UNIVERSIDADE DE UBERABA ARLINDO ANASTÁCIO DE CAMPOS BIANCA PAULA DE OLIVEIRA

ANÁLISE COMPARATIVA DE MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DE DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA EM FERROLIGAS: PENEIRAMENTO E ANÁLISE DE IMAGEM

UBERABA/MG

2018

ARLINDO ANASTÁCIO DE CAMPOS BIANCA PAULA DE OLIVEIRA

ANÁLISE COMPARATIA DE MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DE DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA EM FERROLIGAS: PENEIRAMENTO E ANÁLISE DE IMAGEM

Monografia apresentada ao curso de Engenharia Química da Universidade de Uberaba, como requisito para a obtenção do título em de Bacharel em Engenharia Química.

Orientador: Prof. Dr. José R. Delalibera Finzer

UBERABA/MG

2018

ARLINDO ANASTÁCIO DE CAMPOS

BIANCA PAULA DE OLIVEIRA

ANÁLISE COMPARATIVA DE MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DE DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA EM FERROLIGAS: PENEIRAMENTO E ANÁLISE DE IMAGEM

Monografia apresentada ao curso de Engenharia Química da Universidade de Uberaba, como requisito para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química.

Trabalho de Conclusão de Curso defendido e aprovado em _____ de _____ 2018, pela banca examinadora constituída pelos professores:

Dr. José Roberto Delaliera Finzer UNIVERSIDADE DE UBERABA

ANA PAULA SILVA UNIVERSIDADE DE UBERABA

Aos meus pais, à minha esposa, aos meus filhos, aos meus colegas de trabalho e de estudo.

Arlindo Anastácio de Campos

Dedico este trabalho a meu pai Daniel e minha mãe Márcia pelo carrinho, confiança e afeto durante minha existência. Amo vocês.

Bianca Paula de Oliveira

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pelas bênçãos e luz no caminho até a escolha e realização do curso de Engenharia Química.

À minha amada esposa, Maria do Carmo, cuja ajuda foi fundamental em todo o período de realização do curso, e sem a qual esta conquista não seria possível. Obrigado por assumir o papel de suporte e por compreender os momentos de ausência, mesmo quando eu estava em casa.

Aos meus filhos Pedro e Ana, por serem minha motivação a por entenderem os momentos de ausência em suas vidas.

À CBMM, pela ajuda e suporte financeiro a mim dispensados.

A todos os meus professores, que pacientemente foram construtores do conhecimento necessário para que esta conquista fosse possível.

Aos meus colegas de turma, pelas vezes em foram me ajudaram, principalmente em função de ausências nas aulas.

Arlindo Anastácio de Campos

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus, por me proporcionar à vida para que eu consiga atingir meus objetivos.

Agradeço toda minha família, meus irmãos e em especial meus pais (Daniel e Márcia) pelos ensinamentos e exemplo de pessoas que representam em minha vida.

Agradeço o meu colega Arlindo Anastácio de Campos pela parceria. Fico muito feliz em estar dividindo com você a elaboração deste trabalho, você é especial.

De uma forma carinhosa, a todos os amigos que fizeram parte deste caminho acadêmico e juntos conseguimos mais uma vitória.

Agradeço ao corpo docente pela dedicação e aprendizado durante o curso. Em especial ao meu orientador Dr. José R. Delalibera Finzer pelas orientações, conhecimento e elaboração deste trabalho.

Enfim, agradeço a todos que de uma forma ou de outra me ajudaram no desenvolvimento deste trabalho. Obrigada a todos.

Bianca Paula de Oliveira

Há um tempo em que é preciso abandonar as roupas usadas, que já tem a forma do nosso corpo, e esquecer os nossos caminhos, que nos levam sempre aos mesmos lugares. É o tempo da travessia: e, se não ousarmos fazê-la, teremos ficado, para sempre, à margem de nós mesmos.

Fernando Pessoa

RESUMO

A determinação do tamanho de partículas e distribuição granulométrica é aplicada diversos tipos de materiais podendo ter diferentes fins, desde a classificação de um material para avaliar as possibilidades de uso em determinado processo, à verificação de um produto frente a uma especificação. Um dos métodos mais utilizados para análises granulométricas, e um dos mais tradicionais, é o peneiramento. Este método consiste em passar uma amostra do material por uma série de peneiras com diferentes tamanhos de abertura e dispostas verticalmente, quantificando-se a fração do material retida em cada peneira. Contudo, ao longo dos anos e com o surgimento de novas tecnologias novos métodos e equipamentos têm sido criados para a realização de análises granulométricas, com objetivo de atender a faixas de tamanho e materiais específicos. Em função disso vários estudos têm sido feitos para comparar diferentes métodos e equipamentos de análise para determinar aplicabilidades e desempenhos analíticos. No entanto, a grande maioria dos estudos comparativos encontrados são destinados a materiais como solo e sedimentos. Este trabalho apresenta um estudo comparativo de duas técnicas para análise granulométrica de amostras de uma ferroliga: o peneiramento e a análise de imagem utilizando equipamentos CPA (*Computerized Particle Analyzer*). O estudo foi conduzido através da análise de amostras de diferentes classificações granulométricas em ambos os métodos, analisando cada amostra pelas duas técnicas e avaliando os resultados através de análise estatísticas, e mostrou que o equipamento CPA conduz a resultados estatisticamente semelhantes para todas as faixas de tamanho estudadas.

Palavras-chave: CPA, granulometria, peneiramento, ferroliga.

ABSTRACT

The particle size determination and grain size distribution analysis are applied to a great variety of materials and can be used for different reasons: since material classification for processes usage possibilities evaluation, to material checking against a technical specification. One of the most used method for grain size analysis is the sieving method. This method is based on passing a sample of the material through a set of sieves of different aperture sizes and vertically disposed, and the guantifying the material fraction retained in each of the sieves. However, over the years and with the advent of new technologies, new equipment and methods for grain size analysis have been developed in order to comply with different grain size ranges and materials types. Thus, various studies have been carried out in order to compare different methods and determine its applicability and analytical performance. Nevertheless, the majority of these studies are related to materials like soils and sediments. This study presents a comparison between two methods for grain size analysis in ferroalloy: sieving and image analysis by using CPA (Computerized Particle Analyzer) equipment. The study was carried out through the analysis of samples with various grain size classification in both methods, analyzing all the samples in both test methods, followed by a statistical evaluation of the results. The study showed that CPA provide results statistically similar to those obtained in sieving method, for all the grain size ranges studied.

Keywords: CPA, grain size, sieving, ferroalloy.

LISTA DE FIGURAS

-igura 1 – Técnicas para determinação do tamanho de partículas	.18
-igura 2 - Diferentes diâmetros de esferas equivalentes gerados a partir de uma partícula irregular	.19
Figura 3 - Interação do raio de luz com uma partícula esférica, (a) ângulos difratados e (b) um padrão difração	de .25
Figura 4 - Peneirador vibratório e peneiras retangulares	.32
Figura 5 - Computerized Particle analyzer - CPA 2-1	.33
Figura 6 - Computerized Particle analyzer - CPA 4-2	.34
Figura 7 - Componentes básicos do CPA	.35
Figura 8 - Diâmetros de Ferret	.36
-igura 9 - Curvas granulométricas, antes após aplicação de correlação: faixa <2 mm	.40
-igura 10. Curvas granulométricas, antes após aplicação de correlação: faixa 1-12,5 mm	.40
-igura 11. Curvas granulométricas, antes após aplicação de correlação: 10-30 mm	.40
Figura 12. Curvas granulométricas, antes após aplicação de correlação, para faixa 3-15 mm	.41
Figura 13. Resultados obtidos para o tamanho de 2 mm, para material <2 mm	.42
Figura 14. Resultados obtidos para o tamanho de 12,5 mm, para material 1 a 12,5 mm	.42
Figura 15. Resultados obtidos para o tamanho de 1 mm, para material 1 a 12,5 mm	.43
Figura 16 - Resultados obtidos para o tamanho de 15 mm, para material 3 a 15 mm	.43
Figura 17 - Resultados obtidos para o tamanho de 3 mm, para material 3 a 15 mm	.44
Figura 18. Resultados obtidos para o tamanho de 10 mm, para material 10 a 30 mm	.44
Figura 19. Resultados obtidos para o tamanho de 10 mm, para material 10 a 30 mm	.45
Figura 20. Resultados obtidos para o tamanho de 30 mm, para material 10 a 30 mm	.45
-igura 21. Efeito da forma da partícula na análise por peneiramento	.49

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Aplicações da análise granulométrica	17
Tabela 2 - Métodos para análise de tamanho de grão e suas características	20
Tabela 3 - Estudos comparativos entre métodos de análise granulométrica	21
Tabela 4 - Escalas granulométricas	28
Tabela 5. Informações sobre os arquivos de correlação	39
Tabela 6. Avaliação estatística para resultados de % acumulado retido em 2 mm: CPA 2-1	46
Tabela 7. Avaliação estatística para resultados de % acumulado retido em 1 mm: CPA 2-1	46
Tabela 8. Avaliação estatística para resultados de % acumulado retido em 12,5 mm: CPA 2-1	47
Tabela 9. Avaliação estatística para resultados de % acumulado retido em 3 mm: CPA 2-1	47
Tabela 10. Avaliação estatística para resultados de % acumulado retido em 15 mm: CPA 2-1	47
Tabela 11. Avaliação estatística para resultados de % acumulado retido em 10 mm: CPA 2-1	48
Tabela 12. Avaliação estatística para resultados de % acumulado retido em 10 mm: CPA 4-2	48
Tabela 13. Avaliação estatística para resultados de % acumulado retido em 30 mm: CPA 4-2	48

SUMÁRIO

CAPÍ	ГULO I	14
1. IN	ITRODUÇÃO	14
,		
CAPI	ГULО II	17
2. DI	ESENVOLVIMENTO	
2.1.	Análise Granulométrica	17
2.2.	Sedimentação	23
2.3.	Análise por difração a Laser	24
2.4.	Peneiramento	26
2.5.	Análise de Imagem	29
CAPÍ	TULO III	
3. M	ETODOLOGIA	
3.1.	Amostragem	
3.2.	Método referência: peneiramento	
3.3.	Método em avaliação: Análise de Imagem	
3.4.	Avaliação dos resultados	
CAPÍ	ГULO IV	
4. RE	SULTADOS E DISCUSSÃO	
4.1.	Determinação dos arquivos de correlação	
4.2.	Curvas granulométricas – CPA	
4.3.	Análise comparativa dos resultados	41
4.4.	Observações adicionais	
4.5.	Vantagens e desvantagens do uso de cada uma das técnicas	51
CAPÍ	TULO V	53
5. CC	DNCLUSÕES	
-	•	
REFE	RENCIAS	54

CAPÍTULO I

1. INTRODUÇÃO

Em mundo cada vez mais globalizado, a busca pelo sucesso e maximização do desempenho tem sido o objetivo das organizações. Para que este máximo desempenho seja alcançado é necessário o aumento da qualidade dos produtos ou serviços. A qualidade por sua vez está intrinsicamente relacionada a estabilidade de todo o processo, já que quanto mais se consegue aplicar um padrão, isto é, quanto mais se chega a redução da variabilidade, menor serão o desperdício de tempo e recursos. Isto é conseguido através do controle de qualidade que, para Campos (2004) consiste em definir padrões com base nas necessidades das pessoas, trabalhar conforme estes padrões e melhorar continuamente estes mesmos padrões, para aumentar a satisfação das pessoas.

Como parte integrante do controle da qualidade de muitos processos, a granulometria das partículas possui uma função importante e todo o conhecimento que se possa adquirir com relação a distribuição deste tamanho é bastante funcional (CENTERI, 2015). Segundo Wedd *et al.* (2018), a determinação do tamanho de partículas é um dos elementos chave para assegurar e prever a performance e consistência de produtos, e a gama de materiais e processos para os quais a granulometria é importante é vasta. Na produção de ferroligas, o controle da granulometria da partícula pode haver impossibilidade do produto. Dependendo da granulometria da partícula pode haver impossibilidade de se utilizá-lo para alguma finalidade específica, pois cada tipo de aplicação requer uma determinada distribuição granulométrica. Este parâmetro indica se um determinado lote atende ou não as especificações técnicas e ainda se um determinado processo está com o desempenho esperado. No meio científico, a distribuição granulométrica é de fundamental importância para a caracterização de materiais e/ou determinação das influências do tamanho das partículas em processos diversos.

Uma das técnicas mais utilizadas para análise granulométrica de materiais a granel é o peneiramento, contudo existem diversos outros métodos para determinação de tamanho de partícula e distribuição granulométrica, que podem ser destinadas a faixas de tamanho ou materiais específicos. De acordo com Centeri (2015), em função de sua longa história, a determinação do tamanho de partículas pode ser realizada através de várias técnicas com diferentes graus de precisão, sendo todos os resultados influenciados pelo fato de apenas ser possível expressar tamanho de partícula com referência a esferas, mesmo para partículas de forma irregular. Ao longo das últimas décadas diversas novas técnicas para análise granulométrica foram desenvolvidas em função da aplicação de novas tecnologias (STEFANO *et al.*, 2010). No entanto, diferentes técnicas podem se basear em diferentes princípios e em função disso produzir resultados diferentes entre si (PAPINI, 2003). Dessa forma, quando se deseja substituir uma técnica de análise por outra, ou promover uma comparação de resultados obtidos através de diferentes técnicas, se faz necessária a avaliação quanto a diferença entre os resultados produzidos pela técnica empregada e pela que se pretende usar em substituição/comparação e, dessa forma, determinar a aplicabilidade ou não da metodologia avaliada.

Em muitos casos, após a finalização do processo, as indústrias geralmente repassam seus produtos a outras etapas, e até outros lugares. Muitos materiais cruzam as barreiras nacionais e em função disso se torna necessário declarar os métodos utilizados para determinação da granulometria desses materiais, para se evitar questionamentos desnecessários (WEDD et al., 2018). Um dos problemas ligados a determinação da granulometria, é o fato de que diferentes métodos para análise de tamanho de partículas, em geral, não são equivalentes entre si, uma vez que se baseiam em princípios diferentes. No meio industrial essas diferenças podem ser responsáveis por incompatibilidade de resultados, gerando dúvida sobre qual técnica é a mais adequada ou correta. Em muitos casos, há uma perda de recursos e tempo nas atividades destas empresas. Assim, perde-se em material, disponibilidade de mão de obra e ocorrem atrasos na entrega dos produtos. Isso impacta todos os setores envolvidos, direta ou indiretamente. Em função disso, se torna fundamental conhecer as diferenças existentes entre os resultados fornecidos por diferentes técnicas de análise granulométrica, a fim de que possíveis discrepâncias sejam evitadas ou previamente conhecidas.

Neste trabalho, realizou-se a comparação de dois métodos para determinação de distribuição granulométrica, sendo um instrumental, utilizando equipamentos CPA (*Computerized Particle Analyzer*), da fabricante Haver & Boecker™, e outro convencional, utilizando peneiras, e posterior avaliação e análise dos resultados obtidos com os dois métodos. Ainda, foram propostas soluções para as variabilidades encontradas. Por se tratar de técnicas baseadas em diferentes princípios, é esperada a

necessidade de aplicação de fatores de correção aos resultados obtidos pelo equipamento em teste (CPA), para que se obtenha através desta técnica resultados semelhantes àqueles fornecidos pelo método utilizado como referência (peneiramento).

Diante disso, este trabalho teve como objetivo avaliar os resultados gerados a partir das duas diferentes técnicas de análise granulométrica, discutindo possíveis disparidades e suas causas. Ao longo do estudo, foi também avaliado o desempenho de correções por fator de forma, tabela de alocação e regressão linear, analisando qual destas ferramentas (já oferecidas pelo próprio *software* do equipamento CPA) fornece resultados correspondentes ao método por peneiramento.

Para isso, realizou-se análise de amostras de uma ferroliga pelas duas metodologias propostas. Foram coletadas e analisadas diversas amostras de diferentes faixas granulométricas. Cada amostra foi analisada pelo método de peneiramento e posteriormente pelo equipamento CPA. Os resultados obtidos para cada faixa granulométrica foram utilizados para avaliação da aplicação de correções, denominados arquivos de correlação, que pudessem levar o CPA a fornecer resultados similares aos obtidos pelo método de peneiramento. Uma vez definida a forma de correção e obtido o arquivo de correlação, foram analisadas amostras pelas duas técnicas para comparação de resultados. Para cada faixa de tamanho estudada os resultados foram avaliados a través do teste de *t-sudent*, sendo considerados similares os resultados quando o valor de dados avaliados, considerando um nível de significância de 5%.

Este trabalho será apresentado em cinco capítulos, incluindo este primeiro que o apresenta.

O capítulo II apresenta uma breve revisão bibliográfica sobre o tema estudado, descrevendo o princípio envolvido e as técnicas mais utilizadas no mercado.

O capítulo III apresenta a metodologia, descrevendo detalhadamente cada uma das técnicas utilizadas, bem como a forma de aquisição dos dados.

O capítulo IV apresenta os resultados e suas avaliações, correlacionando as observações com os aspectos a elas inerentes, além de apresentar dados obtidos e que não foram inicialmente previstos na programação deste trabalho.

O capítulo V apresenta as conclusões deste estudo.

CAPÍTULO II

2. DESENVOLVIMENTO

2.1. Análise Granulométrica

A medida do tamanho de um grão é denominada por Suguio (1973) como granulometria. Zeglen et al. (2016) define granulometria como um tipo de pesquisa para se determinar a ocorrência de partículas com tamanhos específicos. Para se estabelecer a granulometria de um material deve-se determinar o tamanho das partículas, bem como a constância em que ocorrem em determinada classe ou tamanho (LIMA et al., 2001), sendo possível deduzir informações sobre a proveniência, transporte e ambientes deposicionais (DIAS, 2004). Para Papini (2003), o conhecimento sobre a distribuição granulométrica dos materiais constitui pré-requisito básico para muitos processos produtivos envolvendo materiais particulados, e a distribuição granulométrica exerce uma influência significativa nas várias etapas dos processos de produção (transporte, compactação, sinterização etc.). O autor cita ainda que, se a determinação de distribuição granulométrica for realizada de forma incorreta, podem ser geradas perdas econômicas decorrentes de produtos de baixa qualidade e de altas taxas de rejeição.

Para Black et al. (1996), as medidas de tamanho de partículas são importantes para cientistas e engenheiros tanto na pesquisa e desenvolvimento quanto nos trabalhos das comunidades industriais em uma grande variedade de disciplinas. O autor apresenta ainda alguns exemplos de áreas onde a determinação de tamanho de partícula é fundamental, citando algumas utilizações nessas áreas, como descrito na Tabela 1.

Área de aplicação de tamanho de grão	Aplicações na área
Combustão	Medidas de tamanho e velocidade
Sprays	Caracterização e descrição de bocais
Medicina/fármacos	Controle de processos de fabricação
Tintas	Controle de distribuição de tamanho de pigmentos
Pós Metálicos	Controle de processos de fabricação
Agricultura	Controle de aplicação de pesticidas
Controle de Poluição	Monitoramento e análise de emissões
Alimentos e produtos para consumo	Controle de sabores e texturas
	Fanta: Plack at al (1006)

Tabela 1	- Aplicações	da análise	granulométrica
			0

Fonte: Black *et al* (1996).

O aumento das aplicações de materiais particulados fez com que uma gama de novas técnicas de caracterização física de pós fosse desenvolvida, especialmente para tamanho de partículas (PAPINI, 2003). Cada técnica de análise granulométrica apresenta dificuldades próprias na obtenção de valores exatos de tamanho de partículas. (ALLEN, 1997 *apud* PAPINI, 2003). Black *et al* (1996) apresentam algumas das muitas técnicas existentes para determinação do tamanho de partículas, como mostrado na Figura 1.



Figura 1 - Técnicas para determinação do tamanho de partículas

Papini (2003) também apresentou uma relação de técnicas utilizadas para determinação e tamanhos de partículas, algumas das quais também apresentadas por Balck *et al.* (1996) sendo elas:

- a) Peneiramento
- b) Microscopia quantitativa;
- c) Espalhamento de luz;
- d) Turbidimetria (espalhamento de luz de pequeno ângulo);

Fonte: Black et al (1996).

- e) Contadores óticos de partículas
- f) Velocimetria;
- g) Espalhamento de nêutrons/raios X;
- h) Cromatografia por exclusão de tamanho;
- i) Cromatografia hidrodinâmica;
- j) Fracionamento de campo de fluxo (FFF);
- k) FFF elétrico e FFF por sedimentação;
- Sensoriamento de zona elétrica;
- m) Centrifugação/Ultracentrifugação/sedimentação;
- n) Tempo de voo aerodinâmico.

Quando se trabalha com determinação do tamanho de partículas vários fatores devem ser levados em conta. Entre eles podemos destacar a dimensão da partícula que está sendo medida. Levando-se em consideração uma esfera, esta pode ter seu tamanho definido apenas pelo diâmetro. Contudo, para partículas cuja forma difere da esfera, mais de uma medida se fazem necessárias para determinação de seu tamanho. Geralmente, para se expressar as medidas de tamanho dessas partículas em um único valor, é empregado o com conceito de esfera equivalente. Esse valor difere em função das dimensões ou grandezas medidas (PAPINI, 2003), como mostrado na Figura 2. Assim, as técnicas de determinação de tamanho de partícula enfrentam o desafio de definir em um valor único um objeto geralmente tridimensional (WEDD, 2018).



Figura 2 - Diferentes diâmetros de esferas equivalentes gerados a partir de uma partícula irregular.

Fonte: PAPINI, 2003

Como apresentado, existe uma grande variedade de técnicas para análise granulométrica. A Tabela 2 apresenta algumas técnicas de tamanho de partículas e algumas características destas.

Parâmetro/Técnica	Difração a laser	Espalhamento dinâmico de luz	Sedimentação	Análise de Imagem	Peneiramento
Faixa de Tamanho (µm)	0,05 a 3000	0,01 a 6 limitado pela densidade	0,1 a 100	0,5 a 500	acima de 10
Propriedade medida	Espalhamento angular de luz	Flutuação de intensidade de luz	Velocidade de sedimentação	Tamanho de Imagem	Massa
Tempo necessário para uma medição completa	1 a 2 min.	5 a 10 min.	6 a 60 min.	10 a 30 min.	10 a 180 min.
Resolução	Média a Alta	Baixa	Média	Alta	Média
Calibração	Não requerida	Não requerida	Não requerida	Requerida	Requerida
Método de Validação	Materiais de Referência Certificados	Materiais de Referência Certificados	Materiais de Referência Certificados	Retículo Certificado	Verificação óticada malha
Meio de suspensão	Líquido ou gás	Líquido	Líquido	Partículas em Substrato	Ar ou Líquido
Limitações de densidade	Nenhuma	Densidade que induza sedimentação	Densidade que gera turbulência	Nenhuma	Nenhuma

Tabela 2 - Métodos para análise de tamanho de grão e suas características.

Fonte: Wedd (2018).

Em função da grande variedade de técnicas disponíveis para determinação de tamanho de partícula e nos diferentes princípios nos quais cada um se baseia, estudos dedicados a determinar o nível de correlação entre resultados obtidos, para mesmos materiais, através de técnicas distintas são comuns. Ao longo dos anos, vários trabalhos foram realizados com o objetivo de realizar comparações deste tipo. A Tabela 3 mostra um breve resumo de alguns desses estudos, apresentados por Papini (2003).

AUTOR	ESTUDO	RESULTADOS
Tausk <i>et al.</i> (1980)	Compararam os resultados obtidos para tamanho de partícula através de um equipamento de transmissão de luz e contador Coulter.	Os resultados obtidos pelos dois métodos apresentaram boa similaridade.
Hostomsky <i>et al.</i> (1986)	Comparam as técnicas de foto- sedimentação e microscopia, para análise de pós de diferentes formatos.	Concluíram uma boa correlação entre os resultados é obtida quando se adota forma de partículas mais próximas das originais, em detrimento de partículas esféricas.
Davis & Collins (1988)	Analisaram pós de boro de diferentes granulometrias por equipamento de espalhamento a laser e sensoriamento de zona elétrica.	O equipamento de espalhamento a laser encontrou tamanhos de partículas 30% maiores, sendo determinada como causa deste fato a falta de esfericidade das partículas.
Valery Júnior <i>et</i> <i>al</i> . (1990)	Comparam métodos de peneiramento, sedimentação e espalhamento de luz para análise de diversos tipos de materiais com granulometrias e propriedades distintas (cimento, caulim, fosfato, biotita, galena e esferas de vidro).	Obtiveram resultados bem diferentes para uma mesma amostra, dependendo do princípio físico do método utilizado e recomendaram a utilização de equipamentos diferentes, dependendo do material a ser analisado,
Davidson <i>et al.</i> (1992)	Avaliaram os métodos de microscopia óptica (análise de imagem), peneiramento, tempo de voo aerodinâmico e contadores de partículas para análise de resinas de PCV.	Estabeleceram a importância da análise de imagem para interpretação de dados de tamanho de partículas, especialmente para resultados afetados por aglomeração de partículas.
Guardani <i>et al.</i> (1993)	Analisaram a distribuição granulométrica de pós com diferentes formas pelas técnicas de difração de laser e análise de imagem.	Concluíram que: a dispersão dos resultados obtidos por difração laser aumenta com a redução da circularidade das partículas; partículas não esféricas apresentam, por difração a laser, um diâmetro que não corresponde ao de uma esfera com mesmo volume; o diâmetro medido por difração a laser tende q representar o valor médio para uma partícula orientada aleatoriamente em relação ao feixe de luz.
Santos <i>et al.</i> (1993)	Estudaram a utilização do método de Saltykov na análise de tamanho de partícula em seções metalográficas polidas de microesferas de vidro utilizando análise de imagens.	O método Saltykov é oportuno e a sedimentação apresentou resultados um pouco discrepantes em relação às outras técnicas.
Etzer & Sanderson (1995)	Analisaram quatro pós secos de materiais diferentes (droga médica, lactose de 200 mesh, microesferas de vidro de 10 a 95 μ m e sílica gel de 100 a 200 mesh) pelos métodos de tempo de voo, sensor de zona ótica e difração laser.	Foram encontrados resultados distintos para o mesmo material nos vários equipamentos utilizados. Mesmo equipamento qeu aplicavam a mesma técnica (difração a laser) apresentaram diferenças nos resultados para o mesmo material.
Barreiros <i>et al.</i> (1996)	Analisaram três pós de diferentes formatos (contas de vidro, vidro moído e mica) por quatro técnicas de análise distintas: difração de laser, sedimentação gravitacional, sensoriamento de zona elétrica e microscopia.	Concluíram que o diâmetro médio e a distribuição de tamanho das partículas contas de vidro não apresentaram diferenças significativas entre as diferentes técnicas. O vidro moído e mica apresentaram diâmetro médio e distribuição de tamanho diferente dependendo da técnica utilizada. No pó mica as discrepâncias foram maiores. Para vidro moído, a técnica de microscopia apresentou os maiores valores e as

Tabela 3 -	Estudos compara	ativos entre métod	os de análise	granulométrica

		técnicas de sedimentação gravitacional e sensoriamento de zona elétrica resultaram nos menores valores obtidos, porém semelhantes. Os valores da técnica de difração de laser foram intermediários.
Etzer e Deanne (1997)	Compararam os resultados dos equipamentos de difração de laser, usando o modelo de Mie na análise dos dados de quatro pós secos de materiais diferentes.	O método Mie não foi capaz de corrigir as diferenças apresentadas entre as análises por difração laser e tempo de voo ou microscopia. Recomendam extrema cautela no uso de difração de laser para caracterizar pós finos
lacocca e German (1997)	Avaliaram os efeitos das características dos pós na determinação do tamanho de partícula pelas técnicas: difração de raios laser com dispersão via úmida e seca, tempo de voo aerodinâmico, sensoriamento de zona elétrica, espectroscopia de foto correlação e microscopia óptica.	Concluíram que a dispersão do pós é fator mais significativo para os resultados do que a técnica utilizada.
Naito <i>et al.</i> (1998)	Investigaram a influência da forma da partícula através de uma série de análises de diferentes materiais, através de equipamento de difração a laser, foto-sedimentação, sensoriamento de zona elétrica e obscurecimento de luz.	Observaram que; nas medidas de partículas lamelares e as cilíndricas o efeito da forma da partícula é muito maior do que no caso das partículas poligonais; a faixa da distribuição de tamanho nas técnicas de difração de laser e de foto-sedimentação é mais afetada pela forma da partícula do que nas técnicas de sedimentação e de obscurecimento de luz; o efeito da forma das partículas não é claramente observado nas análises de obscurecimento de luz.
(Ferraris <i>et al.</i> 2002)	O National Institute of Standards and Technology (NIST) avaliou uma série de testes (patrocinados pela ASTM, a fim de se estabelecer uma norma), envolvendo 21 organizações, para uma comparação de resultados de análise de tamanho de partícula de quatro amostras de cimento Portland. Utilizou difração de laser, sensoriamento, microscopia eletrônica de varredura, sedimentação e peneiramento.	Foram observadas grandes diferenças entre os resultados por cada técnica. Duas possíveis causas para estas diferenças foram propostas: os participantes podem ter usado parâmetros (como índice de refração ou densidade) diferentes ou incorretos (estes parâmetros não foram padronizados). As condições experimentais (como método de dispersão) também podem ter variado de um participante para outro.
Yoshida <i>et al.</i> (2003)	Realizaram testes para preparação de padrões de referência, analisando microesferas de vidro de diferentes tamanhos através das técnicas de: sensoriamento de zona elétrica, balança de sedimentação e microscopia eletrônica de varredura.	Os resultados obtidos por sensoriamento de zona elétrica foram semelhantes aos de microscopia, enquanto que a balança de sedimentação apresentou desvios máximos de até 5 %.

Ainda, Capelli (2016) avaliou e comparou a granulometria de rejeitos finos de mineração (Bauxita, Ouro e Ferro), obtidos através de granulômetro e o método de peneiramento e sedimentação. O autor conclui que para os finos de rejeitos de mineração Ouro e Ferro os dois métodos forneceram resultados similares e compatíveis. Contudo, para finos de rejeitos de mineração de Bauxita encontrou divergências significativas, fato que explicou pela característica de maior agregação desses desse

material. Ainda, de acordo com o autor a utilização do granulômetro a laser se mostrou eficiente quando utilizado em conjunto o processo de desagregação utilizando ultrassom, o que considerou uma vantagem, já que no método tradicional é preciso utilizar defloculantes, que além de ter ação deferente para tipos distintos de mineriais, sofre influência da manipulação.

Araújo *et al.* (2017) estudou a relação entre os resultados de granulometria obtidos para amostras de latossolo através do método de sedimentação e de granulômetro a laser, concluindo que ambos os métodos forneceram resultados similares quando se utilizou os métodos apropriados de preparação das amostras.

Alguns dos métodos mais comumente encontrados, de acordo com Wedd (2018) são: sedimentação, difração a laser, peneiramento e análise de imagem. Estes métodos serão brevemente apresentados a seguir.

2.2. Sedimentação

Esta técnica de medição de tamanhos de partículas utiliza a forma como objetos se depositam em fluido sob gravidade ou ação de força centrífuga. Embora este método não seja tão rápido ou conveniente quanto outros, é apreciado por geólogos e outros profissionais do meio mineral pelo fato de as partículas de lama ou areia serem transportadas em água corrente e se depositarem em estratos, seguindo o mesmo princípio deste método analítico. Neste método, assume-se uma partícula esférica com a mesma densidade do material a ser analisado de forma a relacionar a velocidade de sedimentação com o tamanho de partícula. Uma partícula com densidade maior que aquela do fluido de suspensão se deposita em aceleração por ação da gravidade até atingir uma velocidade terminal em função da força de arrasto exercida pela viscosidade do líquido operando em toda a superfície molhada da partícula. A velocidade terminal é descrita pela equação de Stokes (Eq. 1) uma vez que os limites para limites de escoamento sejam obedecidos (*Número de Reynolds < 0.25*) (WEDD, 2018).

$$U_{st} = \frac{(\rho_s - \rho_l)gD^2}{18\eta}$$
(Eq. 1)

Onde:

Ust = Velocidade de sedimentação de Stokes

 ρ_s = Densidade da partícula

- ρ_{I} = Densidade do líquido
- D = Diâmetro da partícula
- η = Viscosidade do líquido
- g = Aceleração da gravidade

Stefano *et al.* (2010) salienta que os métodos de análise de tamanho de partícula baseados nos princípios de sedimentação demandam tempo consideravelmente elevado para partículas com tamanhos abaixo de 2 µm, já que neste caso são necessárias amostras de massa considerada alta para este tipo de material (10 a 20 g).

Bitteli *et al.* (2018) dedicou um estudo para avaliação dos métodos de análise de tamanho de partícula em solos por sedimentação e chegou à conclusão de que estes devem ser substituídos pelo método de difração a laser, uma vez que esta última técnica fornece resultados mais confiáveis.

Beuselinck *et al.* (1998) em um estudo comparativo entre o método de análise por difração a laser e sedimentação (método de pipeta e peneiramento) conclui que para se obter resultados similares utilizando estas técnicas são necessárias calibrações extremamente robustas, e, ainda assim, diferenças serão encontras para algumas faixas granulométricas.

2.3. Análise por difração a Laser

A técnica de análise de tamanho de partícula por difração a laser permite a determinação do tamanho de partículas com tamanhos de 0.1 µm até maiores que 3000 µm em um mesmo equipamento (nos instrumentos mais modernos) para suspensões líquidas de partículas, pós secos e gotas de sprays. Foi introduzida no início da década de 1970 e é atualmente o método mais utilizado e o mais aceito para determinação de tamanho de partículas de maneira geral (WEED *et al.*, 2018), embora a equivalência dos resultados obtidos através desta técnica e das técnicas clássicas não tenha sido ainda totalmente determinada (CENTERI *et al.*, 2015). A análise por difração a laser é rápida, cobre uma ampla faixa de tamanho e gera grande quantidade de dados que permite a

obtenção de distribuição de tamanho de partículas detalhada, e requer uma pequena quantidade de amostra para análise (Bitteli *et al.*, 2018). É uma técnica muito utilizada em diversos ramos industriais devido à sua facilidade de operação, rapidez e amplitude de leitura (PAPINI, 2003).

Este método é baseado no fato de que as partículas difratam a luz em um ângulo específico, relacionado com o seu tamanho. Este ângulo aumenta à medida em que o tamanho da partícula diminui. Um estreito feixe de luz monocromática ($\lambda = 750$ nm) é passado em uma célula de amostra contendo uma suspensão em movimento ascendente (BEUSELINCK, 1998). Quando a luz incidente atinge partículas presentes na suspensão, sofre uma interação gerando quatro fenômenos distintos: difração, refração, reflexão e absorção, levando a formação de um invólucro tridimensional de luz (Figura 3), cujo tamanho e formato é afetado pelo índice de refração relativo da partícula, pelo comprimento de onda da luz incidida e pelo tamanho e formato da partícula (PAPINI, 2003).



Figura 3 - Interação do raio de luz com uma partícula esférica, (a) ângulos difratados e (b) um padrão de difração.

Fonte: PAPINI, 2003

Gustav Mie formulou um modelo matemático rigoroso capaz de prever a difração de luz produzida por uma suspensão homogênea de partículas esféricas, através da solução da equação de Maxwell para interação da luz com a matéria. Com o surgimento dos computadores modernos, o modelo de Mie é o mais aplicado para prever como as partículas difratam a luz (WEDD, 2018).

A boa reprodutibilidade deste método está diretamente relacionada com a obtenção de uma boa dispersão do pó. Isto pode ser conseguido, na maioria dos casos,

em meio líquido com adição de surfactantes e dispersantes apropriados, o que irá depender de investigação prévia (PAPINI & NETO, 2006).

2.4. Peneiramento

Luz (2004), conceitua peneiramento como a separação de um material em duas ou mais classes, sendo estas limitadas uma inferior e outra superiormente. Este método de análise granulométrica é um dos mais antigos e possui comprovada eficiência para aplicação em diversas áreas. As informações mais antigas sobre a utilização do peneiramento datam do ano de 150 a.C. e foram encontradas em descrições de métodos de mineração. Nessa época a referência a peneiras descreve este instrumento como uma prancha ou pele furada. No século XV, telas de arame foram introduzidas pelos alemães e isto deu início operações mecanizadas com peneiras. Dessa forma, foi iniciada a classificação de produtos para comercialização, nesse caso, produtos minerais. Neste mesmo período, indústrias estabeleceram especificações de tamanho para os produtos com base em ensaios de peneiramento, não havendo, contudo, relação entre as aberturas das telas ou peneiras. Com o avanço das especificações de qualidade dos produtos surgiu necessidade de uma padronização dos processos de peneiramento, surgindo assim as escalas granulométricas, conhecidas como série de peneiras, como a série Tyler (SAMPAIO *et al.*, 2007).

Rittinger propôs, na Alemanha, a primeira escala granulométrica e baseou na equação a seguir:

$$a_n = a_0 \times r^n \tag{Eq. 2}$$

Onde:

 a_n = abertura de ordem n a_0 = abertura de referência (a_0 = 1mm) r = razão de escala (r = $\sqrt{2}$) A escala de Rittinger foi alterada pela U.S. Tyler Company, que adotou $a_0 = 74$ µm. Esta escala se tornou de uso padrão mundialmente. Uma segunda alteração na escala foi proposta por Richards que aplicou a razão de escala r = $\sqrt[4]{2}$, sendo esta escala tornada padrão para governo dos Estados Unidos. Para estas duas novas escalas propostas, as aberturas das peneiras foram relacionadas ao número de malhas (*mesh*) que é o número de aberturas de uma mesma dimensão contidas em 1 polegada de comprimento. A *International Standardization Organization* (ISO) adotou $a_0 = 1$ mm, correspondendo a 18 malhas (*mesh*) e razão de escala proposta por Rittinger (LUZ, 2004). A Tabela 4 apresenta as escalas Tyler, Richards e ISO, bem como suas associações com o número de malhas (*mesh*).

O método de determinação de tamanhos de partícula por peneiramento está compreendido na classe de métodos mecânicos (ZEGLEN *et al.*, 2016) e pode ser definido com processo de classificação e partículas por tamanho, que de fato é o parâmetro mais predominante nesse processo, apesar de esta técnica sofrer influência de características como densidade e forma das partículas (SAMPAIO *et al.*, 2007).

Wedd *et al.* (2018) relacionam também outros fatores que influenciam nos resultados de tamanho de partícula obtidos numa análise por peneiramento, sendo estes:

- a. Forma da abertura da peneira;
- b. Quantidade de material analisado;
- c. Tempo de peneiramento;
- d. Coesão de amostras em pó;
- e. Presença de partículas finas;
- f. Forma das partículas;
- g. Friabilidade do material;
- h. Método de agitação.

Suguio (1973) cita ainda a importância da influência, no processo de peneiramento, do teor de umidade para amostras em pó. Em partículas com umidade superficial de cerca de 1% a 2% as forças adesivas já se fazem presentes, e em grãos com menos de 1mm de diâmetro atingem valores semelhante ao peso do grão.

Escala	Tyler		Escala Richards		
Malhas	mm	Malhas	mm	polegadas	Malhas
3	6,680	3	6,350	0,2500	
		3 1/2	5,660	0,2230	3 1/2
4	4,699	4	4,770	0,1870	
		5	4,000	0,1570	5
6	3,327	6	3,360	0,1320	
		7	2,830	0,1110	7
8	2,362	8	2,380	0,0937	
		10	2,000	0,0787	10
10	1,651	12	1,680	0,0661	
		14	1,410	0,0555	14
14	1,168	16	1,190	0,0469	
		18	1,000	0,0394	18
20	0,833	20	0,841	0,0331	
		25	0,707	0,0278	25
28	0,590	30	0,595	0,0234	
		35	0,500	0,0197	35
35	0,417	40	0,420	0,0165	
		45	0,354	0,0139	45
48	0,295	50	0,297	0,0117	
		60	0,250	0,0098	60
65	0,208	70	0,210	0,0083	
		80	0,177	0,0070	80
100	0,147	100	0,149	0,0059	
		120	0,125	0,0049	120
150	0,104	140	0,105	0,0041	
		170	0,088	0,0035	170
200	0,074	200	0,074	0,0029	
		230	0,063	0,0025	230
270	0,053	270	0,053	0,0021	
		325	0,044	0,0017	325
400	0,038	400	0,037	0,0015	

Tabela 4 - Escalas granulométricas

Fonte: Wedd (2018)

Para pós finos, o peneiramento pode ser realizado tanto a seco, quanto a úmido. No peneiramento úmido, as partículas finas são transportadas pelo fluido e passa pelas aberturas das telas das peneiras. No peneiramento a seco as partículas rolam sobre a tela da peneira, sendo expostas às aberturas das mesmas repetidas vezes, havendo assim uma disputa probabilística da partícula para encontrar uma abertura na tela da peneira. O peneiramento a seco é indicado para materiais com granulometria maior, e menores quantidade de amostras (SAMPAIO *et al.*, 2007). O peneiramento a úmido é indicado para materiais que já se encontram na forma de suspensão ou que apresentam tendência à formação de agregados (WEDD *et al.*, 2018).

A montagem de peneiras para análises granulométricas é feita em conjunto utilizando-se várias peneiras, umas sobre as outras de forma que fiquem bem encaixadas. São organizadas de forma que os valores de abertura das malhas aumentem de baixo para cima (MATTOS, 2014).

As peneiras a serem utilizadas para análises granulométricas devem ser calibradas. Uma das formas de se fazer isso é através da análise de partículas esféricas, como pérolas de vidro. Essas partículas frequentemente ficam retidas nas malhas das peneiras. Faz então uma cuidadosa mediação da distribuição granulométrica dessas partículas usando um microscópio calibrado, determinando-se uma faixa de tamanho para as aberturas da peneira na qual as partículas ficaram retidas (WEDD, 2018).

Este tipo de análise pode ser feito manualmente, ou poderá ser realizado através de peneiradores vibratórios (tanto a seco quanto a úmido) e através de equipamentos de bancada. A escolha da técnica adequada de peneiramento dependerá de características intrínsecas aos materiais como: porcentagem de finos, umidade etc. (SAMPAIO *et al.*, 2007). Uma vez concluído o peneiramento, as frações obtidas são pesadas e obtém-se e os dados utilizados para cálculos e determinação da distribuição granulométrica (MATTOS, 2014).

2.5. Análise de Imagem

O rápido avanço tecnológico nos computadores e câmeras está levando a um maior avanço neste método de determinação de tamanho de partículas, geralmente aplicado a partículas com tamanhos a partir de alguns mícrons. A coleta dinâmica de imagens e armazenamento de dados para análise imediata ou posterior está rapidamente substituindo os processos de análise de imagem fixa. Este método determina o tamanho de partículas ao mesmo tempo em gera dados importantes acerca da forma das partículas. Mecanismos de *software* têm sido desenvolvidos com objetivo de determinas as fronteiras reais de partículas. Imagens sobrepostas ou fora de foco são rejeitas pelo *software* ou excluída da análise (WEDD, 2018).

CAPÍTULO III

3. METODOLOGIA

Neste estudo foi realizada a análise comparativa de dois métodos distintos para determinação de distribuição granulométrica em amostras de ferroliga. Várias amostras do material foram obtidas para cada uma das faixas granulométricas estudadas e então analisadas em ambos os métodos, procedendo em seguida à análise comparativa dos resultados obtidos através de análise estatística, a fim de se definir o nível de correlação entre os resultados produzidos pelas técnicas estudadas. Os testes foram realizados em empresa privada que solicitou sigilo em relação a seu nome e detalhes sobre o produto.

3.1. Amostragem

As amostras de ferroliga utilizadas neste estudo foram obtidas diretamente do processo de britagem do material, coletadas com amostrador de interrupção de fluxo, posicionado na interseção de duas correias transportadoras. Neste estudo foram avaliadas as faixas granulométricas <2mm, 1 a 12,5mm, 3 a 15mm e 10 a 30mm, conforme especificações do material utilizado.

3.2. Método referência: peneiramento

Neste estudo definiu-se como técnica de referência a metodologia de peneiramento, uma vez que a técnica mundialmente aceita para análise granulométrica de ferroligas. Neste método a amostra a ser analisada é transferida para um peneirador, no qual são posicionadas peneiras de acordo com a faixa granulométrica do material e com a especificação que se deseja avaliar. As peneiras são distribuídas verticalmente no equipamento em ordem de tamanho abertura, de forma que a peneira com maior abertura seja posicionada na parte superior do equipamento e a peneira com menor abertura seja posicionada na posição mais inferior. Abaixo da peneira com menor abertura é posicionada uma badeja para coleta da fração de material passante por esta peneira. Uma vez acondicionadas as peneiras, a amostra é transferida para o equipamento, sendo vertida na parte superior, onde está a peneira com maior abertura. Então o peneirador é ligado e faz com que o conjunto de peneiras oscilem simultânea e verticalmente, transferindo movimento para as partículas das amostras que se

movimentam sobre a superfície das peneiras, fazendo com que as partículas com dimensões menores que a abertura da peneira passem para o nível imediatamente inferior, até encontrar uma peneira cuja abertura é menor que suas dimensões e ficando aí retidas. Nesta técnica, a quantidade de amostra a ser analisada está limitada à capacidade volumétrica e mássica do peneirador utilizado.

O tempo de peneiramento, bem como a amplitude do movimento vertical produzido pelo equipamento irão depender do equipamento, do material e da faixa granulométrica a ser analisa. Geralmente a amplitude é característica de construção do equipamento e o tempo de peneiramento é definido empiricamente para cada tipo de material ou faixa granulométrica, devendo ser suficiente para gerar alta probabilidade de passagem das partículas do material pelas peneiras. Para materiais de granulometria baixa, classificados como pó, tempos de peneiramento mais altos são requeridos, e para materiais friáveis o tempo de peneiramento e, portanto, alterar o resultado de análise. Para a ferroliga utilizada neste estudo o tempo de peneiramento foi de 2 minutos para amostras com granulometria acima de 2mm e 10 minutos para amostras com granulometria inferior a 2mm.

Neste estudo foram utilizadas peneiras retangulares com caixilhos de aço galvanizado medindo 660 x 460 x 65 mm, do fornecedor "A Bronzinox[®]" e peneirador vibratório da marca "Gilson[®]" modelo TM-6, com capacidade para até 40 kg de material. Amostras com massa superior a 40 kg foram analisadas em frações separadas, e as massas retidas em cada peneira, para toda as frações, foram somadas para composição dos dados globais da amostra. Após o peneiramento de cada amostra, a fração de material retida em cada uma das peneiras utilizadas foi pesada em balança digital, sendo registradas as massas de material retido em cada peneira. Após a pesagem todas as frações de cada amostra foram novamente reunidas e enviadas para análise granulométrica pela técnica em avaliação. A Figura 4 mostra o conjunto peneirador e peneiras, similares ao utilizados neste estudo.

Através dos valores obtidos na pesagem das frações retidas, foram determinados o percentual retido (%R) e o percentual acumulado retido (%Ac) em cada peneira, através das equações 3 e 4 respectivamente.



Figura 4 - Peneirador vibratório e peneiras retangulares

Fonte: Gilson Company (2017).

$$\% R = \frac{m_r}{m_t} x \, 100$$
 (Eq. 3)

Onde:

R = Percentual de material retido na peneira m_{r =} massa da fração retida na peneira (kg)

mt = massa total da amostra

$$\% Ac = \frac{\Sigma m_r}{m_t} x \ 100 \tag{Eq. 4}$$

Onde:

%Ac = percentual acumulado de material retido na peneira e em todas as peneiras anteriores

 $\sum m_r$ = somatório das massas das frações retidas na peneira e em todas as peneiras anteriores (kg)

mt = massa total da amostra

3.3. Método em avaliação: Análise de Imagem

A segunda técnica utilizada para determinação da distribuição granulométrica de ferroliga neste estudo, e análise comparativa em relação a metodologia de referência foi análise de imagem, utilizando os equipamentos CPA (*Computerized Particle Analyzer*) modelos 2-1 e 4-2, da empresa alemã "Haver & Boecker®", mostrados nas figuras 5 e 6, respectivamente.

Figura 5 - Computerized Particle analyzer - CPA 2-1



Fonte: Haver & Boecker (2018)



Figura 6 - Computerized Particle analyzer - CPA 4-2

Fonte: Haver & Boecker (2018)

O equipamento CPA 2-1 tem capacidade de análise de partículas com tamanhos entre 34µm e 25mm, já o equipamento CPA 4-2 tem duas vias de análise, uma com capacidade de análise de partículas com tamanhos entre 35µm e 15mm e outra para partículas com tamanhos entre 91µm e 90mm. Nestes equipamentos, a amostra a ser analisada é transferida para um silo acoplado a uma calha vibratória, ou diretamente para a calha vibratória, que conduz o material até um vão onde é dispensado em queda livre. Neste vão estão presentes os componentes de aquisição de dados, que fazem o registro da imagem da sombra de cada uma das partículas. A velocidade de vibração da calha é controlada automaticamente, em função da densidade ótica detectada pela câmera, de forma que quanto menor o número de partículas no campo de leitura, maior será a velocidade de vibração, até um limite que garanta que o caminho ótico não seja saturado pela presença excessiva de partículas. Por serem providos de um sistema contínuo de alimentação de amostras, não existe limite de quantidade de material que pode ser analisado pelo CPA.

Os instrumentos CPA são baseados no processamento digital de imagem. Nestes equipamentos, uma câmera digital de varredura de alta resolução faz a varredura de partículas a granel em queda livre contra uma fonte de iluminação de LED, com uma frequência de gravação de até 28 mil linhas de varredura por segundo. As linhas escaneadas são combinadas pelo CPA para formar um registro infinito de dados e as projeções de sombra das partículas são avaliadas em tempo real em paralelo com o processo de medição. A figura 7 mostra os componentes básicos do CPA.



Figura 7 - Componentes básicos do CPA

Fonte: Haver e Boecker (2018)

O CPA pode detectar e analisar até 10 mil partículas por segundo. O equipamento possui a função "Haver Real Time" (as partículas são analisadas em tempo real) e trabalha com apenas uma câmera de varredura. Todas as partículas de tamanho dentro da faixa de medição podem ser analisadas e os resultados utilizados em análises de tamanho e forma. A detecção em duplicata devido à sobreposição de imagens individuais é descartada, assim como a detecção fora da faixa de leitura e erros de medição devido a leituras parciais.

Para determinação do tamanho de partícula através da análise de imagem, o CPA faz uso do conceito do "Diâmetro Ferret" para determinar o tamanho equivalente da partícula em relação a uma esfera. O diâmetro de Ferret é definido como diâmetro compreendido entre duas tangentes em lados opostos de uma partícula (SAMPAIO *et., al* 2007), podendo ser o diâmetro mínimo, médio ou máximo, como mostra a Figura 8. O CPA utiliza o diâmetro mínimo de Ferret para "conversão" das partículas em esferas.

Por se basear em um princípio diferente da técnica de análise granulométrica por peneiramento, são esperadas diferenças nos resultados obtidos na análise de uma mesma amostra pelas duas técnicas.

Figura 8 - Diâmetros de Ferret



Fonte: Caetano (2014)

Sendo o peneiramento a técnica padrão para análise de muitos materiais, especialmente no meio industrial, o *software* do equipamento CPA fornece três opções de correções para que se possa obter neste instrumento resultados similares aos obtidos na análise por peneiramento. Trata-se de ferramentas para criação de arquivos de correlação através da análise de amostras em ambas as técnicas. Essas ferramentas são:

a) Fator de Forma: Este método de correção considera que as diferenças entre os resultados de análise em peneiras e CPA é causado exclusivamente pela variação da forma da partícula em relação à forma esférica e que esta diferença existe em igual proporção ao longo da distribuição granulométrica. Por exemplo, quando se compara os resultados de análise de partículas elípticas no CPA e em peneira, há uma tendência a resultados diferentes, uma vez que o diâmetro equivalente da área da imagem projetada é maior que o menor semieixo da elipse. Com este método o tamanho das partículas no CPA é repetidamente calculado com um fator de correção para eliminar a influência da superfície da projeção, até que a correção desejada seja obtida. O cálculo deste fator pode levar algum tempo, e o fator obtido é mostrado em uma janela do *software*. Esta forma de correção pode ser aplicada a toda a faixa de medição. Como alternativa à determinação

automática do fator de forma, este pode ser especificado manualmente e inserido no *software*;

- b) Tabela de alocação: Neste método de correção, os tamanhos de partícula no CPA correspondentes a cada peneira especificada são calculados e compilados em uma tabela. Para melhorar a precisão, uma interpolação linear é realizada entre os dois tamanhos. A criação de uma tabela de alocação a partir de um par de comparação a qualquer razão leva a 0% de desvio. Este método é recomendado para materiais cuja forma varia em toda a distribuição granulométrica, de maneira que um simples fator de forma não forneceria precisão suficiente. Um aspecto negativo deste método é que os valores de correção são válidos apenas para o tamanho de abertura no qual a comparação é baseada. Caso se deseje analisar outro tamanho, o valor de correção não pode ser aplicado;
- c) Regressão linear: Este método compara os resultados da análise no CPA e em peneiras para todos os tamanhos de partículas e estabelece correlações matemáticas para os mesmos, podendo ser utilizado separadamente ou combinado com o fator de forma ou tabela de alocação.

É recomendável que a determinação de um arquivo de correlação ou fator de correção utilizando qualquer uma das ferramentas disponibilizadas pelo software seja feita através da análise de um número significativo de amostras, coletadas em diferentes períodos de forma que as variações do processo sejam contempladas durante a determinação da correlação. Neste estudo, para cada faixa granulométrica estudada, amostras foram coletadas ao longo de 4 semanas de produção e então analisadas em ambas as técnicas para determinação dos arquivos de correlação. Nesta etapa analisouse o número de amostras disponíveis, conforme produção durante a etapa de testes. A validação dos arquivos de correlação foi feita através da avaliação das curvas granulométricas antes e após aplicação das correções e análise de duas amostras em ambas as técnicas e comparação simples dos resultados. Uma vez determinados os arquivos de correlação, procedeu-se a análise de outras amostras para efetiva análise comparativa em relação ao método por peneiramento. A comparação foi realizada para as faixas superiores e inferiores de especificação, para cada faixa granulométrica estudada. O equipamento CPA 2-1 foi utilizado para análise de amostras com classificação <2mm; 1 a 12,5mm; 3 a 15mm e 10 a 30mm. Para esta última classificação granulométrica apenas a fixa de 10mm foi estudada, uma vez que a faixa de 30mm está acima da capacidade de leitura do equipamento. O equipamento CPA 4-2 foi utilizado para análise de amostras com classificação granulométrica de 10 a 30 mm.

3.4. Avaliação dos resultados

Os resultados obtidos foram avaliados através do teste de *t Student* utilizando o *software* Microsoft Excel[®], para duas amostras com variâncias diferentes e um intervalo de confiança de 5%. A média dos resultados das análises realizadas por peneiramento foram tomadas como a média populacional e as médias dos resultados de análise via CPA tomadas com médias amostrais. Foi considerada a distribuição bicaudal e a hipótese nula de que as médias populacionais e amostrais são iguais. A hipótese nula foi aceita quando o *t* estatístico foi menor que o *t* crítico.

CAPÍTULO IV

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Determinação dos arquivos de correlação

O número de amostras analisadas para composição dos arquivos de correlação, para cada faixa granulométrica, bem como o tipo de correlação aplicado em cada um dos equipamentos, estão mostrados na tabela 5.

Faixa Granulométrica	Nº Amostras	Equipamento	Tipo de Correlação
< 2 mm	5	CPA 2-1	Tabela de Alocação + Regressão Linear
1 - 12,5 mm	3	CPA 2-1	Tabela de Alocação + Regressão Linear
3 - 15 mm	8	CPA 2-1	Tabela de Alocação + Regressão Linear
10 - 30 mm	11	CPA 2-1	Fator de forma + Regressão Linear
10 - 30 mm	3	CPA 4-2	Tabela de Alocação + Regressão Linear

Tabela 5. Informações sobre os arquivos de correlação

Fonte: Banco de dados do autor, 2018

Observa-se que mesmo se tratando de um mesmo material, para a faixa granulométrica 10-30 mm, que compreende os maiores tamanhos de partícula estudados, o tipo de correlação aplicado foi diferente dos demais no equipamento CPA 2-1, em virtude de ter sido observado uma influência da forma das partículas nos resultados. Contudo, o comportamento observado no equipamento CPA 4-2 foi diferente, e neste equipamento a correlação que melhor aproximou os dados aos obtidos na análise por peneiramento foi a Tabela de alocação com Regressão linear.

4.2. Curvas granulométricas – CPA

As curvas granulométricas obtidas pela análise nos equipamentos CPA, antes (esquerda) e após (direita) a aplicação das correlações estão apresentadas nas Figuras 9 a 12. As linhas tracejadas representam a análise via CPA e as linhas contínuas representam a análise via peneiramento. Linhas (tracejadas e contínuas) de mesma cor indicam a mesma amostra.



Figura 9 - Curvas granulométricas, antes após aplicação de correlação: faixa <2 mm

Fonte: Banco de dados do autor, 2018



Figura 10. Curvas granulométricas, antes após aplicação de correlação: faixa 1-12,5 mm

Fonte: Banco de dados do autor, 2018



Figura 11. Curvas granulométricas, antes após aplicação de correlação: 10-30 mm

Fonte: Banco de dados do autor, 2018



Figura 12. Curvas granulométricas, antes após aplicação de correlação, para faixa 3-15 mm

Fonte: Banco de dados do autor, 2018

Os dados apresentados nas Figuras 9 a 12 mostram que antes da aplicação das correlações, as curvas granulométricas apresentavam perfis distintos. Contundo, após a aplicação das correlações as curvas passaram a apresentar perfis similares, indicando que o tipo de correlação aplicado foi efetivo para fazer que o equipamento CPA apresentasse resultados semelhantes aos produzidos pela análise por peneiramento.

4.3. Análise comparativa dos resultados

Os resultados das análises granulométricas realizadas em ambos os métodos estão mostrados nas Figuras 13 a 20. Os resultados obtidos para cada um dos equipamentos CPA estão mostrados em gráficos separados, apesar de terem sido estudadas faixas de tamanho iguais nos dois equipamentos. Os resultados se referem às faixas de tamanho controlados por especificações técnicas pelo produtor e/ou por seus clientes, em cada classificação granulométrica. Os valores dos limites de aceitação (máximo ou mínimo) para o produto em cada das faixas granulométricas estão apresentados junto aos resultados.



Figura 13. Resultados obtidos para o tamanho de 2 mm, para material <2 mm

Fonte: Banco de dados do autor, 2018



Figura 14. Resultados obtidos para o tamanho de 12,5 mm, para material 1 a 12,5 mm

Fonte: Banco de dados do autor, 2018



Figura 15. Resultados obtidos para o tamanho de 1 mm, para material 1 a 12,5 mm

Fonte: Banco de dados do autor, 2018



Figura 16 - Resultados obtidos para o tamanho de 15 mm, para material 3 a 15 mm



Figura 17 - Resultados obtidos para o tamanho de 3 mm, para material 3 a 15 mm

Fonte: Banco de dados do autor, 2018



Figura 18. Resultados obtidos para o tamanho de 10 mm, para material 10 a 30 mm

Fonte: Banco de dados do autor, 2018





A análise da distribuição gráfica dos resultados de análise granulométrica por peneiramento e nos equipamentos CPA mostra haver uma tendência similar em ambas as técnicas, apesar de alguns pontos mostrarem uma divergência maior entre os resultados. Esta avaliação mostra que ambas as técnicas levam a mesma avaliação do material em relação à especificação aplicada, para todas as faixas granulométricas. Especialmente para a faixa de 2 mm para o material com classificação <2mm, onde os resultados da análise por peneiramento mostraram que duas das amostras analisadas estariam fora do limite especificado, o CPA levou a mesma avaliação, apesar da diferença nos valores reportados.

As avaliações estatísticas para os resultados obtidos, realizada através do teste de *t Student*, para cada uma das faixas estudas, estão mostradas nas Tabelas 6 a 13. Nestas tabelas, os valores de *t* estatístico e *t* estão em destaque.

Descrição	% Ac. Retido Peneira	%Ac. Retido CPA
Média	3,636363636	3,181818182
Variância	6,654545455	2,963636364
Observações	11	11
Hipótese da diferença de média	0	
Graus de Liberdade	17	
<i>t</i> estatístico	0,486101734	
P(T<=t) uni-caudal	0,316550857	
t crítico uni-caudal	1,739606726	
P(T<=t) bi-caudal	0,633101715	
t crítico bi-caudal	2,109815578	

Tabela 6. Avaliação estatística para resultados de % acumulado retido em 2 mm: CPA 2-1

Fonte: Banco de dados do autor, 2018

Descrição	% Ac. Retido Peneira	%Ac. Retido CPA
Média	0,458713168	0,82444444
Variância	0,834638261	0,834352778
Observações	11	9
Hipótese da diferença de média	0	
Graus de Liberdade	17	
t estatístico	-0,890751189	
P(T<=t) uni-caudal	0,192748007	
t crítico uni-caudal	1,739606726	
P(T<=t) bi-caudal	0,385496014	
t crítico bi-caudal	2,109815578	

Tabela 7. Avaliação estatística para resultados de % acumulado retido em 1 mm: CPA 2-1

	% Ac. Retido Peneira	%Ac. Retido CPA
Média	98,1111111	97,66666667
Variância	4,36111111	5,5
Observações	9	9
Hipótese da diferença de média	0	
Graus de Liberdade	16	
t estatístico	0,424595914	
P(T<=t) uni-caudal	0,338392865	
t crítico uni-caudal	1,745883676	
P(T<=t) bi-caudal	0,676785729	
t crítico bi-caudal	2,119905299	
Easter 5	and the standard states and the states of th	

Tabela 8. Avaliação estatística para resultados de % acumulado retido em 12,5 mm: CPA 2-1

Fonte: Banco de dados do autor, 2018

Tabela 9. Avaliação estatístic	a para resultados de %	acumulado retido em 3	mm: CPA 2-1
--------------------------------	------------------------	-----------------------	-------------

	% Ac. Retido Peneira	%Ac. Retido CPA
Média	96,073	96,199
Variância	4,867134444	4,354232222
Observações	10	10
Hipótese da diferença de média	0	
Graus de Liberdade	18	
t estatístico	-0,131211802	
P(T<=t) uni-caudal	0,44853159	
t crítico uni-caudal	1,734063607	
P(T<=t) bi-caudal	0,89706318	
t crítico bi-caudal	2,10092204	

Fonte: Banco de dados do autor, 2018

Descrição	% Ac. Retido Peneira	%Ac. Retido CPA
Média	0,9	1,2
Variância	0,322222222	0,17777778
Observações	10	10
Hipótese da diferença de média	0	
Graus de Liberdade	17	
t estatístico	-1,341640786	
P(T<=t) uni-caudal	0,098680216	
t crítico uni-caudal	1,739606726	
P(T<=t) bi-caudal	0,197360432	
t crítico bi-caudal	2,109815578	

Descrição	% Ac. Retido Peneira	%Ac. Retido CPA
Média	94,7	93,9
Variância	9,122222222	4,988888889
Observações	10	10
Hipótese da diferença de média	0	
Graus de Liberdade	17	
t estatístico	0,67345624	
P(T<=t) uni-caudal	0,254855103	
t crítico uni-caudal	1,739606726	
P(T<=t) bi-caudal	0,509710206	
t crítico bi-caudal	2,109815578	

Tabela 11. Avaliação estatística para resultados de % acumulado retido em 10 mm: CPA 2-1

Fonte: Banco de dados do autor, 2018

	% Ac. Retido Peneira	%Ac. Retido CPA
Média	94,77125	94,47791667
Variância	1,630194022	2,389356341
Observações	24	24
Hipótese da diferença de média	0	
Graus de Liberdade	44	
t estatístico	0,716767493	
P(T<=t) uni-caudal	0,238652617	
t crítico uni-caudal	1,680229977	
P(T<=t) bi-caudal	0,477305233	
t crítico bi-caudal	2,015367574	

Tabela 12. Avaliação estatística para resultados de % acumulado retido em 10 mm: CPA 4-2

Fonte: Banco de dados do autor, 2018

	% Ac. Retido Peneira	%Ac. Retido CPA
Média	0,11875	0,235416667
Variância	0,062054891	0,292843297
Observações	24	24
Hipótese da diferença de média	0	
Graus de Liberdade	32	
t estatístico	-0,959401779	
P(T<=t) uni-caudal	0,172274866	
t crítico uni-caudal	1,693888748	
P(T<=t) bi-caudal	0,344549732	
t crítico bi-caudal	2,036933343	

Tabela 13. Avaliação estatística para resultados de % acumulado retido em 30 mm: CPA 4-2

As Tabelas 6 a 13 mostram que para todas as faixas estudadas os testes estatísticos mostraram que os resultados produzidos pelo método de análise granulométrica por análise de imagem utilizando os equipamentos CPA são estatisticamente similares aos produzidos pelo método de análise por peneiramento.

Apesar de as médias dos resultados obtidos através dos dois métodos serem estatisticamente semelhantes, pode-se observar diferenças individuais entre os resultados. Essas diferenças podem ser explicadas por dois fatores principais: o efeito de posição da partícula e da tolerância para abertura de peneiras na análise por peneiramento.

O efeito de posição partícula na análise por peneiramento pode ser exemplificado para partículas alongadas, em que uma das dimensões é consideravelmente maior que a outra, fazendo com que esta partícula tenha a forma distanciada da forma esférica. Numa análise por peneiramento, uma partícula nesse formato pode ter uma de suas dimensões maior que a abertura da peneira e outra menor. Dessa forma, a partícula poderá passar ou não pela abertura da peneira, dependendo exclusivamente da posição em que se dará o contato com a tela da peneira: na posição vertical a partícula passa pela abertura da peneira e na posição horizontal ela fica retida. Ainda, como a abertura da peneira é quadrada, uma mesma partícula poderá ficar retida se o contato com a peneira se der pelos lados da abertura, ou passar se contato se der na diagonal da abertura, visto que nesta posição a abertura se torna 41% maior que a abertura nominal: uma peneira com uma abertura nominal de 1mm, por exemplo, terá uma diagonal de 1,41mm, como mostrado pela Figura 21. Esse efeito, contudo, não existe quando se utiliza o equipamento CPA, uma vez que as partículas são analisadas em queda livre e, nesse caso, seu posicionamento sempre obedecerá ao seu centro de gravidade, fazendo com que partículas alongadas sempre sejam analisadas na posição vertical. Na ferroliga analisada notou-se a presença de partículas alongadas, havendo, portanto, o efeito citado na análise por peneiramento.





Fonte: Banco de dados do autor (2018).

Já o efeito da tolerância da abertura das peneiras ocorre porque ao se produzir uma peneira, as medidas das aberturas desta podem apresentar variações aceitáveis, de acordo com as definições da norma ISO 3310-1: "Test Sieves - Technical requirements and testing – Part 1: Test Sieves of metal wire cloth" que regulamenta a produção de peneiras de malhas de aço, como as utilizadas neste estudo. Esse efeito na verdade é um agravante do efeito de posição da partícula. De acordo com a ISO 3310-1 uma peneira com abertura nominal de 1 mm, por exemplo, pode ter a abertura real até 14% maior, portanto 1,14 mm. Dessa forma a diagonal das aberturas de uma peneira que tenha as aberturas com medidas no limite máximo aceitável será de 1,612 mm, ou seja 61% maior que abertura nominal. Isso significa que nessa situação, partículas alongadas com até 1,612 mm em sua dimensão menor poderão ser classificadas como menor que 1mm. Nos equipamentos CPA, no entanto, esse fenômeno não existe uma vez que toda partícula é dimensionada através de sua própria imagem, utilizando o conceito do diâmetro de Ferret, que determina o diâmetro da esfera equivalente à partícula, ou seja, na análise por peneiramento a referência de tamanho é abertura da peneira, que apresenta dimensões diferentes em posições diferentes, e nos equipamentos CPA a referência de tamanho é própria partícula.

Portanto, os efeitos citados acima podem explicar as diferenças individuais entre os resultados de análise obtidos por peneiramento e pelos equipamentos CPA, mesmo sendo encontradas médias estatisticamente semelhantes para os resultados obtidos pelas duas técnicas, para as mesmas amostras.

4.4. Observações adicionais

Durante este estudo, observou-se que o tempo de análise granulométrica no equipamento CPA em geral é mais baixo quando comparado ao método de análise por peneiramento, contudo este tempo se eleva na medida em que se aumenta o teor de partículas abaixo de 1mm. Isso fez com que, em alguns casos, o tempo de análise de amostras nesta condição, no equipamento CPA fosse consideravelmente superior ao tempo de análise por peneiramento. Tendo sido observado esse efeito, foi realizado um teste qualitativo para se determinar a influência do teor de finos (<1 mm) no tempo de análise via CPA. Para isto, tomou-se uma amostra de 200 kg, de material com classificação granulométrica 10 a 30 mm, e realizou-se a análise via CPA. Em seguida a

mesma amostra foi classificada em peneira, sendo retirada a fração <1 mm. Pesou-se a fração <1 mm, que foi aproximadamente 1kg, e informou-se este em campo próprio no *software* do equipamento CPA, para que fosse calculado o percentual de material <1 mm. repetindo-se a análise da mesma amostra, desta vez sem a fração de finos <1mm.

O tempo de análise da amostra contendo finos foi de 87 minutos, enquanto que a mesma amostra sem a fração de finos foi analisada em 21 minutos, tempo mais de 4 vezes inferior ao da primeira análise. A análise dessa amostra utilizando o método de peneiramento leva, em média, 20 minutos considerando os tempos de divisão da amostra, peneiramento, pesagem e registro das massas. Contudo, o equipamento de análise por peneiramento é limitado a 40 kg de amostra. Como o teste foi realizado com uma amostra de 200 kg, a análise de toda a amostra por peneiramento levaria em média 100 minutos. Porém, o procedimento padrão é reduzir a massa de amostra por quarteamento até que esta seja menor ou igual a 40 kg, e analisar apenas esta fração considerando-a representativa. Pode-se então dizer que o tempo de análise de uma amostra contendo finos <1mm nos equipamentos CPA será mais elevado que o tempo para análise da mesma amostra por peneiramento, visto que no teste realizado 1kg de material <1mm incrementou o tempo de análise em 66 minutos. Esta afirmação é especialmente importante para amostras do material com classificação de tamanho <2 mm.

O elevado tempo de análise observado para amostras contendo finos <1 mm pode ser explicado pela limitação dos equipamentos CPA em relação à densidade ótica, ou quantidade de partículas presentes no campo de análise. Como o equipamento analisa todas as partículas, quanto mais fino o material maior será o número de partículas por unidade de área e, portanto, menor será a velocidade de vibração da calha de alimentação para possibilitar a análise de todas as partículas.

4.5. Vantagens e desvantagens do uso de cada uma das técnicas

Durante este estudo, foram levantadas as vantagens e desvantagens no uso das técnicas de análise granulométrica por peneiramento e por análise de imagem utilizando os equipamentos CPA, para o material testado. Abaixo estão apresentadas as vantagens de cada técnica para análise da ferroliga estudada:

Vantagens da análise granulométrica por peneiramento:

- a) Método mundialmente aceito;
- b) Possibilidade de outras análises das frações retidas em cada peneira.

Vantagens da análise granulométrica por análise de imagem nos equipamentos

CPA:

- a) Não sofre influência do efeito da tolerância da abertura de peneiras;
- b) Tempo de análise menor (exceto para finos abaixo de 1 mm);
- c) Não sofre influência do efeito de posição da partícula;
- d) Possibilita análise em tempo real e correções no processo;
- e) Risco ergonômico minimizado, já que não há manipulação de peneiras.

CAPÍTULO V

5. CONCLUSÕES

Os estudos realizados neste trabalho mostraram que o método de análise granulométrica por análise de imagem utilizando os equipamentos CPA 2-1 e CPA 4-2 conduz a resultados estatisticamente semelhantes aos produzidos pelo método padrão, por peneiramento, apesar de diferenças individuais terem sido observadas entre os resultados fornecidos por ambos os métodos para uma mesma amostra. Para a faixa de 2 mm, foi encontrado um t estatístico de 0,486 para um t crítico de 2,110; para a faixa de 1 mm, foi encontrado um t estatístico de -0,891 para um t crítico de 2,110; para a faixa de 12,5 mm, foi encontrado um t estatístico de 0,425 para um t crítico de 2,112; para a faixa de 3 mm, foi encontrado um t estatístico de -0,131 para um t crítico de 2,101; para a faixa de 15 mm, foi encontrado um t estatístico de -1,342 para um t crítico de 2,110 e para a faixa de 10 mm, foi encontrado um t estatístico de 0,673 para um t crítico de 2,110, nos testes realizados com o equipamento CPA 2-1. Já para o equipamento CPA 4-2, para a faixa de 10 mm, foi encontrado um t estatístico de 0,717 para um t crítico de 2,015 e para a faixa de 30 mm, foi encontrado um t estatístico de -0,959 para um t crítico de 2,037. O estudo mostrou ainda que para análise de amostras com finos <1 mm o tempo de análise nos equipamentos CPA pode é maior que o tempo de análise por peneiramento quando a amostra apresenta em sua composição partículas com tamanho inferior a 1 mm.

REFERÊNCIAS

ALLEN, Terence. Particle Size Measurement, 5^ª edition, v.I, London: Chapman and Hall, 1997 *apud* PAPINI, Claudemir José. Estudo Comparativo de Métodos de Determinação do Tamanho de partículas. 2003. Dissertação (Mestrado em Ciências na área de tecnologia Nuclear - Materiais). Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.

ARAÚJO, Alexandre Garcês de; ALVES, Eder Chaveiro; SOUZA, Jaqueline Costa de; SILVA, Isabela Larissa Alves; CORRECHEL, Vladia. **Análise da determinação** granulométrica de um latossolo por dois métodos: densímetro e granulômetro a laser. Revista Mirante. v. 10, n. 5. Anápolis, 2017.

BITTELI, M.; ANDRENELLI, M. C.; SIMONETTI, G.; PELLEGRINI, S.; ARTIOLI, G.; PICCOLE, I.; MORARI, F. **Shall we abandon sedimentation methods for particle size analysis in soil?** Soil & Tillage Resarch, Vol 185, p. 36-46, 2018.

BEUSELINCK, L.; GOVERS, G.; POESEN, J; DEGRAER, G.; FROYER, L. Grainsize analysis by lase diffractometry: comparison with the sieve-pipette method. Catena, Vol. 32, p. 193-208, 1998.

BLACK, David Lee; MCQUAY, Mardson Queiroz; BONIN, Michel P.; Laser-based techniques for particle size measurement: a review of sizing methods and their industrial applications. Prog. Energy Combust, Vol 22, p. 267-306, 1996.

CAETANO, Mário. **Tamanho das Partículas e sua distribuição.** Disponível em < https://www.ctborracha.com/borracha-sintese-historica/materias-primas/cargas/cargas-e-propriedades/principais-caracteristicas-das-cargas/tamanho-das-particulas-e-sua-distribuicao/> Acesso em 8 de Dezembro de 2018.

CAMPOS, Vicente Falconi. **Gerenciamento da rotina do trabalho do dia a dia.** 1 ed. Santa Luzia: INDG tecnologia e Serviços Ltda, 2004. 272 p.

CAPELLI, Renata Bazzarella. **Comparação de métodos na análise** granulométrica de rejeitos de mineração. 2016, 30 f. Monografia do Curso de Engenharia Civil da Universidade Federal de Ouro Preto. 2016.

CENTERI C., JAKAB G., SZABÓ S., FARSANG A., BARTA K., SZALAI Z., BIRÓ Z. **Comparison of particle-size analyzing laboratory methods**. Environmental Eng. and Management Journal, Vol. 14, p. 1125-1135, 2015.

DIAS, J.A. 2004. A Análise Sedimentar e o Conhecimento dos Sistemas Marinhos. Ed. preliminar. Algarve, 2004.

GILSON COMPANY. **Operating Manual: Gilson Test Mater Testing Screens TM-5 & TM-6.** 2017. Disponível em < https://www.globalgilson.com/content/files/attachments/305_Manual_TM-5_6.pdf> Acesso em 8 de Dezembro de 2018.

HAVER & BOECKER. **Haver CPA Portfolio.** 2018. Disponível em < https://www.haverparticleanalysis.com/en/dynamic-image-analysis/haver-cpa-models/> Acesso em 8 de Dezembro de 2018.

LIMA, R.M.F.; LUZ, J.A.M. da. 2001 Análise granulométrica por técnicas que se baseiam na sedimentação gravitacional: Lei de Stokes. Rem: Rev. Esc. Minas, Ouro Preto, v. 54, n. 2, Jun 2001.

LUZ, A. Tratamento de Minérios. 4 ed. São Paulo. CETEM/MCT, 2004.

MATTOS, C. Projeto de Formatura. **Aperfeiçoamento de um analisador granulométricos baseado em atenuação de raios gamas**. São Carlos, 2014. Disponível em http://www.tcc.sc.usp.br/tce/disponiveis/18/180450/tce-13012015-141145/?&lang=br. Aceso em 16 de maio de 2018.

PAPINI, Claudemir José. **Estudo Comparativo de Métodos de Determinação do Tamanho de partículas**. 2003. Dissertação (Mestrado em Ciências na área de tecnologia Nuclear - Materiais). Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.

PAPINI, C. J., NETO, R., M., L. **Análise granulométrica de pós metálicos por difração de laser vias seca.** In: 17º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais - CBECIMat, 2006.

SAMPAIO, J.A., FRANÇA, S.C.A., BRAGA, P.F.A. (Eds.) **Tratamento de minérios: Práticas laboratoriais**. Rio de Janeiro: CETEM, 2007, p. 55-74.

STEFANO, C.Di., FERRO, V., MIRABILE, C. **Comparison between grain-size analyses using laser diffraction and sedimentation methods.** Biosystems Engineering, I06, p-205-215, 2010.

SUGUIO, K. Introdução à sedimentologia. São Paulo, SP: Ed. Edgard Blutcer – EDUSP, 1973.

WEDD, M.; WARD-SMITH, S.; RAWLE, A. **Particle size Analysis**. Reference Module in Chemistry, Molecular Sciences and Chemical Engineering. Elsevier. 2018. Disponível em https://doi.org/10.1016/B978-0-12-409547-2.14522-6 Acesso em: 21 nov. 2018.

ŻEGLEN; Katarzyna, *et al.* **Particle size distribution determination methods comparison based on sieve analysis and lase method.** Interdisciplinary Journal of Engineering Sciences. v. IV, n. 1, 2016. Disponível em: <http://ijes.pwr.wroc.pl/?pl_volume-iv-(2016),49>. Acesso em: 18 ago. 2018.