

# **Recuperação de finos na indústria mineral utilizando os processos de flotação em coluna e por ar dissolvido**

**Hudson Jean Bianchini Couto**

Bolsista do Programa de Capacitação Institucional - PCI/MCT/CETEM (DTI-7C), Eng. Químico, D. Sc.

**Silvia Cristina Alves França**

Colaboradora, Eng. Química, D. Sc.

**João Alves Sampaio**

Coordenador do projeto, Eng. de Minas, D. Sc.

## **Resumo**

Para contornar um dos principais problemas da flotação convencional: a geração de bolhas relativamente grandes e, conseqüentemente, baixa recuperação de finos, novas concepções de flotação vêm ganhando destaque na indústria, como as colunas de flotação e células de flotação por ar dissolvido (FAD), consideradas tecnologias emergentes. O projeto consiste em estudar esses processos na recuperação de finos da indústria mineral e, em paralelo, pretende-se avaliar essas duas técnicas de flotação no tratamento de efluentes gerados no beneficiamento de minérios em geral, visando ao reuso de água. Este trabalho contempla os estudos iniciais do projeto que consiste na caracterização do minério utilizada como material de interesse nos estudos preliminares e a otimização da etapa de geração de bolhas do processo de FAD.

## **1. Introdução**

Os principais processos de flotação existentes são: a flotação por ar induzido (FAI) e a flotação por ar dissolvido (FAD). O primeiro é largamente difundido no beneficiamento de minérios, na qual são utilizadas máquinas ou células convencionais de flotação e sua vantagem está associada ao grande volume de ar admitida no sistema. Entretanto, o tamanho das bolhas geradas por esse processo é relativamente grande (1 a 2 mm), diminuindo a eficiência de remoção de partículas pequenas. Para contornar esse problema, novas concepções de células de flotação vêm ganhando destaque na indústria, como as colunas de flotação, constituindo o grande avanço tecnológico da flotação nos últimos tempos. Elas são capazes de flotar partículas menores do que as flotadas em células convencionais, além de serem mais seletivas (Aquino et al., 2004).

A FAD possui a vantagem de gerar bolhas de tamanho bastante reduzido, na faixa de 10 – 100  $\mu\text{m}$ , característica de grande interesse para a flotação. Os equipamentos de flotação convencional geram bolhas na faixa de 600 - 2500  $\mu\text{m}$ , consideradas grandes para a separação efetiva de partículas finas. A ausência de bolhas pequenas e médias (10 – 600  $\mu\text{m}$ ) em células convencionais de flotação é o principal motivo da ineficiência na recuperação de finos por esse processo, levando a consideráveis perdas, especialmente para partículas menores que 13  $\mu\text{m}$  (Rubio *et al.*, 2003; Sivamohan, 1990). Nesse contexto, a distribuição de tamanho de bolhas é de fundamental importância para o processo de flotação, pois quanto menor o tamanho das bolhas geradas, maior é a área interfacial de contato bolha-partícula e maior é a eficiência do processo.

Assim o objetivo desse projeto é avaliar a flotação em coluna e por ar dissolvido (FAD) na recuperação de finos da indústria mineral e, paralelamente, avaliar essas técnicas no tratamento de efluentes da indústria mineral, visando ao reuso de água de processo.

## **2. Materiais de Métodos**

### 2.1. Materiais

O material escolhido para os estudos iniciais foi a rocha fosfática por representar uma importante fonte de fósforo na indústria de fertilizantes, além da disponibilidade de grande quantidade de amostra no CETEM, possibilitando seu uso nos ensaios exploratórios e de otimização das condições experimentais nos processos em batelada e contínuo (piloto). Foram utilizados os surfatantes (coletores) Flotigam® da Clariant e oleato de sódio da VETEC e água deionizada na preparação das soluções e nas análises.

### 2.2. Preparação da amostra

As alíquotas para estudo foram coletadas a partir de uma pilha de 310 kg de rocha fosfática, quarteada para 25 kg, de onde foram retiradas as alíquotas de 1 kg para o beneficiamento e análises executadas nesse trabalho.

### 2.3. Caracterização da amostra

A amostra foi caracterizada quanto a sua distribuição granulométrica por peneiramento a úmido, em uma série de peneiras *Tyler*, sendo a fração de finos abaixo de 37  $\mu\text{m}$  (400 *Mesh*) analisada no equipamento da *Malvern Instruments*, modelo Mastersizer 2000SM®, que utiliza o princípio do espalhamento de luz para a determinação da distribuição das partículas na faixa de diâmetro entre 0,1 – 2000  $\mu\text{m}$ . Os componentes minerais da rocha fosfática foram determinados por difratometria de Raios-X (DRX).

### 2.4 Medidas experimentais

#### 2.4.1 Determinação do diâmetro médio de micro-bolhas

O diâmetro médio de micro-bolhas ( $D_b$ ) foi inicialmente estimado a partir de uma correlação fluidodinâmica de acordo com o procedimento apresentado por Couto et al. (2002).

#### 2.4.2 Determinação da distribuição de tamanhos das micro-bolhas

A distribuição de tamanho das micro-bolhas da FAD foi determinada por análise no equipamento *Mastersizer 2000SM®* (Nunes et al., 2007). O procedimento de análise consiste basicamente em liberar do tanque de saturação, por decompressão súbita, o líquido saturado com ar (contendo as micro-bolhas) diretamente para o béquer do equipamento, a partir do qual a amostra é bombeada para o sistema óptico para espalhamento de luz e posterior cálculo da distribuição de tamanhos por um PC. Na Figura 1 encontram-se ilustrados o tanque de pressurização (gerador de micro-bolhas) e o equipamento Mastersizer 2000 utilizados nas análises de distribuição de tamanho.

#### 2.4.3 Medidas de tensão superficial

As medidas de tensão superficial das soluções foram realizadas pelo método do anel, utilizando o tensiômetro digital Kruss (Alemanha), modelo K10-ST, a 23°C.

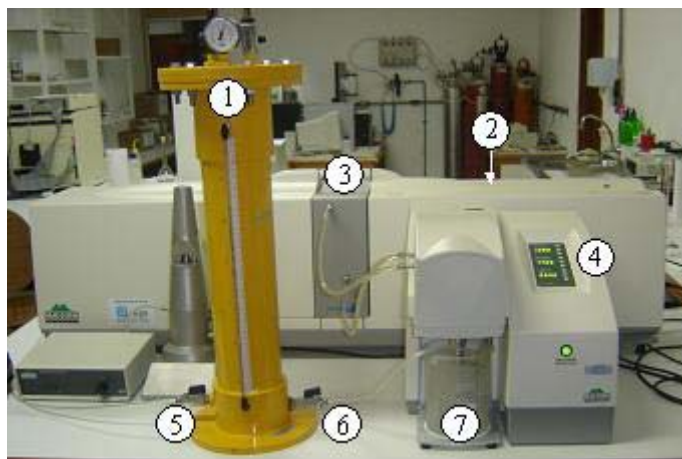


Figura 1. Aparato experimental utilizado nas análises de distribuição de tamanho de bolhas: 1 - vaso de pressurização; 2 - equipamento Mastersizer 2000; 3 - compartimento do sistema óptico; 4 - painel de controle; 5 - entrada de ar comprimido; 6 - saída de água saturada com ar; 7 - becker de análise.

### 3. Resultados

#### 3.1. Caracterização da rocha fosfática

##### 3.1.1 Distribuição de tamanho de partículas

Na Figura 2 (a) é apresentada a distribuição de tamanho das partículas da rocha fosfática obtida com o peneiramento a úmido. Observa-se que cerca de 37% da amostra encontra-se com granulometria abaixo de 37  $\mu\text{m}$  (400 malhas *Tyler*), fração de finos que será utilizada nos testes futuros de flotação por ar dissolvido.

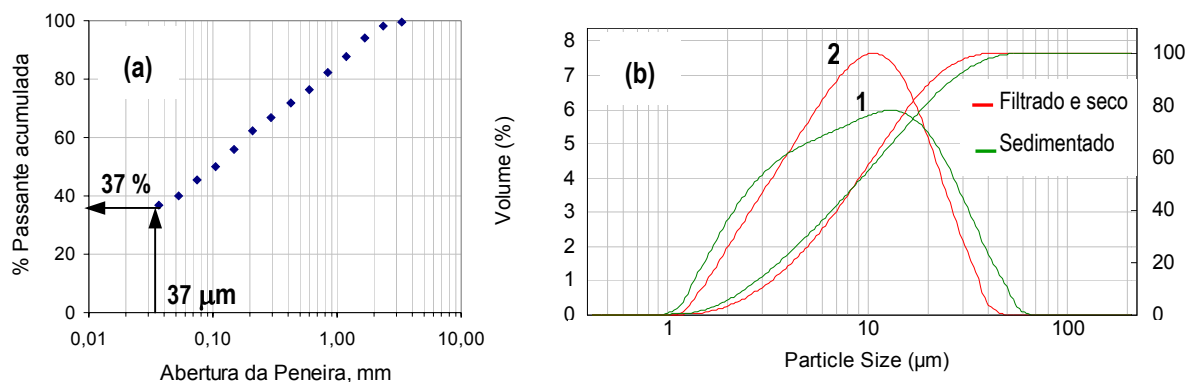


Figura 2. Distribuição de tamanho da amostra de rocha fosfática.

A suspensão de finos, obtida após o peneiramento a úmido, foi mantida em repouso por 24 h e, em seguida, procedeu-se uma sifonagem do sobrenadante para remoção das partículas muito finas ( $\sim 0,1 \mu\text{m}$ ). O material sedimentado foi analisado quanto à distribuição de tamanhos, obtendo-se a curva 1 na Figura 2 (b). A curva 2 representa o resultado obtido após filtragem, secagem, desagregação e re-peneiramento a seco do sedimento em 400 malhas. As faixas de tamanho situaram-se entre aproximadamente 1 a 40  $\mu\text{m}$  para as partículas re-peneiradas a seco e 1 a 60  $\mu\text{m}$  para as partículas apenas sedimentadas, enquanto que os valores de diâmetro médio encontraram-se próximos nos dois casos em torno de 10  $\mu\text{m}$ .

Por questões operacionais, melhor aproveitamento dos sólidos e ainda tendo em vista o maior consumo de polpa nos ensaios contínuos que serão realizados posteriormente na unidade piloto, optou-se apenas pela

sifonagem da suspensão de finos após 24 h de sedimentação, seguido de um ajuste de concentração da polpa obtida para o valor de trabalho a ser utilizada nos ensaios de flotação.

### 3.1.2 Análise mineralógica por difração de raios-X

Na Figura 3 encontra-se o difratograma de raios-X obtido da análise da fração – 37  $\mu\text{m}$  da rocha fosfática, o qual revela a existência de fases cristalinas dos minerais: quartzo, fluorapatita e calcita.

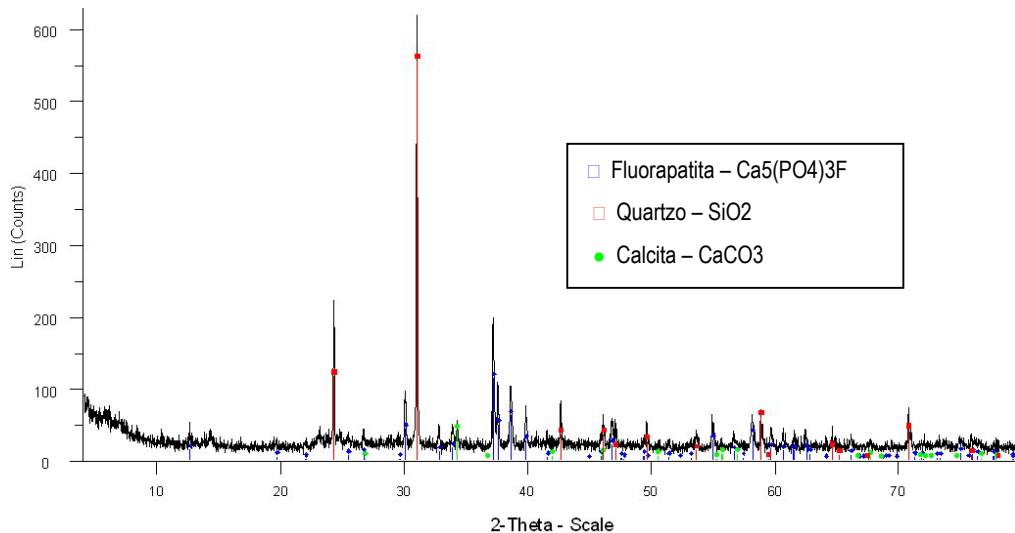


Figura 3. Difração de raios-X da amostra de rocha fosfática

Este resultado mostra que na fração fina ainda contém fonte de fósforo na fluorapatita que pode ser aproveitado com sua recuperação. Será realizada posteriormente uma análise química para determinação do teor de  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

### 3.2 Otimização da geração de bolhas do processo de FAD

#### 3.2.1 Efeito da pressão de saturação do ar no diâmetro médio de bolhas

Os valores do diâmetro médio de bolhas, obtido pela técnica fluidodinâmica, em função da pressão de saturação do ar ( $P_s$ ), são apresentados na Figura 4. Foram realizadas cinco medidas de diâmetro médio para obtenção do erro associado ao procedimento (ilustrado pela barra de erros no gráfico), que foi considerado igual a duas vezes o valor do desvio padrão. Nesta Figura também são mostrados os diâmetros médios de Sauter -  $D_b[3,2]$  e o de corte de 50% -  $D_b(0,5)$ , obtidos pela técnica de espalhamento de luz.

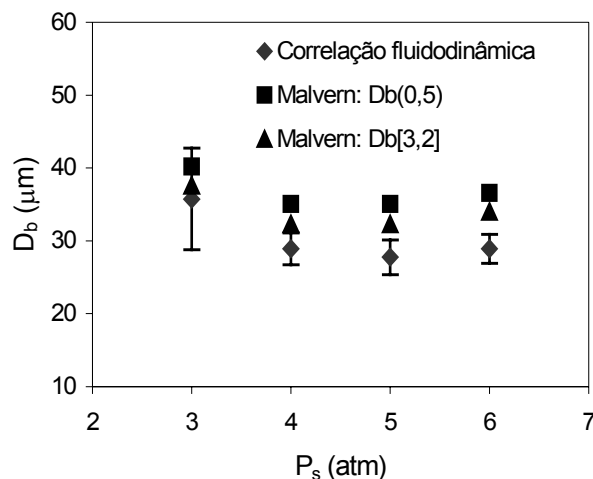


Figura 4. Diâmetro médio de bolhas obtido a partir da correlação fluidodinâmica e por difração laser.

Verifica-se uma diminuição do diâmetro médio de bolhas com o aumento da pressão de saturação de 3 para 4 atm, sendo pouco influenciado para pressões acima desse valor, corroborando com os trabalhos de Takahashi et al. (1979), De Rijk et al. (1994) e Burns et al.(1997), que utilizaram técnica fotográfica para obtenção do diâmetro médio de bolhas. Além disso, os diâmetros médios obtidos pelo Malvern confirmam esse resultado, apresentando a mesma tendência de variação com a pressão, apesar dos diferentes valores inerentes à técnica.

Para os demais testes foi utilizado o equipamento Malvern que fornece toda a distribuição de tamanhos, permitindo uma melhor avaliação do estudo, sendo fixada a pressão de 4 atm, a qual obteve-se menor valor de diâmetro de bolhas .

### 3.2.2 Efeito do tipo e concentração de reagentes na distribuição de tamanho das micro-bolhas.

A influência de diferentes reagentes em três concentrações distintas (1 ppm, 10 ppm e 100 ppm) sobre a distribuição de tamanho de bolhas foi investigada, com o objetivo de avaliar o efeito desses compostos sobre o fenômeno de coalescência de bolhas. Nos primeiros ensaios os aditivos foram adicionados diretamente no béquer de análise do equipamento, onde a concentração do aditivo foi ajustada com a injeção de água saturada com ar (contendo as micro-bolhas). Foi mostrado que o aumento da concentração desses surfatantes (coletores) contribuiu para a obtenção de menores distribuições de tamanho, devido à redução da coalescência de bolhas, associada à diminuição da tensão superficial das soluções, como ilustrado na Figura 5. Esses compostos aderem às superfícies das bolhas, causando repulsão entre si no meio líquido, prevenindo a coalescência.

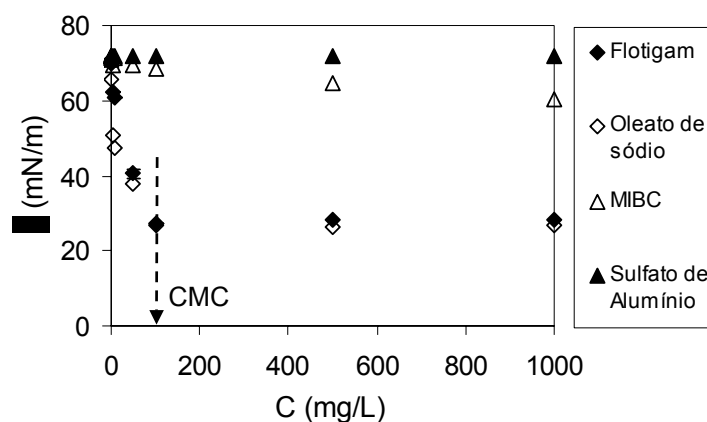


Figura 5. Curvas de tensão superficial em função da concentração de diversos aditivos.

Os aditivos sulfato de alumínio e MIBC não influenciaram na distribuição de tamanho de bolhas (Nunes *et al.*, 2007), associado aos valores de tensão superficial praticamente constantes (vide Figura 5), na faixa de concentração avaliada.

### 3.2.3 Efeito do condicionamento dos reagentes.

Os reagentes Flotigam e oleato de sódio foram previamente condicionadas no tanque de saturação do ar e as micro-bolhas geradas analisadas no equipamento Mastersizer, obtendo-se os resultados mostrados na Figura 6. Houve uma significativa diminuição da distribuição do tamanho de bolhas (curvas deslocadas para a esquerda), com o aumento da concentração desses reagentes, em relação à distribuição encontrada sem aditivo. Este resultado indica que o condicionamento do reagente realizado no tanque de saturação previne o fenômeno de

coalescência assim que as bolhas são geradas, que ocorre na saída de válvula agulha após o tanque (vide Figura 1).

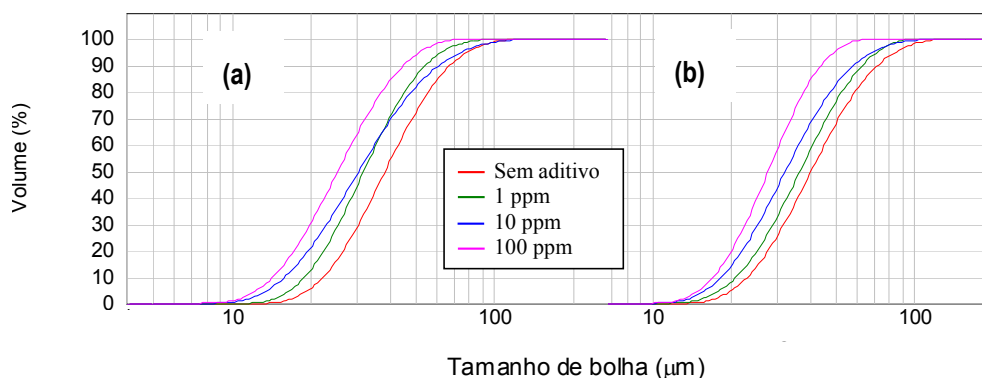


Figura 6. Distribuição de tamanho de bolhas em função da concentração de Flotigam (a) e oleato de sódio (b) adicionados previamente no tanque de saturação do ar.

Na primeira forma de condicionamento utilizada, as bolhas foram geradas em água e depois direcionadas para o béquer contendo o agente tensoativo, evidenciando que nesse percurso (da saída da válvula agulha ao béquer, onde é realizada a análise), existe ainda certa coalescência. Na Tabela 1 são apresentados os valores de diâmetro médio de micro-bolhas obtidos sem o condicionamento com surfatante e nas duas formas de condicionamento avaliadas: no béquer do equipamento (após etapa de geração das micro-bolhas) e no tanque de saturação (antes da etapa de geração das micro-bolhas), nas concentrações extremas testadas.

Tabela 1. Diâmetro médio de bolhas em função da concentração e do condicionamento de reagentes.

Condicionamento	Concentração (ppm)	$D_b(0,5)$ ( $\mu\text{m}$ )		Redução (%)	
		Flotigam	Oleato de sódio	Flotigam	Oleato de sódio
nenhum	0	39	39	-	-
		35,9	37,5	8	4
Béquer	1	33,4	34,5	14	12
	100	31,9	36,7	18	6
Tanque	1	25,4	27,8	35	29
	100				

A diminuição do diâmetro médio de bolhas foi mais pronunciada com o condicionamento sendo realizado previamente à etapa de geração de bolhas no tanque de saturação e o surfatante Flotigam foi o reagente que proporcionou a maior redução do tamanho de bolhas nas duas condições de condicionamento avaliadas.

### 3.3 Próximas etapas

- Realizar estudos de flotação em coluna e FAD, em escala de bancada, para otimizar variáveis do processo tais como: tipo e concentração de aditivos, pH da solução, concentração inicial de minérios, vazão de ar, dentre outros. Para isso, será utilizada a técnica de planejamento experimental para avaliar a influência e a importância de variáveis operacionais inerentes ao processo.
- Montagem das colunas de flotação de 2 e 6 polegadas de diâmetro adquiridas recentemente num projeto Finep e reativação da unidade piloto de flotação por ar dissolvido existente na Usina Piloto do CETEM.

- Nas condições otimizadas em bancada, conduzir estudos de flotação contínua em unidades piloto de FAD e em coluna. Nessa etapa pretende-se avaliar variáveis inerentes ao processo contínuo, a exemplo de vazões de alimentação de suspensão e de ar, razão de reciclo e fluidodinâmica das células.

#### 4. Conclusões

Na etapa de otimização da geração de bolhas constatou-se o seguinte: a utilização de pressões de saturação do ar a partir de 4 atm levou à menores distribuições de tamanho de bolhas. Os coletores Flotigam e oleato de sódio também influenciaram na distribuição de tamanho de bolhas, contribuindo para um menor valor desse parâmetro com o aumento de suas concentrações, entretanto o Flotigam foi mais influente. O condicionamento do reagente realizado no tanque de saturação levou a uma diminuição mais significativa da distribuição de tamanho de bolhas.

A técnica de espalhamento de luz, introduzida e aplicada à caracterização de tamanho de bolhas do processo de FAD, mostrou-se inovadora por meio de análises rápidas e simples (utilizando o equipamento Mastersizer), o que incentivou a redação de um artigo que será submetido a uma revista internacional a ser definida.

#### 5. Agradecimentos

Ao CNPq pela implementação da bolsa concedida pelo Programa PCI/CETEM/MCT e aos colegas da Coordenação de Processos Mineraiis - COPM pela colaboração e apoio.

#### 6. Referências Bibliográficas

- AQUINO, J. A., OLIVEIRA, M. L. M., FERNANDES, M. D. Flotação em coluna. In: Tratamento de Minérios (Luz, A. B., Sampaio, J. A., Almeida, S. L. M., Editores), CETEM/MCT, 4a Edição, Rio de Janeiro, Brasil, 2004.
- RUBIO, J., CAPPONI, F., MATIOLO, E., NUNES, D. G., GUERRIRO, C. P., BERKOWITZ, G. Advances in Flotation of Minerals Fines, **Proceedings XXII International Mineral Processing Congress**, Cape-Town, África do Sul, pp. 1002-1014, 2003.
- SIVAMOCHAN, R. The problem of recovering very fine particles in mineral processing – a review, **International Journal of Mineral Processing**, 28, n. 3-4, pp. 247-288, 1990.
- BURNS, S. E.; YAICOUMI, S.; TSOURIS C. Microbubble Generation for Environmental and Industrial Separations. **Separation and Purification Technology**, v.11, p.221-232, 1997.
- CAPPONI, F.; SARTORI, M.; SOUZA, M.L.; RUBIO, J. Modified column flotation of adsorbing iron hydroxide colloidal precipitates, **International Journal of Mineral Processing**, v.79, n.3, p.141–208, 2006.
- COUTO, H. J. B.; MELO, M.V.; MASSARANI, G. Tratamento de Efluentes da Indústria Láctea Através da Flotação por Ar Dissolvido, In: XXX ENEMP – Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados, 2002, São Carlos-SP, **Anais do XXX ENEMP – Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados** (impresso), Outubro, 9p.
- DE RIJK S. E.; VAN DER GRAAF, J. H. J. M.; DEN BLANKEN, J. G. Bubble Size in Flotation Thickening. **Water Research.**, v.28, n.2, p.465-473, 1994.
- TAKAHASHI T.; MIYAHARA T.; MOCHIZUDI H. Fundamental Study of Bubble Formation in Dissolved Air Pressure Flotation. **Journal of Chemical Engineering of Japan**, v.12, p.275-280, 1979.

NUNES, D. G., FRANÇA, S. C. A., COUTO, H. J. B. Estudo da Distribuição de Tamanho de Bolhas do Processo de Flotação por Ar Dissolvido para a Recuperação de Finos da Indústria Mineral, **Anais da XIV Jornada de Iniciação Científica - CETEM**, 2007, Rio de Janeiro-RJ, (meio eletrônico), Julho, 7p.