

# CAPÍTULO 6 – ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR PIPETA DE ANDREASEN

## **Rosa Malena Fernandes Lima**

Engenheira de Minas/UFOP, Mestre e Doutora em  
Tecnologia Mineral/UFMG  
Professora Adjunta do Departamento de  
Engenharia de Minas, Escola de Minas/UFOP

## **José Aurélio Medeiros da Luz**

Engenheiro de Minas/UFOP, Mestre e Doutor em  
Tecnologia Mineral/UFMG  
Professor Adjunto do Departamento de  
Engenharia de Minas, Escola de Minas/UFOP



## 1. INTRODUÇÃO

A análise granulométrica de partículas sólidas compreende a determinação de tamanhos, bem como a frequência com que as mesmas ocorrem em uma determinada classe ou faixa de tamanho. Em tratamento de minérios, a análise granulométrica é aplicada para (Lima e Luz, 2001):

- (i) determinar o grau de liberação dos minerais valiosos em relação aos minerais de ganga nas várias faixas de tamanho, além de direcionar a seleção da granulometria de moagem do minério;
- (ii) obter curvas de partição de classificadores, usadas na avaliação das etapas de britagem, moagem e classificação;
- (iii) avaliar a eficiência de peneiramento industrial;
- (iv) controlar as especificações de tamanho de produto final.

Para partículas que possuem forma geométrica regular, como esfera, cilindro ou cubo, a determinação convencional do tamanho das mesmas se dá segundo as medidas das suas dimensões geométricas. Nas usinas de beneficiamento de minérios, a maioria das partículas minerais possui forma irregular. Esse fato exige o uso do conceito de tamanho equivalente, que é determinado pela medida de uma propriedade dependente do tamanho da partícula, relacionando-a a uma dimensão linear. Consta no Quadro 1, uma lista de definições de tamanho equivalente de partículas (Lima e Luz, 2001).

Existem diversas técnicas de análise granulométrica, que se aplicam a faixas granulométricas bem definidas. A escolha da técnica adequada para se efetuar a análise granulométrica de um determinado material vai depender do tamanho das partículas desse material. No Quadro 2 estão relacionadas algumas técnicas de análise granulométrica com suas respectivas faixas de aplicação.

Quanto à forma, as partículas podem ser classificadas em acicular, angular, cristalina, dendrítica, lamelar, granular, irregular, modular ou esférica.

Quadro 1 – Lista de definições de tamanho equivalente de partículas.

Símbolo	Nome	Propriedade equivalente
$X_v$	Diâmetro volumétrico	Volume
$X_s$	Diâmetro superficial	Superfície
$X_{sv}$	Diâmetro de superfície volumétrica	Razão área/volume
$X_d$	Diâmetro de arraste	Resistência ao movimento da partícula em um mesmo fluido a uma mesma velocidade
$X_f$	Diâmetro de queda livre	Velocidade de queda livre no mesmo líquido, partícula de mesma densidade
$X_{st}$	Diâmetro de Stokes	Velocidade de queda livre se a lei de Stokes é aplicada ( $Re < 0,2$ )
$X_A$	Diâmetro da peneira	Passagem através de uma abertura quadrada
$X_a$	Diâmetro da área projetada	Área projetada da partícula em sua posição mais estável
$X_p$	Diâmetro da área projetada	Área projetada da partícula em uma posição aleatória
$X_c$	Diâmetro do perímetro	Perímetro do contorno externo da partícula
$X_F$	Diâmetro de Ferret	Diâmetro entre duas tangentes em lados opostos da partícula
$X_M$	Diâmetro de Martin	Comprimento da linha que divide a imagem da partícula
$X_{CH}$	Diâmetro da corda máxima	Comprimento máximo de uma linha limitada pelo contorno da partícula.

Fonte: Svarovsky, 1981

As formas das partículas influenciam propriedades, tais como: fluidez, empacotamento, interação com fluidos e poder de cobertura de pigmentos. A determinação do tamanho de uma mesma partícula, utilizando diferentes técnicas, pode resultar em valores diferentes, à medida que a forma da mesma se distancia de uma esfera. Daí a razão de se aplicar fatores de correção para transformar as medidas obtidas de uma técnica para outra e vice-versa. Quando é necessária a análise em faixa granulométrica ampla que reúne dois métodos experimentais, o procedimento usual consiste em fazer uma varredura com sobreposição parcial. Assim, torna-se possível compatibilizar as duas curvas em termos de concordância geométrica, na região de transição dos métodos utilizados (Lima e Luz, 2001).

Quadro 2 – Métodos de laboratório para medida de tamanho de partícula.

Método	Intervalo ( $\mu\text{m}$ )	Tamanho de partícula	Distribuição de tamanho
Peneiramento i - Tela de arame ou crivo ii - Tela eletroformada	37-4000 5-120	$X_A$	Massa
Microscopia i - óptica ii - eletrônica	0,8-150 0,01-5	$X_a, X_F, X_M$ $X_{SH}, X_{CH}$	Número
Sedimentação gravítica i - incremental (exceto fotossedimentação) ii - cumulativa	2 - 100 2 - 100	$X_{St}, X_f$ $X_{St}, X_f$	Massa, superfície Massa
Sedimentação centrífuga i - camadas - incremental e cumulativa ii - homogênea - incremental	0,01 - 10 -	$X_{St}, X_f$ $X_{St}, X_f$ -	Massa -
Classificação em fluxo i - elutrição gravítica (seco) ii - elutrição centrífuga (seco) iii - impactores (seco) iv - ciclone	5 -10 2 - 50 0,3 - 50 5 - 50	$X_{St}, X$ $X_{St}, X_f$ $X_{St}, X_f$ $X_{St}, X_f$	Massa Massa Massa Número
Coulter (úmido)	0,8 - 200	$X_v$	Número
Contador de partículas (úmido ou seco)	0,3 - 10	$X_p, X_s$	Número
Determinação de área superficial: permeamtria, difusão e adsorção gasosa, adsorção de solução e fluxo microcalorimétrico	2 - 9.000	$X_{sv}$	Superfície volumétrica

Fonte: Svarovsky, 1981

Dentre os parâmetros que descrevem a forma de partículas, são comuns os índices de Hausner (Kaye, 1997) e a esfericidade (Shinohara,1997). Os índices morfológicos de Hausner para uma partícula mineral são:

$$\text{Fator de alongação} \quad E = a / c \quad [1]$$

$$\text{Bulkness} \quad B = (A)/(axb) \quad [2]$$

$$\text{Fator superficial} \quad F_s = (C^2)/(12,6xA) \quad [3]$$

Nos índices de Hausner, **a** e **b** são as arestas do retângulo envolvente de área mínima; **A** é a área projetada e **C** é o perímetro da secção inscrita pelo retângulo. Já a esfericidade  $\Psi$  é dada pela razão entre a área superficial da esfera de mesmo volume ( $V_p$ ) que a partícula e a área superficial desta ( $A_p$ ). Isto é:

$$\Psi = \frac{\text{área da esfera de volume } V_p}{\text{área da partícula de volume } V_p} = \frac{\sqrt[3]{6} \cdot (6V_p)^{2/3}}{A_p} \quad [4]$$

onde:

$V_p$  – volume da partícula;

$A_p$  – área da partícula.

Neste Capítulo será enfatizada a análise granulométrica de partículas sólidas, usando pipeta de Andreasen. Ressalta-se que esta técnica de análise, bem como todas as outras que utilizam a lei de Stokes, restringem-se à aplicação de materiais que tenham uma densidade aproximadamente uniforme de seus constituintes. Portanto, não é aconselhável a utilização da mesma para analisar finos de minérios que possuam vários minerais de densidades diferentes. Neste caso, seria aplicável o método, desde que se tivesse grau de liberação elevado entre as espécies e se dispusesse de recurso analítico para quantificação de proporções de alíquotas sólidas diminutas (na faixa de 0,05 a 0,5 g).

## 2. PIPETA DE ANDREASEN

A pipeta de Andreasen consiste de um cilindro graduado (0 a 20 cm de altura) e volume entre 500 e 600 mL, quando preenchida até a marca de 20 cm. Possui uma haste conectada a um bulbo graduado de 10 mL por meio de uma torneira de duas vias para possibilitar a coleta de alíquotas (Figura 1), durante

a realização do ensaio. É uma técnica de análise granulométrica que se baseia na lei de Stokes, a qual é válida para regime de escoamento laminar (número de Reynolds menor ou igual a 0,2) e cuja fórmula é a seguinte:

$$v = \frac{d^2 g (\rho_s - \rho_f)}{18 \eta} = \frac{h}{t} \quad [5]$$

onde:

- v velocidade terminal da partícula (m/s);
- d diâmetro da partícula (m);
- $\eta$  viscosidade dinâmica do fluido (Pa.s = kg.m<sup>-1</sup>s<sup>-2</sup>);
- $\rho_s$  massa específica do sólido (kg.m<sup>-3</sup>);
- $\rho_f$  massa específica do fluido (kg.m<sup>-3</sup>);
- g aceleração da gravidade (m.s<sup>-2</sup>);
- h distância percorrida na sedimentação (submergência da pipeta) (m);
- t tempo de sedimentação (s).

O diâmetro crítico ou máximo de partícula em que a lei de Stokes pode ser aplicada é calculado pela seguinte fórmula:

$$d = \left[ \frac{3,6 \eta^2}{g (\rho_s - \rho_f)} \right]^{1/3} \quad [6]$$



Figura 1 – Pipeta de Andreasen; montagem (sem suspensão) e detalhe do bulbo e da torneira de duas vias (DEMIN/EM/UFOP).

### 3. PROCEDIMENTO PARA REALIZAÇÃO DO ENSAIO

- (i) Preparar uma dispersão do sólido na concentração de 0,2 a 1% p/v. O líquido utilizado pode ser água destilada ou solução dispersante, que é mais aconselhável. Orr Jr. e Dallavale (1959) preconizam a umectação prévia das partículas durante cinco minutos, em 45 mL de solução de silicato de sódio (com concentração entre 5 e 10 g/l), antes da diluição, com água destilada, até o volume de suspensão necessário ao ensaio. Hexametáfosfato de sódio também costuma ser eficaz. A dispersão pode ser conseguida também em banho de ultra-som.
- (ii) Agitar a suspensão por inversão manual da pipeta por um período de 1 min. O tempo zero é aquele no qual a agitação foi cessada.



- (iii) Efetuar a coleta das alíquotas. A primeira alíquota, coletada imediatamente no início (suspensão homogênea), permitirá a determinação da concentração inicial real ( $C_{0r}$ ), cujo valor situa-se sempre próximo ao da teórica ( $C_0$ ). A coleta da segunda alíquota, em geral, deverá ser feita após 1 min. Uma escala de tempo aceitável é uma progressão de 2:1 para permitir que o tamanho de partículas, calculado pela lei de Stokes seja uma progressão geométrica de razão  $(2)^{-0.5}$ .
- (iv) Limpar a pipeta cerca de 10 s antes da retirada da alíquota, fazendo-se a sucção de 5 mL de água destilada de um béquer de capacidade de 25 mL, os quais são removidos, assim que o ar é cuidadosamente soprado para dentro do bulbo de 10 mL (com a torneira mantida aberta para a água de limpeza retornar ao béquer). Assim, a pipeta é esvaziada e preparada para a próxima coleta.
- (v) Registrar a submersão (h) da ponta da pipeta na suspensão, a cada coleta de alíquota, permitindo a inserção dos valores lidos na fórmula de Stokes, para o cálculo dos diâmetros das partículas calculando-se:  $v = h/t$ , e t corresponde ao tempo transcorrido até a coleta).
- (vi) Secar e pesar as alíquotas (em balança de precisão mínima de miligrama) para construção das Tabelas 1 e 2 de distribuição granulométrica.
- (vii) Construir a tabela de distribuição granulométrica.
- (viii) Plotar a curva de distribuição granulométrica. No eixo das abscissas, os valores do tamanho em  $\mu\text{m}$  e, nos eixos das ordenadas, a frequência acumulada, usando escala logarítmica nos dois eixos.

Note-se que pode ser vantajoso o uso de líquidos orgânicos (exemplo a acetona) como fluido contínuo, quando o sistema particulado consistir de materiais hidrofóbicos, como aerossóis, ou seja, efluentes de chaminés de sistemas de combustão imperfeita.

Na Tabela 2 e na Figura 2 há um exemplo prático para a determinação da distribuição granulométrica por meio da pipeta de Andreasen. As condições experimentais do referido exemplo são:

- (i) amostra de apatita;
- (ii) temperatura do ensaio deve sempre ser mantida em torno de 23°C;
- (iii) massa específica real -  $\rho = 3.050 \text{ kg.m}^{-3}$ ;
- (iv) dispersante - Cataflot P-40 (concentração de  $2 \text{ kg.m}^{-3}$  e pH 9);
- (v) viscosidade dinâmica do fluido -  $\eta = 0,002 \text{ Pa.s}$  (2 cP);
- (vi) concentração inicial real (corrigida) -  $C_{or} = 43,01 \text{ kg.m}^{-3}$ .

Tabela 1 – Determinação da distribuição granulométrica da amostra X, utilizando pipeta de Andreasen (volume da pipeta:  $V_{pip} = 0,010 \text{ L}$ ).

Tamanho ( $\mu\text{m}$ )	Concentração de sólidos	Frequência (%)		
		Acumulada aparente		Acumulada corrigida
	(g/L)	Menor que	Menor que	Maior que
$d_1$	$C_1 = m_1/V_{pip}$	$F_1 = C_1/C_0 \times 100$	$Y_1 = C_1/C_{0r} \times 100$	$100 - Y_1$
$d_2$	$C_2 = m_2/V_{pip}$	$F_2 = C_2/C_0 \times 100$	$Y_2 = C_2/C_{0r} \times 100$	$100 - Y_2$
$d_n$	$C_n = m_n/V_{pip}$	$F_n = C_n/C_0 \times 100$	$Y_n = C_n/C_{0r} \times 100$	$100 - Y_n$
Total	-	-	100	0

Os dados empíricos podem ser trabalhados matematicamente em planilha ou programa adequado à regressão estatística. Assim, usando o programa *Easyplot* de regressão não linear para os dados da apatita, Tabela 2, obtém-se (com correlação estatística de 99,9%) a seguinte equação de Rosin-Rammler-Sperling-Benet, a qual descreve bem o sistema particulado, em termos de percentagem passante acumulada:

$$F = 100 \left[ 1 - e^{-\left(\frac{x}{x_0}\right)^n} \right] \quad [7]$$

Com o valor dos parâmetros de escala:  $x_0 = 24,4 \mu\text{m}$  e a agudez  $n = 0,711$ , resulta em um tamanho mediano  $x_{50} = 14,5 \mu\text{m}$ .

Tabela 2 – Exemplo de caracterização granulométrica de particulados utilizando pipeta de Andreasen (sem correção morfológica).

Nº	t (s)	h (m)	d ( $\mu\text{m}$ )	C ( $\text{kg.m}^{-3}$ )	C/C <sub>0</sub> (%)	Y = C/C <sub>0r</sub> (%)	Y' = 100 - Y (%)
1	0	0,275	-	37,38	100,00	86,91	13,09
2	300	0,268	40,0	32,56	87,11	75,70	24,30
3	900	0,262	22,8	26,16	69,98	60,82	39,18
4	2.700	0,257	13,1	20,83	55,72	48,43	51,57
5	9.000	0,252	7,1	14,83	39,67	34,48	65,52
6	27.000	0,248	4,1	10,19	27,26	23,69	76,31
7	82.800	0,243	2,3	7,05	18,86	16,39	83,61
8	112.500	0,238	1,9	6,61	17,68	15,37	84,63

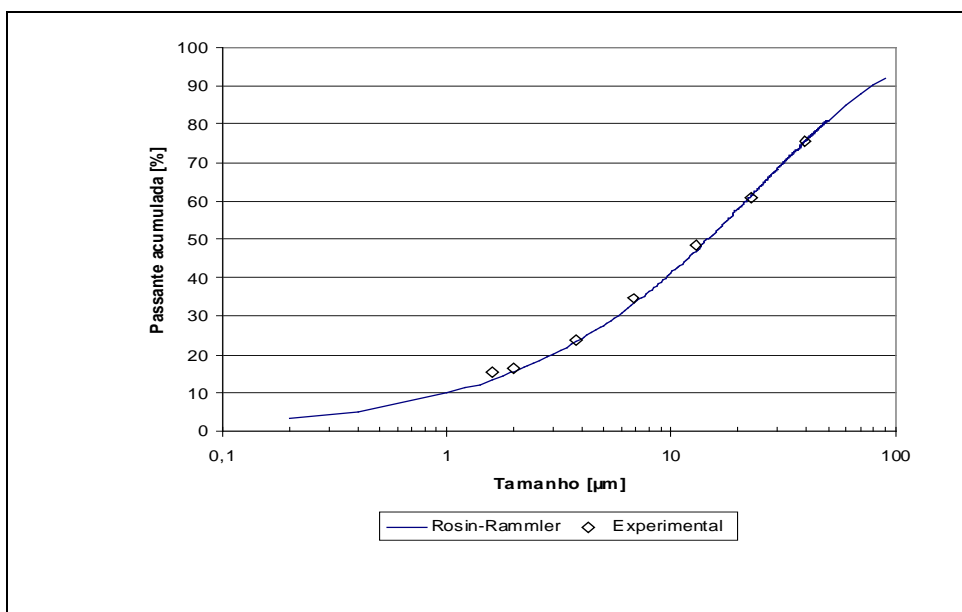


Figura 2 – Curva da distribuição granulométrica da amostra de apatita, referente aos dados da Tabela 2.

Note-se que, por vezes, é feita uma correção morfológica para os dados empíricos, buscando-se maior aderência entre os resultados via método de peneiramento e aqueles obtidos por sedimentação. Nesse caso, pode-se usar a expressão abaixo (em função do número de Reynolds e da esfericidade), extensão interpolativa das fórmulas de correção morfológica de Christiansen-Pettyjohn (Geldart, 1990):

$$f_{\text{morf}} = \left[ 0,843 \log \left( \frac{\psi}{0,065} \right) - \left( \sqrt{\frac{0,43}{5,31 - 8,88\psi}} \right) \left( \frac{1.000 - \text{Re}}{1.000 - 0,2} \right) + \sqrt{\frac{0,43}{5,31 - 8,88\psi}} \right] [8]$$

Como na aplicação da técnica de Andreasen o regime é puramente laminar ( $\text{Re} < 0,2$ ), o fator morfológico reduz-se a:

$$f_{\text{morf}} = 0,843 \log \left( \frac{\bullet}{0,065} \right). [9]$$

A velocidade de Stokes deverá ser corrigida pela expressão:

$$\bullet_{\text{Stokes}} = \frac{\bullet}{f_{\text{morf}}} = \frac{h/t}{f_{\text{morf}}} [10]$$

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Allen, T. Incremental Methods of Sedimentation Size Analysis. Chapter 9. In: Particles Size Measurement. Powder Technology. Third Edition. Scarlett, B. Editor, 1981, p.267-297.
- Geldart, D. Estimation of Basic Particle Properties for Use in Fluid-Particle Process Calculations. Powder Technology. Volume 60, n. 1, January, 1990, p.1-13.
- Kaye, B. H. Particle Shape Characterization. In: Fayed, M. E. & Otten, L. (ed.) Handbook of Powder Science & Technology (2<sup>d</sup> ed.). New York: Chapman & Hall, 1997, 898p.
- Lima, R. M. F.; Luz, J. A. M. Análise Granulométrica por Técnicas que se Baseiam na Sedimentação Gravitacional. Parte I: Lei de Stokes. Revista Escola de Minas. v. 54, n. 2, 2001, p.155-159.

Orr Jr.; C. Dallavale, J. M. Fine Particle Measurement. New York: Macmillan, 1959, 353 p.

Shinohara, K. Fundamental and Rheological Properties of Powders. In: Fayed, M. E. & Otten, L. (ed.) Handbook of Powder Science & Technology (2<sup>d</sup> ed.). New York: Chapman & Hall, 1997, 898p.

Svarovsky, L. Characterization of Particles Suspended in Liquids. Chapter 2. In: Solid-Liquid Separation. (2d Edition). Butterworths & Co Ltd., 1981, p.8-32.