v. 6, p. 86-91, Sept. 1990.