



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**



**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO TAMANHO DE BOLHA NA
FLOTAÇÃO EM COLUNA PARA DIFERENTES
GRANULOMETRIAS DE APATITA**

Angelica da Silva Reis

Uberlândia - MG

2019



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO TAMANHO DE BOLHA NA
FLOTAÇÃO EM COLUNA PARA DIFERENTES
GRANULOMETRIAS DE APATITA**

Angelica da Silva Reis

Orientador: Marcos Antonio de Souza Barrozo

Tese de doutorado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutor em Engenharia Química.

Uberlândia - MG

2019

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Sistema de Bibliotecas da UFU, MG, Brasil.

R375e
2019 Reis, Angelica da Silva, 1989-
 Estudo da influência do tamanho de bolha na flotação em coluna
 para diferentes granulometrias de apatita [recurso eletrônico] / Angelica
 da Silva Reis. - 2019.

 Orientador: Marcos Antonio de Souza Barrozo.
 Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Uberlândia, Programa
 de Pós-Graduação em Engenharia Química.
 Modo de acesso: Internet.
 Disponível em: <http://dx.doi.org/10.14393/ufu.te.2019.322>
 Inclui bibliografia.
 Inclui ilustrações.

 1. Engenharia química. 2. Flotação. 3. Apatita. 4. Partículas. I.
 Barrozo, Marcos Antonio de Souza, 1961- (Orient.) II. Universidade
 Federal de Uberlândia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia
 Química. III. Título.

CDU: 66.0

Maria Salete de Freitas Pinheiro - CRB6/1262

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA**

Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química
Av. João Naves de Ávila, 2121, Bloco 1K, Sala 206 - Bairro Santa Mônica, Uberlândia-MG, CEP 38400-902
Telefone: (34)3239-4249 - www.ppgeq.feq.ufu.br - secppgeq@feq.ufu.br

**ATA**

Ata da defesa de TESE DE DOUTORADO junto ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Química da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia.

DEFESA DE: Tese de Doutorado, 07/2019, PPGEQ

DATA: 25 de fevereiro de 2019 - 10:00 h

DISCENTE: 11513EQU002 - Angélica da Silva Reis

TÍTULO DO TRABALHO: Estudo da influência do tamanho de bolha na flotação em coluna para diferentes granulometrias de apatita

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: Desenvolvimento de processos químicos

LINHA DE PESQUISA: Processos de Separação

PROJETO DE PESQUISA DE VINCULAÇÃO: Estudo da separação óleo-água por flotação em ar dissolvido

Às 10 horas do dia 25 de fevereiro do ano de 2019, no Anfiteatro 50A - *Campus* Santa Mônica da Universidade Federal de Uberlândia, reuniu-se a Banca Examinadora, designada pelo Colegiado do Programa de Pós-graduação em Engenharia Química, assim composta: Professores Doutores: Michelly dos Santos Oliveira - CEFET/Araxá; Mariana Alves dos Santos - CEFET/Araxá; Ricardo Correa de Santana - FEQUI/UFU; Luiz Gustavo Martins Vieira - PPGEQ/UFU e Marcos Antonio de Souza Barrozo - PPGEQ/UFU, orientador da candidata.

Iniciando os trabalhos, o presidente da mesa, Prof. Dr. Marcos Antonio de Souza Barrozo, apresentou a Comissão Examinadora e a candidata, agradeceu a presença do público, e concedeu à Discente a palavra para a exposição do seu trabalho. A duração da apresentação da Discente e o tempo de arguição e resposta foram conforme as normas do Programa.

A seguir o senhor presidente concedeu a palavra, pela ordem sucessivamente, aos examinadores, que passaram a arguir a candidata. Ultimada a arguição, que se desenvolveu dentro dos termos regimentais, a Banca, em sessão secreta, atribuiu os conceitos finais.

Em face do resultado obtido, a Banca Examinadora considerou a candidata Aprovada e NÃO estabeleceu novo título para o trabalho.

Esta defesa de Tese de Doutorado é parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutor. O competente diploma será expedido após cumprimento dos demais requisitos, conforme as normas do Programa, legislação e regulamentação internas da UFU.

Nada mais havendo a tratar foram encerrados os trabalhos às 13 horas. Foi lavrada a presente ata que após lida e achada conforme foi assinada pela Banca Examinadora.

Marcos Antonio de Souza Barrozo - PPGEQ/UFU - Orientador

Michelly dos Santos Oliveira - CEFET/Araxá

Mariana Alves dos Santos - CEFET/Araxá

Ricardo Correa de Santana - FEQUI/UFU

Luiz Gustavo Martins Vieira - PPGEQ/UFU



Documento assinado eletronicamente por **Marcos Antonio de Souza Barrozo, Presidente**, em 25/02/2019, às 12:54, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Mariana Alves dos Santos, Usuário Externo**, em 25/02/2019, às 12:54, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Michelly dos Santos Oliveira, Usuário Externo**, em 25/02/2019, às 12:55, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Ricardo Correa de Santana, Professor(a) do Magistério Superior**, em 25/02/2019, às 12:56, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Luiz Gustavo Martins Vieira, Professor(a) do Magistério Superior**, em 25/02/2019, às 12:57, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://www.sei.ufu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **1018276** e o código CRC **5369F1BD**.

Dedico à minha mãe Zenóbia, ao meu pai Roberto, à minha irmã Gabriela
e ao meu amado e pra sempre em meu coração vovô Geraldo.

“Combati o bom combate, terminei a minha carreira, guardei a fé.”
II Tim 4,7

“Dele, por Ele e para Ele são todas as coisas. A Ele a glória por toda a eternidade!
Amém!”
Rom 11,36

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, gostaria de agradecer à Deus, aquele que tem sido o meu sustento e a razão do meu viver, mas de forma fantástica durante este tempo de doutorado sonhou por mim quando eu não mais sonhava, e me manteve de pé, dando-me a fé e o amor necessários para não desanimar e, para que pudesse concluir com êxito mais uma etapa da minha vida. Ao meu Pai do Céu toda a minha gratidão por todo cuidado, por todo auxílio e pela certeza de que nunca estive sozinha e que seu Espírito Santo me deu inteligência e sabedoria em todo tempo e, que a Virgem Maria intercedia a cada instante por mim.

Um agradecimento especial a minha querida família. Mãe, pai, maninha, palavras jamais poderão expressar o que vocês representam para mim. Obrigada por acreditarem tanto em mim e por nunca medirem esforços para me verem feliz e seguindo o meu caminho. Mesmo na distância vocês sempre estiveram muito perto de mim e, isso me fez ter coragem para dar cada passo, para continuar seguindo em frente. É para vocês todo o mérito dessa etapa. Amo-os demais.

Quero também agradecer aos meus tios, padrinhos, primos, todos os meus familiares pelo apoio de sempre.

Um sentimento de gratidão muito grande ao meu orientador e amigo Marquinhos, que, não apenas durante o tempo de doutorado, mas desde a graduação, tem sido um exemplo de profissional e de pessoa. Obrigada por toda confiança, por todo apoio e por tantos ensinamentos de todo esse tempo. Com certeza, a profissional na qual tenho me tornado, tem muito daquilo que me ensinou.

Agradeço de forma também muito especial aos membros da banca, Mariana, Michelly, Ricardo e Luiz Gustavo, que com tanta atenção se disponibilizaram e contribuíram tanto para que esse trabalho se tornasse melhor.

Enquanto PPGEQ/UFU quero agradecer aos funcionários que foram fundamentais na conclusão desse trabalho: Cecília, Silvino, Dona Ione, Ullysses, Francielle e Rafael, Silvana, Ellen, Édio, Roberta. Quero também agradecer ao prof. Irineu Petri e a técnica Geila da UFLA que contribuíram muito para que fosse possível concluir as análises finais deste trabalho.

Um agradecimento todo especial aqueles que nesse tempo foram minha companhia diária. Obrigada pelas ajudas, pelos almoços no RU, pelas risadas, pelas alegrias e também tristezas compartilhadas, levarei para sempre cada um da família LPD em meu coração. Larissa (parceira de flotação), Lidja, Argileu, Geraldo, Priscila, Gláucia, Ana Paula, Rodolfo, Rondinelli, Jennifer, Marcela, Sussu, Rafael, Neiton, Gregori, Carlos, Suelen, Janaína, Raissa, Marielle (que estará sempre em nossos corações) vocês são muito especiais.

O meu muito obrigado aos meus alunos de iniciação científica que contribuíram muito para a concretização desse trabalho. Argileu (agora mestrando!!!), Guilherme,

Pedro, Lucas, Victor, Ana Laura, Rafael muito obrigada pelas incontáveis bolhas medidas!

Quero fazer um agradecimento especial, ao Ministério Universidades Renovadas (MUR), que é uma parte essencial da minha vida, principalmente no meu tempo de formação universitária e na pós-graduação. Com vocês 'luquinhas' eu aprendi a sonhar com a minha profissão e, a entender que posso fazer dela muito mais do que o exigido tecnicamente, mas fazer a diferença fazendo com amor como um profissional do Reino que se deixa ser guiado pelo Espírito Santo. GPP São João Paulo II, MUR Uberlândia, MUR Minas Gerais, MUR Brasil muito obrigada! Não vou citar nomes porque são muitos, mas, filhos, irmãos, pais, mães que ganhei em Cristo, amo muito cada um de vocês!

Agradeço à família Renovação Carismática Católica que me acolheu em Uberlândia de forma tão especial, gratidão por todo carinho, ensinamentos e pela intercessão e torcida de sempre, amo vocês.

E ainda quero agradecer a todos do Apostolado da Efusão do Espírito Santo que foram anjos que Deus colocou na minha vida, que foram e tem sido meu sustento espiritual em toda as áreas da minha vida. Gratidão por cada amanhecer compartilhado com vocês.

Enfim, a todos amigos de longe e de perto que passaram, chegaram, e continuam na minha vida e acompanharam mais essa etapa da minha vida, serei eternamente grata a cada um de vocês!

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	i
LISTA DE TABELAS.....	iv
LISTA DE ABREVIATURAS.....	vi
LISTA DE SÍMBOLOS	vii
RESUMO.....	ix
ABSTRACT	x
CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
2.1. O Processo de Flotação no Beneficiamento Mineral.....	5
2.2. Colunas de flotação.....	7
2.3. Parâmetros da Operação do Processo de Flotação.....	10
2.3.1. Regime de Fluxo.....	10
2.3.2. Velocidade Superficial de gás e de líquido.....	11
2.3.3. Holdup de gás	12
2.3.4. Tamanho de bolha e sua distribuição.....	13
2.3.5. Fluxo Superficial de Bolhas (S_b)	14
2.3.6. Bias	15
2.3.7. Capacidade de Carregamento	15
2.3.8. Características do arraste	16
2.4. Flotação Verdadeira e Por Arraste.....	16
2.5. Interação Bolha-Partícula	20
2.5.1. Colisão	21
2.5.2. Adesão	24
2.5.3. Estabilidade (Desprendimento)	26
2.6. Tamanho de Partícula	27
2.7. Tamanho de Bolha e a Flotação.....	30
2.7.1. Determinação do Tamanho de Bolha	32
2.8. Influência da Adição de Tensoativo	33
2.9. Estabilidade da Camada de Espuma	36

CAPÍTULO 3 - MATERIAIS E MÉTODOS	39
3.1. Fluxograma do trabalho	39
3.2. Unidade Experimental	39
3.3. Metodologia para Medida do Diâmetro de Bolha	42
3.3.1. Filmagem Direta	42
3.3.2. Método Online	44
3.4. Caracterização das Amostras de Minério Fosfático	45
3.4.1. Caracterização Granulométrica	45
3.4.2. Caracterização Mineralógica	46
3.4.3. Caracterização Química.....	47
3.5. Procedimentos para a operação da coluna de flotação	47
3.5.1. Reagentes de Flotação	47
3.5.2. Condicionamento do Minério	48
3.5.3. Testes de flotação	49
3.5.4. Caracterização Química dos Produtos de Flotação	50
3.5.5. Rendimento da Flotação	50
3.6. Planejamento Experimental – Sistema ar-água	51
3.7. Planejamento Experimental – Flotação de Minério.....	52
3.7.1. Partículas Finas	53
3.7.2. Partículas Grossas	54
3.7.3. Partículas Intermediárias	56
CAPÍTULO 4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO	58
4.1. Caracterização das Amostras da Alimentação	58
4.1.1. Caracterização Granulométrica	58
4.1.2. Caracterização Química.....	59
4.1.3. Caracterização Mineralógica	60
4.2. Resultados da influência da partícula no diâmetro de bolha	65
4.3. Resultados da influência do tamanho de bolha no desempenho da flotação mineral	69
4.3.1. Flotação com partículas finas	69

4.3.2. Flotação com partículas grossas	78
4.3.3. Flotação com partículas intermediárias	84
4.3.4. Comparação dos diferentes tamanhos de partículas	89
CAPÍTULO 5 - CONCLUSÕES	93
5.1. Principais Conclusões	93
5.2. Sugestões para trabalhos futuros	94
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	95

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1: Regiões de uma coluna de flotação (Fonte: AQUINO et al., 2010).	9
Figura 2.2: Mecanismos de recuperação (Fonte: CAPPONI, 2009 apud SANTOS,M. 2010).....	17
Figura 2.3: Fenômeno de captura (colisão + adesão) de uma partícula dentro de um raio crítico R_c e trajetórias de partículas de vários tamanhos e densidades, (1) não inercial, (2) Browniana, (3) fracamente inercial, (4) fortemente inercial e (5) linha de fluxo (Fonte: CAPPONI, 2005).	23
Figura 2.4: Fenômeno de captura bolha-partícula: (a) aproximação bolha-partícula; (b) colisão bolha-partícula; (c) indução – tempo de afinamento do filme líquido; (d) ruptura do filme líquido e formação do ângulo de contato (Fonte: TABOSA, 2007).....	24
Figura 2.5: Influência do tamanho de partícula na recuperação (PEASE <i>et al.</i> , 2006)..	30
Figura 3.1: Unidade Experimental de Flotação	40
Figura 3.2: Representação Esquemática da unidade experimental.....	41
Figura 3.3: Dimensões do Venturi de alimentação de ar.....	41
Figura 3.4: Esquema representativo da técnica de Filmagem Direta.	43
Figura 3.5: Esquema representativo do Método <i>Online</i> de filmagem e medida de bolhas.	44
Figura 4.1: Distribuição Granulométrica fornecida pelo modelo RRB.....	59
Figura 4.2: Eletron-micrografias obtidas no MEV (imagem de elétrons retroespalhados – IER) da amostra de finos de apatita.	62
Figura 4.3: Eletron-micrografias obtidas no MEV (imagem de elétrons retroespalhados – IER). Eletronmicrografia a: apatita associada com monazita. Eletronmicrografia b: partícula de romanexita (quando hidratada) ou rolandita, apatita associada com romanexita ou rolandita e apatita com goethita.	63
Figura 4.4: Eletron-micrografias para a amostra de grossos obtidas no MEV (imagem de elétrons retroespalhados – IER). Eletron-micrografia a: quartzo associado à apatita. Eletron-micrografia b: apatita com inclusões de barita. Eletron-micrografia c: apatita associada com pirocloro. Eletron-micrografia d: apatita associada com badeleita e goethita. Eletron-micrografia e: apatita associada	

com hematita. Eletron-micrografia f: apatita associada com barita, mais partículas isoladas de pirocloro e vermiculita.	64
Figura 4.5: Relação entre o $d_{3,2}$ obtido no sistema ar-água e durante a flotação mineral utilizando o método da filmagem direta.	67
Figura 4.6: Imagens das bolhas obtidas com a câmera de alta velocidade: (a) sistema ar-água e (b) flotação mineral.	68
Figura 4.7: Relação entre o $d_{3,2}$ obtido no sistema ar-água e durante a flotação mineral utilizando o método online.	68
Figura 4.8: Imagens das bolhas obtidas com a sonda PVM: (a) sistema ar-água e (b) flotação mineral.	69
Figura 4.9: Influência do tamanho de bolha no teor de P_2O_5 da flotação de finos de apatita.	73
Figura 4.10: Influência do tamanho de bolha na recuperação da flotação de finos de apatita.	74
Figura 4.11: Imagens da camada de espuma da flotação de finos com bolhas pequenas: (a) câmera de alta velocidade e (b) sonda PVM.	75
Figura 4.12: Imagens da camada de espuma da flotação de finos com bolhas grandes: (a) câmera de alta velocidade e (b) sonda PVM.	77
Figura 4.13: Imagens da camada de espuma da flotação de finos com bolhas intermediárias: (a) câmera de alta velocidade e (b) sonda PVM.	78
Figura 4.14: Influência do tamanho de bolha no teor de P_2O_5 da flotação de grossos de apatita.	81
Figura 4.15: Influência do tamanho de bolha na recuperação da flotação de grossos de apatita.	81
Figura 4.16: Imagens da camada de espuma da flotação de grossos com bolhas pequenas.	82
Figura 4.17: Imagens da altura camada de espuma formada na flotação de grossos com bolhas pequenas.	83
Figura 4.18: Imagens da camada de espuma da flotação de grossos com bolhas grandes.	84
Figura 4.19: Influência do tamanho de bolha no teor de P_2O_5 da flotação de intermediários de apatita.	86

Figura 4.20: Influência do tamanho de bolha na recuperação da flotação de intermediários de apatita.....	86
Figura 4.21: Imagens da camada de espuma da flotação de intermediários com bolhas pequenas.	88
Figura 4.22: Imagens da camada de espuma da flotação de intermediários com bolhas intermediárias.	88
Figura 4.23: Imagens da camada de espuma da flotação de intermediários com bolhas grandes.....	88
Figura 4.24: Comparação da influência do diâmetro de bolha no teor de P_2O_5 para a flotação de diferentes tamanhos de partículas de apatita.....	90
Figura 4.25: Gráfico da comparação da influência do diâmetro de bolha na recuperação da flotação de diferentes tamanhos de partículas de apatita.	91

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1: Parâmetros operacionais e de projeto de colunas de flotação industriais. (Fonte: TAKATA, 2006)	15
Tabela 2.2: Diferentes classificações para o tamanho de partícula	29
Tabela 2.3: Diferentes classificações para o tamanho de bolha	32
Tabela 3.1: Condições operacionais na flotação de minério	50
Tabela 3.2: Testes para obtenção do tamanho de bolha no sistema ar-água	52
Tabela 3.3: Testes preliminares na flotação de partículas finas	53
Tabela 3.4: Testes exploratórios para os efeitos de vazão de ar e tensoativo na flotação de finos.....	54
Tabela 3.5: Testes preliminares para a flotação de partículas grossas.	55
Tabela 3.6: Teste exploratórios para a variação do tamanho de bolha na flotação dos grossos.....	55
Tabela 3.7: Testes exploratórios para a dosagem de coletor, depressor e pH na flotação de partículas grossas.....	56
Tabela 3.8: Testes preliminares para a flotação de partículas intermediárias	57
Tabela 4.1: Resultados da regressão para o modelo RRB.....	58
Tabela 4.2: Caracterização química das amostras de alimentação da flotação.	59
Tabela 4.3: Caracterização mineralógica da amostra de alimentação por fração.....	60
Tabela 4.4: Fórmula química das fases minerais identificadas por difração de raios-X	61
Tabela 4.5: Microanálise EDS de cada ponto das Eletron-micrografias para a amostra de finos de apatita.	62
Tabela 4.6: Microanálise EDS de cada ponto das Eletron-micrografias para as amostras de intermediários de apatita.	63
Tabela 4.7: Microanálise EDS de cada ponto das Eletron-micrografias para a amostra de grossos de apatita.	65
Tabela 4.8: Diâmetro de bolha no sistema ar-água e na flotação mineral.....	66
Tabela 4.9: Resultados dos testes preliminares para a flotação de finos.....	70
Tabela 4.10: Resultados para os testes exploratórios realizados na flotação de finos de apatita para determinação de diferentes DTB.	72
Tabela 4.11: Resultados da influência do tamanho de bolha no desempenho da flotação de finos de apatita.	73

Tabela 4.12: Resultados obtidos nos testes preliminares para a flotação de partículas grossas.....	79
Tabela 4.13: Resultados obtidos nos testes exploratórios para a variação do tamanho de bolha na flotação dos grossos.....	79
Tabela 4.14: Resultado dos testes exploratórios para a dosagem de coletor, depressor e pH na flotação de partículas grossas.	80
Tabela 4.15: Efeito do tamanho de bolha no desempenho da flotação de partículas grossas.	80
Tabela 4.16: Resultados dos testes preliminares para a flotação de partículas intermediárias.....	85
Tabela 4.17: Resultados da influência do tamanho de bolha na flotação de partículas intermediárias de apatita.	85

LISTA DE ABREVIATURAS

ANDA	Associação Nacional para Difusão de Adubos
CDNT	Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear
CFD	<i>Computational Fluid Dynamics</i>
CCC	Concentração Crítica de Coalescência
DIBK	Diisobutil cetona
DRX	Difração de Raios-X
DTB	Distribuição de Tamanho de Bolha
FBRM	<i>Focused Beam Reflectance Measurement</i>
FRX	Espectrometria de Fluorescência de Raios-X
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MIBC	Metil isobutilcarbinol
PVM	<i>Particle Vision and Measurement</i>
RRB	<i>Rosin-Rammler-Bennett</i>

LISTA DE SÍMBOLOS

A	Área da seção transversal do equipamento [L ²]
A _b	Área superficial de uma única bolha [L ²]
B ₁	Capacidade de Carregamento [ML ⁻²]
C	Concentração de tensoativo [ML ⁻³]
d _{3,2}	Diâmetro médio de Sauter [L]
d _b	Diâmetro de bolha [L]
d _{bi}	Diâmetro da bolha i [L]
d _{medio}	Diâmetro médio aritmético [L]
d _p	Diâmetro de partícula [L]
d ₅₀	Diâmetro de partícula que possui fração acumulativa igual a 50% [L]
d _{63,2}	Parâmetro do modelo RRB [L]
E _c	Eficiência de colisão [-]
J _G	velocidade superficial de gás [LT ⁻¹]
J _L	velocidade superficial de líquido [LT ⁻¹]
m _{cl}	Massa de partículas carregadas [M]
M _F	Massa de material flotado [M]
M _A	Massa de material alimentado [M]
N	Quantidade de bolhas de diferentes diâmetros amostradas [-]
N _c	Número de partículas capturadas por uma bolha [-]
n _i	Número de bolhas com diâmetro d _i [-]
n	Parâmetro do modelo RRB [-]
No	Número total de partículas existentes no volume acima da bolha
P	Probabilidade de flotação [-]
P _a	Probabilidade de adesão entre partículas hidrofóbicas e bolhas de ar [-]
P _c	Probabilidade de colisão bolha-partícula [-]
P _s	Probabilidade de formação de um agregado bolha-partícula estável [-]
P _V	Pressão na linha do Venturi [ML ⁻¹ T ⁻²]
Q _l	Vazão volumétrica de água [L ³ T ⁻¹]
Q _{ar}	Vazão volumétrica de ar [L ³ T ⁻¹]
Q _t	Vazão volumétrica de alimentação de tensoativo [L ³ T ⁻¹]
Q _{AL}	Vazão volumétrica de água de lavagem [L ³ T ⁻¹]

Re_b	Número de Reynolds das bolhas isoladas [-]
R_{apatita}	Recuperação de apatita [-]
S_b	Fluxo superficial de bolhas [T^{-1}]
t_i	tempo de indução [T]
t_d	tempo de deslizamento [T]
t_{at}	tempo de adesão [T]
t_c	tempo de contato [T]
V_G	Volume de gás [L^3]
V_L	Volume de líquido [L^3]
V_{cl}	Volume de partículas carregadas [L^3]
V_b	Volume de uma bolha isolada [L^3]
v_b	Velocidade da bolha [LT^{-1}]
X	Fração acumulativa [-]
$x_{CaO,F}$	Teor de CaO no flotado [-]
$x_{CaO,A}$	Teor de CaO na alimentação [-]
Y_1	Teor de P_2O_5 [-]
Y_2	Recuperação [-]
ϵ_0	<i>Holdup</i> [-]
μ_w	Viscosidade da água [$ML^{-1}T^{-1}$]
ρ_p	Densidade da partícula [ML^{-3}]
ρ_w	Gravidade específica da água [ML^{-3}]
% Sól. Alim.	Porcentagem de Sólidos na Alimentação [-]

RESUMO

A flotação é um processo de concentração baseado na separação seletiva dos constituintes através da diferença entre as propriedades de superfície das substâncias envolvidas na operação. Uma das suas aplicações é na indústria de fertilizantes, na qual o processo visa separar os minerais de interesse dos componentes de ganga. Diante da forte demanda por produtos agrícolas, associada à alta dependência da importação de fertilizantes, um estudo que proporcione um maior conhecimento do processo de flotação é importante, visto ser essa uma operação que promove a concentração mineral a partir de um aproveitamento de minérios complexos e de baixos teores, de forma econômica e com bons rendimentos. A flotação tem como mecanismo principal a interação bolha-partícula, a qual é fortemente dependente do tamanho da partícula e da distribuição do tamanho de bolha (DTB). Para que se promova um processo mais eficiente, diferentes tamanhos de partícula exigem variadas DTBs. Sabendo que as bolhas de ar são responsáveis por coletar e transportar as partículas hidrofóbicas da polpa para a espuma, o controle do tamanho e da distribuição das bolhas geradas é essencial para promover uma maior interação bolha-partícula. Portanto, este estudo teve como objetivo verificar a influência do tamanho de bolha no desempenho da flotação da apatita de diferentes granulometrias: finas ($d_{3,2}=13,95 \mu\text{m}$), intermediárias ($d_{3,2}=50,86 \mu\text{m}$) e grossas ($d_{3,2}=108,96 \mu\text{m}$). Para isto, inicialmente foi investigada a influência da adição da partícula mineral na coluna de flotação, verificando uma diminuição considerável no tamanho de bolha (2,1 a 3,2 vezes menor com relação às bolhas medidas no sistema ar-água) e definindo, a partir disso, que as bolhas seriam medidas durante a flotação mineral. Na análise da influência do tamanho de bolha na flotação, para cada faixa de tamanho de partícula estudada, foram determinadas as condições de condicionamento da polpa que promoviam o melhor desempenho da flotação e, os resultados foram avaliados a partir das imagens obtidas e dos valores obtidos para recuperação e teor de P_2O_5 . Os resultados possibilitaram identificar faixas de diâmetro de bolha que favorecesse um melhor desempenho para cada faixa de tamanho de partícula estudada. As partículas intermediárias foram as que apresentaram os melhores resultados para toda a distribuição de diâmetro de bolha estudada. As partículas finas obtiveram um melhor desempenho na flotação quando foram utilizadas bolhas intermediárias (800-1000 μm). E as partículas grossas apresentaram um melhor desempenho para bolhas grandes, porém devido a sua alta taxa de desprendimento, foi observado baixos valores de recuperação, na flotação dessa faixa de partículas.

Palavras-chave: flotação, tamanho de bolha, tamanho de partícula, apatita.

ABSTRACT

Flotation is a concentration process based on the selective separation of the constituents through the difference between the surface properties of the substances involved in the operation. One of its applications is in the fertilizer industry, in which the process aims to separate the minerals of interest from the gangue components. Given the strong demand for agricultural products, associated to the high dependence on fertilizer imports, a study that provides a better knowledge of the flotation process is important, since this is an operation that promotes mineral concentration from a complex and low-grade mineral exploration, economically and with good yields. The main mechanism of flotation process is bubble-particle interaction, which is strongly dependent on particle size and bubble size distribution (BSD). In order to promote a more efficient process, different particle sizes require various BSDs. Knowing that air bubbles are responsible for collecting and transporting the hydrophobic particles from the pulp to the foam, controlling the size and distribution of the bubbles generated is essential to promote greater bubble-particle interaction. The aim of this study was to verify the influence of the bubble size on apatite flotation performance of different sizes: fine ($d_{3,2} = 13,95 \mu\text{m}$), intermediate ($d_{3,2} = 50,86 \mu\text{m}$) and coarse ($d_{3,2} = 108,96 \mu\text{m}$). Therefore, initially the influence of the addition of the mineral particle in the flotation column was investigated and it was verified a considerable decrease in bubble size (2.1 to 3.2 times lower in relation to the bubbles measured in the air-water system), thereby it was defining that the bubbles would be measured during mineral flotation. In the analysis of the bubble size influence on flotation, for each particle size range studied, the conditions of pulp conditioning that favored the best flotation performance were determined and the results were evaluated from the obtained images and the values for recovery and P_2O_5 content. The results allowed to identify bands of bubble diameter that favored a better performance for each particle size range studied. The intermediate particles presented the best results for the entire distribution of bubble diameter studied. The fine particles obtained a better flotation performance when using medium-sized bubbles (800-1000 μm). And the coarse particles showed a better performance for large bubbles, but due to their high detaching rate, low recovery values were observed in the flotation of this particles range.

Keywords: flotation, bubble size, particle size, apatite

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

A rocha fosfática, um recurso vital não-renovável, é a única fonte economicamente viável de fósforo para a produção de fertilizantes e produtos químicos fosfatados (SANTOS, M. 2010). Aproximadamente 95% da produção de rocha fosfática no mundo é consumida na produção de fertilizantes (BOER et al., 2019), que são usados para suprir a demanda de nutrientes necessária para o crescimento das plantas (CONCEIÇÃO FILHO et al., 1998). A maioria das rochas fosfáticas apresenta baixo teor de fósforo e requer beneficiamento (ZAFAR et al., 1995) para obtenção do concentrado.

Segundo Vegro (2018) a partir de dados obtidos pelo comitê de Estatística da ANDA (Associação Nacional para Difusão de Adubos), nos últimos 20 anos, observa-se que devido ao rápido crescimento da demanda na agricultura brasileira, impulsionado pelo incremento de tecnologias e fatores econômicos, houve um aumento no consumo de fertilizantes. Porém a produção nacional aumentou em ritmo mais lento que a demanda e, o país tornou-se fortemente dependente das importações para atender a crescente demanda. Esse fato mostra a necessidade e a importância do estudo e do desenvolvimento de técnicas que promovam um maior desempenho do processo de beneficiamento do minério fosfatado que propicie um melhor aproveitamento do mesmo.

A flotação é um processo industrial amplamente utilizado para separar partículas de diferentes propriedades de superfície, particularmente utilizado para concentrar minerais (NORORI-McCORMAC et al., 2017; LI e WANG, 2018). O processo de flotação é baseado no conceito de que as partículas hidrofóbicas (flotáveis) são capturadas por bolhas de ar na fase líquida e levadas para a interface polpa-espuma, enquanto que as partículas hidrofílicas são retidas na polpa e coletadas no rejeito (ATA et al., 2004; SANTANA et al., 2008).

A flotação é um dos processos mais utilizados industrialmente na concentração mineral por tornar possível o aproveitamento de minérios complexos e de baixos teores de forma econômica e com bons rendimentos. A aplicação de colunas de flotação em novos projetos e em expansões industriais têm crescido consideravelmente, pelo fato de promoverem melhorias substanciais na qualidade dos concentrados obtidos, operando com diferentes tipos de minérios. Além disso, os ganhos no desempenho metalúrgico e a

economia nos custos de capital e de operação demonstram sua importância para a indústria mineral (OLIVEIRA E AQUINO, 2006).

Embora seja um equipamento de simples operação e com a ausência de partes móveis, a coluna de flotação apresenta uma fluidodinâmica complexa. Diante disso, muitos estudos têm sido realizados com o objetivo de se obter informações mais precisas sobre o seu desempenho, porém há muito ainda para ser investigado e compreendido.

Um dos estudos é com relação a interação bolha-partícula, visto que a mesma é amplamente apresentada como o subprocesso mais importante da flotação, pois é responsável por controlar a eficiência e a seletividade dessa operação (BASAROVÁ e HUBICKA, 2014; CHENG, et al, 2017). Alguns dos principais fatores envolvidos nas interações bolha-partícula, nos processos de flotação, são: propriedade de superfície, tamanho da partícula, diâmetro da bolha, velocidade da bolha, taxa de aeração e turbulência. A eficiência de flotação é determinada pela flotação verdadeira, que está relacionada com as partículas capturadas pelo mecanismo de adesão. A quantidade de partículas de ganga que são coletadas na flotação por arraste afeta a seletividade no processo de flotação (HASSANZADEH et al., 2016; ROSS, 1990). O arraste é característico de partículas finas e é não seletivo porque nesse mecanismo não há diferenciação entre as partículas hidrofóbicas e hidrofílicas (SUBRAHMANYAM e FORSSBERG, 1988).

A natureza da colisão bolha-partícula é determinada pela velocidade relativa entre a bolha e a partícula, a contribuição de turbulência devido à flutuação da velocidade, os tamanhos das bolhas e de partículas e a densidade das partículas (HASSANZADEH et al., 2016).

Partículas finas apresentam tipicamente baixas taxas de recuperação por flotação verdadeira, devido à diminuição das colisões entre partículas e bolhas e por serem mais propensas ao arraste hidráulico. Além disso, partículas muito pequenas tendem a ter grandes áreas superficiais específicas, podendo levar a uma excessiva adsorção de reagentes e a outros efeitos associados com partículas quimicamente ativas. Estes fatores podem ter um considerável impacto no teor e na recuperação do processo, dependendo dos efeitos dominantes na operação. Em contraste, a recuperação de partículas grossas é afetada pela ruptura do agregado bolha-partícula em condições de instabilidade (turbulência, por exemplo), assim como, por um decréscimo na capacidade de flotar do agregado bolha-partícula. Ainda, o aumento do tamanho de partícula pode resultar na necessidade de um maior tempo de indução e na deterioração na flotabilidade (FENG e ALDRICH, 1999).

A eficiência de colisão de partículas durante o processo de flotação a uma determinada vazão de ar é alcançada se o tamanho da bolha for compatível com o tamanho das partículas. Portanto, é interessante medir o efeito do tamanho das bolhas e das partículas na eficiência da colisão (HASSANZADEH et al., 2016). Diversas técnicas de medição e estimativa de tamanho de bolha em sistemas com ou sem partículas têm sido utilizadas, tais como: técnicas fotográficas, medidas de eletrossensibilidade, técnicas de remoção dinâmica de bolhas, métodos ópticos e cálculos usando equações empíricas ou semi-empíricas. A vasta quantidade de técnicas, utilizadas para medidas de tamanho de bolha, reflete a dificuldade de obter este parâmetro e, embora nenhuma técnica seja inteiramente satisfatória, a técnica fotográfica tem sido apresentada como a mais promissora e está presente na base dos produtos comerciais mais recentes para este fim (ALDRICH e FENG, 2000).

Considerando os aspectos mencionados e tendo em vista que o diâmetro de bolha é uma variável importante na otimização desse processo, a determinação e controle do tamanho das bolhas formadas tornam-se essenciais para caracterizar o processo de flotação. Assim, é possível operar em faixas de diâmetro de bolha que resultem em melhores recuperações do mineral de interesse.

Além da importância do estudo do controle do tamanho de bolhas no processo de flotação, o histórico de trabalhos relacionados à flotação de apatita pelo grupo de Sistemas Particulados da FEQUI/UFU, foi também um fator importante e motivador para definição do tema desse trabalho. Assim, foram desenvolvidas teses e dissertações que estudaram a cinética de flotação da apatita (QUEIROZ, 2003); a flotação de rejeito remoldado do processo de concentração de apatita (OLIVEIRA, 2004); a flotação de silicatos em coluna para o processo de concentração da apatita (SILVA, 2005); a análise do tamanho de partícula na flotação de apatita (SANTANA, 2007); a influência de íons contaminantes na flotação de apatita (SANTOS, M. 2010); o efeito na flotação da altura da coluna, para diferentes granulometrias do minério fosfático (SANTANA, 2011); a flotação de partículas finas usando ar dissolvido e a medida de tamanho de bolhas usando técnicas de imagens (RIBEIRO, 2012); o tratamento por FAD da água de reuso visando à melhoria do processo de flotação de apatita (SANTOS, 2014); o estudo da geração de bolhas de diversos tamanhos através de um Venturi e da adição de tensoativo (REIS, 2015) e; por fim o estudo das variáveis de flotação no processo industrial (SILVA, 2016).

A eficiência do processo de flotação mineral está diretamente relacionada com a probabilidade de colisão e de adesão da partícula à bolha e, este processo depende das dimensões dos materiais envolvidos, ou seja, tamanho de partícula e diâmetro da bolha. Desta forma, para se obter um melhor aproveitamento das jazidas minerais, através da flotação com partículas de diversos tamanhos, torna-se necessário compreender a interação dessas partículas com as bolhas, obtendo assim uma faixa de tamanho de bolha que favoreça o desempenho da flotação de apatita em coluna, ou seja, teor de P_2O_5 pelo menos na faixa de 30-35% e recuperação acima de 60% (média geral obtida na concentração da rocha fosfática na produção brasileira segundo o Sumário Mineral do Departamento Nacional de Produção Mineral – DNPM, 2015). Portanto, este trabalho teve por objetivo geral investigar a influência do tamanho de bolha no desempenho da flotação da apatita em coluna para diferentes faixas de tamanho de partícula.

Os objetivos específicos são listados a seguir:

- Verificar a influência da partícula mineral no diâmetro de bolha, por meio da medição do tamanho de bolha no sistema ar-água e na flotação mineral.
- Determinar as condições de condicionamento da polpa que favoreçam um melhor desempenho na flotação para cada faixa de tamanho de partícula estudada (finos, intermediários e grossos).
- Caracterizar o comportamento da flotação de apatita (partículas finas, intermediárias e grossas) para diferentes tamanhos de bolha através dos resultados de teor e recuperação, bem como através das imagens obtidas no processo.
- Analisar em cada faixa de tamanho de bolha, as diferenças no desempenho da flotação para os diferentes tamanhos de partícula.

CAPÍTULO 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. O Processo de Flotação no Beneficiamento Mineral

A flotação, um processo patenteado há mais de 100 anos, tem sido vastamente utilizado na indústria. É uma técnica de separação complexa e amplamente utilizada, que se baseia nas diferenças das propriedades de superfície entre as partículas desejáveis e as partículas indesejáveis (NORORI-MCCORMAC et al., 2017). Por se apresentar como uma técnica de separação efetiva e economicamente viável, a flotação tem sido utilizada em várias indústrias químicas, minerais e biológicas. Alguns dos processos em que se utilizam essa técnica são: o tratamento de água, beneficiamento mineral, micro-oxigenação de vinho, fermentação, remoção de tinta, reciclagem de plástico, produção de papel, entre outros. A essência do processo de flotação está no uso de bolhas de ar na captura de partículas baseando-se nas suas características hidrofóbicas e hidrofílicas (PRAKASH et al., 2018; WANG et al., 2016).

Apesar de ser utilizada em vários processos, a flotação tem um grande destaque na indústria mineral, onde é majoritariamente utilizada na recuperação de minerais de valor, devido a sua alta eficiência de separação e rentabilidade (TAO, 2004 e HADLER et al., 2005). Vale ressaltar que a flotação é a mais importante e bem-sucedida operação unitária empregada para separar e concentrar minerais (SANTANA, 2011; DEGLON *et al.*, 2000).

Assim, o processo de flotação baseia-se no conceito de que as partículas hidrofóbicas (flotáveis) são capturadas pelas bolhas na fase líquida e carregadas até a interface polpa-espuma, enquanto que as partículas hidrofílicas são retidas no sistema. Na maioria dos casos a separação completa da ganga e dos minerais de valor não é alcançada na fase de polpa, e algumas partículas de ganga são transportadas para a fase de espuma juntamente com o líquido que fica aprisionado entre as bolhas (ATA et al., 2004).

Em sua maioria, os minerais encontrados na natureza são naturalmente hidrofílicos, desta forma a adição de certas substâncias permite tornar esses minerais hidrofóbicos. É possível, usando a substância certa, fazer com que apenas certos minerais contidos em uma mistura se tornem hidrofóbicos, promovendo assim uma hidrofobicidade seletiva (CHAVES, 2013).

O processo de flotação pode ser considerado resultante de duas operações consecutivas, a coleta e a separação. A coleta acontece na fase de polpa, onde ocorre a colisão e adesão entre as partículas hidrofóbicas com as bolhas de ar, formando os agregados bolha-partícula, que por apresentarem uma densidade menor que o meio, ascendem para a fase de espuma e, as partículas hidrofóbicas, que não foram anexadas por bolhas, juntamente com as partículas hidrofílicas são removidas no rejeito. Já a separação ocorre na fase de espuma, quando o agregado bolha-partícula entra na fase de espuma e existe a possibilidade do líquido intersticial com os sólidos contidos nele (principalmente minerais de ganga) serem drenados de volta para a fase de polpa. Essa drenagem, preferencialmente da ganga, fornece uma limpeza da espuma levando ao aumento do teor mineral do concentrado (YIANATOS e CONTRERAS, 2010).

Diversos fatores influem na eficiência e seletividade do processo de flotação tais como: as propriedades de superfície e o tamanho das espécies minerais da alimentação, o tamanho das bolhas e a taxa de aeração, a altura da camada de espuma e a taxa de remoção do concentrado. A eficiência da flotação é determinada pela flotação verdadeira, ou seja, as partículas que são capturadas pelo mecanismo de adesão seletiva. Enquanto que a seletividade está relacionada com a quantidade de partículas de ganga que são recuperadas no flotado, por meio do mecanismo de arraste (ROSS, 1990).

O sucesso do processo de flotação depende do tamanho das bolhas e das partículas, bem como da concentração de reagentes utilizada. As variáveis físicas: tamanho de bolha e partícula estão intimamente ligadas com a colisão bolha-partícula. Enquanto isso, a dosagem de coletor, como uma variável química, influi na característica da superfície das partículas envolvidas, conseqüentemente na adesão ou desprendimento das partículas das bolhas de ar (ESKANLOU et al, 2017).

Basicamente as unidades de flotação se dividem em células mecânicas e colunas. As células mecânicas convencionais são compostas por uma câmara de flotação e um sistema com um impelidor, associado a um estator, o qual opera em altas velocidades de rotação, cisalhando o ar auto aspirado, promovendo a geração de bolhas com diâmetro na faixa de 400 a 2000 μm . Nesse equipamento, uma maior injeção de volume de ar pode ser utilizada para se obter um maior *holdup* (fração volumétrica ocupada pela fase gasosa no interior da coluna) no sistema. Também se caracteriza por apresentar um regime hidrodinâmico turbulento, alta cinética de flotação (baixos valores de tempo de retenção) e elevada razão gás/líquido.

Por outro lado, as colunas de flotação têm por características uma alta relação altura/diâmetro, não possuir peças móveis e a geração de bolhas realizada através de sistemas de aeração situados em sua base tanto de forma interna quanto externa. Por apresentarem um regime hidrodinâmico pouco turbulento, as colunas têm sido utilizadas, principalmente, com o intuito de obter maiores teores nos concentrados (PAIVA, 2012). Vários estudos também enfatizaram que a flotação em coluna é superior à flotação mecânica em células quando utilizadas tanto frações grossas quanto finas, apresentando maiores recuperações no tratamento de minerais de baixo teor (HAN et al., 2014).

2.2. Colunas de flotação

A técnica de flotação em coluna tem se desenvolvido rapidamente, desde que foi inventada nos anos 60. Sua primeira implantação industrial ocorreu em 1980, em *Les Mines Gaspé*, Canadá, onde duas colunas substituíram com sucesso um banco de células mecânicas. No Brasil, os primeiros trabalhos desenvolvidos em escala piloto foram em 1985, no Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDNT), e a primeira implantação industrial em 1991 (ZHANG et al., 2013).

A coluna de flotação foi introduzida na indústria mineral com o objetivo de superar as dificuldades encontradas nas células mecânicas, tais como: os requisitos de manutenção, a alta razão entre tamanho e capacidade de produção e a necessidade de várias etapas de limpeza. Os parâmetros mais significativos no controle da operação de uma coluna de flotação são a velocidade superficial do gás, dosagem de espumante e coletor e vazão de água de lavagem (AL-THYABAT et al., 2011).

Comparada à flotação em células mecânicas, a flotação em coluna se apresenta mais eficiente por possibilitar uma operação simples e autolimpante. São quatro aspectos básicos, os quais diferenciam as colunas de flotação das células mecânicas convencionais: geometria, adição de água de lavagem, ausência de agitação mecânica, e sistema de geração de bolhas.

A introdução das colunas no processo de flotação representou, nos últimos anos, um significativo avanço na concentração de minérios. Além dos melhores resultados no desempenho da flotação, alcançando melhorias substanciais nos concentrados, a aplicação desse equipamento resultou em economia nos custos de capital e de operação (AQUINO et al., 2010).

Colunas de flotação são de simples construção e são amplamente utilizadas na separação de um elemento desejado de um líquido ou de uma mistura de sólidos em um sistema multifásico. Assim, são equipamentos de contato multifásico nos quais o líquido é uma fase contínua enquanto o gás e as partículas são fases dispersas. No processo de flotação, em operação contracorrente, depois de uma etapa de condicionamento (adição de reagentes na mistura a ser alimentada) a alimentação é, na maioria dos casos, feita na altura correspondente a 2/3 da altura total da coluna de flotação, e assim a mistura alimentada entra em contato com as bolhas ascendentes, as quais são introduzidas através de um sistema de aeração na base da coluna (JENA et al., 2008).

A probabilidade de adesão bolha-partícula, o carregamento de bolhas, e a taxa de flotação são governados pelo movimento relativo das partículas e das bolhas de ar. Assim a alimentação em contracorrente das bolhas de ar e do material a ser flotado tem por consequência uma redução na velocidade de ascensão das bolhas, o que aumenta o tempo de retenção das mesmas no interior da coluna, diminuindo assim, a quantidade de ar comprimido requerida e aumentando a taxa de transferência específica dentro da coluna (BISWAL, 2003).

A coluna de flotação pode ser dividida em duas principais seções (Figura 2.1): seção de coleta na qual a polpa alimentada na parte superior da coluna entra em contato em contracorrente com as bolhas de ar injetadas no fundo da coluna com o objetivo de promover uma recuperação seletiva das partículas hidrofóbicas. A seção de coleta controla o grau de capacidade das colunas de flotação, pois essa capacidade está relacionada com a intensidade da colisão bolha-partícula, a probabilidade de adesão e a área superficial das bolhas. E uma segunda seção de limpeza ou espuma na qual os agregados bolha-partícula são lavados e removidos juntamente com a espuma formada (YIANATOS e FINCH, 1990).

No topo da coluna é adicionada a água de lavagem com o auxílio de dispersores, visando permitir uma adequada distribuição da água no interior da camada de espuma. A água de lavagem desempenha importante papel no processo de eliminação de partículas hidrofílicas arrastadas pelo fluxo ascendente (*entrainment*), na fração flotada, e de estabilização da espuma (SANTOS, 2014).

Segundo Prakash et al. (2018), em geral, quatro etapas são identificadas na flotação em coluna:

- condicionamento das partículas, durante o qual hidrofobicidade é transmitida à superfície das partículas através da adição de reagentes;

- alimentação da polpa na coluna de flotação onde ocorre a colisão e adesão das partículas nas bolhas de ar;
- formação de espuma estável na coluna de flotação e;
- remoção da espuma carregada de minerais da coluna de flotação.

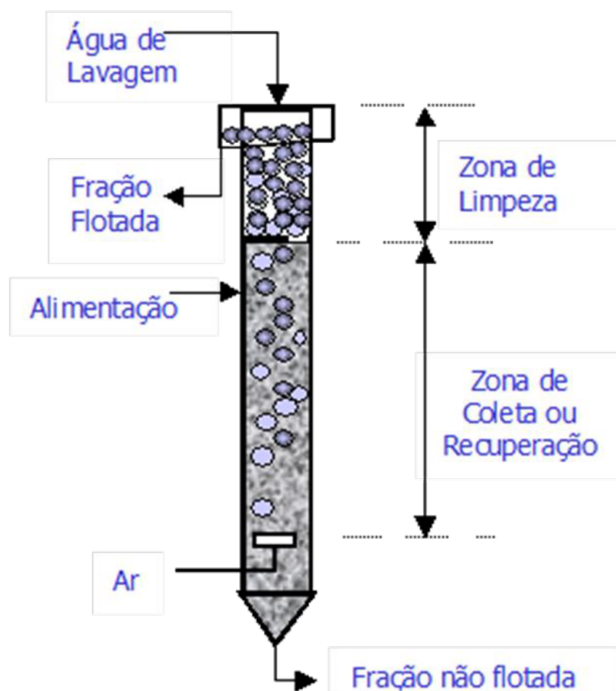


Figura 2.1: Regiões de uma coluna de flotação (Fonte: AQUINO et al., 2010).

A coluna de flotação é uma alternativa utilizada para aumentar a eficiência de separação para partículas menores, visto que, as células de flotação apresentam redução na eficiência de flotação a medida que as partículas ficam mais finas (PRAKASH et al., 2018).

Han et al. (2014), fez um estudo no qual comparou a flotação de finos de carvão utilizando o processo de flotação batelada em célula e em uma coluna de flotação e observou que os resultados, da performance da flotação em coluna, foram bem melhores que na célula convencional. Estes autores notaram que a célula de flotação foi ineficaz, principalmente devido ao arraste de partículas finas de ganga para a espuma, requerendo assim várias etapas de limpeza. Por outro lado, a coluna de flotação foi mais eficaz, pois além de reduzir o arraste de partículas de ganga devido à menor turbulência na polpa, o uso de água de lavagem promoveu uma maior limpeza na espuma, sem a necessidade de etapas adicionais ao processo.

2.3. Parâmetros da Operação do Processo de Flotação

2.3.1. Regime de Escoamento

O regime de escoamento pode ser homogêneo, ou seja, operação com baixas velocidades superficiais de ar, ou heterogêneo caracterizado por altas velocidades superficiais de ar. Nas colunas de flotação dois tipos principais de regime são observados: borbulhante (homogêneo) e o agitado (heterogêneo). O conhecimento do regime de escoamento tem um papel importante no projeto, operação, controle, análise e *scale-up* de uma coluna de flotação. Os fatores que afetam o regime de escoamento são as variáveis geométricas da coluna (diâmetro, comprimento, diâmetro do poro do aerador e área da seção transversal), variáveis dinâmicas (vazão dos fluidos) e propriedades físicas dos fluidos (tamanho de partícula, densidade, viscosidade e tensão superficial). A transição do regime de escoamento depende da dimensão da coluna, desenho do aerador e das propriedades físicas do sistema.

O escoamento borbulhante ocorre para baixas a moderadas velocidades superficiais do gás e o tamanho das bolhas formadas é aproximadamente uniforme. Esse regime é observado para velocidades superficiais do gás menores que 5 cm/s em colunas e sistemas semi-batelada. Esse escoamento é conhecido como um regime de escoamento homogêneo no qual não há coalescência nem quebra de bolhas. No escoamento agitado, as bolhas se tornam maiores até que elas se quebram e causam uma mistura caótica e aleatória que se propaga através da coluna, isso devido ao aumento na vazão de ar. É um regime altamente instável e oscilatório por natureza e se diferencia do escoamento borbulhante pela ausência de caráter periódico. Ele ocorre preferencialmente para velocidades superficiais de gás maiores que 5 cm/s (PRAKASH et al., 2018).

Sob a condição de turbulência, a coalescência de bolhas ocorre devido à alta taxa de transferência de gás que leva a geração de bolhas grandes com baixo tempo de residência e com um fluxo instável na coluna. A distribuição de tamanho de bolhas é ampla devida a coalescência e quebra de bolhas que ocorrem nesse regime. A quantidade de bolhas geradas aumenta com o aumento na vazão de ar o que leva a coalescência das bolhas e à formação de bolhas alongadas que possuem a forma de um nariz esférico ou cauda cilíndrica. A forma das bolhas geradas é similar à um projétil assimétrico, a qual é conhecida como bolha de Taylor. A bolha formada pode ser ou não de mesmo diâmetro que a coluna. O escoamento agitado é sempre instável por natureza, mesmo que sejam fixadas as taxas de gás e líquido

na entrada da coluna. Esse regime é observado em colunas com diâmetros menores operando à altas velocidades superficiais de gás (PRAKASH et al., 2018).

A identificação desses regimes de escoamento pode ser feita a partir de uma observação visual, quando a coluna é transparente. Observa-se que no regime homogêneo, ocorre um movimento lento das bolhas, mas no regime heterogêneo, ocorre uma forte circulação e intensidade da interação das bolhas, então não é possível identificar com precisão a velocidade de transição.

2.3.2. Velocidade Superficial de gás e de líquido

A velocidade superficial de gás (J_G) é a medida da capacidade de aeração da coluna e é um parâmetro que permite a comparação entre colunas com diferentes diâmetros. A velocidade superficial de gás (J_G) é definida pela Equação 2.1.

$$J_G = \frac{Q_{ar}}{A} \quad (2.1)$$

em que:

Q_{ar} é a vazão volumétrica de ar (gás);

A é a área da seção transversal do equipamento.

As medidas de J_G têm sido realizadas principalmente pela captura do gás em cilindro graduado (GORAIN et al., 1996; DEGLON et al., 2000; RIBEIRO, 2012) ou com métodos alternativos para quantificação do volume de gás capturados pelo cilindro (YIANATOS et al., 2001).

A velocidade superficial máxima do ar utilizada em uma coluna de bolhas está limitada por (PRAKASH et al., 2018):

- Arraste excessivo de líquido: um acréscimo da velocidade superficial do gás (J_G) acarreta num aumento do arraste de líquido para as seções superiores da coluna reduzindo o *holdup* de gás;
- Perda do regime de escoamento: o aumento da velocidade superficial do gás (J_G) pode acarretar a mudança de regime de escoamento da coluna de pistão (*plug flow*) para mistura perfeita;

- Insuficiência do aerador: o projeto do sistema de aeração prevê a operação em uma determinada faixa de vazão de gás. Em função disto, não é possível trabalhar com valores de velocidades superficiais de gás (J_G) superiores aos especificados no projeto;
- Aumento do tamanho de bolhas: o aumento da velocidade superficial de gás (J_G) acarreta em um acréscimo no diâmetro das bolhas geradas.

A velocidade superficial de líquido é definida como a razão entre a vazão da fase líquida e a área da seção transversal do duto por onde este escoar. Seu valor pode ser calculado pela Equação 2.2:

$$J_L = \frac{Q_L}{A} \quad (2.2)$$

em que:

Q_L é a vazão volumétrica de água

A é a área da seção transversal do equipamento.

2.3.3. Holdup de gás

O *holdup* de gás pode ser expresso como a fração volumétrica ocupada pela fase gasosa no volume total de uma mistura de duas ou três fases em uma coluna. Na coluna de flotação o *holdup* depende da distribuição de tamanho das bolhas, da velocidade de fluxo local, da presença de recirculação, e da velocidade de ascensão das bolhas. Em colunas de flotação, a recuperação desejada tem uma grande influência com a determinação do *holdup* e do regime de fluxo. A recuperação de partículas é altamente dependente da vazão de gás e do diâmetro das bolhas, os quais, ambos influenciam o *holdup*. Finch et al. (2000) e Massinaei et al. (2009) observaram uma relação linear do *holdup* com o fluxo superficial de bolhas e com a constante de taxa de flotação. Estudos também mostraram que o *holdup* diminuiu na presença de partículas de carvão e esfalerita (BHUNIA et al., 2017). Isso se deve pelo fato de que a adição de partículas aumenta a viscosidade da polpa, conseqüentemente, aumenta a coalescência das bolhas o que reduz o *holdup*. O *holdup*, pode ser expresso da seguinte forma, como mostrado na Equação 2.3:

$$\varepsilon_g = \frac{V_g}{V_g + V_l} \quad (2.3)$$

em que:

ε_g = holdup de gás;

V_g = volume de gás;

V_l = volume de líquido.

Há várias técnicas para a medida de holdup de gás em colunas. Algumas delas são: isolamento de fases, condutividade, queda de pressão, tomografia de resistência elétrica, separação dinâmica de gás, sonda óptica e densitometria de raios γ , entre outros (PRAKASH et al., 2018).

2.3.4. Tamanho de bolha e sua distribuição

A distribuição do tamanho de bolhas (DTB) é a variável que mais influencia a fluidodinâmica dos sistemas gás-líquido. Geralmente a distribuição do tamanho das bolhas é representada pelo diâmetro médio de Sauter ($d_{3,2}$) que pode ser calculado conforme mostra a Equação 2.4:

$$d_{3,2} = \frac{\sum_{i=1}^N n_i d_{bi}^3}{\sum_{i=1}^N n_i d_{bi}^2} \quad (2.4)$$

em que:

d_{bi} = diâmetro de bolha;

n_i = número de bolhas com diâmetro d_i ;

N = quantidade de bolhas de diferentes diâmetros amostradas.

Outras medidas estatísticas, menos convencionais, também podem ser utilizadas para descrever uma distribuição de tamanho de bolha (DTB) como a moda, na qual será obtido o diâmetro que mais se repetiu na distribuição. A média aritmética ($d_{\text{médio}}$) também pode ser utilizada para descrever uma DTB, e é calculada conforme mostra a Equação 2.5:

$$d_{\text{médio}} = \frac{\sum_{i=1}^N d_{bi}}{N} \quad (2.5)$$

em que:

d_{bi} = diâmetro de bolha;

N = quantidade de bolhas de diferentes diâmetros amostradas.

A área interfacial disponível para a adesão da partícula na bolha é diretamente afetada pela constante de taxa de flotação. Em uma coluna de flotação essa área interfacial depende do tamanho de bolha, holdup de gás, velocidade superficial do gás, desenho do distribuidor de gás, propriedade das fases, e da geometria da coluna. Por sua vez, o holdup de gás e o tamanho de bolha dependem das propriedades físico-químicas do processo e do sistema de aeração utilizado (PRAKASH et al., 2018).

Alguns métodos para a medida do tamanho de bolha são os seguintes: a técnica de espalhamento de Mie, a técnica de ressonância magnética bayesiana, o método de contagem de Coulter ou o método de resistência elétrica de poros, difração de laser, porém a análise de imagens ainda é a técnica mais utilizada (PRAKASH et al., 2018).

2.3.5. Fluxo Superficial de Bolhas (S_b)

O fluxo superficial de bolhas (S_b) é usado para descrever a eficiência da dispersão da fase gasosa, para sistemas bifásicos (líquido-gás) ou trifásicos (sólido-líquido-gás). Na flotação, a eficiência de coleta das partículas depende diretamente da superfície específica da bolha disponível para contato, característica de processos que envolvem transferência de massa. A capacidade de carregamento dos agregados para a zona de coleta também é estimada a partir do fluxo superficial de bolhas.

O S_b é definido como a razão entre a velocidade superficial da fase gasosa (J_g) e o diâmetro médio de Sauter ($d_{3,2}$), como mostra a Equação 2.6.

$$S_b = 6 \cdot \frac{J_g}{d_{3,2}} \quad (2.6)$$

2.3.6. Bias

Bias é a fração residual da água de lavagem adicionada ao topo da coluna que flui através da zona de limpeza. De forma geral, em condições operacionais, é quantificada pela diferença entre as vazões volumétricas de polpa da fração não flotada e da alimentação. Convencionalmente, é chamado de *bias* positivo quando a vazão volumétrica da polpa na fração não flotada é maior do que a vazão volumétrica de polpa da alimentação. O *bias* negativo ocorre quando o inverso é observado, ou seja, a vazão volumétrica da polpa, da fração não flotada, é menor do que a vazão volumétrica de polpa da alimentação (SANTOS, E., 2010). Na Tabela 2.1 são mostrados os parâmetros operacionais e de projeto normalmente utilizados em coluna de flotação industriais:

Tabela 2.1: Parâmetros operacionais e de projeto de colunas de flotação industriais.
(Fonte: TAKATA, 2006)

Parâmetro	Faixa de Operação	Valor típico
Altura total da coluna (m)	7 – 15	12
Altura da zona de espuma (m)	0,1 – 2,0	1,0
Velocidade superficial do gás* (cm.s ⁻¹)	0,5 – 3,0	1,5
Holdup de gás* (%)	5 -35	15
Diâmetro de bolha* (mm)	0,5 – 2,0	1,2
Velocidade superficial da polpa (cm.s ⁻¹)	0,3 – 2,0	1,0
Velocidade superficial do <i>bias</i> (cm.s ⁻¹)	0 – 0,3	0,1
Velocidade superficial da água de lavagem (cm.s ⁻¹)	0,2 – 1,0	0,4

* no ponto médio da zona de recuperação.

2.3.7. Capacidade de Carregamento

A capacidade de carregamento (B_i) pode ser definida como a capacidade máxima das bolhas de transportarem partículas sólidas, ou, a capacidade de remoção de partículas sólidas pelas bolhas em flotação em coluna. A quantidade de partículas que pode ser carregada por uma bolha de ar depende do tamanho da bolha de ar, e da capacidade de carregamento, e é controlado pela área superficial total disponível (PRAKASH et al., 2018).

O carregamento de bolhas pode ser calculado a partir de diferentes correlações como a proposta por Chegeni et al. (2015), como mostra a Equação 2.7:

$$B_l = \frac{m_{cl}}{(V_{cl}/V_b)A_b} \quad (2.7)$$

Em que m_{cl} é a massa de partículas carregadas, V_{cl} é o volume de partículas carregadas, V_b é o volume de uma bolha isolada, e A_b é a área superficial de uma única bolha.

2.3.8. Características do arraste

O arraste hidráulico é definido como o transporte de partículas finas da fase de polpa para a fase de espuma através do líquido presente entre as bolhas em ascensão. O arraste de partículas de ganga diminui a seletividade da flotação, conseqüentemente, limita a recuperação seletiva das partículas de interesse. Assim, o conhecimento das características do arraste é importante pois possibilita o aumento na eficiência da coluna, diminuindo a recuperação de partículas de ganga no concentrado. Yianatos et al. (2009) observaram, através do uso de traçador radioativo, que a flotação de partículas finas ($< 45 \mu\text{m}$) foi afetada pelo arraste, enquanto que a recuperação de partículas grossas ($> 150 \mu\text{m}$) por arraste foi de 0,05%, ou seja, tem-se uma fraca dependência da flotação por arraste com esse tamanho de partículas. Essa baixa recuperação das partículas grossas por arraste se deve pelo fato de que essas partículas quando arrastadas retornam para a fase de polpa devido a força gravitacional (PRAKASH et al., 2018).

Na flotação podem ser observados dois diferentes tipos de arraste. O primeiro devido a água alimentada contendo partículas sólidas levadas para a espuma e o segundo se deve ao arraste de partículas finas (ganga) com as bolhas em ascensão. O arraste em colunas de flotação depende do tamanho da partícula, recuperação de água, densidade da polpa, agente dispersante, estabilidade da espuma, vazão de água de lavagem e vazão de ar. O arraste é baixo para partículas maiores que $50 \mu\text{m}$ (WANG et al., 2015).

2.4. Flotação Verdadeira e Por Arraste

A teoria da flotação, é muito complexa, pois envolve três fases (sólido, líquido, gasoso), suas interações e os muitos subprocessos ainda não completamente compreendidos. Portanto, uma maior compreensão da interação bolha-partícula é fundamental para melhorar o desempenho do processo de flotação (SANTOS, M. 2010; SANTOS, 2014).

O processo de recuperação de partículas por flotação compreende três mecanismos básicos (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006; ENGLERT et al., 2011):

- i. Colisão e adesão seletiva (*attachment*) de partículas com as bolhas de ar, conhecido por flotação “real” ou verdadeira (*true flotation*);
- ii. Arraste hidrodinâmico (*entrainment*) de partículas à zona de espuma;
- iii. Aprisionamento físico (*entrapment*) de partículas entre os agregados bolha-partícula.

No caso da flotação de minérios, o mecanismo mais importante neste processo é a adesão de partículas minerais às bolhas de ar, o qual é responsável pela maior quantidade de partículas recuperadas no concentrado. Embora a flotação verdadeira seja o mecanismo dominante na separação dos minerais de valor daqueles de ganga, a eficiência de separação também é dependente do grau de arraste hidrodinâmico e do aprisionamento físico do sistema.

Ao contrário da flotação verdadeira, que é quimicamente seletiva às propriedades de superfície, tanto a ganga quanto os minerais de valor podem ser recuperados por arraste hidrodinâmico, oclusão em agregados ou ainda pelo recobrimento por ultrafinos ou lamas, fenômeno de arraste conhecido por *slime coating*. Na prática industrial, o aprisionamento de partículas indesejadas é comum, sendo necessários vários estágios de flotação, chamados circuitos, para alcançar uma qualidade economicamente aceitável do concentrado (CAPPONI, 2009 apud SANTOS, M. 2010)). A Figura 2.2 ilustra os mecanismos envolvidos na recuperação de partículas.

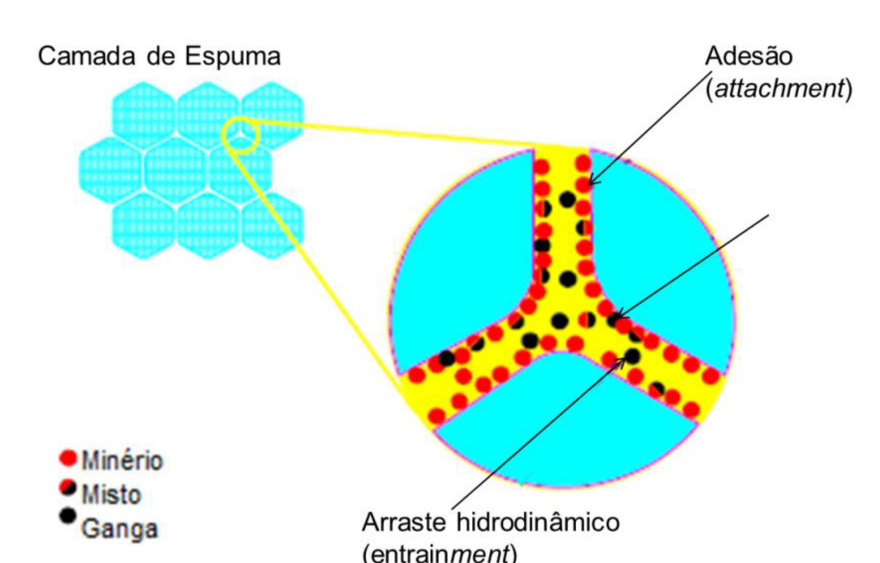


Figura 2.2: Mecanismos de recuperação (Fonte: CAPPONI, 2009 apud SANTOS, M. 2010)

Para que a interação entre partículas e bolhas aconteça, favorecendo principalmente a flotação verdadeira, são utilizados surfactantes (tensoativos) que interagem com o sólido, causando uma diminuição da energia superficial do sólido para possibilitar uma melhor adesão do sólido com a bolha de ar. Dessa forma, o processo de flotação pode ser visto como a arte e a ciência de converter os sólidos de energia superficial alta em sólidos com baixa energia superficial (hidrofóbicos), respeitando para isso vários critérios termodinâmicos com o intuito de se alcançar uma adesão efetiva.

Os dois mecanismos mais importantes pelo quais as partículas são coletadas na flotação são a adesão e o arraste. Na adesão é necessário que a bolha colida com a partícula e, conseqüentemente, ocorra a ruptura do filme líquido para que se estabeleça um contato trifásico estável (SUBRAHMANYAM e FORSSBERG, 1988).

Ao contrário da flotação verdadeira, que é seletiva, o arraste é um problema na flotação porque não é seletivo. Nele não há diferença entre partículas hidrofóbicas e hidrofílicas, ambas podem ser encontradas na água presente entre as bolhas (WARREN, 1985; HAN et al., 2014). Vários trabalhos investigaram o efeito do arraste na espuma através das seguintes variáveis: altura da espuma, concentração do espumante, adição de água, dentre outros. A recuperação por arraste é medida pela diferença das contribuições relativas à flotação verdadeira com a adição de coletor e o arraste sem a adição do coletor, ou seja, somente com a presença de espumante na água recuperada, isso para partículas hidrofóbicas (SUBRAHMANYAM e FORSSBERG, 1988).

Os fatores mais importantes que afetam o arraste são: recuperação de água no flotado, tamanho de partícula, teor de sólidos na polpa, estrutura da espuma, tempo de residência da espuma e densidade das partículas (KRACHT et al., 2016).

As propriedades de superfície e a distribuição de tamanho das partículas presentes na polpa influenciam diretamente na flotação verdadeira e no arraste (ROSS, 1990). Alguns trabalhos (ATA et al., 2004) têm mostrado que o arraste de partículas hidrofílicas é largamente afetado pelas características da ganga como: o tamanho, a densidade e concentração de partículas. A literatura indica também que o arraste é influenciado pelas características e estabilidade da espuma (ATA et al., 2004).

Quanto mais úmida for a espuma, a proporção de partículas presentes no concentrado, que foram recuperadas devido ao arraste, será maior do aquela de partículas coletadas devido a flotação verdadeira (WARREN, 1985). Em colunas de flotação, em escala de laboratório, a diminuição da vazão de ar e o aumento na concentração do

espumante reduzem o arraste e produzem uma espuma estável juntamente com bolhas pequenas (HAN et al., 2014).

Han et al. (2014) flotando carvão observaram que para valores de velocidade superficial do gás acima de 1 cm/s há uma diminuição significativa no teor de cinzas devido, possivelmente, ao arraste de partículas finas de ganga causada pela rápida ascensão das bolhas. Em altas velocidades superficiais de gás tanto o tamanho de bolha quanto o holdup aumentam. Estes autores observaram também que o aumento na vazão de água de lavagem diminuiu a recuperação de água no concentrado, aumentando o teor de cinzas e diminuindo a recuperação de carvão, simultaneamente.

Uma variável importante na flotação de partículas finas é a recuperação de água no concentrado, e esta variável tem apresentado uma relação direta com o arraste de partículas de ganga (HAN et al., 2014). A água de lavagem e a água na alimentação são as duas fontes de água que contribuem para a recuperação de água. Han et al. (2014) observaram que o aumento na vazão de gás aumentou a recuperação de água e isso se justifica pelo fato de que com uma maior vazão de ar mais água foi arrastada para a espuma devido à maior quantidade de bolhas na zona de coleta. Observou, também, que o aumento na concentração de tensoativo deixa a espuma muito estável o que prejudica a lavagem da mesma e causa o aprisionamento de partículas finas entre as bolhas levando a uma diminuição do teor.

Tao et al. (2000) observaram que com o aumento da velocidade superficial do ar houve um aumento na recuperação de água e de cinzas no produto, indicando a estabilidade da espuma. Isso aconteceu porque o aumento da vazão de ar aumenta a quantidade de bolhas na polpa que carrega mais água para a espuma. Estes autores observaram que o aumento da água de lavagem diminuiu a recuperação de água e a recuperação de carvão, mas diminuindo o teor de cinzas (melhorou o produto final).

Pitta (2006) apresentou um modelo de cinética de flotação que leva em consideração o efeito causado pela flotação verdadeira e por arraste. Foi observado que o tamanho da partícula interfere diretamente na flotação, principalmente no processo por arraste. Os autores propuseram um modelo cinético que leva em conta os diferentes tipos de minerais presentes nas diferentes granulometrias e, verificaram também que a variação da concentração final é a soma da variação gerada pela flotação verdadeira e por arraste. Os resultados mostraram a partir dos parâmetros cinéticos que foi possível separar os efeitos da flotação verdadeira e por arraste, além de apresentar diferenciação no grau de flotabilidade

dos minerais presentes. Na cinética de flotação observou-se que o aumento do tamanho de partículas aumenta linearmente a taxa de flotação e diminui a taxa de arraste.

2.5. Interação Bolha-Partícula

A interação bolha-partícula é amplamente apresentada como o subprocesso mais importante da flotação, pois controla a seletividade e a eficiência do processo (BASAROVA e HUBICKA, 2014 em CHENG et al., 2017). Ela é baseada na aproximação estatística do sucesso na transferência de partículas nas bolhas para a fase de espuma e pode ser quantificada pela probabilidade de três sub-etapas: colisão, adesão e estabilidade (desprendimento). É amplamente aceito que, o contato bolha-partícula na flotação é a primeira e a mais importante etapa entre os subprocessos, sendo, nas últimas décadas, o diâmetro de bolha e sua velocidade parâmetros considerados importantes no estudo da interação bolha-partícula, os quais afetam diretamente a constante de taxa de flotação e, também a recuperação de flotação (XING et al., 2017-a).

A colisão bolha-partícula é dominada principalmente por interações hidrófobas e pelas condições hidrodinâmicas dentro de um equipamento de flotação. De fato, a natureza da colisão bolha-partícula é determinada pela velocidade relativa entre a bolha e a partícula, a contribuição da turbulência devido à flutuação da velocidade, os tamanhos das bolhas e de partículas e, densidade das partículas (HASSANZADEH et al., 2016).

Para aumentar a eficiência de recuperação/remoção de partículas na flotação é necessário que ocorra a colisão e adesão das partículas nas bolhas. A distribuição de tamanho de bolhas e o grau de mistura por ação turbulenta na coluna influenciam parcialmente nessa eficiência (ZARGARAN et al., 2016; GARG et al. 2013).

Experimentos de flotação controlados com o conhecimento do tamanho de bolhas e partículas e do nível de turbulência, entre outros parâmetros, podem fornecer pistas para a compreensão da física atrás dos microprocessos que por sua vez possibilitam a otimização do macroprocesso pelo controle de variáveis importantes (AHMED e JAMESON, 1985).

Segundo os cálculos de Flint e Howarth, a inércia tem um papel importante na interação bolha-partícula, pois quando essas partículas são grandes, a inércia faz com que as partículas se desviem das linhas de fluxo para colidir com a bolha (REAY e RATCLIFF, 1975).

Assim para que a flotação das partículas ocorra alguns critérios relativos à cinética e à hidrodinâmica do sistema devem ser satisfeitos (MONTE e PERES, 2010):

- i. As partículas devem colidir com as bolhas;
- ii. O filme líquido de separação presente na interface partícula-bolha (camada de hidratação residual que decresce com a hidrofobicidade da partícula) deve ser o mais fino possível e romper durante o tempo de colisão;
- iii. O agregado partícula-bolha deve ser resistente o suficiente para ascender para a fase de espuma e permanecer intacto na coluna de flotação, até a retirada da espuma.

Esses critérios podem ser associados de forma a se obter a probabilidade de flotação, conforme mostrado na Equação 2.8:

$$P = P_c \cdot P_a \cdot P_s \quad (2.8)$$

em que:

P = probabilidade de flotação;

P_c = probabilidade de colisão bolha-partícula;

P_a = probabilidade de adesão entre partículas hidrofóbicas e bolhas de ar;

P_s = probabilidade de formação de um agregado bolha-partícula estável.

2.5.1. Colisão

A colisão de uma partícula com uma bolha é especialmente influenciada por fatores físicos, como o tamanho da partícula e da bolha, a densidade da partícula e do líquido, viscosidade do líquido, e em geral, por fatores hidrodinâmicos tais como a força de cisalhamento (líquido/partícula), força de atração gravitacional, inércia, quantidade de movimento das partículas (partículas grossas), difusão ou movimento browniano (partículas finas e ultrafinas), turbulência, entre outros (SANTANA, 2007).

A colisão é descrita como o processo de aproximação de uma partícula à superfície de uma bolha de forma que as forças superficiais sejam capazes de atuar. Embora, não exista uma teoria quantitativa que inclua ao mesmo tempo a influência da concentração de sólidos, distribuição de tamanho de bolhas e partículas, sob condições de regime específicas, essa probabilidade de colisão tem sido medida, experimentalmente, através da eficiência de colisão (CAPPONI, 2005).

Em outras palavras, a eficiência de colisão (E_c), entre duas esferas de determinado diâmetro pode ser apresentada na forma da Equação 2.9, como segue (HASSANZADEH et al., 2016):

$$E_c = f(\rho_p \cdot d_p \cdot Re_b) \quad (2.9)$$

em que E_c é função da densidade da partícula (ρ_p), diâmetro da partícula (d_p), e número de Reynolds da bolha (Re_b), o qual pode ser calculado a partir da velocidade terminal de ascensão dada pelo tamanho de bolha e a carga de sólidos, como representado pela Equação 2.10:

$$Re_b = \frac{d_b v_b \rho_w}{\mu_w} \quad (2.10)$$

em que d_b é o diâmetro de bolha, v_b é a velocidade da bolha, ρ_w e μ_w , são a gravidade específica e viscosidade da água, respectivamente.

Outra forma de se obter a eficiência de colisão ou de captura das partículas pelas bolhas de ar (E_c) é a partir da razão entre o número de partículas capturadas por uma bolha (N_c) e o número total de partículas existentes no volume deslocado pelo movimento (ascendente) da mesma (N_o), definida pela Equação 2.11 (SARROT et al., 2005 apud ENGLERT, 2008).

$$E_c = \frac{N_c}{N_o} \quad (2.11)$$

A definição de eficiência de colisão não é estritamente o mesmo termo para probabilidade de colisão, visto que pode assumir valores maiores que um, pois, as partículas capturadas pelas bolhas não incluem somente as que estavam presentes acima da bolha, mas todas as partículas que colidiram com a bolha.

A trajetória de partículas próximas a uma bolha em ascensão e as linhas de fluxo formadas em torno dessa, são mostradas na Figura 2.3. As linhas de fluxo ao redor da bolha (trajetória 1) são seguidas por partículas pequenas e/ou com densidades próximas da densidade do líquido. Assim, a colisão ocorrerá via mecanismos de interceptação, ou seja,

somente quando as partículas seguirem as linhas de fluxo que levam ao contato com a superfície da bolha. Quando as partículas forem coloidais, essas seguem a trajetória 2 mostrada na Figura 2.3, que caracteriza a sobreposição do movimento Browniano sob a trajetória. As linhas de fluxo mostradas pela curva 3 representam as partículas que desviam suavemente da trajetória devido à atuação inicial dos efeitos inerciais. Finalmente, a curva 4 mostra a trajetória das partículas grandes e/ou mais densas as quais possuem inércia suficiente para vencer as linhas de fluxo e colidir com a superfície da bolha pelo impacto direto, também chamado de colisão inercial (CAPPONI, 2005).

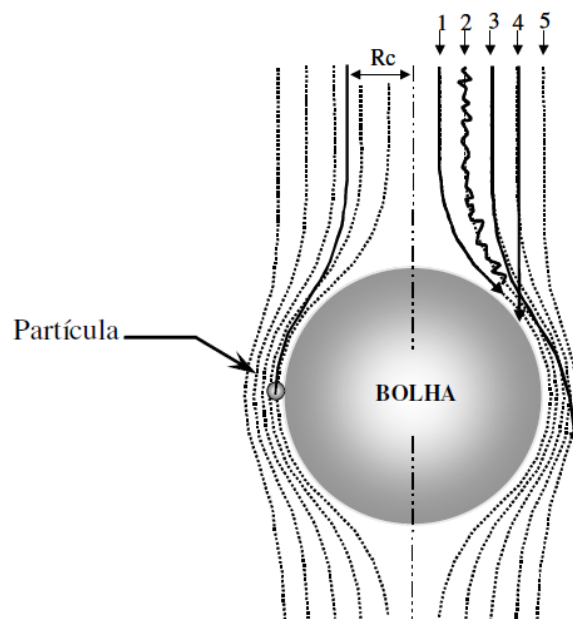


Figura 2.3: Fenômeno de captura (colisão + adesão) de uma partícula dentro de um raio crítico R_c e trajetórias de partículas de vários tamanhos e densidades, (1) não inercial, (2) Browniana, (3) fracamente inercial, (4) fortemente inercial e (5) linha de fluxo (Fonte: CAPPONI, 2005).

Portanto, a probabilidade de colisão é influenciada pelo movimento relativo de partículas e bolhas, considerando alguns fatores tais como: a inércia e/ou momento das partículas grossas, a difusão ou movimento Browniano das partículas ultrafinas, a força de cisalhamento produzida pelo movimento relativo entre o líquido e as partículas, e a força de atração gravitacional, atuando de forma mais efetiva nas partículas mais densas (intermediárias e grossas) (CAPPONI, 2005).

2.5.2. Adesão

O mecanismo de adesão é o microprocesso mais importante da flotação, e está relacionado com o deslocamento do filme líquido da superfície da bolha de ar pelo mineral. Então, para que esse fenômeno ocorra, a força resultante entre a superfície da partícula e a bolha de ar deve ser de caráter atrativo (CAPPONI, 2005). Assim, a probabilidade de adesão é predominantemente controlada pelas forças superficiais, sendo influenciada pela mineralogia, reagentes e condições da polpa (MONTE e PERES, 2010).

As etapas do mecanismo de adesão podem ser observadas na Figura 2.4.

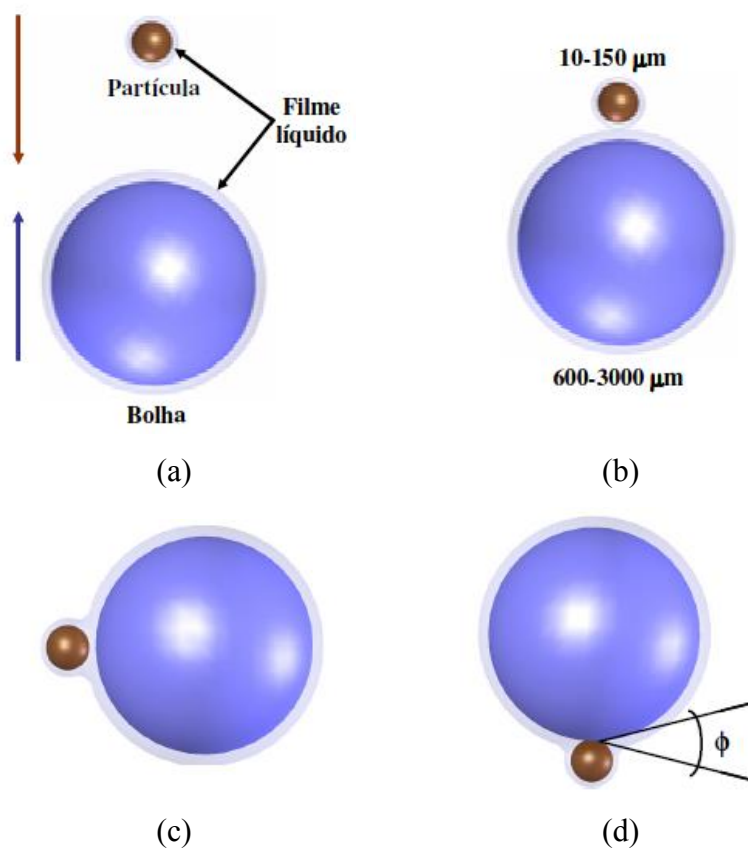


Figura 2.4: Fenômeno de captura bolha-partícula: (a) aproximação bolha-partícula; (b) colisão bolha-partícula; (c) indução – tempo de afinamento do filme líquido; (d) ruptura do filme líquido e formação do ângulo de contato (Fonte: TABOSA, 2007).

Observa-se assim, de forma geral, três etapas no processo de adesão da partícula à superfície da bolha, sendo elas (ENGLERT, 2008):

- a. Adelgaçamento (*thinning*) do filme líquido existente entre a bolha e a partícula até uma espessura crítica, conhecida também como etapa de indução, dependente do ângulo de contato, das forças interfaciais e da energia de colisão;
- b. Ruptura do filme líquido e formação de um contato trifásico;
- c. Expansão da linha de contato entre as fases (sólido-líquido-gás) formando o agregado bolha-partícula.

A velocidade das partículas com relação às das bolhas tem um papel importante no processo de adesão, o qual pode ocorrer no período em que uma partícula se aproxima de uma bolha, colide e desliza sobre a superfície da bolha. Para que se realize o contato bolha-partícula, a adesão é um dos fatores-chaves que contribuem nesse processo e está relacionada com a velocidade de deslizamento apropriada. O termo deslizamento é amplamente utilizado em fluxos bifásicos para representar o atraso da velocidade de uma fase comparada com a outra. A velocidade de deslizamento também governa outro subprocesso que deve ser evitado, que é o desprendimento de partículas das bolhas (ZARGARAN et al., 2016).

Zargaran et al. (2016) fizeram um estudo com relação à velocidade de deslizamento, investigando a velocidade das bolhas relativa à velocidade da água em uma coluna de fluxo descendente (*downward flowing column*). A razão foi de 0,2 entre a vazão de água (15 L/min) e a vazão de gás (3 L/min). Foi utilizada a técnica de monitoramento de traçador para investigar o tempo de retenção e a velocidade no sistema bifásico. A fase líquida foi monitorada utilizando tinta como traçador e para a fase gasosa foi usado carvão como traçador. Os dados obtidos experimentalmente foram comparados com os obtidos através de uma simulação numérica (CFD) utilizando o modelo Euleriano-Euleriano. Concluíram que no processo de colisão bolha-partícula, para que a adesão aconteça, é necessário que o tempo de indução t_i (tempo para a partícula ir da colisão à adesão) seja menor que o tempo de deslizamento t_d (tempo que uma partícula leva para deslizar sobre a superfície de uma bolha), assim menores velocidades de deslizamento são favoráveis já que levam a $t_i < t_d$ (DAI et al., 1999).

O tempo necessário para a partícula e a bolha romperem com a película fina que os separa é chamado de tempo de indução. Assim, o tempo de indução governa a adesão da partícula sólida à bolha de ar. Essa ruptura da película ocorre devido às forças de superfície entre as bolhas e as partículas. A adesão das partículas nas bolhas ocorre quando o tempo

em que as mesmas estão em contato é maior que o tempo de indução requerido. O tempo de indução depende fortemente das propriedades do fluido, tamanho das bolhas e partículas e das forças entre a partícula e a bolha. De acordo com Albijan et al. (2010), a adesão entre a partícula e a bolha ocorre somente quando $t_{at} \leq t_c$, onde t_{at} é o tempo de adesão e t_c o tempo de contato. Ye et al. (1989) observaram um aumento no tempo de adesão e uma diminuição da recuperação com o aumento do tamanho da partícula (PRAKASH et al., 2018).

Embora o tempo de contato seja deduzido como a soma do tempo de impacto com o tempo de deslizamento, no caso de partículas pequenas e de baixa densidade o tempo de contato é igual ao tempo de deslizamento, visto que nesse caso o tempo de impacto é muito menor que o de deslizamento (DAI et al., 1999).

Dai et al. (1999) estudaram a influência do tamanho de partículas e de bolhas, ângulo de contato e concentração de eletrólitos na eficiência de adesão. Observaram que a atração hidrofóbica e consequente adesão entre a partícula e a bolha aumenta com o ângulo de contato, pois o tempo de indução diminui com o ângulo de contato maior. Relacionando com o tamanho de partícula, os autores observaram que o tempo de deslizamento diminui com o tamanho de partícula, enquanto que o tempo de indução aumenta, prejudicando a eficiência de captura.

No estudo da eficiência de adesão, Dai et al. (1999) e Ralston et al. (2002) observaram uma diminuição na probabilidade de adesão entre partículas hidrofóbicas e bolhas de ar (Pa) com o aumento do tamanho de partícula e com a diminuição da hidrofobicidade da partícula. Yoon e Luttrell (1989) notaram que Pa aumenta com a diminuição do tempo de indução e com a diminuição do tamanho de partícula; também aumenta com a diminuição do tamanho de bolha até que ela começa a ficar muito pequena (TAO, 2004).

2.5.3. Estabilidade (Desprendimento)

A probabilidade de formação de agregados estáveis está relacionada com os subprocessos que sucedem a captura, ou seja, corresponde às etapas de ascensão e recuperação como produto flotado dos agregados bolha-partícula. Assim, há dois fatores que influem diretamente na eficiência desse processo, e estão relacionados à resistência ao cisalhamento causado pelas próprias partículas, e ao fenômeno de ruptura dos agregados bolha-partícula. Sendo assim, parâmetros termodinâmicos (hidrofobicidade),

hidrodinâmicos (turbulência, fricção, velocidade de ascensão das bolhas, densidade das partículas), e físicos (teor do mineral a ser flotado, diâmetro das bolhas e das partículas) são determinantes nessa etapa (TABOSA, 2007).

A energia de desprendimento corresponde ao trabalho feito em forçar a partícula a se mover da sua posição de equilíbrio na interface líquido-gás para uma posição crítica onde o desprendimento ocorre e a partícula se move para a fase líquida (RALSTON e DUKHIN, 1999).

Quando o processo de desprendimento de partículas é bem conhecido e modelado permite que a recuperação de minerais, utilizando o processo de flotação, seja projetada de modo a atingir uma alta eficiência através de mudanças nos parâmetros operacionais. Para a flotação de partículas grossas o desprendimento é um fator limitante para se obter uma recuperação satisfatória (WANG et al., 2016).

Klassen e Mokrousov (1963) consideraram que o desprendimento de partículas das bolhas era devido às forças destrutivas em um processo de flotação. As forças destrutivas podem vir de: (a) o aumento (acelerado ou equilíbrio) de uma bolha mineralizada; (b) as ações de correntes líquidas; (c) o deslizamento de uma partícula ao longo de uma bolha; (d) uma mudança no movimento de uma bolha; (e) o impacto e atrito das partículas na polpa contra uma superfície de bolha mineralizada; (f) o impacto de uma bolha com um obstáculo; e (g) a oscilação na superfície da bolha (WANG et al., 2016).

2.6. Tamanho de Partícula

Em processos industriais, para uma variedade de operações, como a flotação, o tamanho de partícula é uma variável crítica no desempenho da operação. Nenhum processo mineral pode ser satisfatoriamente tratado para todos os tamanhos de partícula mineral e a escolha do processo de beneficiamento é amplamente determinada pela granulometria dos minerais. Por consequência, o sucesso de qualquer processo de tratamento, como a flotação, depende fortemente da escolha correta da moagem, assim como, da seleção da distribuição granulométrica adequada de todo o material que está sendo processado (SANTANA, 2011).

A flotação mineral é um processo dependente do tamanho da partícula. Sendo assim, partículas grossas, intermediárias e finas mostram diferentes comportamentos na flotação (FOSU et al., 2015 apud CHENG et al, 2017). O tamanho de partículas influencia

tanto na flotação verdadeira quanto na flotação por arraste. No beneficiamento de partículas finas, um dos fatores prejudiciais ao processo é o arraste (PITA, 2006).

Vários trabalhos da literatura reportam que a probabilidade de colisão das partículas com as bolhas é proporcional ao quadrado da relação entre o tamanho das partículas e o tamanho das bolhas. Além disso, verificaram que a probabilidade de destruição dos agregados bolha-partícula é proporcional ao tamanho das partículas (PITA, 2006).

O tamanho de partícula é um parâmetro significativo e tem tido grande foco nas pesquisas de flotação e sabe-se que a maior dificuldade está na flotação de partículas finas visto que possuem uma baixa probabilidade de colisão bolha-partícula. Estudos mostram que a recuperação de finos é melhorada utilizando-se bolhas pequenas, porém uma descrição quantitativa para minerais de diferentes densidades ainda não foi desenvolvida. Eficiência de coleta de partículas durante a flotação, a uma dada taxa de alimentação de gás, é alcançado se o tamanho da bolha é compatível com o tamanho de partícula. Portanto, é de interesse prever ou medir o efeito do tamanho das bolhas e partículas na eficiência de coleta (HASSANZADEH et al., 2016).

A recuperação na flotação tipicamente depende do tamanho de partícula. Inicialmente a recuperação cresce com o aumento do tamanho de partícula até um certo tamanho a partir do qual a recuperação passa a diminuir. Para a recuperação de partículas finas, a baixa inércia faz com que, geralmente, os estágios de colisão e adesão se tornem fatores limitantes na recuperação. Já as partículas grossas se tornam vulneráveis ao desprendimento depois de formado o agregado bolha-partícula devido as perturbações causadas pelo movimento da fase líquida, resultando em baixas recuperações (WANG et al., 2016; MAOMING et al., 2010).

Um dos principais parâmetros na flotação é a distribuição do tamanho das partículas na alimentação e, foi demonstrado em vários estudos que a faixa de tamanho ideal para a flotação é relativamente estreita e depende também de outras variáveis (NORORI-McCORMAC et al., 2017).

Rahman et al. (2014), na flotação com partículas de calcopirita, indicaram que partículas finas aumentam a estabilidade da espuma e impedem a coalescência através do aumento da rigidez do filme líquido das bolhas. Por outro lado, Moudgil (1992) também observou que as partículas grandes rompem as películas das bolhas com maior facilidade o que ocasiona o desprendimento das mesmas (NORORI-McCORMAC et al., 2017).

Perez-Garibay et al. (2014) investigaram o efeito da distribuição do tamanho de bolhas, velocidade superficial do gás e concentração de surfactante para 3 diferentes tamanhos de partículas com granulometria grossa (100 μm), média (39 μm) e fina (15 μm). Concluíram que uma distribuição particular de tamanho de partícula necessita de um perfil de distribuição ótimo de tamanho de bolha, com as bolhas variando de 150-1050 μm em diâmetro e o holdup de 0,2% a 1,3%.

Quando a influência do tamanho de partícula é objeto de estudo, a maioria dos autores na literatura, normalmente, define o que é partícula “fina” ou “grossa”, partícula “pequena” ou “grande”, de forma indistinta, sem citar um critério ou uma norma que padronize esta classificação, como mostra a Tabela 2.2. Desta forma, faz-se necessário um certo cuidado quando se fala em finos ou grossos, porque em muitas situações uma partícula que é fina para um autor pode ser grossa para outro ou vice-versa, ou seja, esses termos são relativos. Além disso, ainda podem ocorrer diferenças numéricas e conceituais em relação à definição de outras subdivisões como, partículas médias ou intermediárias, lamas (*slimes*), ultrafinas, coloides, partículas nanométricas, dentre outras (SANTANA, 2011).

Tabela 2.2: Diferentes classificações para o tamanho de partícula.

CLASSIFICAÇÃO TAMANHO DE PARTÍCULA	
ZHOU et al. (1997)	Finas: <37 μm Ultrafinas: <8-13 μm
PEREZ-GARIBAY et al. (2014)	Grossas: 100 μm Médias: 39 μm Finas: 15 μm
SANTANA, 2011	Finos Naturais: 21,4 μm Finos (peneirado): 51,9 μm Intermediários (peneirado): 99 μm Grossos (peneirado): 214,5 μm ($d_{63,2}$)
SANTOS, 2014	Finos Gerados: 12,7 μm Grosso (peneirado): 94,08 μm Grosso (não peneirado): 118,72 μm

A Figura 2.5, citada por PEASE et al. (2006), ilustra a visão geral do desempenho da recuperação da flotação em função do tamanho de partícula. Esta mesma tendência pode ser observada, em alguns trabalhos que analisam o efeito da granulometria, também para a variação da cinética da flotação e do teor do mineral de interesse com a dimensão da partícula.

Devido às diferenças do comportamento dos minerais de tamanhos finos, intermediários e grossos, a escolha de uma condição de operação média para um sistema pode não ser o adequado para todas as frações, tornando-se necessária a seleção de um ambiente químico adequado para cada fração granulométrica. O condicionamento separado (*split conditioning*) por tamanho de partícula é uma alternativa para superar essa limitação (SANTANA, 2011).

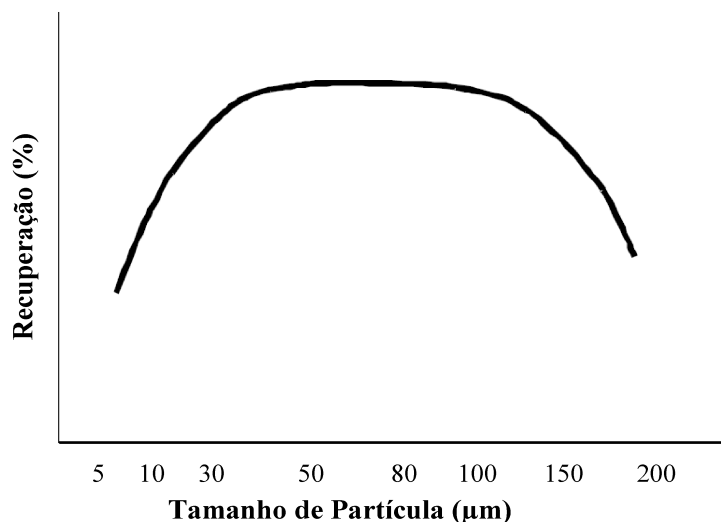


Figura 2.5: Influência do tamanho de partícula na recuperação (PEASE *et al.*, 2006).

2.7. Tamanho de Bolha e a Flotação

A importância do tamanho de bolhas na melhoria da eficiência de flotação tem sido reconhecida e confirmada por várias pesquisas (AHMED e JAMESON, 1985; DOBBY e FINCH, 1986; MILLER e YE, 1987; YOON e LUTTRELL, 1989). Bennett *et al.* (1958) foram os primeiros a reportarem o efeito do tamanho de bolha e descobriram que bolhas menores foram mais eficientes na flotação de carvão (AHMED e JAMESON, 1985). Além disso, esta variável também tem se apresentado como um importante indicador da eficiência da dispersão do gás. Portanto, o tamanho de bolha é uma variável física essencial e determinante na eficiência de flotação (ZHOU *et al.*, 1993; AHMED e JAMESON, 1985).

Quando se fala sobre tamanho de bolha é importante a compreensão de dois fenômenos que influem diretamente no tamanho das bolhas: a coalescência e a quebra de bolhas. A coalescência é o processo pelo qual as bolhas se unem para formar uma nova bolha. Nesse processo se identificam três etapas: colisão (controlada pela hidrodinâmica da

fase líquida), afinamento e ruptura do filme líquido. Ou seja, para a coalescência acontecer o filme líquido deve afinar até alcançar a ruptura total na qual as bolhas se unem. É importante destacar que, o tempo de adesão das bolhas deve ser maior que o tempo de afinamento do filme, caso contrário, a coalescência não ocorre. Já o último passo de ruptura é bem mais rápido se comparado com as outras etapas. A quebra, geralmente, acontece resultante da colisão de bolhas em linhas turbulentas. No fenômeno de quebra das bolhas observa-se, como consequência, a formação de uma distribuição de tamanho de “bolhas filhas”, cujo volume é uma fração do volume da “bolha mãe”, ou seja, a bolha que sofreu a quebra (KRACHT e FINCH, 2009).

Tao (2004) e Fan et al. (2013) observaram que melhoras na flotação têm sido observadas quando bolhas pequenas coexistem com bolhas grandes e intermediárias geradas por sistemas convencionais de aeração. Bolhas pequenas podem atuar como um segundo coletor para as partículas, reduzindo assim a dosagem de coletor utilizada, aumentando a probabilidade de adesão das partículas e reduzindo a probabilidade de desprendimento.

Cabe, entretanto, ressaltar que o uso de bolhas pequenas na flotação de finos, na tentativa de aumentar a eficiência de colisão, apresenta também algumas desvantagens. Devido à baixa velocidade de ascensão das bolhas pequenas, um maior tempo de flotação é obtido, requerendo um tempo de residência substancial nos circuitos de flotação. Outra desvantagem é que a força de arraste das bolhas pequenas pode ser muito baixa para alcançar uma boa seletividade no processo. Outro fator é que as bolhas pequenas favorecem a recuperação de água o que aumenta o arraste de ganga para o flotado (MIETTINEN et al., 2010).

Alguns autores têm mostrado uma relação entre a estrutura da espuma com a performance da flotação. Isso mostra que há uma relação próxima entre a distribuição de tamanho de bolha na fase de polpa e de espuma (ALDRICH e FENG, 2000).

Cheng et al. (2017) observaram que o aumento na vazão de recirculação diminuiu o tamanho de bolha, isso devido ao fato de que uma maior vazão de recirculação resulta em uma maior intensidade de turbulência no fluido. Quando o volume de recirculação aumentou de 0,253 para 0,495 m³/h o tamanho de bolha diminuiu de 511 para 462 µm.

2.7.1. Determinação do Tamanho de Bolha

Como a distribuição de tamanho de bolhas é uma propriedade importante para a caracterização dos sistemas gás-líquido, a determinação precisa deste parâmetro torna-se essencial para a compreensão das interações físicas que governam esses sistemas (RIBEIRO, 2012). Na Tabela 2.3 são mostradas as classificações de bolhas obtidas em diversos trabalhos da literatura.

Tabela 2.3: Diferentes classificações para o tamanho de bolha.

CLASSIFICAÇÃO DE TAMANHO DE BOLHAS	
RAHMAN et al, 2014	Bolhas Convencionais: 0,6-2 mm
MIETTIEN et al., 2010	Flotação em célula convencional: 0,5-2 mm Microbolhas: >40 µm
BESAGNI e INZOLI, 2016	Bolhas pequenas: d_{eq} :0,5-1,0mm Bolhas Grandes: d_{eq} :3,0-3,5mm
KAWATRA e CARLSON, 2014	Flotação convencional em coluna: 1,0-1,5 mm
PEREZ-GARIBAY et al. (2014)	Grandes: 400-800 µm Nanobolhas: 200-720 nm
RODRIGUES e RUBIO et al. 2003	Célula convencional: 600 – 2000 µm Bolhas pequenas: 50-200 µm
REIS e BARROZO (2016)	Microbolhas: <100 µm Intermediárias: 100-1000 µm Grandes: > 1000 µm

Várias técnicas de medida e estimação do tamanho de bolha em sistemas bi e trifásicos têm sido utilizadas na literatura, tais como: técnicas fotográficas, medidas de eletrorresistividade, técnicas dinâmicas de remoção de bolhas, métodos ópticos e cálculo utilizando equações empíricas ou semi-empíricas. As diversas técnicas para medidas de tamanho de bolhas refletem a dificuldade de se obter tal parâmetro, e embora nenhuma técnica seja totalmente satisfatória, a técnica fotográfica com análise de imagem tem se apresentado como a mais promissora (ALDRICH e FENG, 2000).

No desenvolvimento das técnicas fotográficas, vários métodos têm sido utilizados para obtenção da distribuição de tamanho de bolhas (DTB), no processo de flotação. Esses métodos são caracterizados pela natureza do sensor como: intrusivos (GRAU e HEISKANEN, 2003; VERAS et al., 2009; LEIVA et al., 2010) apresentando maiores valores para erros, pois podem influenciar diretamente na fluidodinâmica do sistema, e os não

intrusivos (DIAZ-PENAFIEL e DOBBY, 1994; BUSCIGLIO et al., 2013) que tem se mostrado mais eficientes nesse processo.

2.8. Influência da Adição de Tensoativo

Um dos pré-requisitos para se alcançar sucesso em uma operação de flotação é a estabilidade do agregado bolha-partícula. A bolha produzida em água é instável, porém quando produzida com espumante essa bolha se torna estável, pois o espumante tem a função de diminuir a tensão superficial da interface ar-líquido. De forma geral, a estabilidade da espuma é uma função do tamanho de bolha. A influência da concentração de espumante no tamanho de bolhas tem sido investigado por vários autores (GRUNDER et al., 1956; BENETT et al., 1958; SUBRAHMANYAM e FORSSBERG, 1988).

Os espumantes, também chamados de surfactantes, são agentes de superfície ativa, que apresentam algumas funções na flotação, tais como: redução da tensão superficial da interface ar-líquido com o objetivo de gerar bolhas mais estáveis no sistema; influência na cinética de adesão bolha-partícula; através da interação com as moléculas de coletor afina a camada líquida, e estabiliza o agregado bolha-partícula (SCHULMAN e LEJA, 1954; LEJA, 1956; SUBRAHMANYAM e FORSSBERG, 1988; GUPTA et al., 2007). Sua estrutura pode afetar tanto as bolhas quanto o comportamento da espuma e, conseqüentemente, o desempenho da flotação.

De acordo com a teoria de penetração de Leja-Schulman (LEJA e SCHULMAN, 1954;) os espumantes acumulam-se preferencialmente na interface ar-água e na colisão e adesão bolha-partícula, os espumantes interagem com as moléculas do coletor adsorvidas nas partículas sólidas. Vários trabalhos mostram o efeito da ação dos espumantes prevenindo a coalescência das bolhas, e é observado que a coalescência das bolhas diminui à medida que se aumenta a concentração de tensoativo até a sua concentração crítica de coalescência (CCC), condição na qual não há o efeito de coalescência entre as bolhas (GUPTA et al., 2007). Existe relação entre a habilidade do espumante de reduzir o tamanho de bolha, expressa em termos da concentração crítica de coalescência (CCC) e a estrutura da espuma, caracterizada pelo número de balanço hidrofílico-lipofílico (HLB) (KRACHT et al., 2016).

No entanto, deve ser também notado que a superfície da bolha pode ser modificada tanto por produtos químicos, tais como coletores e espumantes, bem como pela adsorção de

impurezas vindas da água. O efeito de acumulação de agente tensoativo na superfície da bolha pode ser acompanhado por um aumento da força de arraste, que diminui, por conseguinte, a velocidade de bolha (HASSANZADEH, et al., 2016). A estrutura do espumante afeta tanto a bolha quanto o comportamento da espuma, bem como o desempenho da flotação (KRACHT et al., 2016).

A presença do espumante no processo de flotação acarreta em: um aumento da formação da espuma; um aumento na dispersão do ar na célula de flotação; uma redução na taxa com que as bolhas ascendem para a superfície (o que aumenta o tempo de residência das bolhas, ou seja, o tempo para contato bolha-partícula); uma redução na coalescência nas bolhas na fase de polpa (CHO e LASKOWSKI, 2002; GRAU et al., 2005; GUPTA et al., 2009)

A tensão superficial da solução é um indicativo da atividade do espumante. Espumantes que fortemente diminuem a tensão superficial produzem uma espuma mais estável. Porém, embora seja um conceito qualitativamente correto, o uso da tensão superficial para definir a ação de um tensoativo é muito limitada. O termo ‘potente’ ou ‘seletivo’ ainda utilizado na caracterização de espumantes são mais usados na escolha dos espumantes do que termos científicos. Sendo assim eles são escolhidos por um guia geral ou de acordo com a verificação de dados da planta ou do laboratório (GUPTA et al., 2009).

Gupta et al. (2009), na flotação de carvão, observou que com uma maior dosagem de tensoativo houve uma perda na seletividade do concentrado o que pode ser explicado pelo carregamento de minerais de ganga devido ao arraste. Isso se deve pela não seletividade do espumante, principalmente a altas concentrações. Os autores compararam três misturas de tensoativos e observaram que a mistura com álcool e éter poliglicol apresentou melhores resultados para a seletividade e cinética da flotação.

Vários autores já investigaram e confirmaram que a interação entre espumante e coletor apresentou influência na flotação, por exemplo, na colisão bolha-partícula, ligação, estabilização, entre outros. É um efeito importante, mas que ainda foi pouco estudado e necessita de uma investigação que apresente dados quantitativos com relação a essa interação e sua influência no processo de flotação (SUBRAHMANYAM e FORSSBERG, 1988).

Melo e Laskowski (2006), avaliando a ação de diferentes tensoativos na flotação de carvão, verificaram que no sistema ar-água a constante de taxa de flotação para a água apresentou menores valores para o diacetone álcool e o MIBC (metil isobutilcarbinol –

derivado da acetona), os quais possuem uma menor superfície ativa. Por outro lado, na flotação com carvão o MIBC apresentou os maiores valores de constante de taxa de flotação. Isso indicou que a quantidade de água recuperada com o produto da flotação depende não somente das propriedades do espumante, mas também das partículas sólidas. Os autores concluíram dizendo que estudos mais recentes indicam que os espumantes afetam a estrutura da espuma e a recuperação de água e que isso gera uma discussão sobre a função dos mesmos, já que os espumantes mais eficientes da flotação de carvão, seriam os que apresentassem uma habilidade de coleta, ou simplesmente atuassem promovendo uma maior recuperação de água.

Al-Thyabat et al. (2011) realizaram testes, com fosfato de granulometria fina, em uma coluna de flotação com 100 cm de altura e 5 cm de diâmetro, utilizando o oleato de sódio como coletor e MIBC como espumante. Os autores observaram que a velocidade do gás é linearmente proporcional a recuperação de fosfato, e que a recuperação de sólidos e de água aumenta para as velocidades maiores ($> 2,5\text{cm/s}$). Notaram também que a recuperação de água aumenta mais rápido do que a de sólidos em maiores velocidades de gás, o que pode ser explicado pelo aumento da turbulência gerado por maiores velocidades. Relataram ainda que o aumento na concentração do espumante melhorou a recuperação de sólidos e de fosfato, mas teve pouco efeito na recuperação de água. O aumento tanto na recuperação de sólidos e de fosfato, indica que houve um arraste não-seletivo devido a formação de agregados pelas partículas finas, e gerou assim uma diminuição no teor de sólidos. Resumindo, para a mesma dosagem de tensoativo (10ppm), houve um aumento da recuperação com o aumento da velocidade de gás; enquanto que para dosagens mais altas o aumento na velocidade do gás passa a ser prejudicial, com exceção da recuperação de água que continua a aumentar.

O aumento na concentração de tensoativo tende a aumentar a área superficial das bolhas. Isso vai aumentar o contato bolha-partícula, levando a um aumento na recuperação de sólidos. Na presença de bolhas pequenas, aumentar a velocidade do gás gera turbulência, que favorece o desprendimento das partículas das bolhas e também aumenta o arraste de sólidos devido ao aumento da velocidade de fluxo ascendente. Assim, o aumento da velocidade superficial do gás aumenta a recuperação de sólidos até um valor máximo, a partir do qual o fluxo se torna turbulento e a perda do contato bolha-partícula começa a ocorrer (AL-THYABAT et al., 2011).

Kracht et al. (2016) testaram diferentes surfactantes em uma célula de flotação, utilizando amostras de quartzo ($d_{50}=10,3 \mu\text{m}$) e de minério sintético (quartzo e concentrado de cobre, $d_p < 10 \mu\text{m}$). Observaram que, na flotação de quartzo, os álcoois têm uma maior tendência de recuperar partículas hidrofílicas do que os polietilenos glicóis. Assim, a seleção de um espumante é recomendada como uma alternativa para aumentar a dispersão de ar e estabilidade da espuma na célula, e também, para aumentar a seletividade e, conseqüentemente, a qualidade do concentrado.

Aldrich e Feng (2000) observaram a diminuição do tamanho de bolhas com o aumento da concentração do espumante. Foram testados quatro diferentes tipos de tensoativos: Dow 200 (um éter poliglicólico com um peso molecular de 200, fornecido pela Dow Chemical Co.), MIBC (metil isobutilcarbinol, fornecido por Shell Chemicals), DIBK (diisobutil cetona, fornecido por químicos de mineração NCP) e 41G (fornecido pelo SENMIN) e verificaram que para o sistema ar-água: DIBK teve uma melhor performance e o DOW 200 a pior. Observaram também que, em baixas concentrações de tensoativo, há uma diferença significativa entre o tamanho de bolhas medido na fase de polpa e na fase de espuma, enquanto para maiores concentrações de tensoativo ($>10 \text{ ppm}$) essa diferença é bem menos pronunciada.

Num sentido dinâmico, as espumas estão sujeitas a qualquer alteração do ambiente que podem gerar coalescência das bolhas. Mas independente da natureza dessas alterações do sistema, a causa última da coalescência das bolhas sempre será a mesma, que é a perda de líquido da camada lamelar até que uma espessura crítica de 5 a 15 nm é alcançada e o filme líquido não consegue mais suportar a pressão do gás da bolha e se rompe levando à coalescência. Desta forma, os espumantes terão um efeito no sistema diminuindo a tensão superficial do meio, reduzindo o esforço inicial necessário para a formação da espuma (ALDRICH e FENG, 2000).

2.9. Estabilidade da Camada de Espuma

O comportamento da espuma é importante na determinação de desempenho da flotação. De modo geral, espumas com estabilidade adequada são essenciais para se obter bons teores e altos valores de recuperação. Embora existam poucos estudos anteriores sobre a característica da fase de espuma, isso é um fato contraditório, já que o comportamento da fase de espuma apresenta-se como uma das principais variáveis responsáveis pela melhora

do desempenho metalúrgico das colunas de flotação em comparação com as células mecânicas (TAO et al., 2000).

A estabilidade da fase de espuma é importante no processo de flotação porque pode afetar tanto a recuperação quanto o teor. Considera-se que uma espuma formada por bolhas pequenas proporciona altas recuperações e que quando estão presentes bolhas maiores é favorável para obtenção de altos teores. A estabilidade da espuma corresponde ao tempo de sua persistência. Sun (1952) investigou as características de uma espuma de óleos de pinha e explicou que a flotabilidade é controlada pela altura de líquido na coluna, taxa e tempo de aeração, pH da solução, composição química do espumante, temperatura e concentração do espumante na solução. Para espumas trifásicas, ou seja, com a presença de minério, o tamanho das partículas, a hidrofobicidade, dentre outros fatores, também influencia sua estabilidade (SUBRAHMANYAM e FORSSBERG, 1988).

Já é bem conhecida a influência das partículas na estabilização da espuma. Quanto mais hidrofóbica uma partícula, maior sua influência na estabilidade da espuma. Porém se uma partícula hidrofóbica estabiliza ou não a espuma vai depender também do tamanho da partícula e da concentração de partículas (SUBRAHMANYAM e FORSSBERG, 1988).

Lovell (1976) investigou a característica de uma espuma de minério de fosfato. Observou que baixas concentrações de sólidos desestabilizaram a espuma e, com altas concentrações de sólidos foi observada uma espuma mais estável. Esse efeito foi observado na presença de óleo do tipo “*tall oil*”. Quando foi usado esse óleo com outros agentes modificadores, observou-se que a desestabilização da espuma não estava diretamente relacionada com a concentração de sólidos, e sim com a hidrofobicidade e tamanho de partícula. Assim, em baixas concentrações de sólidos a desestabilização da espuma foi atribuída à hidrofobicidade, enquanto o aumento da estabilização da espuma em altas concentrações de sólidos se deveu ao aumento do tamanho da partícula devido a aglomeração (SUBRAHMANYAM e FORSSBERG, 1988).

Para o sistema ar-água, a espuma pode ser estabilizada pela água de lavagem promovendo um *bias* maior que 0,1 cm/s. Já no sistema com o minério, a estabilidade da espuma depende da altura da camada de espuma (TAO et al., 2000).

O tamanho de bolha pode ser determinado pelos espumantes que evitam a coalescência das mesmas. Uma espuma com muita água produz um maior arraste. Porém, ao mesmo tempo, ela facilita a lavagem da espuma promovendo uma maior drenagem das partículas hidrofílicas arrastadas. Assim, o importante é como a água se distribui ao longo

da espuma. Lembrando que é mais vantajoso que a quantidade de água seja a mínima possível na parte superior da espuma (MELO e LASKOWSKI, 2006).

CAPÍTULO 3

MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Fluxograma do trabalho

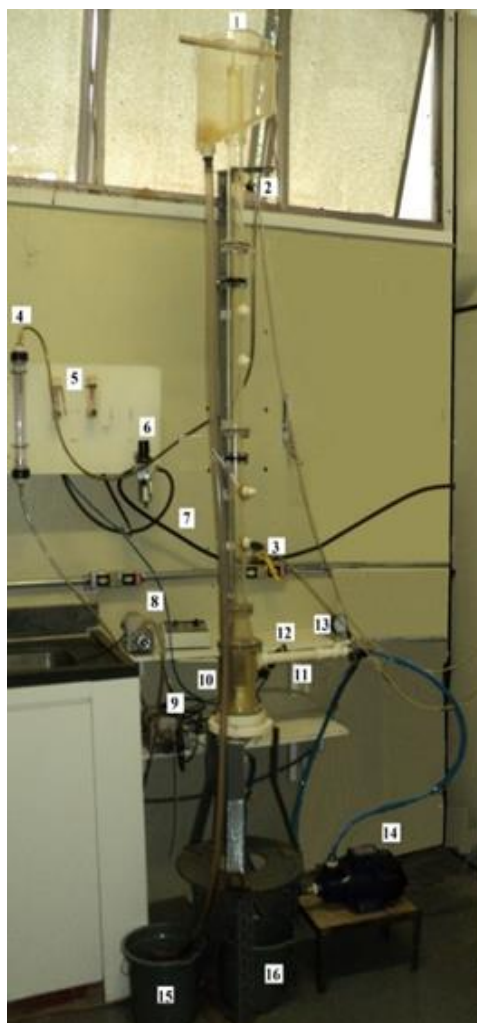
De forma geral, o estudo da influência do tamanho de bolhas na flotação de apatita foi realizado em três etapas. Estas etapas constituíram-se no estudo da flotação do minério de apatita em três faixas de tamanho, classificados como fino ($d_{3,2}=13,95 \mu\text{m}$), intermediário ($d_{3,2}=50,86 \mu\text{m}$) e grosso ($d_{3,2}=108,96 \mu\text{m}$). Para cada etapa, inicialmente foi feito um estudo preliminar para determinação das condições ideais de condicionamento de cada faixa granulométrica e, posteriormente, foi realizada análise de imagem das bolhas (sistema água e na flotação mineral) para obtenção do diâmetro médio de Sauter ($d_{3,2}$) característico para cada condição experimental testada. Neste trabalho, as bolhas foram classificadas em: pequenas ($d_{3,2}<300\mu\text{m}$), intermediárias ($300<d_{3,2}<1000\mu\text{m}$) e grandes ($d_{3,2}>1000\mu\text{m}$). Preliminarmente a essas etapas, um estudo sobre a influência das partículas minerais no tamanho de bolha foi realizado.

3.2. Unidade Experimental

As Figuras 3.1 e 3.2 representam, respectivamente, uma foto e um esquema da unidade experimental a qual se encontra no Laboratório de Sistemas Particulados da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia. A Figura 3.1 mostra os dois sistemas de aeração que foram utilizados, e o esquema da Figura 3.2 apresenta apenas o sistema de aeração interno, visto que esse foi utilizado majoritariamente no desenvolvimento desse trabalho. A unidade consistia de uma coluna de flotação feita em acrílico dividida em três seções. Uma seção cilíndrica com 150 cm de comprimento e 4 cm de diâmetro, abaixo dessa, a segunda seção, com formato tronco-cônica de 9,5 cm de altura e, logo após, a terceira seção de formato cilíndrico com 12 cm de altura e 10 cm de diâmetro. No topo da coluna ficava um módulo no qual era recolhida a espuma e despejada em um reservatório.

A unidade foi projetada de forma a possibilitar a utilização de diferentes técnicas para geração das bolhas. A primeira técnica utilizada para gerar bolhas no interior da coluna é representada pelo acoplamento de um Venturi à seção cilíndrica com maior diâmetro, a

uma distância de 12 cm da base. Essa técnica foi utilizada nos testes preliminares, com partículas finas, antes da mudança do sistema de aeração.



- 1 – Alimentação de água e polpa
- 2 e 3 – pontos de amostragem do *holdup*
- 4 – rotâmetro de água
- 5 – rotômetros de ar
- 6 – filtro de ar
- 7 – linha de ar comprimido
- 8 – bomba peristáltica para alimentação da água de lavagem
- 9 – bomba peristáltica para alimentação do tensoativo
- 10 – aerador
- 11 – Venturi
- 12 – alimentação de ar no Venturi
- 13 – manômetro
- 14 – bomba peristáltica para a recirculação da polpa
- 15 – recipiente para coleta do concentrado
- 16 – recipiente para coleta do rejeito

Figura 3.1: Unidade Experimental de Flotação

No sistema, no qual a geração das bolhas foi realizada por meio de um Venturi, a corrente de recirculação, antes de retornar a coluna, alimentava o tubo Venturi e esse bombeamento era realizado por meio de uma bomba helicoidal. A vazão dessa recirculação era obtida através da medida da pressão na linha, por meio de um manômetro posicionado à jusante da bomba. O ajuste da pressão era realizado com o auxílio de um *by-pass*. A alimentação de ar era suprida por uma linha de ar comprimido e medida através de um rotâmetro. O Venturi foi construído em poliacetal e possuía um diâmetro na restrição de 2 mm. A Figura 3.3 mostra as dimensões e estrutura do Venturi utilizado.

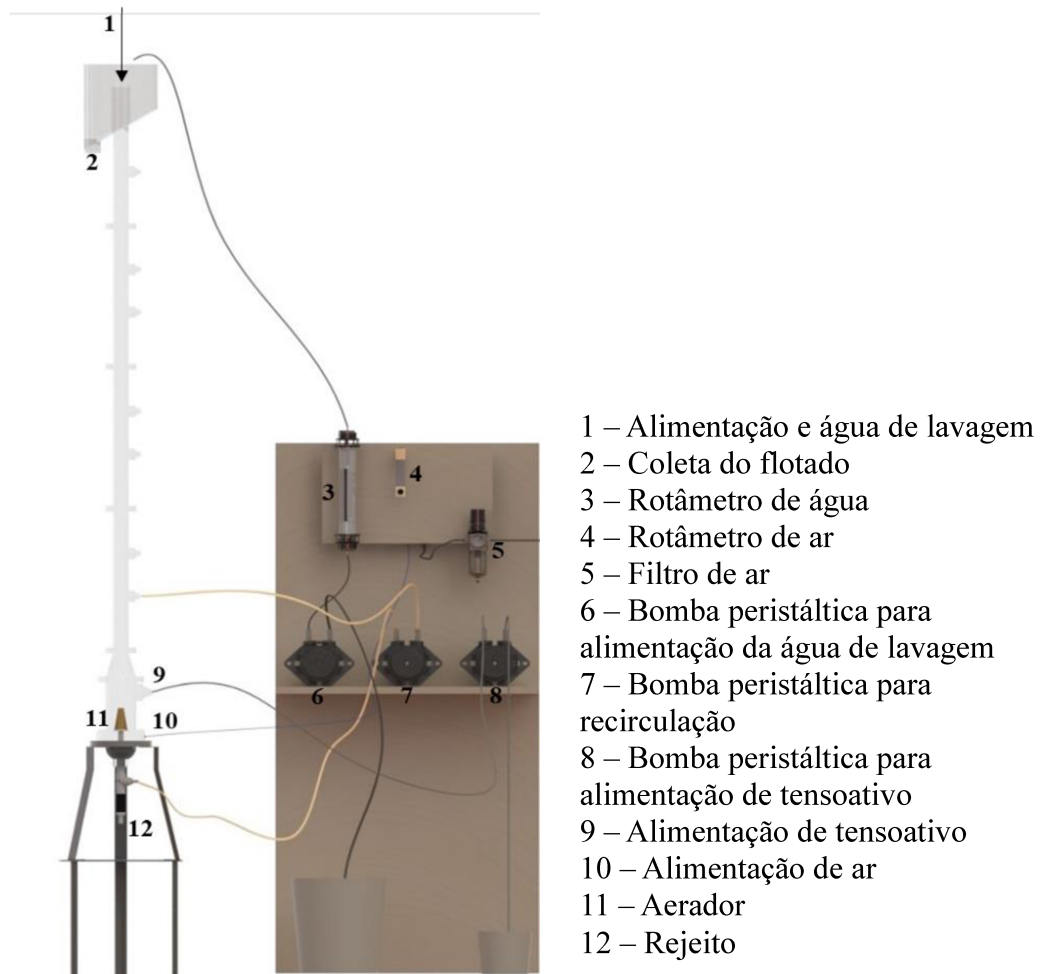


Figura 3.2: Representação Esquemática da unidade experimental.

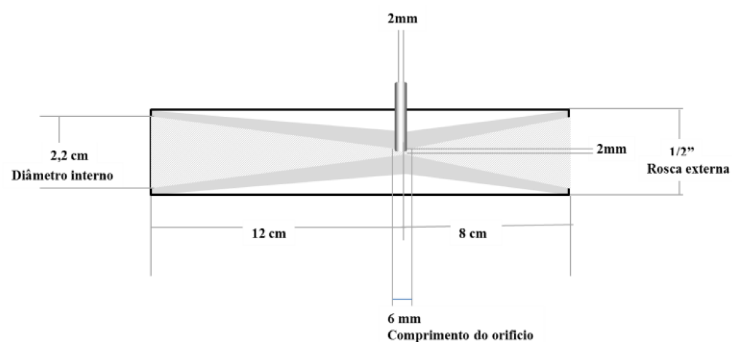


Figura 3.3: Dimensões do Venturi de alimentação de ar

A segunda técnica de aeração, que foi a mais utilizada nesta tese, consistia na utilização de um aerador interno e rígido, um meio poroso cônico constituído de partículas finas de bronze sinterizado, que promovia a distribuição de ar. Esse aerador era fixado na base da coluna a partir de um suporte interno pelo qual era conduzida a alimentação de ar

comprimido até o aerador. A alimentação de ar para esse sistema provinha de uma linha de ar comprimido.

A alimentação da solução de tensoativo foi realizada na seção cilíndrica na base da coluna, na posição 9 indicada na Figura 3.2, e sua alimentação era feita por uma bomba peristáltica com controle de vazão.

3.3. Metodologia para Medida do Diâmetro de Bolha

A determinação do diâmetro de bolha foi obtida para a coluna operando em dois diferentes sistemas: ar-água e durante a flotação mineral. Em ambos os sistemas, duas diferentes técnicas de análise de imagens, para a obtenção do diâmetro de bolha, foram utilizadas: filmagem direta e método online.

3.3.1. Filmagem Direta

Por meio da filmagem direta foi possível obter imagem dinâmica das bolhas, ou seja, as bolhas em movimento na coluna eram filmadas com uma câmera de alta velocidade posicionada em frente a coluna, conforme mostra a Figura 3.4. Como a coluna era feita em acrílico transparente e, utilizando-se de um sistema adequado de iluminação, foi possível observar o movimento de ascensão das bolhas ao longo da coluna e mensurar seus diâmetros.

As filmagens foram obtidas a partir de duas câmeras de alta velocidade. A primeira, era da marca *MotionScope* modelo 2000S, e as filmagens foram realizadas a 500 quadros por segundo e reproduzidas com uma velocidade de 5 até 250 quadros por segundo para serem gravadas. O sistema de filmagem de alta velocidade foi conectado a um computador através de uma placa de vídeo e os filmes obtidos eram gravados através do software *Power Director*. Para análise desses vídeos, foi utilizado o *software ImageGrab*, usando fotografias das filmagens realizadas. A segunda câmera utilizada foi da marca *Fastec* modelo IL5, e as filmagens foram realizadas a 1000 quadros por segundo e o *software* da própria câmera permitia salvar as gravações em formato de fotos e/ou vídeos.

No sistema ar-água, para compensar a distorção causada pela refração da luz passando pela coluna (de formato cilíndrico), um módulo retangular foi acoplado externamente à coluna, e durante as filmagens. Este módulo era preenchido com a mesma água utilizada no interior da coluna (ZHONG et al., 2016).

Durante a flotação mineral, para compensar a deformação das bolhas nesse sistema, foram filmadas esferas com diâmetro conhecido e a razão entre seu diâmetro real pelo seu diâmetro observado no interior da coluna, foi utilizada como fator de correção. Essa técnica foi baseada na metodologia utilizada por Reis (2015).

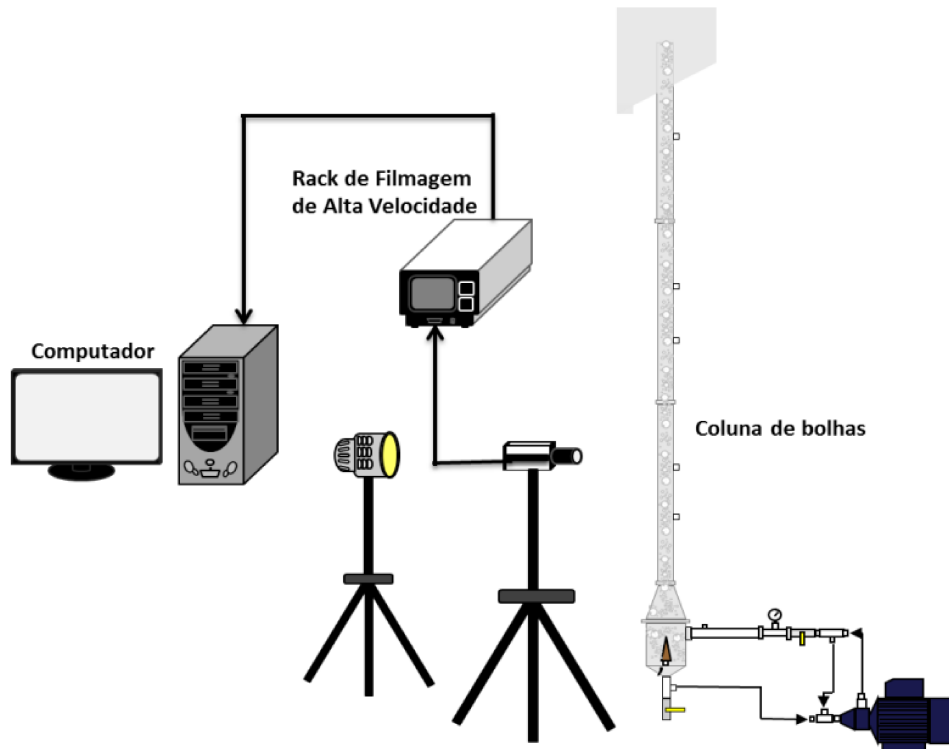


Figura 3.4: Esquema representativo da técnica de Filmagem Direta.

3.3.1.1. Análise das Imagens

A partir das fotografias obtidas, tornava-se possível a medida do diâmetro das bolhas, a qual foi realizado através do *software ImageJ*. Neste *software*, a conversão de pixels para milímetros era realizada a partir de uma calibração prévia com um padrão com tamanho conhecido.

Foram medidas aproximadamente 500 bolhas para cada condição, visto que para essa quantidade de bolhas a variação do $d_{3,2}$ era mínima. Vale ressaltar que o diâmetro medido correspondia ao diâmetro da esfera com mesma área projetada.

3.3.2. Método Online

A medida de tamanho das bolhas pelo método online de medida foi realizada através da utilização de duas sondas, uma para filmagem das bolhas do sistema (PVM) e outra para a medição do tamanho das bolhas (FBRM), ambas comercializadas pela empresa *Mettler Toledo*. Essas sondas foram adaptadas à unidade experimental com um ângulo de aproximadamente 45°, e posicionadas no primeiro módulo da seção cilíndrica, logo acima da seção troco-cônica da coluna, a aproximadamente uns 50 cm a partir da base da coluna, conforme mostra a Figura 3.5.

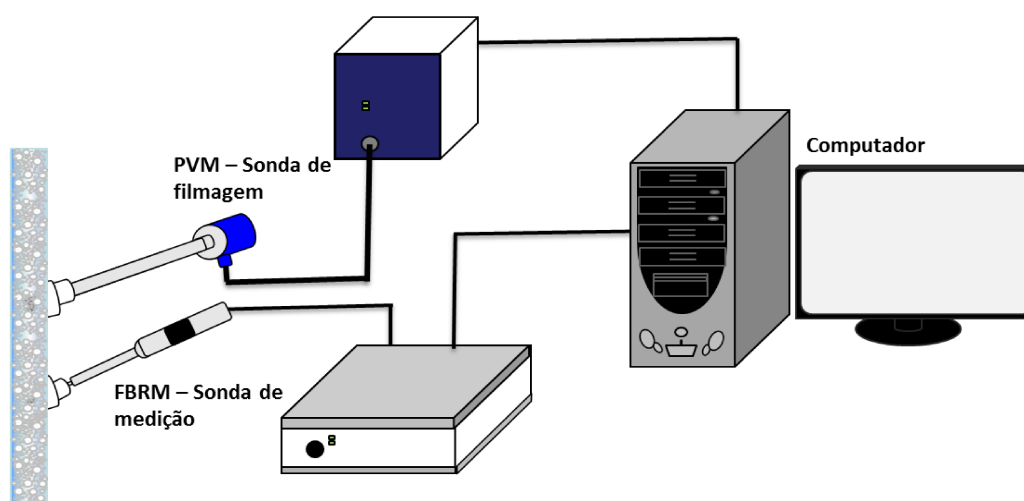


Figura 3.5: Esquema representativo do Método *Online* de filmagem e medida de bolhas.

A sonda FBRM é composta por uma fonte que emite *laser* para módulos óticos. O *laser* é cuidadosamente focado no visor da sonda, cuja superfície externa está em contato com as partículas (bolhas nesse caso). Assim, quando um *laser* passava por uma partícula, um pulso referente ao tempo que ele levava para percorrer de uma extremidade à outra da partícula era computado. Por fim, a duração de cada pulso multiplicado pela velocidade de varredura do *laser* resultava no comprimento de corda (distância entre as extremidades) da partícula medida.

Como se trata de um método *online*, ao passo com que as bolhas eram medidas e filmadas, essas informações eram enviadas ao computador e processadas em tempo real. Ou seja, através de dois *softwares* distintos era possível observar as bolhas presentes no interior da coluna (PVM) e no outro (FBRM), a contagem das bolhas. O diâmetro médio de bolhas, referente às bolhas contadas a cada 10 s, era computado em um gráfico no qual se podiam

acompanhar as mudanças do tamanho das bolhas do processo, por meio de diferentes dados estatísticos (média, moda, mediana, dentre outros).

3.4. Caracterização das Amostras de Minério Fosfático

As amostras de minério fosfático utilizadas neste estudo foram provenientes do complexo alcalino-carbonatítico do Barreiro em Araxá em Minas Gerais, pertencente à *Mosaic* Fertilizantes. O parque industrial da empresa possui, juntamente à jazida, unidades de lavra do minério, beneficiamento da rocha fosfática e de produção de alguns fertilizantes. O beneficiamento da rocha fosfática é realizado por meio de processos de cominuição, classificação, separação magnética, deslamagem, flotação, espessamento e filtragem.

As amostras utilizadas neste trabalho, fornecidas pela *Mosaic* Fertilizantes, foram coletadas em dois pontos distintos da usina de concentração da empresa. Uma amostra correspondia à alimentação do circuito de grossos da coluna de flotação de apatita e a outra do circuito de flotação de finos gerados.

A amostra coletada foi seca, homogeneizada, quarteada e transportada para o Laboratório de Sistemas Particulados da Faculdade de Engenharia Química na Universidade Federal de Uberlândia (FEQUI/UFU), onde os testes foram realizados.

3.4.1. Caracterização Granulométrica

A amostra obtida no circuito de grossos, previamente à realização desse trabalho, havia sido submetida a um processo de peneiramento por via úmida o qual permitiu a obtenção de novas frações granulométricas. As partículas obtidas desta fonte foram caracterizadas e classificadas como partículas grossas e intermediárias, dependendo da faixa de tamanho. As partículas denominadas como finas nesse trabalho, são referentes à amostra de minério obtida no circuito de flotação de finos gerados.

Para a verificação da distribuição granulométrica das três faixas de tamanho utilizadas, foi realizada a medida da distribuição de tamanho da partícula, por meio da técnica de difração de raios *laser*, utilizando o equipamento analisador de tamanho de partícula *Malvern Mastersizer Microplus MAF 5001*[®] da FEQUI/UFU.

A velocidade da rotação foi de 2500 rpm, o suficiente para homogeneizar a amostra e, ao mesmo tempo, evitar excesso de turbulência (bolhas). A fim de evitar a presença de aglomerados de partículas durante as análises, as amostras foram colocadas em um banho

ultrassônico (durante 30 s), além de ser adicionado um agente dispersante. Este procedimento prévio serviu para romper e evitar a formação de possíveis aglomerados de partículas presentes na amostra, os quais poderiam provocar distorções na medida.

Para cada análise, a amostra era diluída em um béquer (600 mL) com água e solução de hexametáfosfato de sódio (dispersante) em um volume aproximado de 500 mL. A concentração aproximada de dispersante foi de 1 g/L de suspensão.

Feito isto, realizava-se a medida da distribuição granulométrica do material particulado em suspensão, com o auxílio de um *software* do equipamento analisador de tamanho de partícula. Ao término de cada análise, o *software* fornecia os dados da distribuição granulométrica na forma de diâmetros de partículas e suas correspondentes frações volumétricas cumulativas.

Com as informações da distribuição granulométrica foi feita uma regressão não linear utilizando o *software* STATISTICA[®] 7.0, estimando assim os parâmetros do modelo de distribuição de tamanho de partícula que melhor se ajustou aos dados experimentais, que foi o modelo *Rosin-Rammler-Bennett* (RRB), dado pela Equação 3.1. No modelo, d_p é o diâmetro da esfera de igual volume que as partículas, X é a fração acumulativa e $d_{63,2}$ e n os parâmetros estimados.

$$X=1-\exp\left[-\left(\frac{d_p}{d_{63,2}}\right)^n\right] \quad (3.1)$$

3.4.2. Caracterização Mineralógica

A determinação mineralógica das amostras de alimentação utilizadas neste trabalho (finos, grossos e intermediários) foi realizada por meio do acoplamento de dados de difração de raios-X (DRX) com observações de microscopia eletrônica de varredura e espectrometria de energia dispersiva (MEV/EDS). As análises foram realizadas em um laboratório do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN) em Belo Horizonte/MG, utilizando-se difratômetro de raios-X de fabricação Rigaku, modelo Geigerflex, semi-automático, com monocromador de cristal de grafita curvo e tubo de cobre. Estudos microestruturais também foram realizados utilizando MEV/EDS. Estas análises foram realizadas com um microscópio SEM JEOL JSM-5410 e um espectrômetro EDS Noran TN-

M3055. Ambos os equipamentos pertencentes ao Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais em Belo Horizonte/MG.

3.4.3. Caracterização Química

A composição química das amostras de alimentação foi identificada por espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) no Laboratório Multiusuário da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia.

Para a obtenção da composição química das amostras, primeiramente as amostras de minério foram fundidas na máquina de fusão da marca Vulcan, utilizando cadinhos de platina, formando assim pérolas, as quais foram utilizadas para análise no FRX. No processo de fusão foram utilizados 1 g de amostra e 8 g de fundente (tetraborato de lítio).

As análises foram realizadas em um equipamento de FRX modelo S8 Tiger da Bruker e o método de análise utilizado foi o semi-quantitativo (QUANT-EXPRESS).

3.5. Procedimentos para a operação da coluna de flotação

3.5.1. Reagentes de Flotação

Os reagentes de flotação exercem uma função específica, através da manipulação da química da polpa, porque promove uma modificação seletiva na superfície dos minerais, de modo a afetar e induzir as propriedades de hidrofobicidade e hidrofiliabilidade, possibilitando assim a seletividade na separação.

Nos testes de flotação foram utilizados como coletor o sabão de óleo de arroz (2,5%), e como depressor o amido de milho gelatinizado (3,0%). Para regulação do pH foi utilizada solução de hidróxido de sódio a 10%. Os reagentes utilizados neste trabalho (coletor e depressor) foram fornecidos pela *Mosaic Fertilizantes*.

O coletor foi obtido pela reação de saponificação do óleo de arroz e o depressor por meio de uma reação de gelatinização do amido de milho com hidróxido de sódio a 10% e água.

Genagen® (Clariant) foi utilizado como tensoativo, tanto no sistema ar-água como na flotação mineral para controle da distribuição do tamanho de bolha.

3.5.2. Condicionamento do Minério

Antes da alimentação do minério à coluna de flotação, realizava-se o condicionamento desse minério de modo a promover o contato das partículas minerais com os reagentes, preparando assim uma polpa minério-reagentes-água.

Durante o preparo da polpa, primeiramente era adicionado o depressor que era adsorvido, seletivamente, sobre a superfície dos principais minerais de ganga, impedindo uma posterior interação destas espécies com o coletor, permanecendo hidrofílicas. Em seguida, adicionava-se o coletor que era adsorvido sobre a superfície da apatita, tornando-a hidrofóbica, propriedade necessária para posterior adesão às bolhas de ar e coleta seletiva na coluna de flotação. O controle do pH foi feito de modo cauteloso por meio da adição de solução de NaOH a 10%, mantendo-o no valor estabelecido no planejamento experimental durante todo o condicionamento da polpa.

O procedimento detalhado desse condicionado é citado a seguir e segue a metodologia utilizada pelos trabalhos de flotação desenvolvidos no Laboratório de Sistemas Particulados da FEQUI/UFU (REIS, 2015; SANTOS, 2014; SANTANA, 2011).

Primeiramente, toda a água utilizada para cada teste era separada e dividida em 227 mL colocados em um béquer de vidro para a realização do condicionamento a 60% de sólidos. Em outro béquer era colocada a quantidade de água necessária para a diluição da polpa (quantidade definida de acordo com a porcentagem de sólidos definida para cada faixa granulométrica estudada) e, por fim, 200 mL de água colocadas em uma pisseta.

As massas de reagentes, coletor, depressor e do minério, definidas de acordo com o planejamento experimental, eram pesadas nos respectivos béqueres. Em seguida, uma hélice adequada era inserida no agitador e este era colocado no béquer juntamente com a referida massa do minério e 227 mL de água de processo. Montou-se então o suporte universal com a bureta contendo a solução de NaOH a 10%. Após o início da mistura da suspensão (agitador *IKA Labortechnik RW20.n*), com rotação em torno de 1614 rpm, por meio da adição da solução de NaOH contida na bureta, ajustava-se o pH, monitorando-o neste valor durante 5 min. As leituras de pH foram realizadas em um medidor pH-metro *Tecnal*, acoplado a um eletrodo combinado de plástico.

Após 5 min, o depressor era adicionado à suspensão, de forma completa, enxaguando o béquer com água contida na pisseta. A agitação da suspensão era mantida durante 5 min, com o controle do pH no valor estabelecido para o experimento. Decorrido este tempo, era feita a adição do coletor, enxaguando o béquer com água contida na pisseta.

Continuava-se agitando a suspensão durante 5 min, mantendo-se o pH. Por fim, a água de diluição era adicionada à polpa, aumentava-se a velocidade do agitador (aproximadamente 2000 rpm) e o pH da polpa diluída era ajustado.

Uma vez que o condicionamento foi feito, a polpa era alimentada no topo da coluna.

3.5.3. Testes de flotação

Os testes de flotação, para todas as faixas granulométricas utilizadas, foram realizados em regime batelada e conduzidos de modo a se determinar as respostas relacionadas ao desempenho da flotação, ou seja, o teor de P_2O_5 e a recuperação. Assim, o procedimento descrito a seguir foi padrão para todos os testes de flotação. Esse procedimento se refere às ações realizadas, antes da alimentação da polpa à coluna, previamente condicionada com os reagentes (coletor e depressor).

Inicialmente, o ajuste das vazões de ar, alimentação de tensoativo, água de lavagem e reciclo era realizado conforme descrito no planejamento experimental para o sistema ar-água, no item 3.5. Posteriormente, a água era descarregada e a válvula de descarga fechada. Os recipientes para coleta do concentrado e do resíduo eram colocados nas posições adequadas. Uma parte da água utilizada para diluição da polpa no condicionamento (550 mL) era inserida dentro da coluna.

No momento em que a polpa estava pronta para ser alimentada à coluna, a bomba peristáltica de alimentação de tensoativo e de reciclo eram ligadas. A polpa era alimentada no topo da coluna utilizando um funil. Uma vez que a polpa era transferida do béquer para a coluna, o béquer e o funil eram enxaguados com o restante da água contida na pisseta. Após a alimentação de todo o minério, era ligada a bomba para adição da água de lavagem com o objetivo de promover a lavagem de espuma. Neste instante, a vazão de ar era verificada.

Durante a flotação, a câmera, a qual que já estava previamente posicionada na posição adequada, realizava a filmagem das bolhas da fase de espuma na coluna. O fim do teste era determinado quando a interface polpa-espuma atingia o topo da coluna. Neste momento, a válvula de descarga era aberta e o rejeito coletado em um recipiente referente a este material. A coluna era lavada com água e o material residual (concentrado e rejeito) era

coletado em seus respectivos recipientes. Para este trabalho, nos testes de flotação de minério, utilizou-se a água de abastecimento público.

A Tabela 3.1 mostra as condições operacionais que foram mantidas constantes durante a realização dos testes com a flotação de minério para todas as granulometrias utilizadas. Esses valores foram escolhidos tendo como base trabalhos anteriores para a flotação de minério de apatita em coluna convencional operando com ar disperso. Para o condicionamento do minério, a referência foram os testes realizados por SANTOS (2014) e SANTANA (2011) e, como neste trabalho foi adicionado também um agente tensoativo, a condição utilizada foi segundo estudos realizados por REIS (2015).

Tabela 3.1: Condições operacionais na flotação de minério

Condição	Valor
Massa de minério	340 g
Porcentagem de sólidos do condicionamento	60%
Tempo de condicionamento	5 min (cada reagente)
Pressão na linha de ar	3 bar

3.5.4. Caracterização Química dos Produtos de Flotação

Após a sedimentação dos produtos de flotação por aproximadamente 24 h, era retirado cuidadosamente o excesso de água contida nos recipientes e o sólido transferido para cápsulas de evaporação de porcelana com bico, previamente identificadas. As cápsulas eram levadas pra uma estufa à temperatura de 105°C durante 24 h. Decorrido este tempo, as cápsulas, já secas, eram retiradas da estufa. Após o resfriamento, até a temperatura ambiente durante aproximadamente 30 min, determinava-se a quantidade em massa dos produtos. Na sequência, o material era transferido aos sacos de plástico, previamente identificados.

A determinação do teor das espécies químicas presentes nas amostras foi realizada por meio de espectrometria de fluorescência de raios-X, conforme metodologia descrita no item 3.4.3.

3.5.5. Rendimento da Flotação

A avaliação da qualidade dos concentrados foi realizada com base no teor de fósforo nos produtos da flotação. Já a produtividade do processo para cada batelada foi determinada pela recuperação de apatita na massa flotada. Como mencionado

anteriormente, são considerados satisfatórios, industrialmente, os teores de P_2O_5 acima de 30-33% e as recuperações maiores que 60%.

A recuperação de apatita (R_{apatita}) nas amostras flotadas foi calculada de acordo com a Equação 3.2. Foi considerado o teor de óxido de cálcio para o cálculo da recuperação devido ao fato de que o tipo coletor utilizado para concentrar o mineral apatita [$Ca_5(PO_4)_3F$] adsorve na superfície dos íons Ca^+ , coletando indiretamente o fósforo contido no mesmo mineral (SANTANA, 2011; SANTOS, 2014).

$$R_{\text{apatita}} (\%) = \frac{M_F X_{CaO,F}}{M_A X_{CaO,A}} \times 100 \quad (3.2)$$

em que:

M: é massa (g);

x: é teor (%);

F: índice que indica flotado;

A: índice que indica alimentação.

3.6. Planejamento Experimental – Sistema ar-água

O objetivo dos estudos utilizando o sistema ar-água foi a obtenção da distribuição do tamanho de bolha para diferentes condições operacionais. Para a determinação do diâmetro das bolhas, inicialmente a coluna era preenchida com água, e verificava-se o suprimento de ar por meio do rotâmetro e, então, a vazão era ajustada de acordo com a condição experimental do teste a ser realizado. Em seguida, as bombas peristálticas que faziam a alimentação de tensoativo e do reciclo eram ligadas para eliminar ar da tubulação. Depois a vazão era ajustada no valor requerido, sendo 50 mL/min e 500 mL/min, para a vazão de alimentação de tensoativo e do reciclo, respectivamente. Essa vazão foi obtida a partir de uma calibração, previamente realizada, na qual se coletou a água passante na linha durante 1 min numa proveta de 500 mL. Em seguida, era realizado o ajuste da câmera de filmagem, verificando sua posição, iluminação e foco para obtenção das imagens das bolhas. Feito isso, as bombas de reciclo e de tensoativo eram ligadas e a filmagem era realizada após 10 min de alimentação do tensoativo. Ao final, esvaziava-se a coluna e a mesma era lavada preenchendo-se a coluna novamente com água e depois retirando-a para remoção de resíduos de tensoativo.

Nestes testes foram mantidas constantes a concentração de tensoativo em 15 ppm e a vazão de alimentação de tensoativo em 50 mL/min, sendo a vazão de ar (Q_{ar}) a variável utilizada que permitiu a obtenção de diferentes tamanhos de bolha. A vazão de ar variou de 5 a 120 L/h. Na Tabela 3.2 são mostradas as vazões que foram utilizadas e a velocidade superficial de gás que corresponde a cada vazão.

Tabela 3.2: Testes para obtenção do tamanho de bolha no sistema ar-água

Teste	Q_{ar} (L/h)	J_G (cm/s)
1	5	0,11
2	20	0,44
3	40	0,88
4	60	1,33
5	70	1,55
6	80	1,77
7	90	1,99
8	100	2,21
9	120	2,65

3.7.Planejamento Experimental – Flotação de Minério

Os testes de flotação mineral foram avaliados em duas etapas. A primeira consistiu na realização de testes para verificar a influência das partículas minerais no diâmetro da bolha. Assim, nesta etapa foram realizados os mesmos testes da Tabela 3.2, porém com o sistema ar-água-minério, ou seja, operando a flotação mineral. Cumpre ressaltar, que nestes testes foi utilizada a amostra referente aos finos de apatita.

A segunda etapa, consistiu na flotação mineral realizada para as três diferentes granulometrias (finos, intermediários e grossos). O estudo em cada faixa granulométrica contemplou as seguintes fases: testes preliminares para determinação das condições operacionais e de condicionamento que promovessem um melhor desempenho na flotação, medida do tamanho das bolhas durante a flotação e a obtenção do desempenho da flotação a partir da medida das respostas teor de P_2O_5 e recuperação para cada condição experimental testada.

3.7.1. Partículas Finas

3.7.1.1. Testes preliminares para a flotação com partículas finas

Esta etapa do trabalho foi realizada visando encontrar as melhores condições para o condicionamento na flotação com partículas finas. Os testes foram realizados na coluna de flotação, porém com um Venturi sendo utilizado no sistema de aeração. Esse sistema de aeração foi utilizado no trabalho de REIS (2015), a partir do qual este presente trabalho foi definido. A Tabela 3.3 mostra as condições experimentais testadas neste estudo inicial.

Tabela 3.3: Testes preliminares na flotação de partículas finas

Teste	Dosagem de Coletor (g/t)	Dosagem de Depressor (g/t)	P _v (bar)	% Sól. Alim. (%)	Q _{AL} (L/h)
10	120	600	1,5	14	0,15
11	160	600	1,5	14	0,15
12	120	400	1,5	14	0,15
13	120	700	1,5	14	0,15
14	120	600	2,5	14	0,15
15	120	600	1,0	14	0,15
16	120	600	1,0	14	0,25
17	120	700	1,0	14	0,15
18	160	700	1,0	14	0,15
19	120	600	1,0	16	0,15
20	120	700	1,0	16	0,15
21	110	700	1,0	16	0,15
22	105	700	1,0	16	0,15

* Os dados em negrito referem-se às variáveis que foram modificadas com relação ao teste 10.

Nestes testes a vazão de ar foi de 33 L/h, a concentração de tensoativo de 32,5 ppm, vazão de alimentação de tensoativo de 75 mL/min e o pH 12. Estas condições foram fixadas a partir da análise de trabalhos anteriores de flotação realizados na FEQ/UFU. Foram variados: dosagem de coletor e de depressor, pressão na linha do Venturi (P_v), porcentagem de sólidos na alimentação (% Sól. Alim.) e vazão de água de lavagem (Q_{AL}).

3.7.1.2. Testes de flotação e determinação do tamanho de bolhas

Esta etapa foi realizada com o objetivo de identificar as condições que gerassem bolhas de diversos tamanhos (pequenas, intermediárias e grandes). Foram realizados vários testes analisando o efeito das variáveis: vazão de ar (Q_{ar}), concentração de tensoativo (C) e

vazão de alimentação de tensoativo (Q_t). Na Tabela 3.4 são apresentadas as variáveis e os níveis utilizados em cada teste.

Tabela 3.4: Testes exploratórios para os efeitos de vazão de ar e tensoativo na flotação de finos

Teste	Q_{ar} (L/h)	C (ppm)	Q_t (mL/min)
23	5	100	200
24	5	70	200
25	5	50	200
26	5	15	50
27	20	15	50
28	40	40	50
29	40	15	200
30	40	15	50
31	60	40	50
32	60	25	50
33	60	15	50
34	80	40	100
35	80	40	50
36	80	15	50

Diante dos resultados obtidos, a concentração de tensoativo de 15 ppm e a vazão de alimentação de tensoativo de 50 mL/min foram fixadas e foram realizados testes adicionais, com o objetivo de se obter uma maior variação do tamanho de bolha e assim verificar seu efeito no desempenho da flotação. Desta forma, a vazão de ar variou de 5 a 160 L/h, perfazendo um total de 10 testes nesta fase do trabalho.

3.7.2. Partículas Grossas

3.7.2.1. Testes preliminares para a flotação com partículas grossas

Inicialmente, com o intuito de se obter as condições de condicionamento que fornecessem melhores resultados para o desempenho da flotação com partículas grossas, foram realizados dois testes, nos quais o primeiro corresponde as condições utilizadas na flotação das partículas finas, e o segundo foram utilizadas as condições determinadas por Santos (2014), na etapa de condicionamento para a flotação com partículas grossas (na mesma faixa granulométrica). Nesses testes as variáveis foram: dosagem de coletor e de

depressor, pH e a porcentagem de sólidos na alimentação e, os valores utilizados são mostrados na Tabela 3.5. A vazão de ar foi de 80 L/h, concentração de tensoativo de 15 ppm e vazão de alimentação de tensoativo de 50 mL/min.

Tabela 3.5: Testes preliminares para a flotação de partículas grossas.

Teste	Dosagem de Coletor (g/t)	Dosagem de Depressor (g/t)	pH	% Sól. Alim. (%)
47	110	700	12,0	16
48	240	200	11,5	14

A partir dos resultados obtidos nestes testes, foram definidas as condições utilizadas por Santos (2014) (teste 48). Novos testes foram realizados com o objetivo de se obter bolhas pequenas e grandes e verificar seu efeito no desempenho da flotação das partículas grossas. As condições destes testes estão apresentadas na Tabela 3.6. As variáveis analisadas foram a vazão de ar (Q_{ar}), concentração de tensoativo (C) e vazão de alimentação de tensoativo (Q_t).

Tabela 3.6: Teste exploratórios para a variação do tamanho de bolha na flotação dos grossos.

Teste	Q_{ar} (L/h)	C (ppm)	Q_t (mL/min)
49	5	15	50
50	120	15	50
51	120	5	25
52	160	15	50
53	160	5	25

Um novo conjunto de ensaios foi realizado com o objetivo de se obter maiores recuperações. Um novo conjunto de condições de condicionamento foi analisado, sendo que as variáveis estudadas foram: dosagem de coletor e de depressor e pH. Para estes testes, a porcentagem de sólidos na alimentação foi fixada em 14% e, a vazão de ar foi de 80 L/h, concentração de tensoativo de 15 ppm e vazão de alimentação de tensoativo de 50 mL/min. Estas condições foram escolhidas baseadas nos trabalhos anteriores do grupo, bem como nas etapas anteriores. A Tabela 3.7 mostra os níveis utilizados em cada ensaio. Os testes 54 e 55 se referem a uma variação no valor de pH das condições utilizadas por Santos (2014). Os testes 56, 57 e 58 referem-se às condições utilizadas por Santana (2011), na etapa de

condicionamento do minério, sendo que nos testes 57 e 58 foram utilizados menores valores de pH.

Tabela 3.7: Testes exploratórios para a dosagem de coletor, depressor e pH na flotação de partículas grossas.

Teste	Dosagem de Coletor (g/t)	Dosagem de Depressor (g/t)	pH
54	240	200	10,5
55	240	200	11,0
56	360	100	11,5
57	360	100	9,0
58	360	100	11,0

3.7.2.2. Testes de flotação e determinação do tamanho de bolhas

Definidas as dosagens de coletor e de depressor e o valor de pH, foram realizados 8 testes nos quais variou-se a vazão de ar de 5 a 120 L/h com o objetivo de obter a relação entre o tamanho de bolha e a flotação de apatita de granulometria grossa. A concentração de tensoativo e a vazão de alimentação de tensoativo foram fixadas no valor de 15 ppm e 50 mL/min, respectivamente.

3.7.3. Partículas Intermediárias

3.7.3.1. Testes preliminares para a flotação com partículas intermediárias

Esta fase do estudo foi realizada utilizando partículas de tamanho intermediário, e teve como objetivo obter as condições de condicionamento que proporcionassem um bom desempenho da flotação. Foram testadas as melhores condições obtidas por Santana (2011) na flotação em coluna do mesmo material. Esta condição corresponde ao teste 67, mostrado na Tabela 3.8.

Outras condições também foram analisadas a título de comparação. Assim foi realizado o teste 68 com as condições utilizadas no condicionamento do minério fino e o teste 69 com as respectivas condições do minério grosso. As variáveis foram dosagem de coletor e de depressor, pH e a porcentagem de sólidos na alimentação. A vazão de ar foi de 80 L/h, concentração de tensoativo de 15 ppm e vazão de alimentação de tensoativo de 50 mL/min. Na Tabela 3.8 são apresentadas as condições de condicionamento para cada teste.

Tabela 3.8: Testes preliminares para a flotação de partículas intermediárias

Teste	Dosagem de Coletor (g/ton)	Dosagem de Depressor (g/ton)	pH	% Sól. Alim. (%)
67	360	100	11,5	14
68	110	700	12	16
69	240	200	10,5	14

3.7.3.2. Testes de flotação e determinação do tamanho de bolhas

Com o objetivo de se obter uma relação entre o tamanho de bolha e o desempenho da flotação, 8 testes foram realizados nos quais a vazão de ar variou entre 5 e 120 L/h. Nestes testes a concentração de tensoativo foi de 15 ppm e sua vazão de alimentação igual a 50 mL/min.

CAPÍTULO 4

RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Caracterização das Amostras da Alimentação

4.1.1. Caracterização Granulométrica

O modelo que melhor se ajustou aos dados da distribuição granulométrica das três amostras do minério estudado (finos, intermediários e grossos), obtida pela técnica de difração de raios laser, foi o modelo RRB (Rosin-Rammler-Bennett) e os resultados obtidos são apresentados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1: Resultados da regressão para o modelo RRB.

Amostra	Resultado da Regressão		
Finos	Parâmetro Ajustado	d_{63,2} (μm)	n
	Valor	23,31	1,57
	Desvio Padrão	0,31	0,01
	r^2	0,9995	
	Diâmetro Médio de Sauter (μm)	13,95	
Intermediários	Parâmetro Ajustado	d_{63,2} (μm)	n
	Valor	87,63	1,83
	Desvio Padrão	0,87	0,04
	r^2	0,9984	
	Diâmetro Médio de Sauter (μm)	50,86	
Grossos	Parâmetro Ajustado	d_{63,2} (μm)	n
	Valor	133,14	2,08
	Desvio Padrão	0,91	0,01
	r^2	0,9987	
	Diâmetro Médio de Sauter (μm)	108,96	

As curvas correspondentes ao ajuste obtido para cada fração granulométrica são mostradas na Figura 4.1. É possível observar nas distribuições acumulativas a distinção entre a distribuição granulométrica das amostras utilizadas.

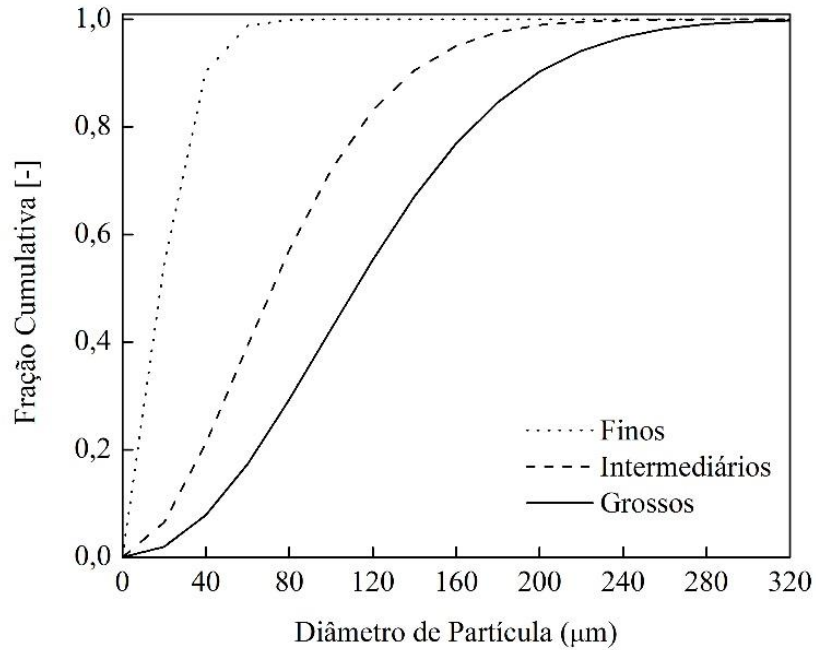


Figura 4.1: Distribuição Granulométrica fornecida pelo modelo RRB.

4.1.2. Caracterização Química

A composição química, ou seja, o teor das espécies contidas nas amostras de alimentação utilizadas nesse trabalho (finos, intermediários e grossos) foi determinada a partir da técnica de fluorescência de raios-X no Laboratório de Multiusuário da FEQ/UFU e os resultados obtidos são apresentados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2: Caracterização química das amostras de alimentação da flotação.

Amostra	Finos	Intermediários	Grossos	
Composição Química (%)	P ₂ O ₅	18,68	19,84	20,01
	CaO	23,68	26,75	26,08
	Fe ₂ O ₃	22,40	24,29	21,50
	SiO ₂	15,17	12,30	15,57
	TiO ₂	5,48	8,24	6,42
	BaO	3,67	2,75	2,96
	Al ₂ O ₃	2,59	1,06	1,82
	MnO	0,94	0,42	0,79
	SO ₃	0,90	0,87	0,74
	SrO	0,76	0,69	0,74
	MgO	0,73	0,70	0,66
	CeO ₂	0,67	0,31	0,39
	ZrO ₂	0,33	0,33	0,26
	Nb ₂ O ₅	0,28	0,34	0,32

Nota-se que há uma diminuição no teor de P_2O_5 com a diminuição do tamanho da partícula e que esses valores se encontram bem abaixo do requerido industrialmente (30-33%). Observa-se também que os minerais de ganga com maior proporção são os minerais de ferro e silício.

4.1.3. Caracterização Mineralógica

A identificação das fases minerais presentes nas frações granulométricas, finos, intermediários e grossos, é mostrada na Tabela 4.3. Observa-se pelas análises que as diferentes frações são compostas basicamente pelos mesmos minerais.

Tabela 4.3: Caracterização mineralógica da amostra de alimentação por fração.

Amostra	Mineral Identificado		
	Predominante	Intermediário	Minoritário
Finos	Apatita	Goethita, Quartzo	Anatásio, Goiazita, Vermiculita, Camada mista, Dolomita, Diopsídio, Hematita, Ilmenita, Magnetita, Mica, Rutilo
Intermediários	Apatita	Quartzo	Anatásio, Goethita, Goiazita, Dolomita, Diopsídio, Hematita, Magnetita, Mica, Vermiculita, Camada mista
Grossos	Apatita	Quartzo	Anatásio, Goethita, Goiazita, Dolomita, Magnetita, Moscovita, Rutilo, Vermiculita, Camada mista, Diopsídio, Hematita, Ilmenita, Mica

Nota-se que a apatita é o mineral predominante nas três frações. De uma forma geral, a segunda maior proporção é do mineral quartzo. Porém, na amostra correspondente aos finos, verifica-se a identificação do mineral goethita, juntamente com o quartzo, como os minerais nesta condição de predominância intermediária. Já em proporções minoritárias foram identificados vários minerais nos três intervalos de tamanho de partícula.

Estes resultados estão em acordo e confirmam a análise por espectrometria de fluorescência de raios-X. Na Tabela 4.4 encontram-se, por ordem alfabética, as fórmulas químicas das fases minerais identificadas na difração de raios-X. A camada mista identificada é formada por filossilicatos alternando-se por flogopita e vermiculita.

Tabela 4.4: Fórmula química das fases minerais identificadas por difração de raios-X

Mineral	Fórmula Química
Anatásio	TiO ₂
Apatita	Ca ₅ (PO ₄) ₃ (Cl,F,OH)
Camada Mista	-
Crandallita*	(Ca,Sr,Pb) ₂ Al ₇ (PO ₄) ₃ (OH) ₁₆ .3H ₂ O
Diopsídio	CaMg(SiO ₃) ₂
Dolomita	(Ca,Mg)(CO ₃) ₂
Florencita*	CeAl ₃ (PO ₄) ₂ (OH) ₆
Goethita	FeO.OH
Goiazita*	SrAl ₃ (PO ₄) ₂ (OH) ₅ .2H ₂ O
Gorceixita*	BaAl ₃ (PO ₄)(PO ₃ .OH)(OH) ₆
Hematita	Fe ₂ O ₃
Ilmenita	FeTiO ₃
Magnetita	Fe ₃ O ₄
Mica (Flogopita/Moscovita)	KMg ₃ (AlSi ₃ O ₁₀)(OH) ₂ /KAl ₂ (AlSi ₃ O ₁₀)(OH) ₂
Quartzo	SiO ₂
Rutilo	TiO ₂
Vermiculita	Mg ₃ (Al,Si) ₄ O ₁₀ .OH ₂ .4,5H ₂ O

*Série isomorfas de fosfatos secundários

Uma análise mais detalhada na caracterização mineralógica foi através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microanálise química (EDS), tendo como foco principal a apatita, o mineral de interesse no minério fosfatado. Verificou-se a composição química da apatita identificada, bem como as inclusões e sua associação com os demais minerais. Basicamente a apatita identificada é formada por fosfato de cálcio, com presença de outros minerais como terras raras.

Na Figura 4.2 estão apresentadas as Eletron-micrografias obtidas para a amostra dos finos de apatita. A Tabela 4.5 contém os resultados da identificação mineralógica predominante em cada ponto selecionado destas imagens. Observa-se que a apatita foi a fase mineral predominante na amostra. Como observado na análise anterior (fluorescência de raios X), os principais minerais de ganga associados à apatita foram os minerais de quartzo e ferro. As espécies minerais, presentes em pequenas quantidades, eram barita, pirocloro, badelite, monazita e romanecita ou hollandita. A ocorrência do mineral desejado (apatita) na forma de grãos isolados, ou em diversas associações, ou com inclusões de outros minerais de ganga foi claramente revelada por análises de MEV / EDS.

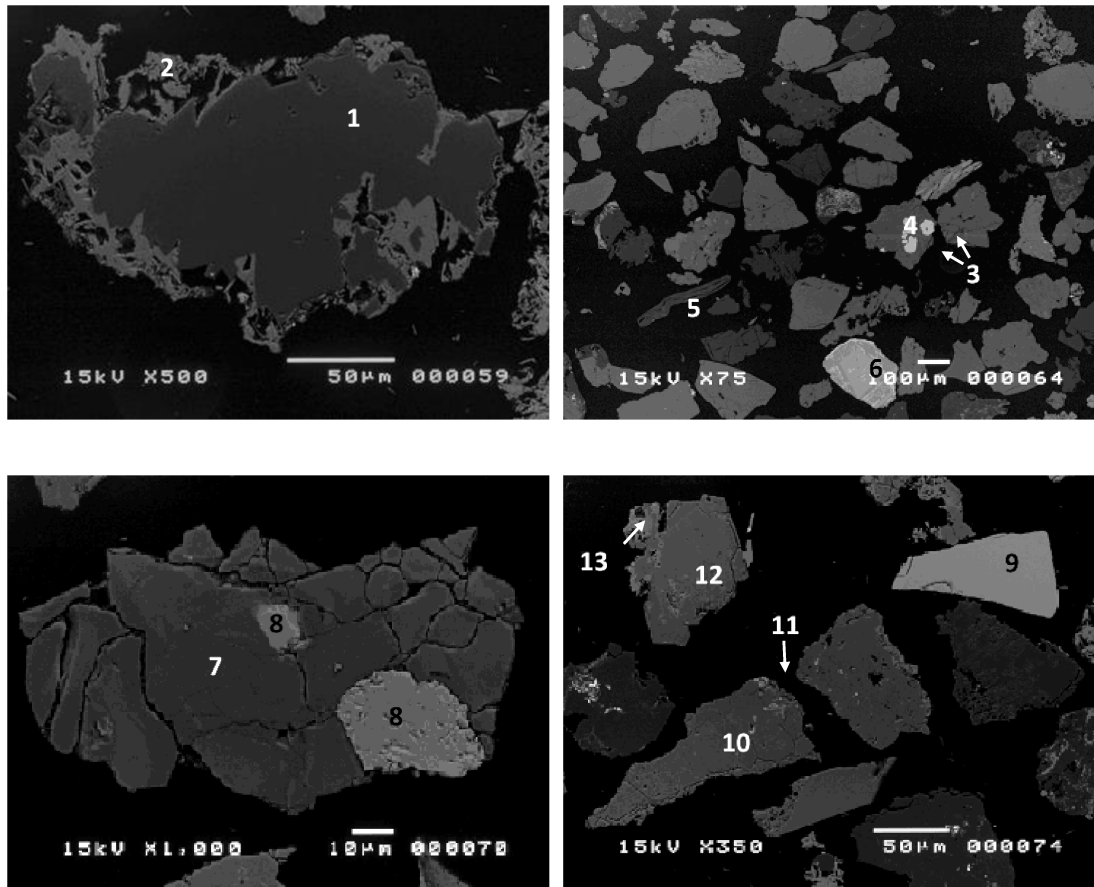


Figura 4.2: Eletron-micrografias obtidas no MEV (imagem de elétrons retroespalhados – IER) da amostra de finos de apatita.

Tabela 4.5: Microanálise EDS de cada ponto das Eletron-micrografias para a amostra de finos de apatita.

Área	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	SrO	BaO	P ₂ O ₅	ETR	Nb ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	SO ₃	K ₂ O	MnO	TiO ₂	Na ₂ O	Interpretação
1	57,63	0,17	0,80	0,11	-	-	40,2	0,70	-	-	-	-	-	0,41	-	apatita
2	-	-	100,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	quartzo
3	60,39	-	0,05	0,24	0,61	-	37,91	0,58	-	-	-	0,19	-	-	0,04	apatita
4	0,53	-	-	-	0,52	69,08	-	-	-	-	29,87	-	-	-	-	barita
5	2,65	-	-	-	-	22,77	-	2,59	64,92	-	-	-	-	7,08	-	pirocloro
6	2,00	13,30	46,94	19,46	-	-	-	-	-	10,29	-	5,92	-	2,10	-	vermiculita
7	53,71	0,63	0,76	0,20	2,06	0,24	40,62	1,07	-	-	-	-	-	0,13	0,57	apatita
8	-	99,56	0,44	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	hematita
9	-	-	-	-	-	22,21	-	-	-	-	-	0,17	77,62	-	-	romaneçita ou hollandita
10	55,28	2,23	0,36	0,21	1,11	0,75	38,71	0,81	-	-	-	0,24	-	-	0,30	apatita
11	-	-	1,56	-	-	22,85	-	-	-	-	-	0,28	75,31	-	-	romaneçita ou hollandita
12	56,82	1,75	0,63	0,17	0,69	0,59	38,77	-	-	-	-	0,31	-	-	0,26	apatita
13	-	95,38	3,83	-	-	-	-	-	-	0,79	-	-	-	-	-	goethita

*ETR: Elementos da terra rara (La₂O₃, Ce₂O₃, Nd₂O₃ e Pr₂O₃).

Na Figura 4.3 estão apresentadas as Eletron-micrografias obtidas para a amostra dos intermediários de apatita. A Tabela 4.6 contém os resultados da identificação mineralógica predominante em cada ponto selecionado destas imagens. Percebe-se a associação da apatita com outros minerais como goethita, monazita (presença de elementos terras-raras), romanexita ou rolandita e gorceixita (estes três últimos até então não tinham sido identificados). Como romanexita e rolandita apresentam a mesma composição química, não é possível determinar, por microanálise EDS, qual entre esses dois minerais de manganês ocorre no ponto 3. Para a distinção seria necessária uma análise de propriedades de hidratação.

Tabela 4.6: Microanálise EDS de cada ponto das Eletron-micrografias para as amostras de intermediários de apatita.

Área	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	SrO	BaO	P ₂ O ₅	ETR	K ₂ O	MnO	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Na ₂ O	Interpretação
1	53,55	5,83	-	0,07	0,32	-	38,36	1,04	0,02	-	-	0,73	0,09	apatita
2	11,57	0,01	0,34	-	3,35	1,12	27,61	56,00	-	-	-	-	-	monazita
3	-	-	-	-	-	22,21	-	-	0,17	77,62	-	-	-	romanexita ou rolandita
4	55,28	2,23	0,36	0,21	1,11	0,75	38,71	0,81	0,24	-	-	-	0,30	apatita
5	-	-	1,56	-	-	22,85	-	-	0,28	75,31	-	-	-	romanexita ou rolandita
6	56,82	1,75	0,63	0,17	0,69	0,59	38,77	-	0,31	-	-	-	0,26	apatita
7	-	95,38	3,83	-	-	-	-	-	-	-	0,79	-	-	goethita

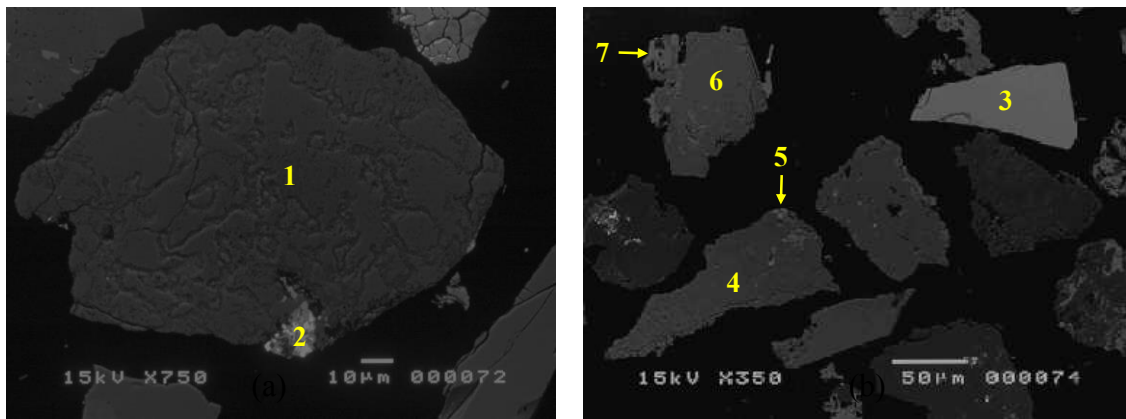


Figura 4.3: Eletron-micrografias obtidas no MEV (imagem de elétrons retroespalhados – IER). Eletronmicrografia a: apatita associada com monazita. Eletron-micrografia b: partícula de romanexita (quando hidratada) ou rolandita, apatita associada com romanexita ou rolandita e apatita com goethita.

Na Figura 4.4 são mostradas as Eletron-micrografias obtidas pela MEV para a amostra de grossos e na Tabela 4.7 pode-se observar a microanálise EDS de cada área selecionada. Como já era esperado, nota-se a presença de apatita (associada a outros minerais) e minerais de silício e de ferro. Verifica-se que há a ocorrência do mineral apatita

na presença de outras fases minerais tais como, quartzo, hematita, goethita, vermiculita. Verifica-se também, a presença dos minerais barita, pirocloro e badeleita que não foram identificados na difração de raios-X.

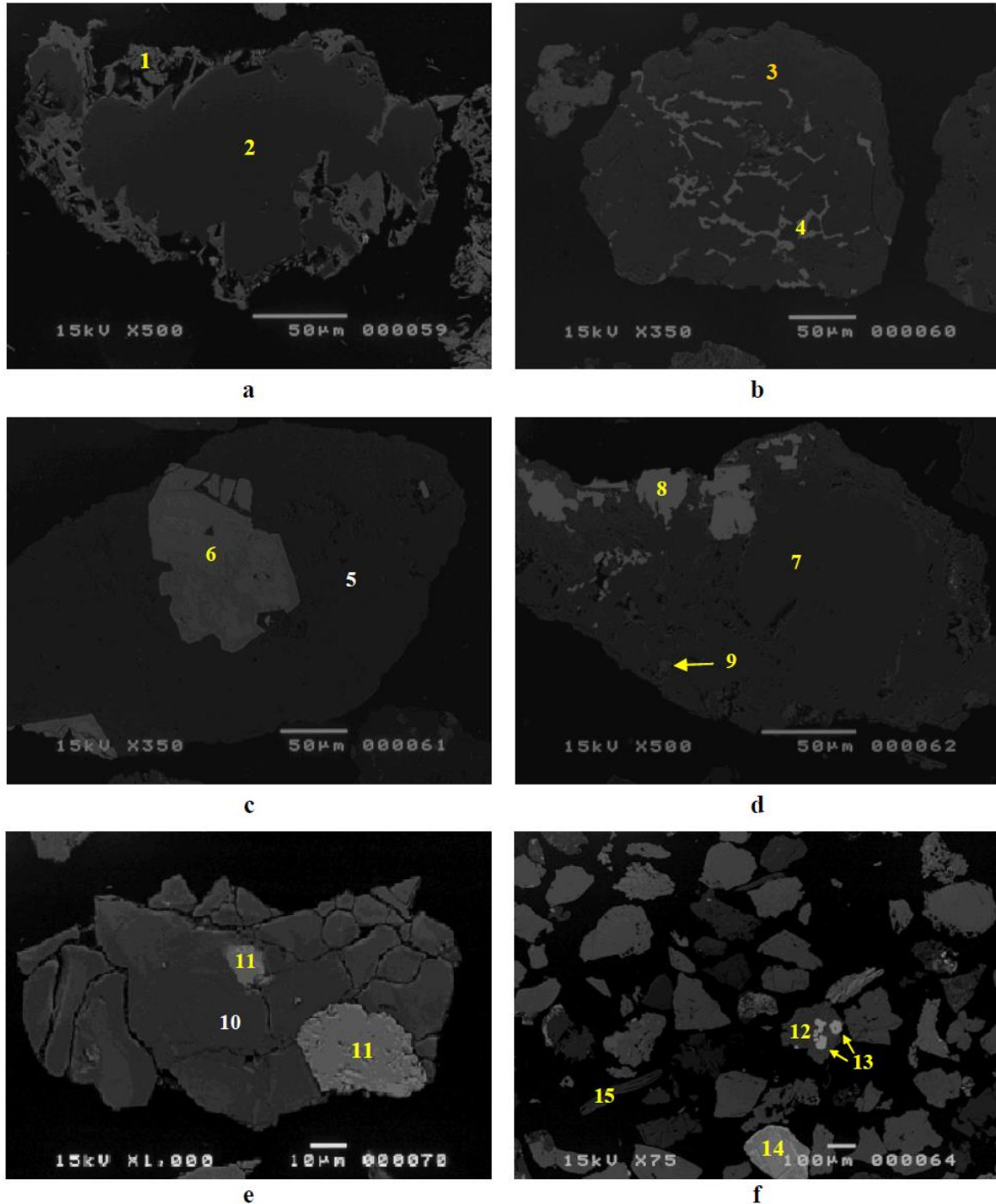


Figura 4.4: Eletron-micrografias para a amostra de grossos obtidas no MEV. a: quartzo associado à apatita. b: apatita com inclusões de barita. c: apatita associada com pirocloro. d: apatita associada com badeleita e goethita. e: apatita associada com hematita. f: apatita associada com barita, mais partículas isoladas de pirocloro e vermiculita.

Tabela 4.7: Microanálise EDS de cada ponto das Eletron-micrografias para a amostra de grossos de apatita.

Área	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	SrO	BaO	P ₂ O ₅	ETR	Nb ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	SO ₃	K ₂ O	ZrO ₂	TiO ₂	Na ₂ O	Interpretação
1	57,63	0,17	0,80	0,11	-	-	40,2	0,70	-	-	-	-	-	0,41	-	apatita
2	-	-	100,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	quartzo
3	54,41	0,11	0,12	0,25	3,74	-	39,02	2,08	-	-	-	-	-	-	0,26	apatita
4	1,03	-	-	-	0,10	67,24	-	-	-	-	31,63	-	-	-	-	barita
5	51,43	7,77	0,08	0,44	2,50	2,00	34,34	0,80	-	-	-	-	-	-	0,65	apatita
6	7,87	1,78	-	-	4,03	7,64	-	5,15	66,92	-	-	-	-	6,60	-	pirocloro
7	55,75	-	0,13	-	1,19	-	42,18	0,53	-	-	-	0,07	-	-	0,17	apatita
8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	100,0	-	-	badeleita
9	1,07	94,08	4,26	-	-	-	-	-	-	0,59	-	-	-	-	-	goethita
10	53,71	0,63	0,76	0,20	2,06	0,24	40,62	1,07	-	-	-	-	-	0,13	0,57	apatita
11	-	99,56	0,44	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	hematita
12	60,39	-	0,05	0,24	0,61	-	37,91	0,58	-	-	-	-	0,19	0,04	-	apatita
13	0,53	-	-	-	0,52	69,08	-	-	-	29,87	-	-	-	-	-	barita
14	2,65	-	-	-	-	22,77	-	2,59	64,92	-	-	7,08	-	-	-	pirocloro
15	2,00	13,30	46,94	19,46	-	-	-	-	-	-	10,29	2,10	5,92	-	-	vermiculita

Observando a Figura 4.4(c) percebe-se que, dependendo das operações de redução de tamanho, partículas como esta poderiam ser quebradas melhorando a liberação da apatita (presente no ponto 5) em relação a ganga (no caso o pirocloro que ocorre no ponto 6). O mesmo poderia ocorrer com a apatita presente no ponto 10 na Figura 4.4(e) associada nesta partícula com o mineral hematita, no ponto 11, na mesma imagem. Já quando a apatita aparece como no ponto 3 na Figura 4.4(b), melhorar a liberação com a quebra é mais difícil, pois o mineral encontra-se com inclusões de barita (ponto 4).

4.2. Resultados da influência da partícula no diâmetro de bolha

Os resultados obtidos para o diâmetro médio de Sauter ($d_{3,2}$) para as bolhas geradas para a coluna operando no sistema ar-água e durante a flotação mineral são mostrados na Tabela 4.8. Cumpre ressaltar que esses testes foram realizados com as bolhas sendo geradas a partir do aerador interno, e a concentração de tensoativo e sua vazão de alimentação foram mantidas constantes em 15 ppm e 50 mL/min, respectivamente. Além disso estes testes foram realizados em duplicata, sendo a primeira no sistema ar-água e a segunda no sistema ar-água-minério, ou seja, com flotação mineral.

Como o objeto deste trabalho, era o estudo da influência do tamanho de bolhas para diferentes tamanhos de partículas, uma variação mais ampla do tamanho de bolha seria necessária. Por isso, optou-se por fazer as medidas do tamanho de bolha, nas mesmas

condições, utilizadas no sistema ar-água, durante a flotação mineral a fim de observar se haveria alguma influência da partícula mineral no tamanho de bolha. Dessa forma, a última coluna da Tabela 4.8, mostra os resultados para o diâmetro médio de Sauter ($d_{3,2}$) obtido durante a flotação mineral. Nesses testes foi utilizada a amostra de minério correspondente à de granulometria fina.

Tabela 4.8: Diâmetro de bolha no sistema ar-água e na flotação mineral.

Teste	Q_{ar} (L/h)	$d_{3,2}$ Sistema ar-água (μm)	$d_{3,2}$ Flotação mineral (μm)	Redução do diâmetro de bolha (%)
1	5	710	278	61
2	20	1568	499	68
3	40	1714	675	61
4	60	2260	705	69
5	70	2300	822	64
6	80	2329	861	63
7	90	2349	997	58
8	100	2400	1104	54
9	120	2473	1186	52

Nota-se nos resultados da Tabela 4.8 que ocorreu uma redução considerável no tamanho de bolhas quando se passou do sistema ar-água para o sistema com a presença de sólidos (flotação mineral), nas mesmas condições operacionais. Nas condições analisadas as bolhas apresentaram uma redução de 52 a 69% com a adição das partículas minerais.

Observa-se ainda que, no sistema ar-água, apenas o teste 1, no qual foi utilizada a menor vazão de ar, forneceu bolhas menores, na faixa de tamanho intermediário ($300 < d_{3,2} < 1000 \mu\text{m}$), sendo que, para as outras condições foram obtidas apenas bolhas grandes ($d_{3,2} > 1000 \mu\text{m}$). Já para o sistema com a presença de sólidos (flotação mineral) foi possível obter, nas condições analisadas, bolhas pequenas ($d_{3,2} < 300 \mu\text{m}$), bolhas intermediárias ($300 < d_{3,2} < 1000 \mu\text{m}$) e grandes ($d_{3,2} > 1000 \mu\text{m}$).

Sabe-se que as bolhas de ar são responsáveis pela coleta e o transporte das partículas hidrofóbicas da fase de polpa para a camada de espuma, e é de fundamental importância a determinação da condição ideal para a formação de bolhas de diferentes tamanhos com o objetivo de se alcançar melhores eficiências no processo de flotação (REIS e BARROZO, 2016; CHO e LASKOWSKI, 2002). Porém, como já observado na Tabela 4.8, a adição de partículas minerais influencia consideravelmente o tamanho de bolha,

reduzindo o tamanho de bolha, em média, em 61%. Essa redução de tamanho de bolhas ocorre pelo fato de que a presença das partículas minerais inibe a coalescência entre as bolhas, prevenindo assim a formação de bolhas maiores. A redução do diâmetro de bolha quando se passa do sistema ar-água para a flotação mineral pode ser observada na Figura 4.5.

Pode-se constatar o que foi mostrado na tabela anterior, ou seja, que os diâmetros das bolhas obtidas durante a flotação mineral, foram menores que aqueles obtidos no sistema ar-água, em todas as vazões de ar utilizadas e mantendo as mesmas condições de operação para os dois sistemas.

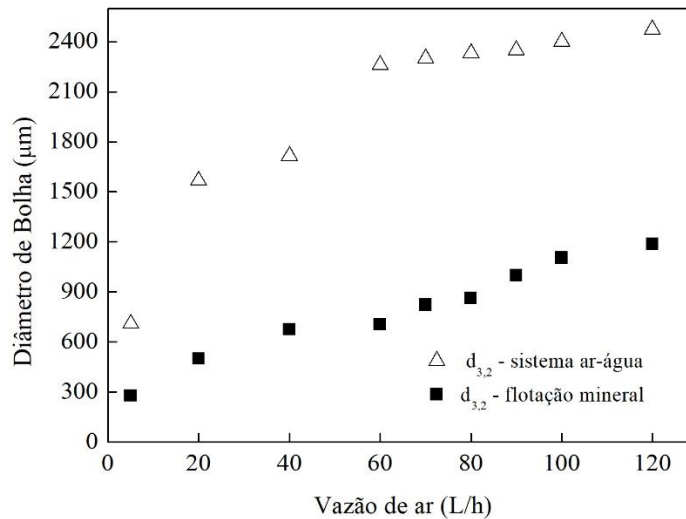


Figura 4.5: Relação entre o $d_{3,2}$ obtido no sistema ar-água e durante a flotação mineral utilizando o método da filmagem direta.

As imagens da Figuras 4.6 são ilustrativas para a visualização de imagens na coluna em operação nos dois sistemas. A Figura 4.6(a) mostra o teste realizado no sistema de ar-água e a Figura 4.6(b), o teste com as mesmas condições operacionais, porém realizado com minério, ou seja, na flotação de finos de apatita. Essas imagens foram obtidas com a câmera digital de alta velocidade.

Esta mesma observação foi obtida quando os testes foram realizados na mesma coluna de flotação, mas usando o método online para validar os resultados obtidos com a câmera de alta velocidade. O gráfico da distribuição do tamanho de bolha obtido no sistemas

ar-água e na flotação mineral com o sistema de medida online (sonda FBRM) é mostrado na Figura 4.7.

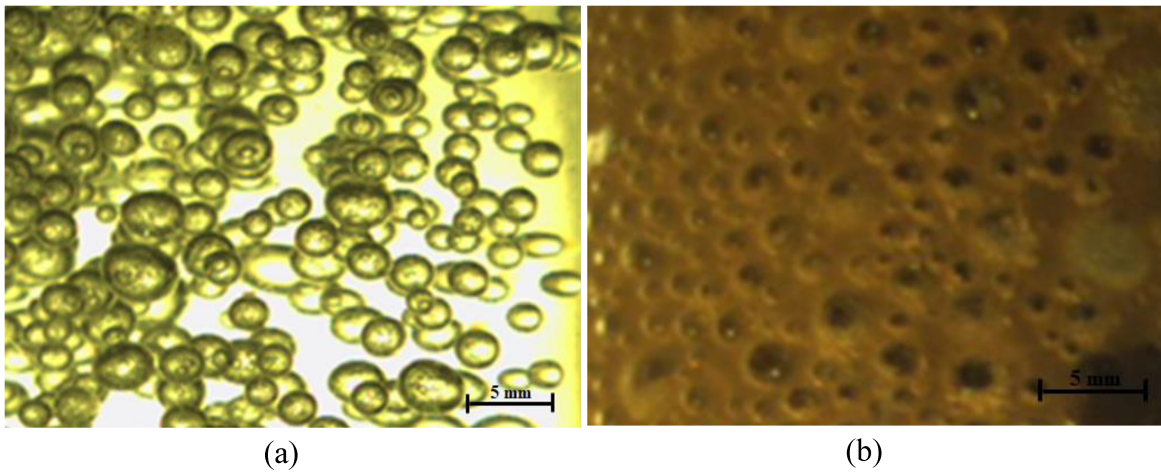


Figura 4.6: Imagens das bolhas obtidas com a câmera de alta velocidade: (a) sistema ar-água e (b) flotação mineral.

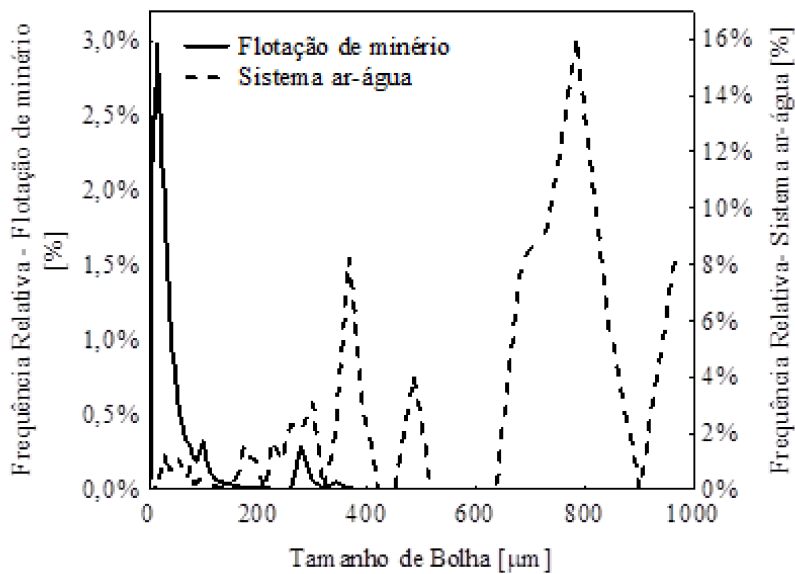


Figura 4.7: Relação entre o $d_{3,2}$ obtido no sistema ar-água e durante a flotação mineral utilizando o método online.

Essa diferença entre as bolhas obtidas em cada sistema também pode ser observada através das imagens obtidas pela sonda PVM, mostradas nas Figuras 4.8(a) e 4.8(b). Por essas imagens é possível inferir que a presença do minério aderido na superfície das bolhas, ou no líquido entre as bolhas, contribuiu para evitar a coalescência das bolhas, conseqüentemente reduzindo o tamanho da bolha, comparado ao sistema ar-água. Assim, as

bolhas presentes no sistema ar-água eram maiores, pois nessa situação não havia restrições ao contato entre elas e a coalescência ocorria com maior frequência.

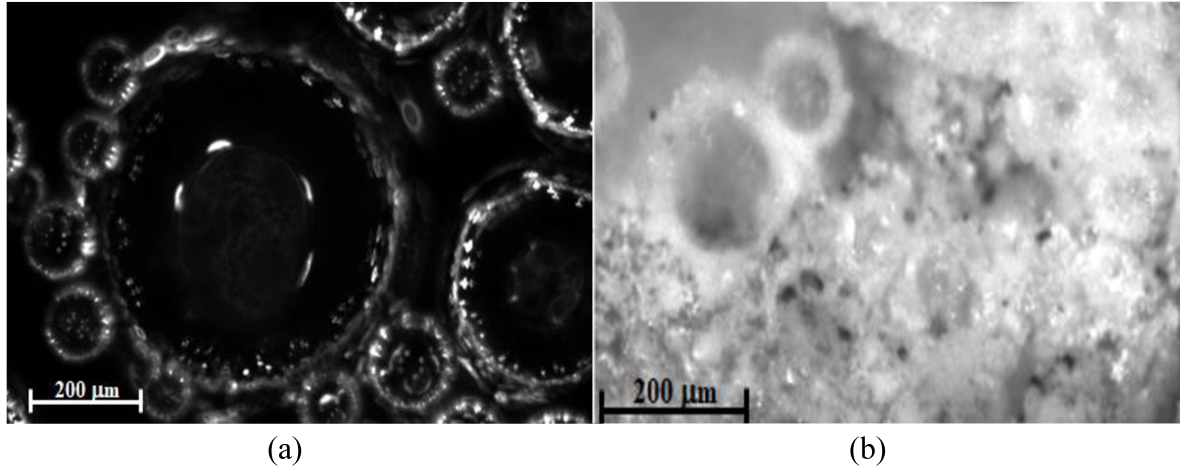


Figura 4.8: Imagens das bolhas obtidas com a sonda PVM: (a) sistema ar-água e (b) flotação mineral.

Diante desses resultados, pelo fato de as bolhas medidas com a presença de sólidos representar o que ocorre na flotação mineral, ou seja, o contato bolha-partícula, definiu-se que o estudo da influência do tamanho de bolha no desempenho da flotação de apatita seria realizado a partir dos valores de diâmetro de bolhas obtidos durante a flotação mineral.

4.3. Resultados da influência do tamanho de bolha no desempenho da flotação mineral

4.3.1. Flotação com partículas finas

4.3.1.1. Testes preliminares

Na Tabela 4.9 são mostrados os resultados obtidos para o teor de P_2O_5 e a recuperação de apatita a partir da variação das seguintes condições operacionais: dosagem de coletor e de depressor, pressão na linha do Venturi (P_v), porcentagem de sólidos na alimentação (% Sól. Alim.) e vazão de água de lavagem (Q_{AL}).

Tendo como referência inicial as condições do teste 10, a análise dos resultados obtidos mostrou, inicialmente, que o aumento na dosagem de coletor aumentou a recuperação, porém proporcionou uma diminuição no teor de P_2O_5 (testes 10 e 11). Este fato, é devido a não seletividade da ação do coletor que, quando utilizado em maiores concentrações, tem por consequência uma recuperação maior, porém com menor teor pois partículas de ganga também são coletadas.

Tabela 4.9: Resultados dos testes preliminares para a flotação de finos

Teste	Dosagem de Coletor (g/t)	Dosagem de Depressor (g/t)	P _v (bar)	% Sól. Alim. (%)	Q _{AL} (L/h)	Teor de P ₂ O ₅ (%)	Recuperação (%)
10	120	600	1,5	14	0,15	28,49	55,74
11	160	600	1,5	14	0,15	26,70	65,41
12	120	400	1,5	14	0,15	27,92	49,14
13	120	700	1,5	14	0,15	27,98	69,81
14	120	600	2,5	14	0,15	28,07	55,99
15	120	600	1,0	14	0,15	29,77	58,99
16	120	600	1,0	14	0,25	28,01	60,75
17	120	700	1,0	14	0,15	28,34	64,12
18	160	700	1,0	14	0,15	26,94	64,31
19	120	600	1,0	16	0,15	29,05	66,26
20	120	700	1,0	16	0,15	28,89	68,31
21	110	700	1,0	16	0,15	29,69	65,59
22	105	700	1,0	16	0,15	29,21	61,00

* Os dados em negrito referem-se às variáveis que foram modificadas com relação ao teste 10.

Com relação a dosagem de depressor, notou-se que a diminuição da mesma foi prejudicial tanto para o teor de P₂O₅ e a recuperação de apatita, porém observa-se que o aumento na dosagem de depressor favoreceu a recuperação com uma leve diminuição no teor de P₂O₅, sendo assim, de forma geral o aumento na dosagem de depressor foi favorável ao processo de flotação de finos. Esta variação pode ser observada na comparação dos testes 12 e 13 com relação ao teste 10, e também, do teste 18 com o teste 16. Quando o estudo foi realizado com relação à influência da pressão na linha do Venturi no desempenho da flotação, nota-se que o aumento da pressão (teste 14) não apresentou diferenças significativas com relação a referência inicial (teste 10), porém, testes realizados com pressão menor, 1 bar (teste 15), apresentaram benefícios tanto no teor de P₂O₅ quanto na recuperação, com a diminuição da pressão.

Um estudo ainda foi realizado com relação a porcentagem de sólidos na alimentação, o qual permitiu verificar um melhor desempenho no processo (aumentando a recuperação) quando uma maior porcentagem de sólidos foi utilizada (teste 19). Isso, pode ser devido, ao fato de que essa maior porcentagem de sólidos permitiu um maior contato bolha-partícula favorecendo o processo. Esse aumento da porcentagem de sólidos foi ainda favorecido, quando uma maior dosagem de depressor foi utilizada, onde verificou-se uma diminuição pequena no teor de P₂O₅ comparada ao ganho na recuperação (teste 20). A

variável água de lavagem também foi avaliada, e o intuito era conseguir uma espuma mais livre de partículas de ganga, ou seja, um concentrado com um maior teor de P_2O_5 , com o aumento da vazão de água de lavagem. Porém, os resultados obtidos, conforme o teste 16, mostraram que essa variação não foi favorável ao teor de P_2O_5 , causando uma diminuição no seu valor. Por fim, um novo estudo com relação a dosagem de coletor foi realizado, e verificou-se que a sua diminuição foi favorável ao teor de P_2O_5 , porém promoveu uma diminuição na recuperação, inverso ao que havia sido observado com relação ao aumento da dosagem de coletor. Contudo, uma dosagem menor, 110 g/t (teste 21), foi definida como ideal para a flotação de finos de apatita, pois embora os resultados mostrassem uma diminuição na recuperação, esta manteve-se ainda acima de 60%, mas foi possível obter um maior valor de teor de P_2O_5 mais próximo de 30%.

Desta forma, diante desses resultados obtidos definiu-se as seguintes condições para a realização dos testes de flotação com partículas finas: dosagem de coletor de 110g/t, dosagem de depressor de 700g/t, porcentagem de sólidos na alimentação de 16% e vazão de água de lavagem de 0,15 L/h.

Este trabalho é uma continuidade do projeto desenvolvido por REIS (2015), que utilizou um Venturi para a geração de bolhas. Por isso, a análise das condições de condicionamento para a flotação com partículas finas foi realizada com o Venturi como sistema de aeração. Posteriormente, concluiu-se que para se obter uma melhor análise do objeto deste trabalho, com a coluna operando em regime batelada, o sistema de aeração interno seria mais adequado, portanto os testes subsequentes foram todos realizados com a coluna operando com o aerador interno.

4.3.1.2. A influência do tamanho de bolha

Visto que as partículas minerais influenciavam no tamanho de bolha e que as bolhas obtidas durante a flotação mineral seriam as medidas utilizadas para se obter a relação entre essa variável e o desempenho da flotação, os resultados do diâmetro médio de Sauter obtidos em testes exploratórios são mostrados na Tabela 4.10. Estes testes foram realizados para se verificar qual a faixa de distribuição de tamanho de bolhas (DTB) seria possível obter durante a flotação mineral e quais condições de concentração (C) e vazão de alimentação de tensoativo (Q_t) seriam viáveis de serem utilizadas.

Tabela 4.10: Resultados para os testes exploratórios realizados na flotação de finos de apatita para determinação de diferentes DTB.

Teste	Q _{ar} (L/h)	C (ppm)	Q _t (mL/min)	d _{3,2} (μm)	Teor de P ₂ O ₅ (%)	Recuperação (%)
23	5	100	200	97	35,0	37,2
24	5	70	200	159	34,9	54,2
25	5	50	200	170	32,6	49,0
26	5	15	50	278	36,7	40,6
27	20	15	50	499	34,9	52,9
28	40	40	50	560	33,1	63,2
29	40	15	200	601	30,1	58,1
30	40	15	50	675	34,4	64,6
31	60	40	50	635	33,0	67,9
32	60	25	50	688	30,1	73,7
33	60	15	50	705	30,4	81,9
34	80	40	100	812	25,7	76,8
35	80	40	50	842	27,7	68,3
36	80	15	50	861	30,4	86,0

Os resultados mostram que, de forma geral, o aumento na concentração de tensoativo ou na vazão de alimentação de tensoativo provocaram uma redução no valor tanto do teor de P₂O₅ e/ou da recuperação. Portanto, a partir desses testes a concentração de tensoativo igual a 15 ppm e a vazão de alimentação de tensoativo de 50 mL/min foram definidas e mantidas constantes na realização de todos os outros testes de flotação. A escolha da melhor condição destas variáveis foi feita, a fim de que a influência observada no desempenho da flotação nos testes subsequentes fosse devida, exclusivamente, à variação do diâmetro das bolhas geradas na coluna.

Após a definição das melhores condições do tensoativo, as condições de operação e os resultados, teor de P₂O₅ e recuperação, para a flotação de finos de apatita com diferentes tamanhos de bolhas são mostrados na Tabela 4.11. Pode-se observar que na faixa de vazão de ar utilizada foi possível obter condições que proporcionaram bolhas de diferentes tamanhos, que abrangem as três faixas deste estudo (pequenas, intermediárias e grandes) permitindo assim estudar sua influência no desempenho da flotação. Também foi observado que o aumento na vazão de ar aumentou o tamanho da bolha, como esperado.

Tabela 4.11: Resultados da influência do tamanho de bolha no desempenho da flotação de finos de apatita.

Teste	Q _{ar} (L/h)	d _{3,2} (μm)	Teor de P ₂ O ₅ (%)	Recuperação (%)
37	5	278	36,7	40,6
38	30	533	35,1	43,8
39	50	691	33,6	50,7
40	60	705	34,2	52,1
41	80	861	32,7	60,0
42	90	997	30,4	67,8
43	100	1104	27,8	67,5
44	120	1186	26,2	75,1
45	140	709	31,8	60,0
46	160	756	33,2	62,1

As Figuras 4.9 e 4.10 mostram a influência do tamanho da bolha no teor de P₂O₅ e na recuperação, na flotação de finos de apatita em coluna, respectivamente. De acordo com tendência observada nestes gráficos, uma equação de regressão representando a influência do tamanho da bolha no desempenho da flotação de finos de apatita foi proposta. As Equações (4.1) e (4.2) referem-se às equações obtidos para o teor de P₂O₅ (Y₁) e recuperação (Y₂) em função do diâmetro da bolha (d_b), respectivamente:

$$Y_1 = 35,65 + 5,0 \cdot 10^{-3} \cdot d_b - 1,1 \cdot 10^{-5} \cdot d_b^2 \quad (R^2=0,98) \quad (4.1)$$

$$Y_2 = 35,36 + 9,0 \cdot 10^{-3} \cdot d_b + 2,0 \cdot 10^{-5} \cdot d_b^2 \quad (R^2=0,97) \quad (4.2)$$

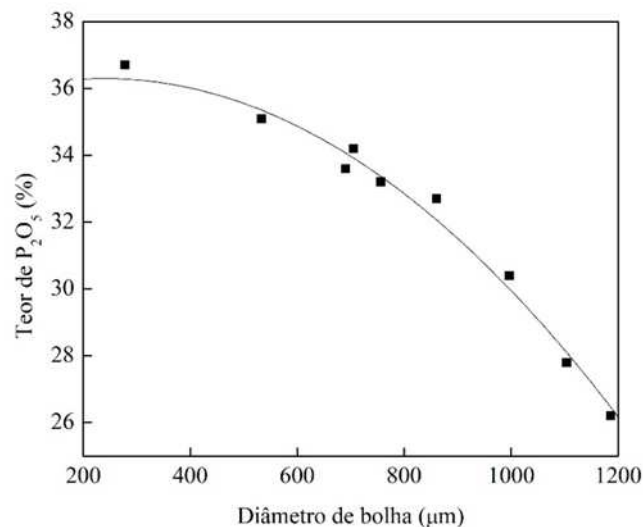


Figura 4.9: Influência do tamanho de bolha no teor de P₂O₅ da flotação de finos de apatita.

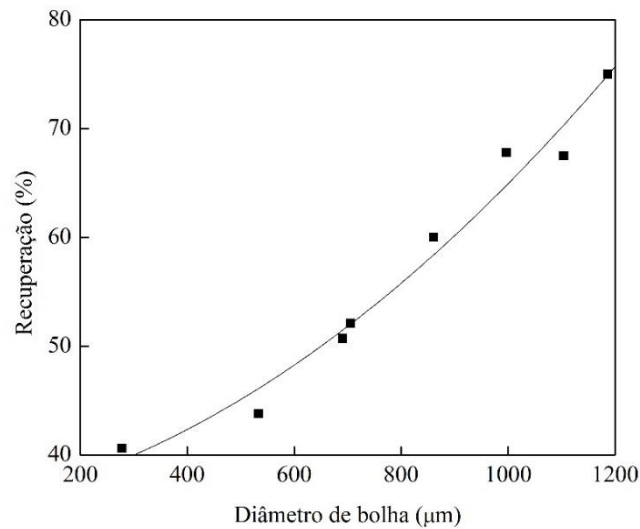


Figura 4.10: Influência do tamanho de bolha na recuperação da flotação de finos de apatita.

Os resultados obtidos mostraram que quando a flotação dos finos foi realizada com bolhas pequenas ($d_{3,2} < 300\mu\text{m}$) foi obtido um alto teor de P_2O_5 (Figura 4.9), mas foi observado um baixo valor de recuperação (Figura 4.10). O alto teor de P_2O_5 pode ser explicado pelo fato de que a probabilidade de colisão e adesão de partículas finas em bolhas menores é maior, o que favoreceu a flotação verdadeira, conseqüentemente, um maior valor do teor de P_2O_5 é alcançado.

A flotação verdadeira é caracterizada como um processo seletivo na flotação, ou seja, ocorre somente quando as partículas hidrofóbicas (minerais de valor) aderem à superfície das bolhas (HAN et al., 2014; WARREN, 1985). Este processo seletivo está relacionado a uma maior probabilidade de colisão das partículas nas bolhas de ar. Alguns trabalhos da literatura mostraram que não apenas a probabilidade de colisão, mas também a probabilidade de adesão, podem ser melhoradas quando bolhas pequenas são utilizadas (XING et al., 2017).

Observa-se na Figura 4.9 que apenas as bolhas na faixa de bolhas pequenas e intermediárias conduziram a teores acima do valor desejado pela indústria ($>30\%$) e que com as bolhas pequenas os maiores teores são obtidos. Entretanto a Figura 4.10 mostra que as recuperações desejáveis não são obtidas com bolhas pequenas, apenas com bolhas intermediárias ou grandes.

Na Figura 4.11, imagens obtidas a partir da flotação de finos de apatita com bolhas pequenas são mostradas. A Figura 4.11(a) foi obtida pela câmera de alta velocidade e a

Figura 4.11(b) pela sonda PVM. Uma espuma rica em minerais é observada nas imagens, e também é possível notar bolhas completamente recobertas por partículas de minério. Estas medidas confirmam a predominância do mecanismo de adesão, isto é, a flotação verdadeira, quando bolhas pequenas foram utilizadas.

A adesão bolha-partícula ocorre apenas se o tempo de indução (tempo necessário para ocorrer a ruptura do filme entre a bolha e a partícula) for menor que o tempo de deslizamento (tempo que uma partícula leva para deslizar sobre a superfície da bolha) (DAI et al., 1999). Assim, vários autores, que relacionaram o tamanho da bolha com a eficiência de adesão, observaram que bolhas menores apresentaram maior eficiência de adesão do que as bolhas grandes. A diminuição no tamanho da bolha reduz a velocidade de ascensão da bolha, conseqüentemente aumenta o tempo de deslizamento, favorecendo a adesão bolha-partícula, ou seja, favorecendo a obtenção de maiores teores (DAI et al., 1999; YOON e LUTTRELL, 1989; HEWITT et al., 1995).

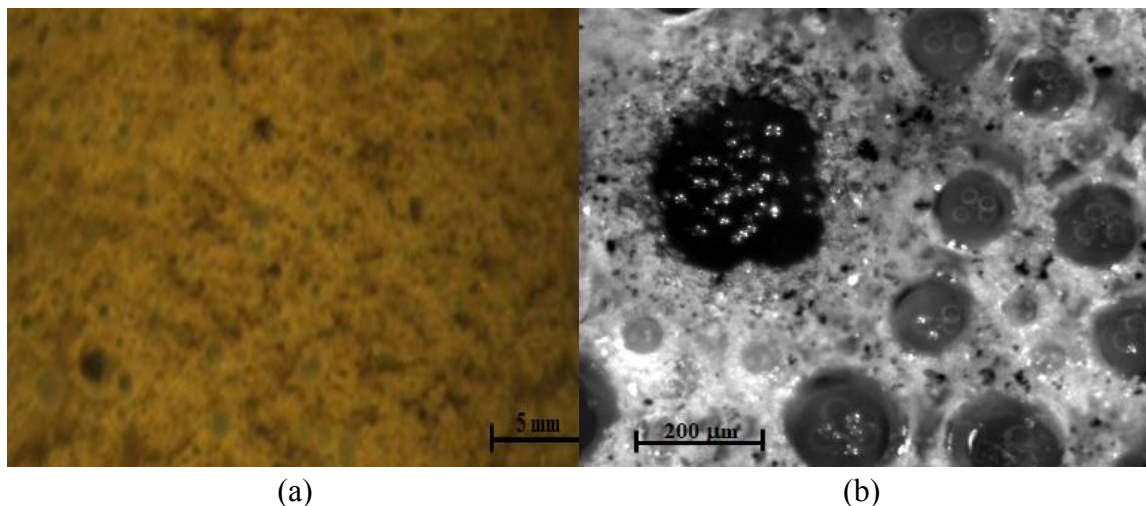


Figura 4.11: Imagens da camada de espuma da flotação de finos com bolhas pequenas: (a) câmera de alta velocidade e (b) sonda PVM.

No entanto, essas bolhas menores têm menor velocidade de ascensão e fornecem uma força de arraste menor, resultando em recuperações abaixo do valor especificado na indústria mineral ($> 60\%$), pois parte dos agregados formados são arrastados para o fundo da coluna juntamente com o rejeito (MIETTINEN et al., 2010; LI et al., 2015).

Na flotação de finos com bolhas grandes ($d_{3,2} > 1000 \mu\text{m}$), observou-se que o aumento no tamanho da bolha prejudicou o teor de P_2O_5 e aumentou a recuperação como mostrado nas Figuras 4.9 e 4.10. Esses resultados também foram observados nos estudos

feitos por Li e Wang (2018) e Han et al. (2014). Quando bolhas grandes são utilizadas, a probabilidade de colisão de partículas finas com essas bolhas é baixa, então a flotação verdadeira dificilmente ocorrerá e a flotação será menos seletiva (PRAKASH et al., 2018), conduzindo assim a baixos teores. O arraste viscoso domina a trajetória do movimento das partículas finas em vez da inércia, o que causa baixa probabilidade de colisão, pois as partículas tendem a seguir as linhas de fluxo fornecidas pelas bolhas grandes (XING et al., 2017-a; WANG et al., 2016). Alguns trabalhos da literatura têm mostrado que a eficiência de colisão para diferentes tamanhos de partículas diminui com o aumento dos diâmetros de bolha. Uma razão para isto, é o fato de que bolhas grandes exibem movimento em ziguezague ou espiral, o que faz as partículas desviarem das linhas de colisão e, conseqüentemente, a probabilidade de colisão diminui, ou seja, conduzindo assim a baixos teores do mineral de interesse (HASSANZADEH et al., 2016).

O resultado observado na flotação de finos com bolhas grandes caracterizadas por uma diminuição no teor de P_2O_5 e um aumento na recuperação é também devido ao arraste, o qual é um mecanismo não-seletivo, diferentemente do que ocorre na flotação verdadeira, porém é um mecanismo característico da flotação com partículas finas devido à menor massa e momento dessas partículas (AHMADI et al., 2014; PEASE et al., 2006; WATERS et al., 2008). O arraste é definido pelo transporte de partículas finas da fase de polpa para a fase de espuma através do líquido presente entre as bolhas ascendentes (TIAN et al., 2017). Assim, não apenas partículas de interesse, mas também partículas de ganga são arrastadas, o que diminuiu a seletividade da flotação (PRAKASH et al., 2018).

Han et al. (2014), na flotação de carvão, observaram uma diminuição no teor de cinzas ao utilizar altas velocidades superficiais de ar, nas quais maiores tamanhos de bolha foram obtidos, e concluíram que essa diminuição no teor de cinzas possivelmente ocorreu devido ao arraste de partículas finas de ganga causadas pela alta velocidade das bolhas em ascensão.

Imagens obtidas da flotação de finos de apatita com bolhas grandes são apresentadas na Figura 4.12, na qual a Figura 4.12(a) foi obtida pela filmagem direta e a Figura 4.12(b) pelo método online. Estas imagens evidenciam o fato de que a probabilidade de colisão entre partículas finas e bolhas grandes é baixa e, que o arraste foi o mecanismo que ocorreu preferencialmente, porque a superfície das bolhas estava praticamente sem partículas e um empobrecimento da espuma pode ser observado. Além disso, pode-se notar

alguns aglomerados sendo arrastados pelo líquido presente entre as bolhas e não porque estavam aderidos a elas.

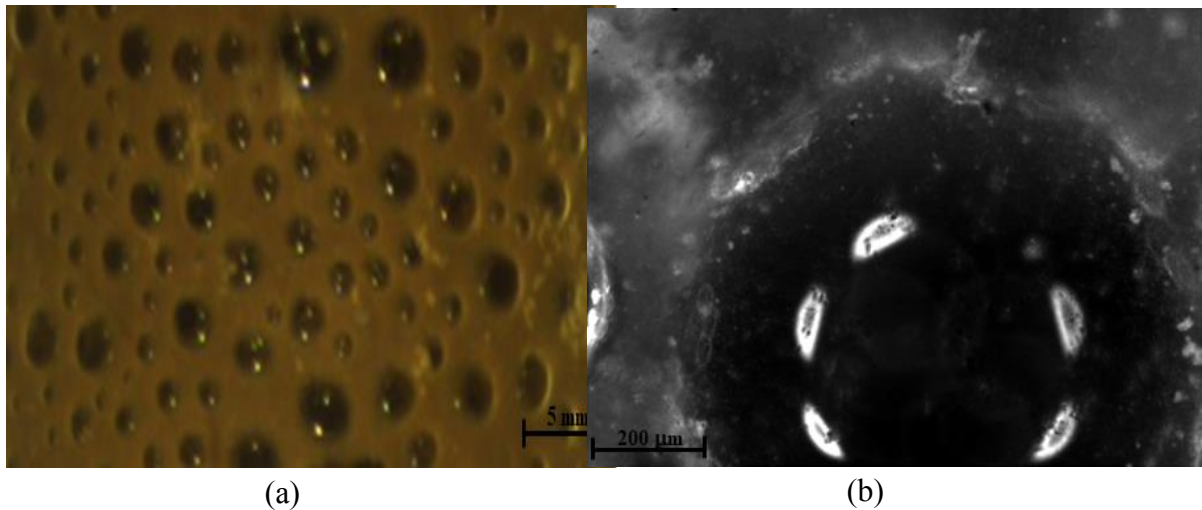


Figura 4.12: Imagens da camada de espuma da flotação de finos com bolhas grandes: (a) câmera de alta velocidade e (b) sonda PVM.

Os resultados das Figuras 4.9 e 4.10 mostram que existe um intervalo de tamanho de bolha, no qual ambas as respostas de interesse apresentam os níveis desejáveis pela indústria, ou seja: teores de P_2O_5 acima de 30% e recuperação acima de 60%. Este intervalo de tamanho foi de 800 a 1000 μm , que corresponde às bolhas de tamanho intermediário. Autores afirmaram que a flotação de finos é uma junção da flotação verdadeira e da flotação por arraste (GEORGE et al., 2004). Assim, essas bolhas de tamanho intermediário forneceram uma maior eficiência de colisão do que as bolhas grandes (visto que a probabilidade de colisão aumenta com a diminuição do tamanho de bolha), portanto, o teor de P_2O_5 foi maior para as bolhas nessa faixa de tamanho, comparado com as bolhas grandes. Essa faixa de tamanho também possibilitou obter concomitantemente ao teor desejado, uma recuperação maior que 60%, mostrando que, pelo fato dessas bolhas serem maiores que as pequenas, favoreceu a ascensão do agregado bolha-partícula formado e, também, o processo de arraste. Nesta situação, o processo de arraste promovia a recuperação das partículas hidrofóbicas que não aderiram à superfície das bolhas e, conseqüentemente, também algumas partículas de ganga são arrastadas, porém sem prejudicar o desempenho da flotação, mantendo os valores de teor e recuperação acima dos valores requeridos. Reis e Barrozo (2016) mostraram em testes cinéticos de flotação, de finos de apatita, que o maior valor de constante de taxa de flotação foi obtido com bolhas de tamanho intermediário.

Portanto, esse tamanho de bolha é apresentado como uma boa alternativa para superar o desafio da flotação de finos.

A flotação de finos de apatita, com bolhas de tamanho intermediário, é representada pelas imagens da Figura 4.13, na qual a Figura 4.13(a) foi obtida pela câmera de alta velocidade e a Figura 4.13(b) pela sonda de PVM.

Nestas imagens é possível perceber claramente a ocorrência de ambos os mecanismos: flotação verdadeira e por arraste, como mencionado anteriormente, fato que corroborou para o bom desempenho da flotação de finos de apatita com bolhas de tamanho intermediário. As imagens mostram uma fase de espuma não tão rica em minerais como na flotação com bolhas pequenas, mas ao mesmo tempo é possível detectar várias bolhas carregadas com minério, mostrando que essas bolhas apresentaram uma maior probabilidade de colisão entre bolhas e partículas em comparação com as bolhas grandes.

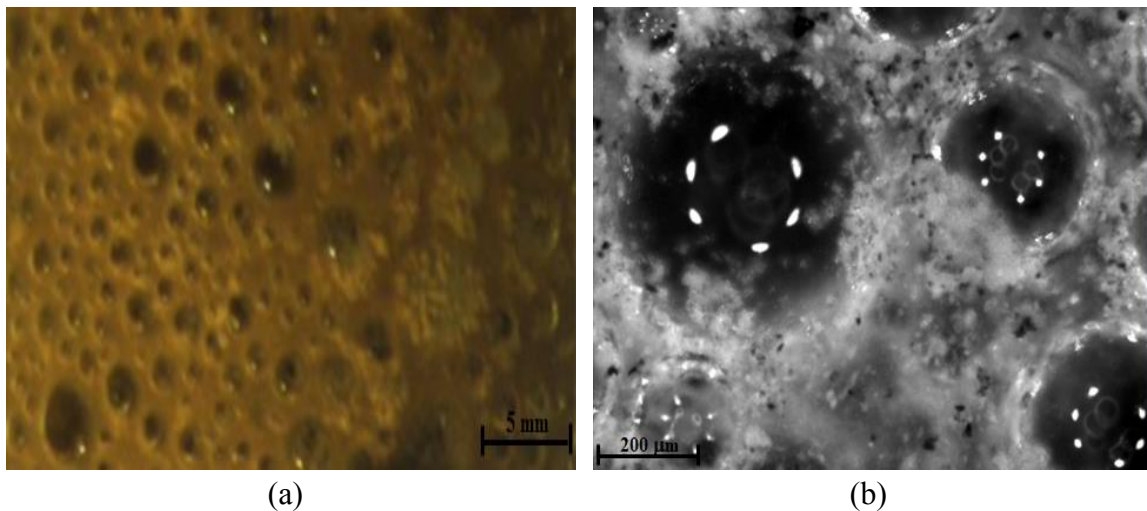


Figura 4.13: Imagens da camada de espuma da flotação de finos com bolhas intermediárias: (a) câmera de alta velocidade e (b) sonda PVM.

4.3.2. Flotação com partículas grossas

4.3.2.1. Testes preliminares

A Tabela 4.12 mostra os resultados obtidos nos testes preliminares para a flotação do minério grosso. Observa-se que o teste 48 foi o que apresentou o melhor resultado, obtendo valores de recuperação e teor de P_2O_5 próximos aos valores desejados. Este teste apresentava as condições de condicionamento do minério, utilizadas por Santos (2014). Desta forma, essas condições foram definidas para a realização dos testes subsequentes.

Tabela 4.12: Resultados obtidos nos testes preliminares para a flotação de partículas grossas.

Teste	Dosagem de Coletor (g/t)	Dosagem de Depressor (g/t)	pH	% Sól. Alim. (%)	Teor de P ₂ O ₅ (%)	Recuperação (%)
47	110	700	12,0	16	36,7	25,3
48	240	200	11,5	14	33,2	59,7

Os resultados obtidos nos testes em que a vazão de ar (Q_{ar}), concentração (C) e vazão de alimentação de tensoativo (Q_t) foram variados com o objetivo de se obter uma faixa de variação de tamanho de bolha são mostrados na Tabela 4.13. Assim, nesta tabela, observa-se os valores de $d_{3,2}$ obtidos, bem como os resultados referentes ao desempenho da flotação em cada teste (recuperação e teor de P₂O₅). Nota-se que nas condições estudadas os valores de P₂O₅ estiveram acima de 30%, o que configura um bom desempenho do processo. Porém, ao analisar a recuperação obtida, em todas as situações, essa apresentou um valor abaixo de 60%, situação indesejada na flotação mineral.

Tabela 4.13: Resultados obtidos nos testes exploratórios para a variação do tamanho de bolha na flotação dos grossos.

Teste	Q_{ar} (L/h)	C (ppm)	Q_t (mL/min)	$d_{3,2}$ (μm)	Teor de P ₂ O ₅ (%)	Recuperação (%)
49	5	15	50	416	37,5	14,7
50	120	15	50	1104	34,0	48,7
51	120	5	25	1225	34,7	50,8
52	160	15	50	1429	33,4	52,5
53	160	5	25	1480	33,0	56,2

Portanto, diante desses resultados e com o intuito de se obter maiores recuperações um novo estudo exploratório, variando as condições da etapa de condicionamento do minério, foi realizado, e os resultados obtidos são mostrados na Tabela 4.14. Observa-se que os testes 54, 57, 58 apresentaram maiores valores de recuperação, porém, apenas o teste 54 foi o que apresentou, concomitantemente ao maior valor de recuperação, um valor de teor de P₂O₅ dentro da faixa requerida (30-33%). Nos outros testes, embora o teor de P₂O₅ tenha apresentado valores maiores, a recuperação obtida esteve no limite mínimo do valor requerido nesse processo (60%). Desta forma, diante desses resultados, foram definidas para

a flotação de partículas grossas as seguintes condições: dosagem de coletor igual a 240g/t, dosagem de depressor no valor de 200 g/t e pH igual a 10,5, valores referentes ao teste 54.

Tabela 4.14: Resultado dos testes exploratórios para a dosagem de coletor, depressor e pH na flotação de partículas grossas.

Teste	Dosagem de Coletor (g/t)	Dosagem de Depressor (g/t)	pH	Teor de P₂O₅ (%)	Recuperação (%)
54	240	200	10,5	30,0	73,1
55	240	200	11,0	32,8	60,6
56	360	100	11,5	32,3	60,8
57	360	100	9,0	26,8	74,0
58	360	100	11,0	28,1	75,0

4.3.2.2. A influência do tamanho de bolha

Os resultados obtidos na flotação de partículas grossas de apatita e sua relação com o diâmetro de bolha são mostrados na Tabela 4.15. Observa-se o aumento do tamanho de bolha com o aumento da vazão de ar (Q_{ar}), como esperado, e que a recuperação destas partículas é maior para os maiores diâmetros de bolha. Nestes testes, a concentração de tensoativo foi mantida em 15 ppm e sua vazão de alimentação em 50 mL/min.

Tabela 4.15: Efeito do tamanho de bolha no desempenho da flotação de partículas grossas.

Teste	Q_{ar} (L/h)	$d_{3,2}$ (μm)	Teor de P₂O₅ (%)	Recuperação (%)
59	5	251	34,6	40,5
60	20	510	34,1	49,7
61	40	587	33,8	49,9
62	60	612	33,4	53,6
63	80	869	32,2	58,0
64	100	973	32,4	57,0
65	120	1136	30,5	65,5
66	140	1164	30,6	66,6

A influência do diâmetro de bolha no teor de P₂O₅ e a recuperação na flotação de grossos de apatita em coluna é mostrada no gráfico das Figuras 4.14 e 4.15, respectivamente. De acordo com a tendência observada nestes gráficos, uma equação de regressão representando a influência do diâmetro médio de Sauter ($d_{3,2}$), obtido a partir da distribuição

de tamanho de bolhas, no desempenho da flotação de partículas grossas de apatita foi proposta. As Equações (4.3) e (4.4) referem-se aos modelos obtidos para o teor de P_2O_5 (Y_1) e recuperação (Y_2) em função do diâmetro da bolha (d_b), respectivamente.

$$Y_1 = 34,57 + 7,6 \cdot 10^{-4} \cdot d_b - 3,6 \cdot 10^{-6} \cdot d_b^2 \quad (R^2 = 0,96) \quad (4.3)$$

$$Y_2 = 34,22 + 2,9 \cdot 10^{-2} \cdot d_b - 2,2 \cdot 10^{-6} \cdot d_b^2 \quad (R^2 = 0,95) \quad (4.4)$$

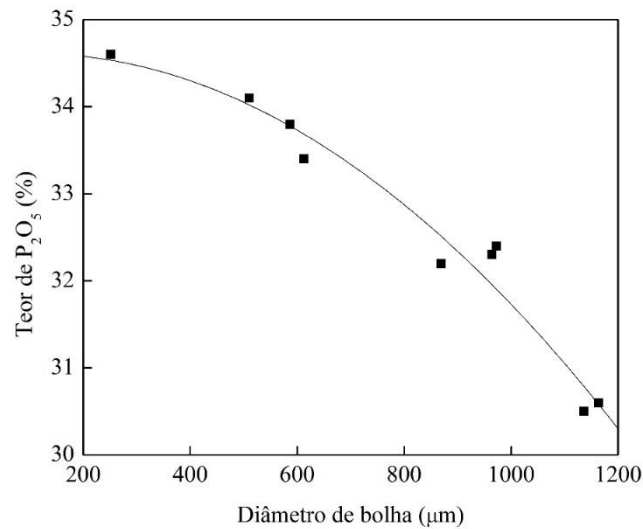


Figura 4.14: Influência do tamanho de bolha no teor de P_2O_5 da flotação de grossos de apatita.

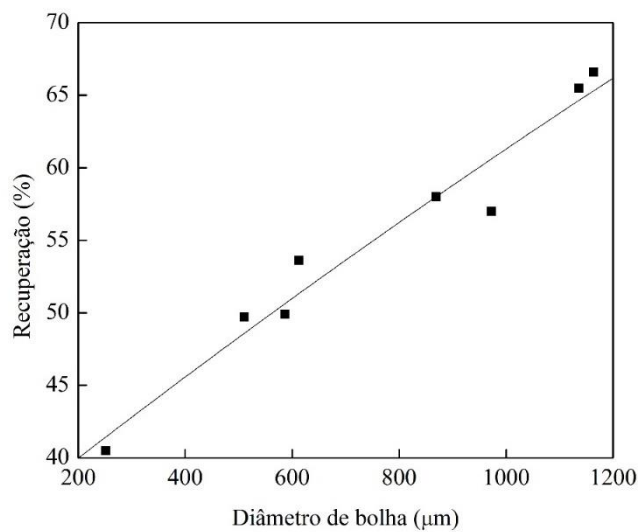


Figura 4.15: Influência do tamanho de bolha na recuperação da flotação de grossos de apatita.

A flotação em coluna, com partículas grossas de apatita, apresentou em todos os testes realizados valores de teor de P_2O_5 acima do limite inferior requerido (30%). Para que a colisão ocorra é necessário que as partículas apresentem uma inércia suficiente para vencer as linhas de fluxo geradas pelas bolhas e, essa é uma característica intrínseca às partículas de maior granulometria (HASSANZADEH et al., 2016, REAY e RATCLIFF, 1975). Por isso, a eficiência de colisão das partículas grandes é maior, justificando os resultados com alto teor de P_2O_5 obtidos em todos os testes. Outro fator a ser considerado é o fato de que partículas grandes estabilizam a espuma porque inibem a coalescência entre as bolhas, agindo como um amortecedor entre elas, e uma espuma estabilizada corrobora para um melhor desempenho da flotação (SUBRAHMANYAM e FORSSBERG, 1988).

Nota-se que os maiores resultados de teor de P_2O_5 encontrados foram para as bolhas pequenas a intermediárias. Esse mesmo resultado foi observado em outros trabalhos que concluíram que para partículas de mesmo tamanho, bolhas menores apresentaram uma maior eficiência de adesão do que bolhas grandes (DAI et al., 1999, YOON e LUTTRELL, 1989, HEWITT et al., 1995). Esse fato está associado a menor velocidade de ascensão das bolhas menores, o que proporciona um aumento no tempo de deslizamento da partícula sobre a bolha, aumentando assim a probabilidade de adesão da partícula à bolha (YOON e LUTTRELL, 1989). Essa estabilidade da espuma com bolhas pequenas pode ser observada na imagem da Figura 4.16.

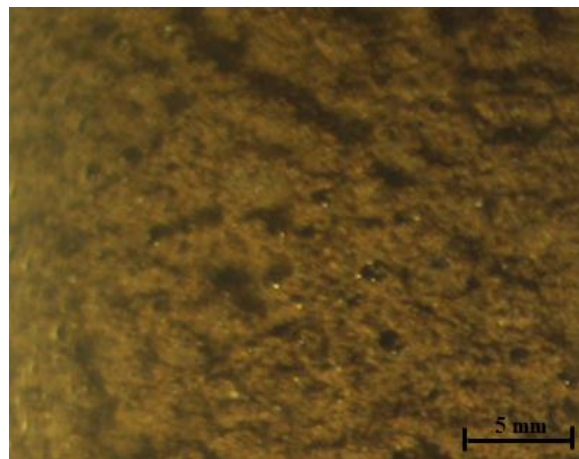


Figura 4.16: Imagens da camada de espuma da flotação de grossos com bolhas pequenas.

Porém, embora na flotação de partículas grossas com bolhas na faixa de diâmetro pequeno a intermediário (200-1000 μm), os valores de teor de P_2O_5 obtidos fossem altos, a recuperação foi baixa, apresentando uma tendência de decréscimo com a diminuição do

tamanho de bolha (Figura 4.15). Na flotação de partículas grossas, depois da formação dos agregados bolha-partícula, estas ficam vulneráveis a perturbações do movimento do líquido adjacente, resultando no desprendimento das partículas (WANG et al., 2016). Assim, essa baixa recuperação das partículas grossas explica-se pelo fato de que essas partículas apresentam uma maior probabilidade de desprendimento, visto que, empírica e experimentalmente, esta probabilidade cresce com o aumento do tamanho da partícula e da bolha, mostrando assim, que partículas grandes tem maior chance de se desprenderem da superfície das bolhas (TAO, 2004; FAN et al., 2013).

Desta forma, embora a eficiência de colisão das partículas grossas com essas bolhas seja maior, as partículas não conseguem se manter aderidas à superfície das bolhas, ocorrendo o desprendimento das mesmas e, conseqüentemente a recuperação diminui. Esse fato é bem nítido durante a flotação com bolhas pequenas, na qual a camada de espuma obtida é bem pequena conforme mostrado na Figura 4.17, pois as partículas vão se desprendendo à medida que a espuma ascende pela coluna e o material coletado no topo da coluna apresenta uma menor massa, porém uma amostra enriquecida em apatita com relação à alimentação.

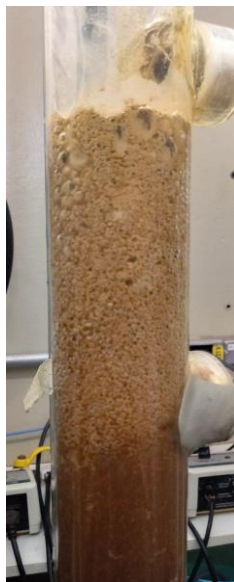


Figura 4.17: Imagens da altura camada de espuma formada na flotação de grossos com bolhas pequenas.

Assim, é evidente que, no caso de partículas grossas, o desprendimento das partículas é um dos fatores limitantes para o sucesso da recuperação das mesmas na flotação. Além disso, observa-se que na fase de espuma, as bolhas revestidas com partículas tendem

a coalescer e resultam em uma área superficial específica mais baixa. Portanto, os efeitos combinados do aumento da inércia, devido à colisão, e da diminuição da área superficial específica, levam ao desprendimento das partículas (IRELAND e JAMESON, 2014).

Quando bolhas grandes ($d_{3,2} > 1000 \mu\text{m}$) foram usadas na flotação dessas partículas grossas, foram obtidos desempenhos desejados no processo (testes 65 e 66), tanto para teor de P_2O_5 ($>30\%$) quanto para a recuperação ($>60\%$). Essa faixa de tamanho de bolhas foi a que promoveu o melhor desempenho para a flotação das partículas grossas de apatita, pois nessa vazão, uma maior quantidade de bolhas foi gerada no sistema e isso corroborou para um maior arraste e aprisionamento das partículas minerais, ou seja, uma maior recuperação foi passível de ser obtida. E o teor apesar de diminuir com o aumento do tamanho de bolhas, pelas razões já mencionadas, ainda permaneceu dentro da faixa desejável, nas condições limites estudadas nesta tese.

A Figura 4.18 mostra uma imagem obtida durante a flotação de partículas grossas com bolhas grandes e é possível observar uma quantidade bem maior de bolhas e os aglomerados de partículas sendo arrastados, conforme citado anteriormente.

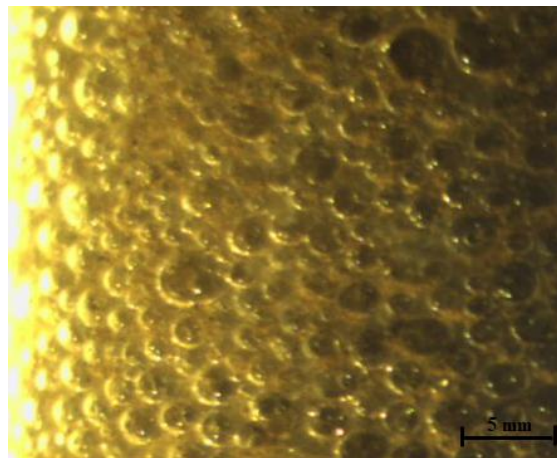


Figura 4.18: Imagens da camada de espuma da flotação de grossos com bolhas grandes.

4.3.3. Flotação com partículas intermediárias

4.3.3.1. Testes preliminares

Os resultados dos testes preliminares para determinação das condições de condicionamento para o minério intermediário são mostrados na Tabela 4.16. Observa-se que, o melhor desempenho para a flotação dessas partículas intermediárias, correspondeu ao teste 67, o qual embora apresentasse um valor de teor de P_2O_5 pouco menor que o teste

69, obteve um valor de recuperação consideravelmente maior. Desta forma, as condições referentes ao teste 67, que foram as mesmas condições utilizadas por Santana (2011), na etapa de condicionamento, na flotação da fração intermediária, foram definidas para a realização dos testes que avaliaram a influência do tamanho de bolha na eficiência da flotação de apatita com partículas de tamanho intermediário.

Tabela 4.16: Resultados dos testes preliminares para a flotação de partículas intermediárias

Teste	Dosagem de Coletor (g/t)	Dosagem de Depressor (g/t)	pH	% Sól. Alim. (%)	Teor de P ₂ O ₅ (%)	Recuperação (%)
67	360	100	11,5	14	34,2	78,5
68	110	700	12,0	16	42,1	40,5
69	240	200	10,5	14	35,9	62,7

4.3.3.2. A influência do tamanho de bolha

Os resultados obtidos tanto para o tamanho de bolha quanto para o desempenho da flotação em coluna de partículas intermediárias de apatita, são mostrados na Tabela 4.17.

Tabela 4.17: Resultados da influência do tamanho de bolha na flotação de partículas intermediárias de apatita.

Teste	Q _{ar} (L/h)	d _{3,2} (µm)	Teor de P ₂ O ₅ (%)	Recuperação (%)
70	5	294	33,8	56,0
71	10	345	33,5	64,5
72	20	510	33,5	76,2
73	40	575	33,4	76,9
74	60	642	33,3	79,1
75	80	899	32,7	74,5
76	100	973	32,6	79,6
77	120	1166	32,7	78,1

Nota-se que em todos os testes, o teor de P₂O₅ apresentou valores próximos e/ou acima de 33% e, que a recuperação também foi sempre maior que 60%, exceção feita apenas ao teste no qual bolhas pequenas foram utilizadas (Teste 70). Nestes testes, a concentração de tensoativo e sua vazão de alimentação foram fixadas em 15 ppm e 50 mL/min, respectivamente.

Os gráficos das Figuras 4.19 e 4.20 mostram a influência do diâmetro médio de Sauter ($d_{3,2}$) no teor de P_2O_5 e na recuperação na flotação de intermediários de apatita em coluna, respectivamente. De acordo com a tendência observada nestes gráficos, equações de regressão representando a influência do $d_{3,2}$, no desempenho da flotação foi proposta. As Equações (4.5) e (4.6) referem-se às equações obtidos para o teor de P_2O_5 (Y_1) e recuperação (Y_2) em função do diâmetro da bolha (d_b), respectivamente:

$$Y_1 = 34,36 + 2,2 \cdot 10^{-3} \cdot d_b - 5,3 \cdot 10^{-7} \cdot d_b^2 \quad (R^2 = 0,91) \quad (4.5)$$

$$Y_2 = 79,03 \cdot (1 - \exp(-0,01 \cdot d_b))^{6,69} \quad (R^2 = 0,99) \quad (4.6)$$

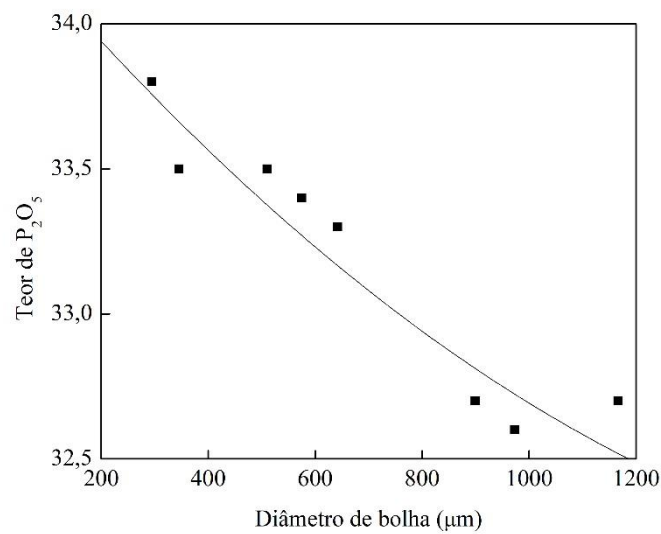


Figura 4.19: Influência do tamanho de bolha no teor de P_2O_5 da flotação de intermediários de apatita.

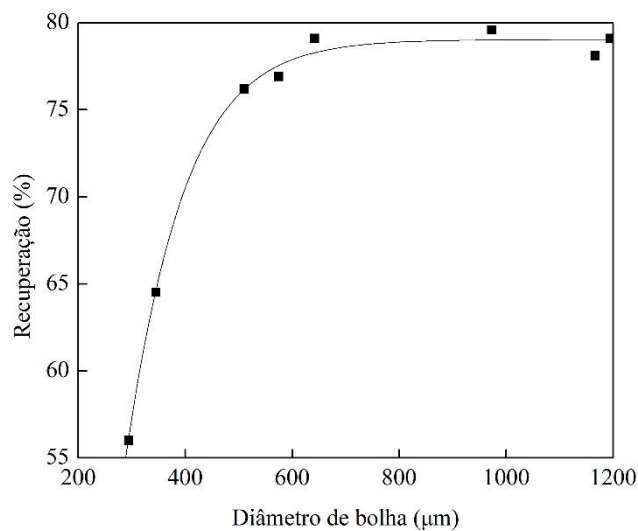


Figura 4.20: Influência do tamanho de bolha na recuperação da flotação de intermediários de apatita.

Os resultados da literatura mostram que existe uma faixa de tamanho de partículas, que apresenta um melhor desempenho na flotação mineral, comparado com frações de partículas muito finas ou muito grossas. De uma forma geral, essas frações apresentam resultados insatisfatórios, isto é, a recuperação e/ou o teor de partículas finas e grossas normalmente são baixos (SANTANA 2011). E diante dos resultados observados nos gráficos das Figuras 4.19 e 4.20, nota-se que foram obtidos em todas as situações teor de P_2O_5 e recuperação acima dos valores requeridos industrialmente (exceto para a condição do Teste 70).

Nota-se ainda, que a faixa de variação do teor de P_2O_5 na flotação de intermediários de apatita é baixa (Figura 4.19), variando apenas 1,2% entre o maior e o menor teor obtido, mostrando que a eficiência de colisão dessas partículas é pouco dependente do tamanho de bolha. Outro fator relevante, é observado na curva de recuperação em função do diâmetro de bolha (Figura 4.20), na qual percebe-se, também, uma pequena variação nos valores de recuperação obtidos e, sendo esses acima do valor recomendado (>60%) para as bolhas nas faixas de tamanho intermediárias e grandes. Como já observado, a recuperação apresenta menores valores para bolhas pequenas. A curva de recuperação dos intermediários de apatita apresenta uma tendência crescente, até que a operação começa a ocorrer com bolhas intermediárias, a partir das quais, observa-se que a curva tende a um patamar.

Nota-se que, para bolhas menores, a característica do desempenho do processo de flotação com partículas intermediárias de apatita, foi de alto valor de teor de P_2O_5 e menor valor de recuperação. A diminuição do tamanho de bolha reduz a velocidade de ascensão da mesma, o que conseqüentemente aumenta o tempo de contato entre a bolha e a partícula favorecendo o mecanismo de adesão, e assim promovendo a flotação verdadeira que produz maiores valores de teor do material de interesse (XING et al., 2017-a).

Nas condições de menores tamanho de bolha a recuperação foi um pouco menor comparada com os outros diâmetros de bolha obtidos. Com a baixa velocidade de ascensão das bolhas pequenas, um maior tempo de flotação é obtido, requerendo um tempo de residência maior nos circuitos de flotação (MIETTINEN et al., 2010). Assim, como o processo é contracorrente, o agregado formado acaba por ser arrastado para o rejeito, provocando assim, ao final do processo, menores recuperações.

As imagens das Figuras 4.21, 4.22 e 4.23 retratam a camada de espuma durante a flotação das partículas intermediárias de apatita com bolhas pequenas, intermediárias e grandes, respectivamente.

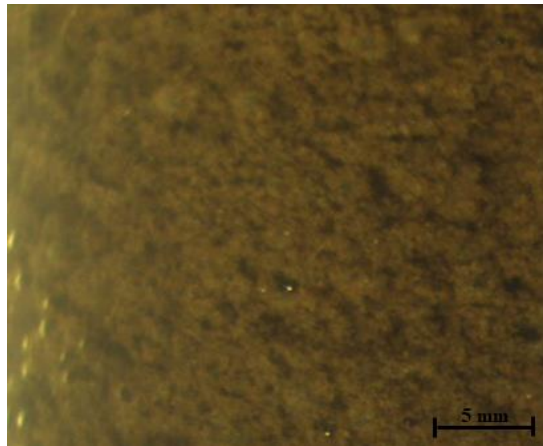


Figura 4.21: Imagens da camada de espuma da flotação de intermediários com bolhas pequenas.

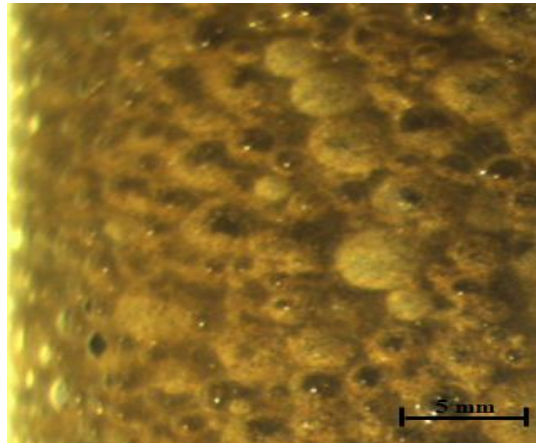


Figura 4.22: Imagens da camada de espuma da flotação de intermediários com bolhas intermediárias.

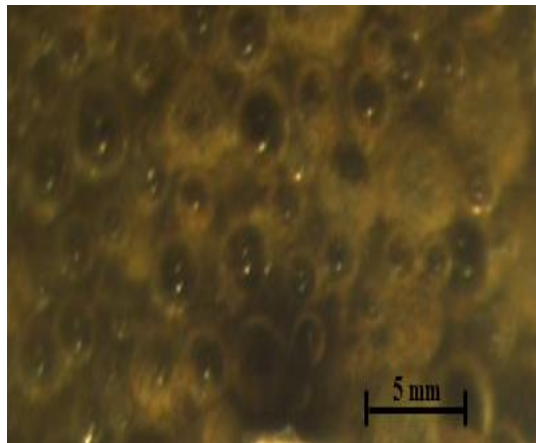


Figura 4.23: Imagens da camada de espuma da flotação de intermediários com bolhas grandes.

Observa-se nas três imagens, que independente do diâmetro de bolha obtido, é possível observar uma presença forte de uma grande quantidade de bolhas mineralizadas.

Esse fato justifica os altos valores de teor de P_2O_5 , caracterizados por uma maior probabilidade de colisão e adesão das partículas intermediárias.

É possível perceber ainda, que na presença de bolhas grandes, a quantidade de bolhas mineralizadas é visualmente menor, o que não prejudica o desempenho da flotação, já que nessas condições o teor manteve-se alto e a recuperação também foi alta. O maior valor de recuperação, explica-se pela maior quantidade de bolhas geradas as quais contribuíram para que as partículas coletadas fossem derivadas não apenas do mecanismo de flotação verdadeira, mas também pela flotação por arraste e por aprisionamento.

4.3.4. Comparação dos diferentes tamanhos de partículas

A comparação entre as equações quadráticas obtidas para a variação do teor de P_2O_5 na flotação das partículas finas, intermediárias e grossas de apatita é mostrada no gráfico da Figura 4.24. Cumpre ressaltar, que esses resultados foram obtidos utilizando-se as condições ideais de condicionamento para cada faixa granulométrica. Observa-se que as partículas finas apresentaram os maiores valores de teor obtidos quando a flotação foi realizada com bolhas pequenas. Essas partículas apresentam uma maior eficiência de coleta com as bolhas pequenas comparadas com os outros tamanhos de partícula o que justifica o maior valor de teor nesse caso.

Nota-se que, independentemente do tamanho de partícula, a flotação com bolhas pequenas e intermediárias ($d_{3,2} < 800 \mu m$) apresentou valores teor de P_2O_5 acima do requerido industrialmente. No caso das bolhas pequenas, essas formam uma estrutura estável da espuma que é responsável pela melhor remoção da fração flotada, tanto para partículas arrastadas quanto aderidas, e isso devido também à baixa drenagem e tendência a coalescência das bolhas. Pode-se concluir que as bolhas intermediárias apresentam uma boa probabilidade de colisão e adesão para as partículas de forma geral, promovendo valores de teor desejáveis.

Para a flotação com bolhas grandes, as partículas finas apresentaram uma diminuição drástica no teor de P_2O_5 , visto que essas partículas, quando flotadas com bolhas grandes, apresentam uma baixa eficiência de colisão, conseqüentemente uma diminuição no valor do teor, e a operação ocorre com predominância de arraste hidráulico. As partículas intermediárias e grossas continuam com o valor de teor acima de 30%, porém as partículas grossas apresentam uma diminuição maior comparadas com as intermediárias. Outros

pesquisadores (HASSANZADEH, et al, 2016) constataram que a eficiência de colisão para diferentes tamanhos de partícula diminui com o aumento do diâmetro de bolha. Uma razão para esse efeito se deve ao fato de que as bolhas grandes apresentam um movimento em espiral ou zigzag e, assim, a probabilidade de colisão entre bolhas e partículas diminui, ou seja, o teor de P_2O_5 é menor (HASSANZADEH, et al, 2016).

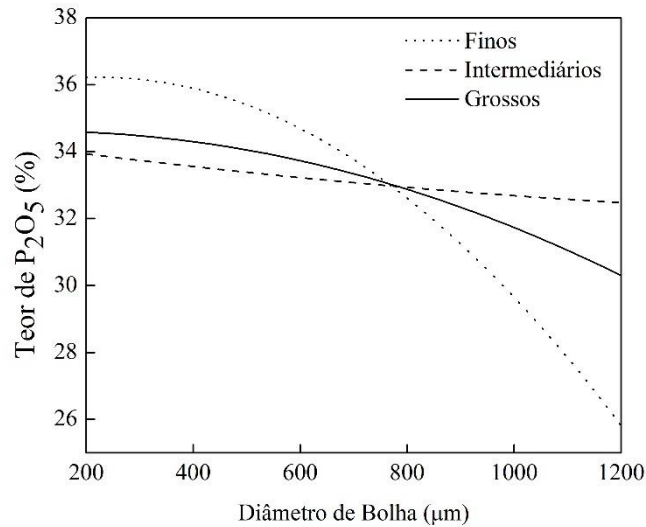


Figura 4.24: Comparação da influência do diâmetro de bolha no teor de P_2O_5 para a flotação de diferentes tamanhos de partículas de apatita.

A menor probabilidade de colisão das partículas com as bolhas grandes pode também estar associado pelo fato de que quando a velocidade da bolha aumenta (devido ao aumento da vazão de ar), a pressão que impulsiona o afinamento do filme líquido entre a bolha e a partícula aumenta, resultando no aumento do tempo de indução, prejudicando o tempo necessário de adesão da partícula à bolha, favorecendo o desprendimento da mesma (XING et al., 2017-b).

Observa-se ainda que as partículas intermediárias não apresentaram uma variação considerável no valor do teor de P_2O_5 com o tamanho de bolha, mostrando-se como uma faixa de tamanho ideal para a flotação em coluna da apatita. Essa faixa de tamanho de partículas supera as limitações encontradas na flotação de partículas finas e grossas por apresentar características que intermeiam as outras partículas favorecendo assim, o desempenho da flotação em coluna com esse tamanho de partícula.

O gráfico da Figura 4.24 apresenta um ponto no qual, para o mesmo diâmetro de bolha ($d_{3,2} = 770 \mu m$), o teor de P_2O_5 foi o mesmo (33%) para as três faixas granulométricas estudadas e esteve acima do valor especificado industrialmente. Nota-se ainda, que a partir

deste diâmetro há uma mudança no comportamento comparativo entre as curvas de grossos e finos, no qual observa-se que o teor de P_2O_5 passa a ser maior para as partículas grossas do que para as partículas finas. Isto mostra que o efeito da baixa probabilidade de colisão dos finos com bolhas grandes é maior considerado com a maior probabilidade de desprendimento das partículas grossas, a partir desse diâmetro de bolha.

A Figura 4.25 ilustra a influência do tamanho de bolha na recuperação da apatita para a flotação de finos, grossos e intermediários. É importante lembrar, que esses resultados foram obtidos utilizando-se as condições ideais de condicionamento para cada faixa granulométrica.

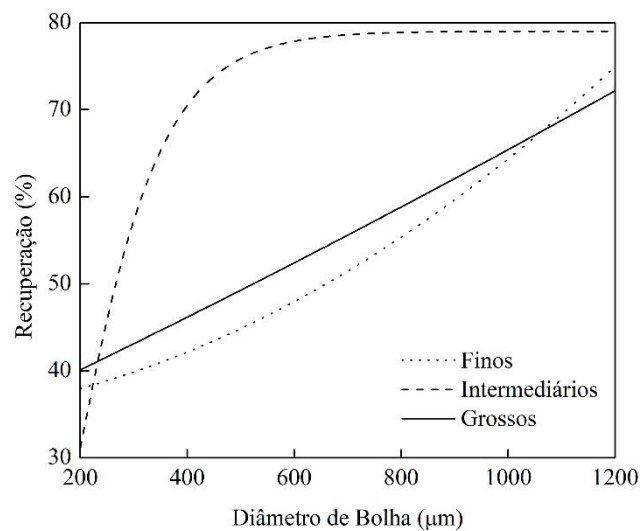


Figura 4.25: Gráfico da comparação da influência do diâmetro de bolha na recuperação da flotação de diferentes tamanhos de partículas de apatita.

Nota-se que as partículas intermediárias apresentaram uma maior recuperação em toda faixa de diâmetro de bolha estudada. Com relação as partículas finas e grossas, observa-se que quando bolhas grandes foram utilizadas ($d_{3,2} > 1000 \mu m$), há uma mudança no comportamento das curvas e os finos passam a apresentar uma recuperação maior que os grossos.

A relação entre tamanho de partícula e recuperação produz curvas típicas de um mineral flotado, a qual apresenta uma forma convexa característica com uma recuperação mais elevada na faixa de tamanho intermediária (considerado o tamanho ideal), sendo menor para tamanhos mais grossos e mais finos. A amplitude da região ótima aumenta progressivamente com o tempo de flotação, mas minerais grossos e finos em nenhuma

condição flutam tão bem quanto tamanhos intermediários (TRAHAR, 1976, WANG et al., 2016).

As razões atribuídas ao declínio nas taxas de recuperação de partículas finas e grossas são supostamente diferentes. Devido à sua pequena inércia, os estágios de colisão e fixação tornam-se frequentemente fatores limitantes para a recuperação de partículas finas. Já as partículas grossas, depois de formarem agregados bolha-partícula, estes se tornam vulneráveis a perturbações do movimento do líquido adjacente, o que resulta no desprendimento das partículas das bolhas reduzindo assim a recuperação (WANG et al., 2016).

Ainda com relação a recuperação das partículas finas e grossas, tem-se que a maior recuperação das partículas finas com bolhas grandes é devido ao fato de que nessas condições a maior vazão de ar utilizada para a geração das bolhas grandes, promove um maior nível de turbulência no interior da coluna. Esse fato, prejudica a recuperação das partículas grossas, pois promove uma instabilidade maior para os agregados bolha-partícula, e como já mencionado, isso aumenta a probabilidade de desprendimento dessas partículas. Para as partículas finas, embora a probabilidade de colisão destas às bolhas grandes seja menor, a sua recuperação por arraste nessa situação é favorecida devido à maior quantidade de bolhas presentes no sistema, que mantém essas partículas na fase de espuma, promovendo assim uma maior coleta destas no flotado, do que quando flotadas partículas grossas.

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES

5.1.Principais Conclusões

Diante dos resultados obtidos do estudo da influência do diâmetro de bolha na flotação da apatita para diferentes granulometrias, pode-se concluir:

Da influência da partícula mineral no diâmetro de bolha:

- A presença das partículas minerais no sistema levou à uma diminuição do diâmetro de bolha, comparado com o obtido no sistema ar-água nas mesmas condições operacionais. A partir dessa análise, a medida do diâmetro de bolha passou a ser realizada apenas durante a flotação, pois caracteriza de forma mais próxima do real, a distribuição de tamanho das bolhas que estão realmente em contato com as partículas.

Da influência do diâmetro de bolhas na flotação:

- Na flotação com partículas finas de apatita, tanto teor de P_2O_5 quanto a recuperação, variaram de forma relevante na faixa de diâmetro de bolhas estudada, sendo verificado que o intervalo de 800-1000 μm , ou seja, de bolhas intermediárias, foi o que apresentou um melhor desempenho da flotação para partículas finas.
- Quando partículas grossas de apatita foram flotadas, quem mais sofreu o efeito do diâmetro de bolha foi a recuperação, pois essas partículas apresentam uma maior probabilidade de colisão, porém apresentam uma alta taxa de desprendimento, ou seja, instabilidade dos agregados bolha-partícula formados, principalmente quando bolhas pequenas foram usadas. Identificou-se também que, o melhor desempenho da flotação de grossos de apatita, foi obtido quando bolhas grandes ($d_{3,2} > 1000 \mu\text{m}$) foram utilizadas.
- As partículas intermediárias, apresentaram-se como o tamanho de partícula ideal para a flotação. Este fato foi constatado pela baixa variação no teor de P_2O_5 com o diâmetro

de bolha e, pelos altos níveis de recuperação para toda a faixa de diâmetro de bolha estudada.

- A comparação do desempenho da flotação para as três faixas de tamanho de partícula estudadas neste trabalho mostrou que as intermediárias apresentaram, para todos os tamanhos de bolha, o melhor resultado global (teor de P_2O_5 entre 30-33%% e recuperação $> 60\%$) da flotação. Para as partículas finas e grossas, embora apresentassem resultados piores com relação às intermediárias, devido à sua pequena massa (finos) e força inercial e facilidade ao desprendimento da partícula da bolha (grossos), foi possível identificar uma região de diâmetro de bolha que favorecesse a recuperação para cada faixa de tamanho.

5.2.Sugestões para trabalhos futuros

Como trabalho futuro, sugere-se:

- Estudar a influência de diferentes tipos de tensoativos no desempenho da flotação para as diferentes faixas granulométricas.
- Avaliar a influência de diferentes tipos de tensoativo no *holdup* de ar.
- Avaliar a relação do *holdup* de ar com o diâmetro de bolha, sua influência no desempenho da flotação e a influência da adição da partícula mineral no *holdup*, para diferentes granulometrias.
- Avaliar e quantificar o efeito da interação entre tensoativo e coletor do desempenho da flotação.
- Avaliar a influência da utilização de diferentes gases, como por exemplo o ar atmosférico com maiores porcentagens de gás oxigênio, no desempenho da flotação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AHMADI, R.; KHODADADI, D.A.; ABDOLLAHY, M.; FAN, M. Nano-microbubble flotation of fine and ultrafine chalcopyrite particles. **International Journal of Mining Science and Technology**, v. 24, n. 4, p. 559-566, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.ijmst.2014.05.021>
- AHMED, N.; JAMESON, G.J. The effect of bubble size on the rate of flotation of fine particles. **International Journal of Mineral Processing**, v. 14, n. 3, p. 195-215, 1985. [https://doi.org/10.1016/0301-7516\(85\)90003-1](https://doi.org/10.1016/0301-7516(85)90003-1)
- ALBIJANIC, B.; OZDEMIR, O.; NGUYEN, A.V.; BRADSHAW, D. A review of induction and attachment times of wetting thin films between air bubbles and particles and its relevance in the separation of particles by flotation, **Adv. Colloid Interface Sci**, v. 159, p. 1–21, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2010.04.003>
- ALDRICH, C.; FENG, D. The effect of mothers on bubble size distributions in flotation pulp phases and surface froths. **Minerals Engineering**, v. 13, n. 10, p. 1049-1057, 2000. [https://doi.org/10.1016/S0892-6875\(00\)00089-3](https://doi.org/10.1016/S0892-6875(00)00089-3)
- AL-THYABAT, S.; YOON, R.H.; SHIN, D. Floatability of fine phosphate in a batch column flotation cell. **Minerals and Metallurgical Processing**, v. 28, n. 2, p. 110, 2011. <https://doi.org/10.1007/BF03402396>
- AQUINO, J.A.; OLIVEIRA, M.L.M.; FERNANDES, M.D. **Flotação em Coluna**. In: LUZ, A.B.; SAMPAIO, J.A.; FRANÇA, S.C.A. Tratamento de Minérios. 5 ed. Rio de Janeiro, CETEM/MCT, p. 517-555, 2010.
- ATA, S.; AHMED, N.; JAMESON, G. J. The effect of hydrophobicity on the drainage of gangue minerals in flotation froths. **Minerals engineering**, v. 17, p. 897-901, 2004. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2004.04.005>
- BASAŘOVÁ, P.; HUBIČKA, M. The collision efficiency of small bubbles with large particles. **Minerals Engineering**, v. 66, p. 230-233, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2014.06.006>
- BENNETT, A. J. R.; CHAPMAN, W. R.; DELL, C. C. Studies in froth flotation of coal. In: **Third International Coal Preparation Congress**. 1958.
- BESAGNI, G.; INZOLI, F. Bubble size distributions and shapes in annular gap bubble column, **Exp. Therm. Fluid Sci.** v. 74, p. 27–48, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.expthermflusci.2015.11.020>
- BHUNIA, K.; KUNDU, G.; MUKHERJEE, D. Gas holdup characteristics in a flotation column with different solids. **Separation Science and Technology**, v. 52, p. 1298-1309, 2017. <https://doi.org/10.1080/01496395.2017.1287196>

- BISWAL, S.K. Flotation Column: A Novel Technique in Mineral Processing, **Minerals Processing and Engineering**, Indian Institute of Chemical Engineers, Kolkata, India, 2003.
- BOER, M.A.; WOLZAK, L.; SLOOTWEG, J.C. **Phosphorus: Reserves, Production, and Applications**. In Phosphorus Recovery and Recycling, 75-100, 2019. https://doi.org/10.1007/978-981-10-8031-9_5
- BUSCIGLIO, A.; GRISAFI, F.; SCARGIALI, F.; BRUCATO, A. On the measurement of local gas hold-up, interfacial area and bubble size distribution in gas–liquid contactors via light sheet and image analysis: Imaging technique and experimental results. **Chemical Engineering Science**, v. 102, p. 551-566, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2013.08.029>
- CAPPONI, F. N. **Avanços na recuperação de finos de minérios pelo processo de flotação "extensora", o caso da mina de Chuquicamata**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2005.
- CHAVES, A. P. **Teoria e Prática do Tratamento de Minérios: A flotação no Brasil**, Oficina de Textos, ISBN 9788579750717, 3ª ed., v. 4, 511 p, 2013.
- CHEGENI, M.H.; ABDOLLAHY, M.; KHALES, M.R. Column flotation cell design by drift flux and axial dispersion models, **International Journal of Mineral Processing**, v. 145, p. 83–86, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2015.06.014>
- CHENG, G.; CHANGLIANG, S.H.I.; XIAOKANG, Y.A.N.; ZHANG, Z.; HONGXIANG, X.U.; YANG, L.U. A study of bubble-particle interactions in a column flotation process. **Physicochemical Problems of Mineral Processing**, v. 53, n. 1, 2017. <http://dx.doi.org/10.5277/ppmp170102>
- CHO, Y.S.; LASKOWSKI, J.S. Effect of flotation frothers on bubble size and foam stability. **International Journal of Mineral Processing**, v. 64, n. 2, p. 69-80, 2002. [https://doi.org/10.1016/S0301-7516\(01\)00064-3](https://doi.org/10.1016/S0301-7516(01)00064-3)
- CONCEIÇÃO FILHO, R.S.; BARROZO, M.A.S.; LIMAVERDE, J.R.; ATAÍDE, C.H.; The use of spouted bed in fertilizer coating over soybean seeds, **Drying Technology**, v. 16, p. 2049–2064, 1998. <https://doi.org/10.1080/07373939808917511>
- DAI, Z.; FORNASIERO, D.; RALSTON, J. Particle–bubble attachment in mineral flotation. **Journal of colloid and interface science**, v. 217, n. 1, p. 70-76, 1999. <https://doi.org/10.1006/jcis.1999.6319>
- DEGLON, D.A.; EGYA-MENSAH, D.; FRANZIDIS, J. P. Review of hydrodynamics and gas dispersion in flotation cells on South African platinum concentrators. **Minerals Engineering**, v. 13, n. 3, p. 235-244, 2000. [https://doi.org/10.1016/S0892-6875\(00\)00003-0](https://doi.org/10.1016/S0892-6875(00)00003-0)

- DIAZ-PENAFIEL, P.; DOBBY, G.S. Kinetic studies in flotation columns: bubble size effect. **Minerals engineering**, v. 7, n. 4, p. 465-478, 1994. [https://doi.org/10.1016/0892-6875\(94\)90159-7](https://doi.org/10.1016/0892-6875(94)90159-7)
- DNPM (DEPARTAMENTO NACIONAL DE PRODUÇÃO MINERAL). **Sumário mineral 2015**. ISSN 0101 2053, 135p., 2015.
- DOBBY, G.S.; FINCH, J.A. Particle size dependence in flotation derived from a fundamental model of the capture process, **International Journal of Mineral Processing**, v. 21, p. 241–260, 1986. [https://doi.org/10.1016/0301-7516\(87\)90057-3](https://doi.org/10.1016/0301-7516(87)90057-3)
- ENGLERT, A.H.. **Flotação por ar dissolvido (FAD) de micropartículas, caracterização de microbolhas e medidas de força de interação bolha-partícula**. Tese (Doutorado em Engenharia de Minas), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2008.
- ENGLERT, A.H.; RODRIGUES, R.T.; RUBIO, J. Flotação de partículas ultrafinas: estado da arte e contribuição técnica sobre o ponto de mínimo na eficiência de captura bolha-partícula. **HOLOS-ISSN 1807-1600**, v. 5, p. 39-48, 2011.
- ESKANLOU, A.; KHALESİ, M.R.; ABDOLLAHY, M. Bubble loading profiles in a flotation column. **Physicochemical Problems of Mineral Processing**, v. 54, n. 2, p. 355-362, 2017. <http://dx.doi.org/10.5277/ppmp1819>
- FAN, M.; TAO, D.; ZHAO, Y.; HONAKER, R. Effect of nanobubbles on the flotation of different sizes of coal particle. **Minerals & Metallurgical Processing Journal**, v. 30, n. 3, p. 157-161, 2013. <https://doi.org/10.1007/BF03402262>
- FENG, D; ALDRICH, C. Effect of particle size on flotation performance of complex sulphide ores, **Minerals Engineering**, v. 12, n. 7, p. 721-731, 1999. [https://doi.org/10.1016/S0892-6875\(99\)00059-X](https://doi.org/10.1016/S0892-6875(99)00059-X)
- FINCH, J. A.; XIAO, J.; HARDIE, C.; GOMEZ, C. O. Gas dispersion properties: bubble surface area flux and gas holdup. **Minerals Engineering**, v. 13, n. 4, p. 365-372, 2000. [https://doi.org/10.1016/S0892-6875\(00\)00019-4](https://doi.org/10.1016/S0892-6875(00)00019-4)
- FOSU, S.; SKINNER, W.; ZANIN, M. Detachment of coarse composite sphalerite particles from bubbles in flotation: Influence of xanthate collector type and concentration. **Minerals Engineering**, v. 71, p. 73-84, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2014.10.014>
- GARG, S.; WANG, L.; SCHENK, P. M. Effects of algal hydrophobicity and bubble size on flotation separation of microalgae from aqueous medium. **Chemeca 2013: Challenging Tomorrow**, v. 673, 2013. ISBN: 9781922107077
- GEORGE, P.; NGUYEN, A.V.; JAMESON, G.J. Assessment of true flotation and entrainment in the flotation of submicron particles by fine bubbles, **Minerals Engineering**, v. 17, p. 847-853, 2004. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2004.02.002>

- GORAIN, B. K.; FRANZIDIS, J.P.; MANLAPIG, E. V. Studies on impeller type, impeller speed and air flow rate in an industrial scale flotation cell. Part 3: Effect on superficial gas velocity. **Minerals Engineering**, v. 9, n. 6, p. 639-654, 1996. [https://doi.org/10.1016/0892-6875\(96\)00052-0](https://doi.org/10.1016/0892-6875(96)00052-0)
- GRAU, R. A.; HEISKANEN, K. Gas dispersion measurements in a flotation cell. **Minerals Engineering**, v. 16, n. 11, p. 1081-1089, 2003. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2003.06.007>
- GRAU, R.A.; LASKOWSKI, J.S.; HEISKANEN, K. Effect of frothers on bubble size. **International Journal of Mineral Processing**, v. 76, n. 4, 225-233, 2005. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2005.01.004>
- GRÜNDER, W.; SIEMENS, W.; KAUFMANN, J.F. Messung der Belüftung von Flotationszellen. **Z. Erzbergbau Metallhüttenwes.**, v. 9, p. 559, 1956.
- GUPTA, A.K.; BANERJEE, P.K.; MISHRA, A.; SATISH, P. Effect of alcohol and polyglycol ether frothers on foam stability, bubble size and coal flotation. **International Journal of Mineral Processing**, v. 82, n. 3, p. 126-137, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2006.09.002>
- GUPTA, A.K.; BANERJEE, P. K.; MISHRA, A. Influence of chemical parameters on selectivity and recovery of fine coal through flotation. **International Journal of Mineral Processing**, v. 92, n. 1, p. 1-6, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2009.02.001>
- HADLER, K.; AKTAS, Z.; CILLIERS, J. J. The effects of frother and collector distribution on flotation performance. **Minerals Engineering**, v. 18, n. 2, p. 171-177, 2005. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2004.09.014>
- HAN, O.H.; KIM, M.K.; KIM, B.G.; SUBASINGHE, N.; PARK, C. H. Fine coal beneficiation by column flotation. **Fuel Processing Technology**, v. 126, p. 49-59, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2014.04.014>
- HASSANZADEH, A.; HASSAS, B.V.; KOUACHI, S.; BRABCOVA, Z.; CELIK, M.S. Effect of bubble size and velocity on collision efficiency in chalcopyrite flotation. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 498, p. 258-267, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2016.03.035>
- HEWITT, D.; FORNASIERO, D.; RALSTON, J. Bubble–particle attachment. **Journal of the Chemical Society, Faraday Transactions**, v. 91, n. 13, p. 1997-2001, 1995. <https://doi.org/10.1039/FT9959101997>
- IRELAND, P.M.; JAMESON, G.J. Collision of a rising bubble–particle aggregate with a gas–liquid interface. **International Journal of Mineral Processing**, v. 130, p. 1-7, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2014.05.002>
- JENA, M.S.; BISWAL, S.K.; DAS, S.P.; REDDY, P.S.R. Comparative study of the performance of conventional and column flotation when treating coking coal fines,

- Fuel Processing Technology**, v. 89, p. 1409–1415, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2008.06.012>
- KAWATRA, S.K.; CARLSON, J.T. C. Ebooks, Beneficiation of Siliceous Sedimentary Phosphate Ores, **Beneficiation of Phosphate Ore**, SME, Englewood, 2014.
- KLASSEN, V.I.; MOKROUSOV, V.A. **An introduction to the theory of flotation**. Butterworths, 1963.
- KRACHT, W.; FINCH, J. A. Bubble break-up and the role of frother and salt. **International Journal of Mineral Processing**, v. 92, n. 3, p. 153-161, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2009.03.011>
- KRACHT, W.; OROZCO, Y.; ACUÑA, C. Effect of surfactant type on the entrainment factor and selectivity of flotation at laboratory scale. **Minerals Engineering**, v. 92, p. 216-220, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2016.03.028>
- LEIVA, J.; VINNETT, L.; CONTRERAS, F.; YIANATOS, J. Estimation of the actual bubble surface area flux in flotation. **Minerals Engineering**, v. 23, n. 11, p. 888-894, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2010.01.013>
- LEJA, J.; SHULMAN, J.H., Flotation theory: molecular interactions between frothers and collectors at solid-liquid-air interfaces. **Trans. AIME**, v. 199, p. 221-228, 1954.
- LEJA, J. Mechanisms of collector adsorption and dynamic attachment of particles to air bubbles as derived from surface-chemical studies. **Trans. IMM**, v. 66, p. 425-437, 1956.
- LI, C.; WANG, L. Improved froth zone and collection zone recoveries of fine mineral particles in a flotation column with oscillatory air supply. **Separation and Purification Technology**, v. 193, p. 311-316, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2017.10.054>
- LI, H.; AFACAN, A.; LIU, Q.; XU, Z. Study interactions between fine particles and micron size bubbles generated by hydrodynamic cavitation. **Minerals Engineering**, v. 84, p. 106-115, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2015.09.023>
- LOVELL, V.M., Froth characteristics in phosphate flotation. In: M.C. Fuerstenau (editor), Flotation, A.M. **Gaudin Memorial Volume**, I. AIME, New York, N. Y., p. 597-621, 1976
- MAOMING, F.A.N.; DANIEL, T.A.O.; HONAKER, R.; ZHENFU, L.U.O. Nanobubble generation and its applications in froth flotation (part III): specially designed laboratory scale column flotation of phosphate. **Mining Science and Technology (China)**, v. 20, n. 3, p. 317-338, 2010. [https://doi.org/10.1016/S1674-5264\(09\)60205-2](https://doi.org/10.1016/S1674-5264(09)60205-2)
- MASSINAEI, M.; KOLAHDOOZAN, M.; NOAPARAST, M.; OLIAZADEH, M.; YIANATOS, J.; SHAMSADINI, R.; YARAHMADI, M. Hydrodynamic and kinetic characterization of industrial columns in rougher circuit. **Minerals Engineering**, v. 22, n. 4, p. 357-365, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2008.10.003>

- MELO, F.; LASKOWSKI, J.S. Fundamental properties of flotation frothers and their effect on flotation. **Minerals engineering**, v. 19, n. 6, p. 766-773, 2006. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2005.09.031>
- MIETTINEN, T.; RALSTON, J.; FORNASIERO, D. The limits of fine particle flotation. **Minerals Engineering**, v. 23, n. 5, p. 420-437, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2009.12.006>
- MILLER, J.D.; YE, Y., The significance of bubble/particle contact time in the analysis of flotation phenomena -- the effect of bubble size and motion, presented at **16th Ann. SME/AIME Meeting**, Denver, CO, 1987.
- MONTE, M.B.M.; PERES, A.E.C. **Química de Superfície na Flotação**. In: : LUZ, A.B.; SAMPAIO, J.A.; FRANÇA, S.C.A. Tratamento de Minérios. 5 ed. Rio de Janeiro, CETEM/MCT, p. 399-457, 2010.
- MOUDGIL, B.M. Enhanced recovery of coarse particles during phosphate flotation. **Florida Institute of Phosphate Research**, 1992.
- NGUYEN VAN, A., On the Sliding Time in Flotation. **International Journal of Mineral Processing**, v. 37, p. 1-25, 1993. [https://doi.org/10.1016/0301-7516\(93\)90002-R](https://doi.org/10.1016/0301-7516(93)90002-R)
- NORORI-MCCORMAC, A.; BRITO-PARADA, P.R.; HADLER, K.; COLE, K.; CILLIERS, J.J. The effect of particle size distribution on froth stability in flotation. **Separation and Purification Technology**, v. 184, p. 240-247, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2017.04.022>
- OLIVEIRA, M.L.M.; DE AQUINO, J.A. Aspectos relevantes das colunas de flotação. **HOLOS-ISSN 1807-1600**, v. 1, p. 44-52, 2006.
- OLIVEIRA, M.S. **Flotação em Coluna do Rejeito Remoído do Processo de Concentração da Apatita**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2004.
- PAIVA, M.P. **Caracterização e flotação de minério de fosfato da Mina Sofia-Chile**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2012.
- PEASE, J.D.; CURRY, D.C.; YOUNG, M.F. Designing flotation circuits for high fines recovery, **Minerals Engineering**, v. 19, p. 831-840, 2006. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2005.09.056>
- PEREZ-GARIBAY, R.; RAMIREZ-AGUILERA, N.; BOUCHARD, J.; RUBIO, J., Froth flotation of sphalerite: collector concentration, gas dispersion and particle size effects, **Minerals Engineering**, v. 57, p.72-78, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2013.12.020>
- PITA, F.A.G. Análise de modelo cinético: flotação verdadeira e arraste, influência do tamanho das partículas. **STM-85**, 2006.

- PRAKASH, R.; MAJUMDER, S.K.; SINGH, A. Flotation technique: Its mechanisms and design parameters. **Chemical Engineering and Processing-Process Intensification**, v. 127, p. 249-270, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2018.03.029>
- QUEIROZ, G.M. **Estudo da Cinética de Flotação da Apatita em Coluna**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2003.
- RAHMAN, A.; AHMAD, K.D.; MAHMOUD, A.; MAOMING, F. Nano-microbubble flotation of fine and ultrafine chalcopyrite particles. **International Journal of Mining Science and Technology**, v. 24, n. 4, p. 559-566, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.ijmst.2014.05.021>
- RALSTON, J.; DUKHIN, S.S. The interaction between particles and bubbles. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 151, n. 1, p. 3-14, 1999. [https://doi.org/10.1016/S0927-7757\(98\)00642-6](https://doi.org/10.1016/S0927-7757(98)00642-6)
- RALSTON, J.; DUKHIN, S.S.; MISHCHUK, N.A. Wetting film stability and flotation kinetics. **Advances in colloid and interface science**, v. 95, n. 2, p. 145-236, 2002. [https://doi.org/10.1016/S0001-8686\(00\)00083-X](https://doi.org/10.1016/S0001-8686(00)00083-X)
- REAY, D.; RATCLIFF, G.A. Experimental testing of the hydrodynamic collision model of fine particle flotation. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 53, n. 5, p. 481-486, 1975. <https://doi.org/10.1002/cjce.5450530504>
- REAVY, D.; RATCLIFF, G.A. Removal of fine particles from water by dispersed air flotation: effect of bubble size and particle size on collection efficiency. **Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 51, p. 178-185, 1973. <https://doi.org/10.1002/cjce.5450510207>
- REIS, A.S. **Estudo da geração de bolhas de diversos tamanhos em coluna de flotação**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2015.
- REIS, A.S.; BARROZO, M.A.S. A study on bubble formation and its relation with the performance of apatite flotation. **Separation and Purification Technology**, v. 161, p. 112-120, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2016.01.038>
- RIBEIRO, J.A. **Contribuição ao estudo experimental e em CFD da fluidodinâmica de colunas de bolhas com aplicações na separação de misturas oleosas e processamento mineral por ar dissolvido**. Tese (Doutorado em Engenharia Química), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2012.
- ROSS, V.E. Flotation and entrainment of particles during batch flotation tests. **Minerals Engineering**, v. 3, n. 3, p. 245-256, 1990. [https://doi.org/10.1016/0892-6875\(90\)90120-Z](https://doi.org/10.1016/0892-6875(90)90120-Z)
- RODRIGUES, R.T.; RUBIO, J. New basis for measuring the size distribution of bubbles. **Minerals Engineering**, v. 16, n. 8, p. 757-765, 2003. [https://doi.org/10.1016/S0892-6875\(03\)00181-X](https://doi.org/10.1016/S0892-6875(03)00181-X)

- SANTANA, R.C. **Análise da influência do tamanho da partícula na flotação da apatita em coluna.** Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2007.
- SANTANA, R.C. **Efeito da altura da coluna na flotação de minério fosfático em diferentes granulometrias.** Tese (Doutorado em Engenharia Química), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2011.
- SANTANA, R.C.; FARNESE, A.C.; FORTES, M.C.; ATAÍDE, C.H.; BARROZO, M.A.S. Influence of particle size and reagent dosage on the performance of apatite flotation. **Separation and Purification Technology**, v. 64, n. 1, p. 8-15, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2008.09.004>
- SANTOS, M.A. **A flotação por ar dissolvido como alternativa ao tratamento de efluente mineral visando ao reuso da água e à melhoria do processo de flotação de apatita.** Tese (Doutorado em Engenharia Química), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2014
- SANTOS, E.P. dos. **Alternativas para o tratamento de ultrafinos de minério de ferro da Mina do Pico/MG por flotação em coluna.** Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2010.
- SANTOS, M.A. **Estudo da influência de íons contaminantes na flotação de apatita em coluna.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2010.
- SANTOS, M.A.; SANTANA, R.C.; CAPPONI, F.; ATAÍDE, C.H.; BARROZO, M.A.S. Effect of ionic species on the performance of apatite flotation. **Separation and Purification Technology**, v. 76, n. 1, p. 15-20, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2010.09.014>
- SARROT, V.; GUIRAUD, P.; LEGENDRE, D. Determination of the collision frequency between bubbles and particles in flotation. **Chemical Engineering Science**, v. 60, n. 22, p. 6107-6117, 2005. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2005.02.018>
- SCHULMAN, J.H.; LEJA, J. Molecular interactions at the solid liquid interface with special reference to flotation and solid particle stabilized emulsions. **Kolloid-Zeitschrift**, v. 136, n. 2-3, p. 107-120, 1954. <https://doi.org/10.1007/BF01519814>
- SILVA, A.A.M. **Estudo sobre a flotação de silicatos em coluna para o processo de concentração da apatita.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2005.
- SILVA, F.B.R.D. **Análise das principais variáveis na flotação industrial do complexo de mineração de Tapira-MG.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2016.

- SUBRAHMANYAM, T.V.; FORSSBERG, E. Froth stability, particle entrainment and drainage in flotation—a review. **International Journal of Mineral Processing**, v. 23, n. 1-2, p. 33-53, 1988. [https://doi.org/10.1016/0301-7516\(88\)90004-X](https://doi.org/10.1016/0301-7516(88)90004-X)
- SUN, S.C., Frothing characteristics of pine oils in flotation. **Trans AIME**, v. 193, p. 65-71, 1952
- TABOSA, E.O. **Flotação com reciclo de concentrados (FRC) para recuperação de finos de minérios: fundamentos e aplicações**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2007.
- TAKATA, L.A. Flotação em coluna. **Flotação: o estado da arte no Brasil**. Ed. Chaves, A. P. São Paulo: Signus, v. 4, p. 45-71, 2006.
- TAO, D.; LUTTRELL, G.H.; YOON, R.H. A parametric study of froth stability and its effect on column flotation of fine particles. **International Journal of Mineral Processing**, v. 59, p. 25–43, 2000. [https://doi.org/10.1016/S0301-7516\(99\)00033-2](https://doi.org/10.1016/S0301-7516(99)00033-2)
- TAO, D. Role of bubble size in flotation of coarse and fine particles—a review. **Separation Science and Technology**, v. 39, n. 4, p. 741-760, 2004. <https://doi.org/10.1081/SS-120028444>
- TIAN, J.; GAO, H.; GUAN, J.; REN, Z. Modified floc-flotation in fine sericite flotation using polymethylhydrosiloxane. **Separation and Purification Technology**, v. 174, p. 439-444, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2016.10.051>
- TRAHAR, W.J. The selective flotation of galena from sphalerite with special reference to the effects of particle size, **International Journal of Mineral Processing**, v. 3, n. 2, p. 151-166, 1976. [https://doi.org/10.1016/0301-7516\(76\)90031-4](https://doi.org/10.1016/0301-7516(76)90031-4)
- VEGRO, C.L.R. Mercado de Fertilizantes: aumento das importações preocupa. **Análises e Indicadores do Agronegócio**. v. 13, 2018.
- VERAS, M.M.; BALTAR, C.A.M.; PAULO, J.B.A.; LEITE, J.Y.P Caracterização de Bolhas com Uso de Espumante MIBC e ALFA-TERPINEOL em Coluna de Flotação Aplicando Técnica de HYDROMESS. **HOLOS-ISSN 1807-1600**, v. 3, p. 42-51, 2009.
- WANG, L.; PENG, Y.; RUNGE, K.; BRADSHAW, A. A review of entrainment: mechanisms, contributing factors and modelling in flotation. **Minerals Engineering**. V. 70, p. 77–91, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2014.09.003>
- WANG, G.; NGUYEN, A.V.; MITRA, S.; JOSHI, J.B.; JAMESON, G.J.; EVANS, G.M.A. Review of the mechanisms and models of bubble-particle detachment in froth flotation. **Separation and Purification Technology**, v. 170, p. 155-172, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2016.06.041>
- WARREN, L.J. Determination of the contributions of true flotation and entrainment in batch flotation tests. **International Journal of Mineral Processing**, v. 14, n. 1, p. 33-44, 1985. [https://doi.org/10.1016/0301-7516\(85\)90012-2](https://doi.org/10.1016/0301-7516(85)90012-2)

- WATERS, K.E.; HADLER, K.; CILLIERS, J. J. The flotation of fine particles using charged microbubbles. **Minerals Engineering**, v. 21, p. 918-923, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2008.04.011>
- WILLS, B. A.; NAPIER-MUNN, T. Mineral processing technology: An introduction to the practical aspects of ore treatment and mineral. **Maryland Heights, MO: Elsevier Science & Technology Books**, 2006. <https://doi.org/10.2138/am.2008.502>
- XING, Y.; GUI, X.; PAN, L.; PINCHASIK, B.E.; CAO, Y.; LIU, J.; BUTT, H.J. Recent experimental advances for understanding bubble-particle attachment in flotation. **Advances in colloid and interface science**, v. 246, p. 105-132, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2017.05.019>
- XING, Y.; GUI, X.; CAO, Y. Effect of bubble size on bubble-particle attachment and film drainage kinetics-A theoretical study. **Powder Technology**, v. 322, p. 140-146, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.09.007>
- YE, Y.; KHANDRIKA, S.M.; MILLER, J.D. Induction time measurement at a particle bed, **International Journal of Mineral Processing**, v. 25, p. 221–240, 1989. [https://doi.org/10.1016/0301-7516\(89\)90019-7](https://doi.org/10.1016/0301-7516(89)90019-7)
- YIANATOS, J.B.; FINCH, J.A. Gas holdup versus gas rate in the bubble regime. **International Journal of Mineral Processing**, v. 29, p. 141-146, 1990. [https://doi.org/10.1016/0301-7516\(90\)90011-M](https://doi.org/10.1016/0301-7516(90)90011-M)
- YIANATOS, J.; CONTRERAS, F. Particle entrainment model for industrial flotation cells. **Powder Technology**, v. 197, n. 3, p. 260-267, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2009.10.001>
- YIANATOS, J.; CONTRERAS, F.; DÍAZ, F.; VILLANUEVA, A. Direct measurement of entrainment in large flotation cells. **Powder Technology**, 189(1), 42-47, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2008.05.013>
- YIANATOS, J.; BERGH, L.; CONDORI, P.; AGUILERA, J. Hydrodynamic and metallurgical characterization of industrial flotation banks for control purposes. **Minerals Engineering**, v. 14, n. 9, p. 1033-1046, 2001. [https://doi.org/10.1016/S0892-6875\(01\)00109-1](https://doi.org/10.1016/S0892-6875(01)00109-1)
- YOON, R.H.; LUTTRELL, G.H. The effect of bubble size on fine particle flotation. **Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review**, v. 5, n. 1-4, p. 101-122, 1989. <https://doi.org/10.1080/08827508908952646>
- ZAFAR, Z.I.; ANWAR, M.M.; PRITCHARD, D.W. Optimization of thermal beneficiation of low grade dolomitic phosphate rock, **International Journal of Mineral Processing**, v. 43, p. 123–131, 1995. [https://doi.org/10.1016/0301-7516\(94\)00043-Y](https://doi.org/10.1016/0301-7516(94)00043-Y)
- ZARGARAN, A.; MOZAFFARI, E.; GIDDINGS, D. Gas-Liquid Slip Velocity Determination in Co-current Column Flotation. **Separation and Purification Technology**, v. 169, p. 179-186, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2016.05.018>

- ZHANG, H.; LIU, J.; WANG, Y.; CAO, Y.; MA, Z.; LI, X. Cyclonic-static micro-bubble flotation column. **Minerals Engineering**, v. 45, p. 1-3, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2013.01.006>
- ZHONG, S.; ZOU, X.; ZHANG, Z.; TIAN, H. A flexible image analysis method for measuring bubble parameters. **Chemical Engineering Science**, v. 141, p. 143-153, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2015.10.033>
- ZHOU, Z.A.; XU, Z.; FINCH, J.A.; HU, H.; RAO, S.R., Role of hydrodynamic cavitation in fine particle flotation, **International Journal of Mineral Processing**, v. 51, p. 139–149, 1997. [https://doi.org/10.1016/S0301-7516\(97\)00026-4](https://doi.org/10.1016/S0301-7516(97)00026-4)
- ZHOU, Z. A.; EGIEBOR, N. O.; PLITT, L. R. Frother effects on bubble size estimation in a flotation column. **Minerals Engineering**, v. 6, n. 1, p. 55-67, 1993. [https://doi.org/10.1016/0892-6875\(93\)90163-H](https://doi.org/10.1016/0892-6875(93)90163-H)