

TRATAMENTO DE MINÉRIOS

PRÁTICAS LABORATORIAIS



EDITORES

| JOÃO ALVES SAMPAIO SÍLVIA CRISTINA ALVES FRANÇA PAULO FERNANDO ALMEIDA BRAGA |

República Federativa do Brasil

Presidente da República

Luiz Inácio Lula da Silva

Vice-Presidente

José Alencar Gomes da Silva

Ministro de Estado da Ciência e Tecnologia

Sérgio Machado Rezende

Secretário Executivo

Luiz Antonio Rodrigues Elias

Subsecretário de Coordenação das Unidades de Pesquisa

Luiz Fernando Schettino

CETEM – Centro de Tecnologia Mineral

Diretor

Adão Benvindo da Luz

Coordenador de Processos Minerais

João Alves Sampaio

Coordenador de Processos Metalúrgicos e Ambientais

Ronaldo Luiz Correa dos Santos

Coordenador de Apoio Técnico às Micro e Pequenas Empresas

Antonio Rodrigues de Campos

Coordenador de Análises Minerais

Arnaldo Alcover Neto

Coordenadora de Planejamento, Acompanhamento e Avaliação

Zuleica Carmem Castilhos

Coordenador de Administração

José da Silva Pessanha

TRATAMENTO DE MINÉRIOS:

PRÁTICAS LABORATORIAIS

João Alves Sampaio

Engenheiro de Minas/UFPE, Mestre e Doutor em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Tecnologista Sênior do CETEM/MCT

Silvia Cristina Alves França

Engenheira Química/UFS, Mestre e Doutora em
Engenharia Química pelo PEQ/COPPE-UFRJ
Tecnologista III CETEM/MCT

Paulo Fernando Almeida Braga

Engenheiro Químico/UFRRJ, Mestre em
Engenharia Mineral/EPUSP
Pesquisador do CETEM/MCT

CETEM-MCT

Centro de Tecnologia Mineral
Ministério da Ciência e Tecnologia

Rio de Janeiro
2007

Copyright © 2007 CETEM/MCT

Todos os direitos reservados.
A reprodução não autorizada desta publicação, no todo ou em parte,
constitui violação de copyright (Lei 5.988)

Valéria Cristina de Souza
Diagramação e Editoração Eletrônica

Vera Lúcia do Espírito Santo Souza
Projeto Gráfico

Thatyana Pimentel Rodrigo de Freitas
Revisão

Informações:
CETEM – Centro de Tecnologia Mineral
Av. Pedro Calmon, 900 – Cidade Universitária
21941-908 – Rio de Janeiro – RJ
Homepage: www.cetem.gov.br

Tratamento de Minérios: Práticas Laboratoriais/Ed. João Alves Sampaio,
Silvia Cristina Alves França, Paulo Fernando Almeida Braga. – Rio de
Janeiro: CETEM/MCT, 2007.

570 p.: il.

1. Beneficiamento de minério 2. Flotação 3. Análise granulométrica. 4.
Separação magnética. I. Centro de Tecnologia Mineral. II. Sampaio, João A.
(Ed.). III. França, Silvia C.A. (Ed.). IV. Braga, Paulo F. A. (Ed).

ISBN 978-85-61121-02-0

CDD 622.7

APRESENTAÇÃO

O livro *Tratamento de Minérios: Práticas Laboratoriais* reúne os procedimentos laboratoriais e piloto de várias operações unitárias na área de processamento mineral, atendendo, assim, à solicitação de pesquisadores, técnicos e operadores da área mínero-metalúrgica.

Os estudos de pesquisa, em escala de laboratório ou em unidade piloto, devem ser realizados de forma criteriosa, para assegurar a confiabilidade dos processos ou produtos desenvolvidos. Estes estudos, quando conduzidos de forma planejada e com uso de metodologias adequadas, não só economizarão tempo, como fornecerão parâmetros confiáveis para o escalonamento de projetos, evitando surpresas desagradáveis no comissionamento de unidades industriais, como exemplo: recuperação mássica e metalúrgica, desempenho do processo, especificações de produto, capacidade nominal de processamento, potência instalada, dentre outros.

Neste contexto, acredita-se que este livro contribui para facilitar o entendimento e a execução dos ensaios laboratoriais e piloto, além de conferir mais confiabilidade aos resultados obtidos na pesquisa, podendo inclusive se tornar uma fonte de referência e consulta sobre procedimentos laboratoriais.

Estão de parabéns o Centro de Tecnologia Mineral-CETEM, por cumprir a sua Missão Institucional ao difundir a tecnologia para o Setor Mineiro e Metalúrgico e, em particular, os editores e autores, bem como todos aqueles que colaboraram, de algum forma, para a realização deste trabalho.

Adão Benvindo da Luz
Diretor

PREFÁCIO

O livro *Tratamento de Minérios: Práticas Laboratoriais* consiste numa coletânea de dados e informações resultantes da experiência em práticas laboratoriais, pesquisas bibliográficas e em manuais de equipamentos ou, ainda, em instruções normalizadas.

Com a elaboração deste trabalho buscou-se disponibilizar, em um único documento, uma fonte de consulta capaz de atender as necessidades dos profissionais, operadores, técnicos, pesquisadores, engenheiros e tantos outros que trabalham em laboratórios e/ou unidades piloto de tratamento de minérios.

O livro tem como propósito facilitar a realização de ensaios, reduzindo o tempo de execução dos mesmos, tanto em laboratório como em unidade piloto, incorporando mais credibilidade aos resultados obtidos.

Nas páginas que se seguem, foram incluídos os procedimentos para operação de vários equipamentos em escalas de laboratório e piloto. Alguns deles são de caráter específico, como exemplo, a determinação de índice de moabilidade de minérios, ou a determinação de cor de certos minerais por meio de colorímetro. Na elaboração desses procedimentos foram consultadas informações advindas, tanto da literatura quanto dos fabricantes dos equipamentos, com a finalidade de favorecer o melhor entendimento do texto.

Na composição de cada Capítulo, os autores empregaram uma dedicação singular, de modo gratuito e voluntário. Os Editores são gratos a todos que desempenharam essa tarefa, utilizando o tempo residual das suas atividades do cotidiano profissional. Com paciência e dedicação emprestaram, também, o seu talento à preparação desta obra que muito irá beneficiar aqueles que atuam na área de tecnologia mineral.

Cabe lembrar que, os trinta anos de existência do CETEM, corroborados pela experiência de seus pesquisadores, serviram de inspiração para os autores redigirem os textos, com o propósito de levá-los ao alcance de todos os interessados, desde os operadores até os responsáveis e participantes dos trabalhos de pesquisas.

As informações aqui registradas não abordam toda a área de tratamento de minérios. No entanto, os Editores estão conscientes de que não se esgotou o assunto e, nas próximas edições, caminharão no sentido de produzir um documento com conteúdo mais abrangente.

Na vida nada surge de modo repentino, por isso, somos receptivos a sugestões e comentários que serão de grande valor para o aprimoramento deste trabalho nas edições futuras. Assim, estamos convictos de que iremos contribuir, de forma conjunta e continuada, para ampliar as atividades de laboratório e/ou unidade piloto, em tratamento de minérios.

Agradecimentos especiais ao estímulo do Eng. de Minas Adão Benvindo da Luz, Diretor do CETEM, que, além de promover a realização de todas as atividades, contribuiu, em muito, à realização deste trabalho em tempo recorde.

Finalmente, expressamos nossa gratidão por todos aqueles que contribuíram, das mais variadas formas, na elaboração deste livro, sem os quais seria necessário mais trabalho e tempo para se alcançar o resultado final, no curto prazo que nos restou.

Os Editores

SUMÁRIO

PARTE I – INTRODUÇÃO

1. AMOSTRAGEM 3
Maria Lúcia M. de Oliveira e José Aury de Aquino
2. DETERMINAÇÃO DAS DENSIDADES DE SÓLIDOS E DE POLPA 37
João Alves Sampaio e Fernanda Arruda Nogueira Gomes da Silva

PARTE II – CLASSIFICAÇÃO

3. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR PENEIRAMENTO 55
João Alves Sampaio e Fernanda Arruda Nogueira Gomes da Silva
4. ENSAIOS DE CLASSIFICAÇÃO GRANULOMÉTRICA POR MEIO DE
 CICLOCLASSIFICADOR 75
Paulo Fernando Almeida Braga e Hudson Jean Bianquini Couto
5. ANÁLISE MICROGRANULOMÉTRICA – MALVERN E SEDIGRAPH 101
Silvia Cristina Alves França e Hudson Jean Bianquini Couto
6. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR PIPETA DE ANDREASEN 125
Rosa Malena Fernandes Lima e José Aurélio Medeiros da Luz
7. ENSAIOS DE CLASSIFICAÇÃO EM HIDROCICLONE 139
João Alves Sampaio, Gerson Pereira Oliveira e Antonio Odilon da Silva
8. OPERAÇÃO DE CLASSIFICAÇÃO EM AEROCLASSIFICADOR
 STURTEVANT 157
Paulo Fernando Almeida Braga e Lauro Santos Norbert Costa

PARTE III – MOAGEM

9. ENSAIOS DE MOAGEM EM LABORATÓRIO 169
João Alves Sampaio e Carla Napoli Barbato
10. DETERMINAÇÃO EXPERIMENTAL DO ÍNDICE DE TRABALHO (WI) 179
Carla Napoli Barbato e João Alves Sampaio

11. MOAGEM AUTÓGENA: UM ESTUDO EM ESCALA PILOTO	193
<i>João Alves Sampaio, Homero Delboni Junior e Antônio Odilon da Silva</i>	
12. OPERAÇÃO DE MOINHO VIBRATÓRIO PALLA 20U	221
<i>Paulo Fernando Almeida Braga</i>	
PARTE IV – CONCENTRAÇÃO	
13. ENSAIOS DE FLOTAÇÃO	237
<i>João Alves Sampaio e Carlos Adolpho Magalhães Baltar</i>	
14. ENSAIOS EM MESAS OSCILATÓRIAS	255
<i>João Alves Sampaio, Salvador Luiz M. de Almeida e Antônio Odilon da Silva</i>	
15. ENSAIOS EM JIGUES	269
<i>João Alves Sampaio, Silvia Cristina Alves França e Antônio Odilon da Silva</i>	
16. ENSAIOS EM ESPIRAIS CONCENTRADORAS	281
<i>João Alves Sampaio e Paulo Fernando Almeida Braga</i>	
17. ENSAIOS EM MEIO DENSO	297
<i>José Aury de Aquino, Maria Lúcia M. de Oliveira e Paulo Fernando A. Braga</i>	
18. ENSAIOS DE SEPARAÇÃO MAGNÉTICA E ELETROSTÁTICA	321
<i>João Alves Sampaio, Silvia Cristina Alves França e Adão Benvindo da Luz</i>	
19. ENSAIOS EM CONCENTRADOR CENTRÍFUGO KNELSON 3"	351
<i>Paulo Fernando Almeida Braga</i>	
20. ENSAIOS DE AMALGAMAÇÃO EM TAMBOR ROTATIVO	361
<i>Paulo Fernando Almeida Braga e Ramón Veras Veloso de Araújo (in memoriam)</i>	
21. ENSAIOS DE RETORTAGEM – DESTILAÇÃO DE MERCÚRIO	371
<i>Paulo Fernando Almeida Braga e Ramón Veras Veloso de Araújo (in memoriam)</i>	

PARTE V – AGLOMERAÇÃO

22. ENSAIOS CONTÍNUOS DE BRIQUETAGEM EM BANCADA E PILOTO 379
João Alves Sampaio, Lauro Santos N. Costa e Marcelo C. de Andrade

PARTE VI – DESAGUAMENTO

23. ENSAIOS DE SEDIMENTAÇÃO 393
Silvia Cristina Alves França e Rui de Góes Casqueira
24. ENSAIOS DE FILTRAGEM EM FILTRO DE FOLHA (LEAF TEST) 411
Silvia Cristina Alves França e Rui de Góes Casqueira

PARTE VII – ESCOAMENTO DE FLUÍDOS

25. ENSAIOS EM REÔMETRO ROTACIONAL TIPO CILINDROS COAXIAIS 425
Christine Rabello Nascimento

PARTE VIII – MEDIÇÕES EM LABORATÓRIO

26. ENSAIOS DE DETERMINAÇÃO DE ÁREA SUPERFICIAL POR ADSORÇÃO
 DE GÁS 451
Rosa Malena Fernandes Lima
27. MEDIDA DA TENSÃO SUPERFICIAL 473
José Aurélio Medeiros da Luz e Rosa Malena Fernandes Lima
28. MEDIDA DE ÂNGULO DE CONTATO 491
Rosa Malena Fernandes Lima e José Aurélio Medeiros da Luz
29. MOBILIDADE ELETROFORÉTICA (ELETROFORESE) 507
Rosa Malena Fernandes Lima e José Aurélio Medeiros da Luz

PARTE IX – DETERMINAÇÃO DE ALVURA

30. ENSAIOS PARA MEDIDAS DE ALVURA - COLORÍMETRO COLOR TOUCH 2
 E MODELO ISO 533
Fernanda Arruda Nogueira Gomes da Silva e João Alves Sampaio
31. ENSAIOS PARA MEDIDA DE COR EM COLORÍMETROS LOVIBOND E
 ASTM 543
Silvia Cristina A. França, Shirleny Fontes Santos e Severino Ramos M. de Lima



PARTE I INTRODUÇÃO



CAPÍTULO 1 - AMOSTRAGEM

Maria Lúcia M. de Oliveira

Engenheira Mecânica/CEFET-MG, Mestre em
Engenharia de Minas e Metalurgia/UFMG
Doutora em Engenharia Química/UNICAMP
Consultora da MCE Consultoria e Engenharia Ltda

José Aury de Aquino

Engenheiro Químico/UFC, Mestre em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Doutor em Engenharia Química/UNICAMP
Pesquisador Titular do CDTN/CNEN/MCT

1. INTRODUÇÃO

Para determinar o desempenho operacional de um processo de tratamento de minérios ou hidrometalúrgico, é essencial o conhecimento do balanço de massa e das concentrações dos elementos nos diferentes fluxos que circulam nos equipamentos.

A determinação de uma dada propriedade ou característica de um fluxo só pode ser realizada em uma pequena fração do mesmo, denominada amostra, que represente, da melhor forma possível, o fluxo amostrado. Considerando que os sistemas particulados são usualmente misturas de partículas de tamanho, forma e composição variados, a obtenção de amostras representativas só é possível com base em critérios bem estabelecidos. Quando os procedimentos de seleção e coleta das amostras não são bem conduzidos, os resultados de análises, mesmo que realizadas com precisão, não correspondem às características do universo amostrado, podendo levar a conclusões incorretas.

Considerando que as características específicas de toneladas de um dado material são estimadas segundo análises realizadas em amostras pequenas, ou seja, com massas da ordem de gramas, os critérios de obtenção dessas amostras são, pois, de fundamental importância para minimizar os erros associados a essas análises. Com base nessas análises, são feitas estimativas que servirão, afinal, para avaliação de depósitos minerais, controle de processos em laboratórios, unidades piloto, indústrias e comercialização de produtos. Ressalta-se, dessa forma, a importância da amostragem para o sucesso de um projeto industrial (Allen, 1981).

Embora as técnicas de amostragem na indústria mineral tenham melhorado nos últimos anos, a amostragem ainda não recebe o devido valor e importância, sendo uma área muitas vezes negligenciada, o que, via de regra, conduz a uma coleta de amostras com sérios erros sistemáticos. Isso acaba acarretando dificuldades na aceitação dos diversos produtos ou para a economicidade dos processos nos quais o material que originou as amostras será usado.

Para garantir a qualidade da avaliação, o procedimento de amostragem deve ser acurado e preciso, garantindo a representatividade. A acuracidade pode ser entendida como sendo a minimização do erro sistemático da amostragem. A reprodutibilidade ou precisão é a medida da dispersão dos resultados de qualidade obtidos para um mesmo lote.

De acordo com Gy (1998), a média e a variância do erro nunca são estruturalmente nulas. A representatividade de uma amostra ocorre quando a combinação desses dois fatores possui valores menores que o máximo estabelecido entre as partes interessadas, usualmente, o produtor e o consumidor. Ainda segundo essa teoria, existem alguns erros de amostragem que não podem ser eliminados: erro fundamental, erro de segregação e grupamento e erro de integração. Como consequência, sempre existirá um erro associado ao resultado de qualidade de um lote.

Infelizmente, esse comportamento não é levado em consideração nem pelos contratos de comercialização dos produtos resultantes do tratamento de minérios, nem pelas Normas Técnicas de Amostragem. Isso ocasionando freqüentes desentendimentos entre as partes e suscitando dúvidas sobre a qualidade dos trabalhos executados nos laboratórios. Além disso, uma das regras básicas da teoria da amostragem continua sendo desconsiderada por muitas Normas Técnicas (ISO, 1998A e 1998B; ASTM, 1996). Segundo essa regra, qualquer partícula componente do lote deve possuir a mesma probabilidade de ser coletada e pertencer à amostra que servirá para a realização do controle de qualidade. A amostragem que segue essa regra é considerada estatisticamente correta. Dessa forma, é possível estimar, para qualquer resultado de controle de qualidade, uma faixa de erro devida aos fatores relacionados à variabilidade do material particulado. Os tipos de amostragem considerados estatisticamente corretos, desde que seguidos alguns cuidados de dimensionamento e operação, são os executados por helicóides e por amostradores automáticos instalados em transportadores de correia. Todos os outros tipos de amostragem, inclusive a amostragem manual, são considerados incorretos (Goes *et al.*, 2004).

Uma vez que os procedimentos de amostragem estão associados a uma série de erros inerentes às características peculiares de cada material e ao processo de obtenção da amostra, a probabilidade de essa amostra representar perfeitamente o universo da qual foi retirada é remota. Assim, as características analisadas em diferentes amostras de um mesmo universo apresentarão uma dada variabilidade que deve ser minimizada segundo técnicas estatísticas.

No Brasil, a amostragem manual ainda é empregada por muitas empresas. Isso motivou a elaboração deste capítulo, que tem por finalidade descrever as técnicas mais usuais no processamento mineral, indispensáveis à obtenção e à preparação de amostras representativas (Assis e Salum, 1993).

2. CONCEITOS BÁSICOS

Para compreensão dos itens discutidos, a seguir, tem-se a definição dos principais termos utilizados nos processos de amostragem.

Amostragem

A amostragem é o conjunto de operações destinadas à obtenção de uma amostra representativa de uma dada população ou universo. Uma amostra é considerada representativa quando as propriedades do universo (teor dos diversos elementos, constituintes mineralógicos, massa específica, distribuição granulométrica, etc.), estimadas com base nessa amostra, inserem uma variabilidade estatisticamente aceitável.

A amostragem pode ser probabilística ou não. Na amostragem probabilística, os procedimentos são realizados de forma a garantir que todos os elementos da população tenham uma probabilidade conhecida de integrar a amostra; e esta probabilidade é superior a zero. Esse é o caso mais comum das operações de amostragem, em que o objetivo básico é a obtenção de amostras representativas do universo (Bolfarine e Bussab, 2000).

A amostragem não probabilística poderá ser intencional, quando realizada com objetivos específicos do investigador, ou não intencional, regida por critérios de conveniência e/ou de disponibilidade. Exemplos disso são as

amostragens realizadas em diferentes regiões do perímetro de transbordo de uma coluna de flotação, que têm por finalidade avaliar a homogeneidade da resposta metalúrgica do equipamento.

A amostragem é usualmente realizada em quatro etapas, descritas como a seguir.

Elaboração do plano de amostragem – este fundamenta-se na determinação da qualidade necessária para a amostragem, participando das definições do universo, do objetivo e da seqüência de operações utilizadas. O sistema de amostragem a ser utilizado depende de diversos fatores, dentre os quais podem ser destacados o tamanho das partículas, a massa específica, a umidade, etc.

Obtenção da amostra – consiste na determinação da seqüência e do número de coletas das amostras, que depende do tipo e da precisão requerida para a amostragem, das características dos fluxos, etc.

Preparação da amostra – trata-se do conjunto de operações necessárias à adequação da amostra ao método de determinação do parâmetro de qualidade. Dentre essas atividades, podem ser ressaltadas a secagem, a redução de tamanho, a homogeneização, o quarteamento, etc.

Determinação de um parâmetro de qualidade – inserem-se as análises dos parâmetros que irão determinar a qualidade do universo. Dentre eles podem ser citados os teores de diversos elementos, a umidade, a distribuição granulométrica, etc.

Seleção da Amostra

Um sistema ideal de amostragem requer a análise individual de partículas coletadas aleatoriamente, de forma que todas as partículas tenham igual probabilidade de serem escolhidas. Entretanto, esse tipo de amostragem torna-se, na maioria das vezes, impraticável devido às dificuldades inerentes a esse processo. Os métodos de partilhas sucessivas, utilizados no quarteamento por meio dos quarteadores Jones ou em cone, quando corretamente aplicados, buscam uma aproximação com o sistema ideal de amostragem.

A coleta manual de amostras só é viável para sistemas quase que totalmente homogêneos. Quando o material é heterogêneo, torna-se necessária a coleta manual de uma série de amostras em diferentes locais, com mesclagem intermediária. Essa é talvez a única alternativa prática para amostragem de universos muito grandes.

Em algumas circunstâncias, as amostras podem ser analisadas separadamente, gerando informações sobre a heterogeneidade da mistura e sobre a extensão dos problemas amostrais.

Tamanho da Amostra

Para calcular o tamanho da amostra teórica, é necessário estabelecer previamente o nível de confiança e o grau de precisão. Uma vez realizada a amostragem, o grau de precisão depende do tamanho da amostra, do nível de confiança pretendido para as generalizações e do erro-padrão das estatísticas amostrais (Ladeira, 1987).

O exame de determinadas propriedades de sistemas particulados realizado em uma amostra com tamanho (massa ou volume) não adequadamente escolhido pode estar afetado de erros significativos. Em outras palavras, o tamanho mínimo da amostra deve ser tal que cada constituinte possa estar incluído em um dado número de partículas. Para sistemas contendo algumas partículas de interesse, podem ser necessárias amostras de grande tamanho para a avaliação de seus componentes.

Intervalo de Amostragem.

O intervalo de amostragem é o tempo transcorrido entre a coleta dos diversos incrementos que compõem a amostra primária.

Universo

O universo pode ser definido como a massa original de um dado material do qual se deseja conhecer propriedades específicas, segundo as análises realizadas em uma amostra.

No caso dos processos de tratamento de minérios e hidrometalúrgicos, o universo a ser amostrado pode ser o material que está em trânsito em alguma etapa do processamento ou estocado em tanques e pilhas. Frequentemente, o universo é denominado lote, podendo ser manipulável ou não. Para cada etapa, os métodos de amostragem são diferentes (Merks, 1985).

Incremento

Ao considerar a variabilidade das características dos materiais nos diversos tipos de fluxo, tanto em relação à posição quanto ao tempo, muitas vezes são necessárias coletas de diversas porções em posições ou intervalos de tempo diferentes, de forma a compor a amostra. Cada porção retirada do lote é denominada incremento.

Amostra Primária

A composição dos vários incrementos retirados ao longo de um determinado intervalo de tempo constitui a amostra primária, que é a quantidade de material manipulável resultante da amostragem propriamente dita.

Amostra Final

A amostra primária frequentemente possui massa superior àquela adequada para a realização das análises, ou mesmo dos testes de processo. Em função disso, usualmente, a amostra primária passa por processos de redução de tamanho dos grãos e de massa, sendo a amostra resultante denominada amostra final.

Quarteamento

Para obtenção da amostra final, é necessário dividir a amostra primária em alíquotas de menor massa. A operação realizada com esse objetivo é denominada quarteamento. Essa operação pode ser feita manualmente ou com auxílio de quarteadores mecânicos. Na Figura 1, está ilustrado, no diagrama de blocos, um exemplo genérico do processo de amostragem.

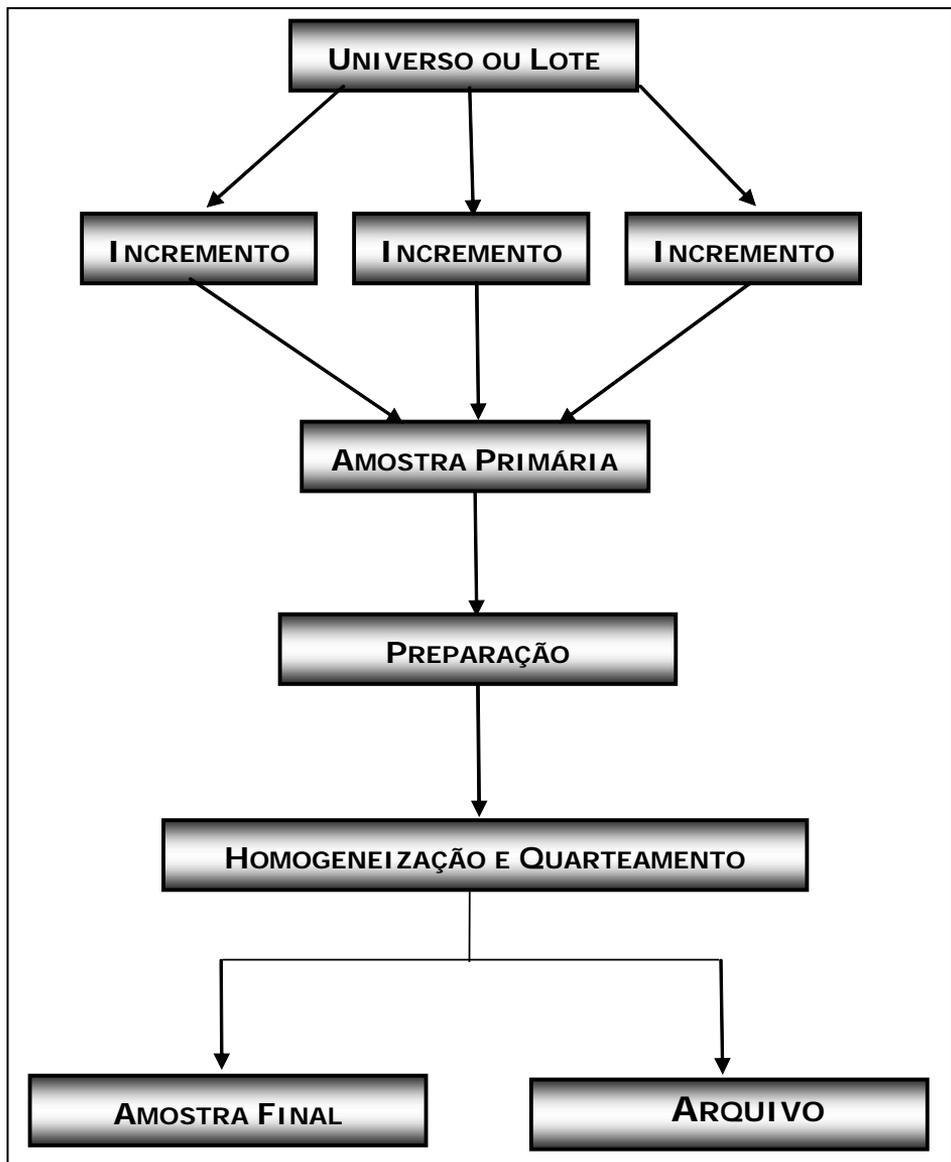


Figura 1 – Diagrama de blocos para um exemplo genérico do processo de amostragem em tratamento de minérios.

3. TÉCNICAS DE AMOSTRAGEM

Na maior parte das operações de processamento mineral, considera-se o minério como sendo um meio físico descontínuo. Nesse caso, para utilizar um processo de seleção pontual é empregado o modelo probabilístico. A amostragem probabilística compreende dois processos: processo de amostragem por incremento e processo de quarteamento.

Processo de Amostragem por Incremento

A amostragem por incremento consiste na coleta de um número tal de incrementos tomados em função de seus tamanhos, formas e disposição no corpo original. São determinados segundo o conhecimento dos valores de segregação e a taxa de mudança desses valores com a posição. A amostragem correta por incrementos deve produzir uma curva normal de distribuição. É aplicável a lotes não manuseáveis e a certos lotes manuseáveis. As etapas necessárias à amostragem estão descritas a seguir (Eickmers e Hollis, 1967).

Integração - seleção dos incrementos pontuais realizada de forma a garantir que esses incrementos representarão o universo dentro do erro estatístico definido.

Delimitação de incrementos - definição do tamanho de cada incremento a ser extraído do universo amostrado.

Extração dos incrementos - obtenção dos incrementos propriamente ditos.

Reunião - mistura dos incrementos extraídos que compõem a amostra real, que deve ser representativa do universo com a precisão definida no plano de amostragem.

Processo de Quarteamento

Aplica-se exclusivamente a lotes manuseáveis, devendo ser repetido tantas vezes quanto necessário para se obter o peso requerido da amostra. O processo de quarteamento consiste em três etapas como detalhadas a seguir.

Delimitação das frações - divisão geométrica do domínio ocupado pelo lote, gerando frações modelo. Esta divisão é feita por aparelhos ou instrumentos de partilha, podendo ser realizada de três maneiras diferentes:

lote estacionário com instrumento em movimento – **cone quarteamento, pazada alternada etc.;**

lote em movimento com aparelho estacionário – **divisor riffles, divisor setorial rotativo;**

lote e aparelho em movimento – **divisor setorial.**

Separação - materialização da partição geométrica, gerando as frações reais.

Seleção - escolha das frações reais que serão guardadas como subamostras e, por último, a obtenção da amostra real a partir da reunião das subamostras.

4. TÉCNICAS DE AMOSTRAGEM EM LOTES MANUSEÁVEIS

A obtenção de amostras de material particulado proveniente de fluxos, pilhas, caminhões, etc. é dificultada pela segregação, que ocorre em duas situações:

- (i) tendência do material fino a se concentrar no centro, quando o mesmo é depositado em pilha;
- (ii) tendência do material grosso a se concentrar na superfície, mesmo que tenha maior densidade, quando submetido à vibração.

Uma boa amostragem é feita com o minério totalmente seco ou então sob a forma de polpa. A umidade pode favorecer a formação de agregados de partículas finas, aumentando o erro devido à segregação.

Quando a amostra é retirada de um fluxo contínuo, a amostragem pode ser contínua ou intermitente. Na amostragem contínua, uma porção do fluxo é dividida e, freqüentemente, subdividida depois. Na amostragem intermitente, são retiradas amostras do fluxo total em pequenos intervalos fixos de tempo, as quais são reunidas para formar a amostra global.

Uma regra geral para toda amostragem consiste na coleta da amostra, sempre que possível, quando o material estiver em movimento, o que é fácil em processos contínuos. Logo, a amostragem de carregamentos (caminhão, vagão, etc.) deverá ser feita durante o enchimento ou o esvaziamento dos mesmos.

A amostragem pode ser feita manual ou automaticamente. Os resultados obtidos com amostragem automática são mais confiáveis que aqueles oriundos da amostragem manual, embora seja esta mais utilizada em tratamento de minérios.

As técnicas de amostragem manual podem ser realizadas com materiais em movimento ou estáticos. Embora sejam largamente utilizadas na indústria mineral, são técnicas pouco recomendáveis, uma vez que estão usualmente associadas a uma série de pequenos erros, tais como:

- (i) variação no intervalo de tempo de coleta das amostras ou incrementos;
- (ii) variação na velocidade de coleta dos incrementos;
- (iii) perda de partículas durante a coleta dos incrementos;
- (iv) contaminação por material diferente e heterogeneidade do material;
- (v) segregação localizada do material.

Mesmo com os problemas discutidos, a amostragem manual é freqüentemente utilizada na indústria mineral, em função dos elevados custos dos amostradores automáticos. Ressalta-se que, devido às suas limitações, os critérios de execução devem ser os mais rígidos possíveis, de modo a permitir a obtenção de amostras com erros estatisticamente aceitáveis.

Amostragem em Correia Transportadora

A amostragem em uma correia transportadora pode ser realizada manual ou automaticamente. Para coleta manual de incrementos de material, aconselha-se fazê-lo no final da correia, sempre que for possível o acesso a este ponto. Na Figura 2 pode ser observada a forma de coleta de incrementos no final da correia. Ressalta-se que o instrumento utilizado nessa coleta deve permitir o corte do fluxo completo do material que passa pela correia. Caso não seja possível, o número de incrementos necessários à composição da amostra final deverá ser maior para um mesmo nível de erro. Ainda na mesma figura, à direita, consta o desenho esquemático do procedimento de amostragem manual em um transportador de correia.

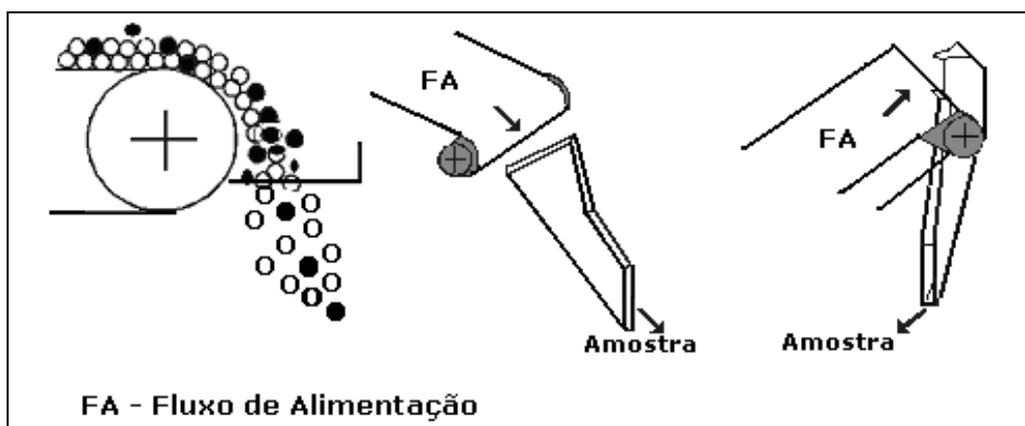


Figura 2 – Amostragem manual na extremidade final de uma correia transportadora.

Sugere-se para este tipo de amostragem, as seguintes recomendações:

- (i) o material coletado deve cair livremente e não deslizar na calha (*chute*);
- (ii) o tamanho da abertura da caneca de amostragem deve ter, no mínimo, três vezes o tamanho da maior partícula da amostra;
- (iii) o movimento da caneca deve percorrer toda a seção transversal do fluxo e a remoção da mesma deve ser a uma velocidade tal que não haja transbordamento, por isso, o volume da caneca deve ser devidamente dimensionado;
- (iv) a amostra final deve ser formada pela mistura de mais de uma amostra passada pelo fluxo.

Uma alternativa para amostragem na extremidade final de uma correia transportadora é a utilização de amostradores automáticos que cortam o fluxo completo da correia com velocidade constante. Na Figura 3 tem-se uma ilustração deste tipo de amostrador.

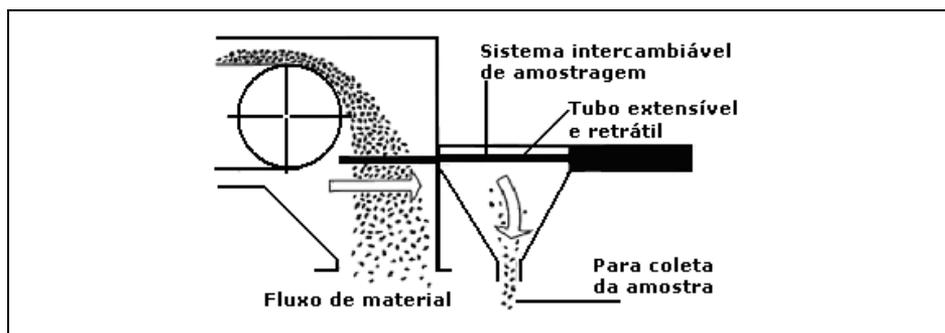


Figura 3 – Amostrador automático na extremidade final de uma correia transportadora.

Geralmente, a quantidade de amostra retirada em correias transportadoras é elevada. Essas amostras são indispensáveis nas definições: das taxas de alimentação ou de produção, na determinação granulométrica, da densidade e do teor de elementos constituintes do minério, dentre outras.

Outro procedimento utilizado, quando não é possível o acesso ao fluxo de material no final da correia, é a amostragem sobre a correia. Para que essa amostra seja tomada manualmente, faz-se necessário parar a correia. Nesse caso, devem ser tomadas medidas de segurança, tais como o bloqueio elétrico do movimento da correia, etc.

Após a parada do transportador, pode-se retirar uma amostra bem determinada sobre a correia, com o auxílio de um dispositivo tipo armação, desenvolvido para amostragem. Esse dispositivo é constituído de placas que são colocadas sobre o material e pressionadas para baixo, até que suas extremidades toquem a correia. O material fora da armação é afastado e o que está entre as placas é coletado, constituindo a amostra. O procedimento está ilustrado na Figura 4.



Figura 4 – Procedimento de amostragem em correia transportadora parada.

Quando não for possível parar a correia poderão ser utilizados amostradores automáticos, conforme se observa na Figura 5, bem como o seu princípio de funcionamento.

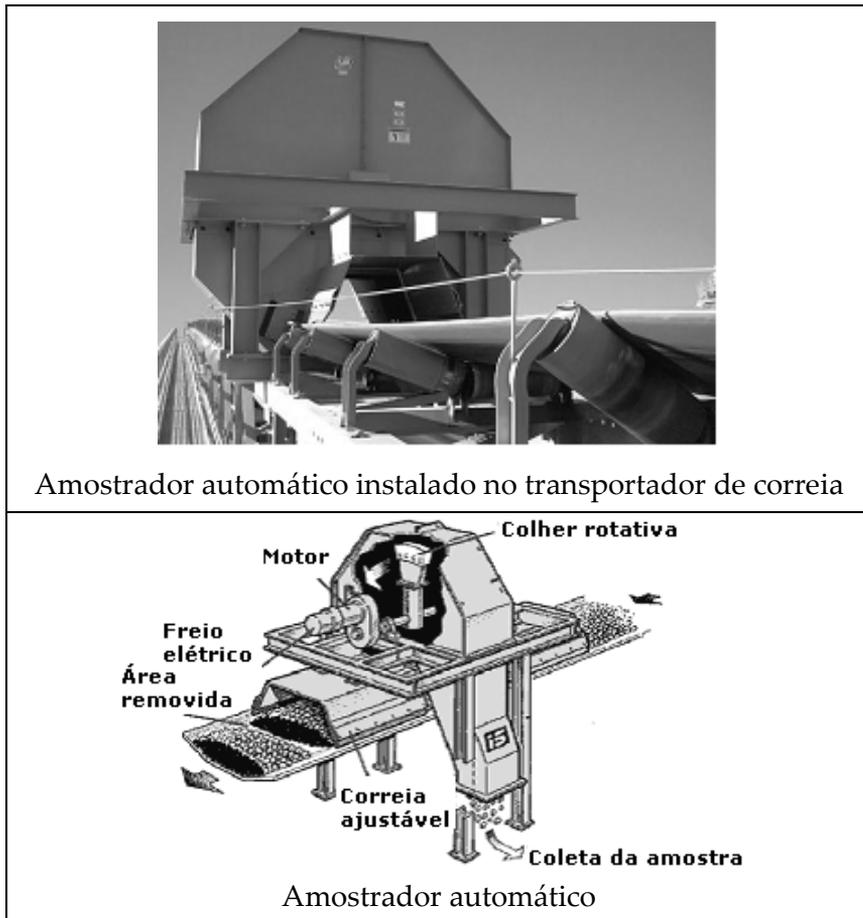


Figura 5 – No primeiro plano, um amostrador automático instalado na correia transportadora e, no segundo plano, sua representação esquemática.

Sacos

Para a amostragem de material em laboratório e materiais acondicionados em sacos, faz-se uma seleção aleatória ou sorteio dos sacos. Cada saco selecionado deverá ser examinado, individualmente. Para isso, é importante obter amostras representativas de cada saco, as quais deverão ser examinadas separadamente, de forma a permitir uma estimativa da variância entre as amostras do mesmo saco e avaliar se esta variância se encontra em nível aceitável.

A amostragem poderá ser feita utilizando espátulas (Figura 6). Neste caso, supõe-se que o material no ponto de inserção da espátula seja representativo do todo. Por outro lado, quando se deseja maior representatividade da amostra podem ser utilizadas hastes ou sondas que permitem amostrar o corpo do material. Para a retirada da amostra de material granular, a haste é pressionada sobre o material mantendo a câmara interna fechada. Quando na posição desejada, o tubo interno é girado para permitir que o material penetre na câmara interna. Após o enchimento da câmara de amostragem, o tubo interno é girado para a posição fechada, retirando-se a haste.

A câmara de amostragem da haste, tipo 1, ocupa o seu comprimento total, permitindo a obtenção de uma amostra correspondente à média da seção transversal do saco (Figura 6). No tipo 2, a câmara de amostragem está no final da haste, permitindo retiradas de amostras pontuais. No tipo 3 existem três ou mais câmaras de amostragem separadas ao longo da haste.

As espátulas e hastes não devem ser utilizadas para amostragem de materiais com grande variação granulométrica e quantidade significativa de finos, porque estes últimos percolam através dos grossos e geram, nessas condições, amostras que podem não ser representativas. Além disso, nas amostragens por hastes algumas partículas podem ficar presas entre os dois tubos, dificultando o seu fechamento. Em termos de precisão, a espátula e a haste são semelhantes.

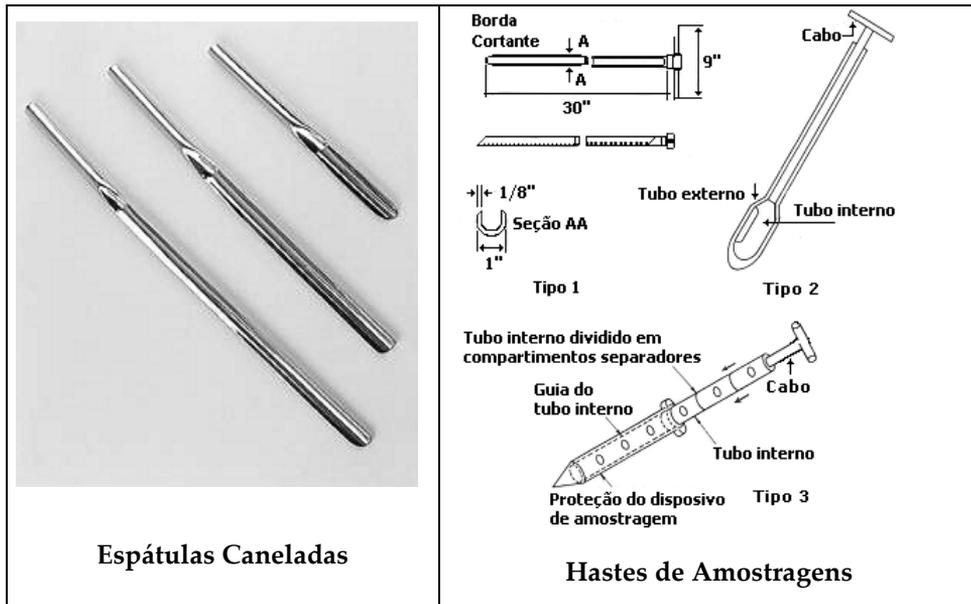


Figura 6 – Representação esquemática das espátulas e hastes de amostragem utilizadas para retiradas de alíquotas de amostras acondicionadas em sacos de laboratório.

Pilha de Homogeneização

Essa técnica de amostragem é muito útil na obtenção de amostras para caracterizar e alimentar um circuito contínuo de concentração mineral. Com base nas pilhas, o material alimentado nas plantas possui uma distribuição mais uniforme dos constituintes, tanto no que se refere às propriedades físicas como químicas e mineralógicas. Antes de se iniciar a formação deste tipo de pilha, deve-se realizar uma pré-homogeneização do material, segundo pilhas cônicas ou tronco de pirâmide, que auxiliam na dissipação de agrupamentos de partículas de qualquer natureza e, portanto, minimizam o erro de segregação. As pilhas de homogeneização são muito práticas nos trabalhos de campo, porque não utilizam equipamentos sofisticados.

As pilhas de minério que alimentam as plantas industriais são de grande capacidade, ou seja, devem ser capazes de manter as mesmas características da alimentação por períodos de até uma semana. A amostragem dessas pilhas é importante para determinação das características granulométrica, química e

mineralógica da alimentação das usinas. Entretanto, considerando os volumes de sólidos manuseados e a distribuição granulométrica dos materiais nessa fase do processo, usualmente mais grossa, a obtenção de amostras representativas de pilhas é difícil de ser obtida. Nessa condição, a melhor alternativa de amostragem consiste em tomar incrementos durante todo o processo de formação da pilha, compor a amostra final e passar pelos estágios de preparação.

Amostragem de Polpas

Uma vez que a maioria das usinas de concentração mineral e de hidrometalurgia processam os minérios a úmido, a amostragem de fluxos de polpa é muito utilizada para acompanhamento da qualidade dos fluxos intermediários e finais nos circuitos piloto e industrial.

A amostragem de polpas pode ser realizada por meio de diversos tipos de amostradores automáticos. Estes amostradores possuem como, característica comum o corte de todo o fluxo num determinado intervalo de tempo (Figura 7). O Amostrador de Osborne consiste de uma ranhura que gira continuamente sobre um eixo paralelo ao fluxo de polpa. Ainda, na Figura 7, está ilustrado o amostrador idealizado por Osborne para amostragem de fluxo contínuo, o qual requer um volume pequeno e constante de material. Esse mecanismo consiste em alimentar um tanque de amostragem bem agitado e retirar uma amostra representativa a uma taxa de fluxo controlada.

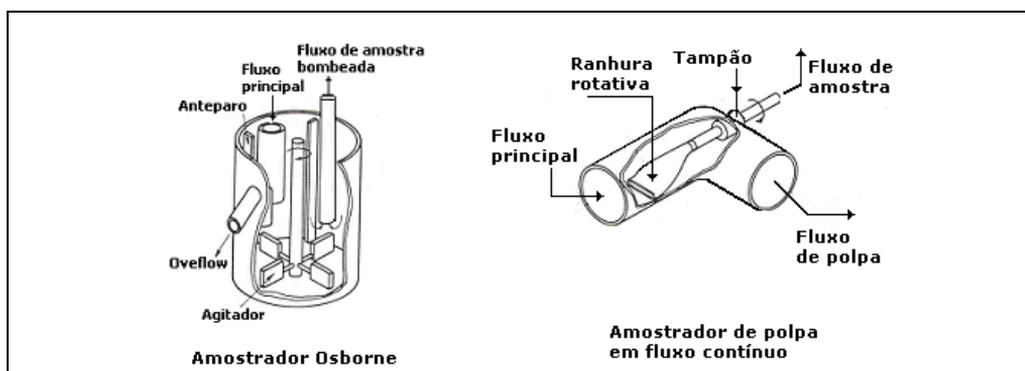


Figura 7 – No primeiro plano, amostrador idealizado por Osborne para amostragem de fluxos contínuos de polpa e, no segundo plano, amostragem de polpa com fluxo contínuo.

Além destes, existe um grande número de outros amostradores automáticos que apresentam excelentes resultados em termos de qualidade e representatividade das amostras (Figura 8).

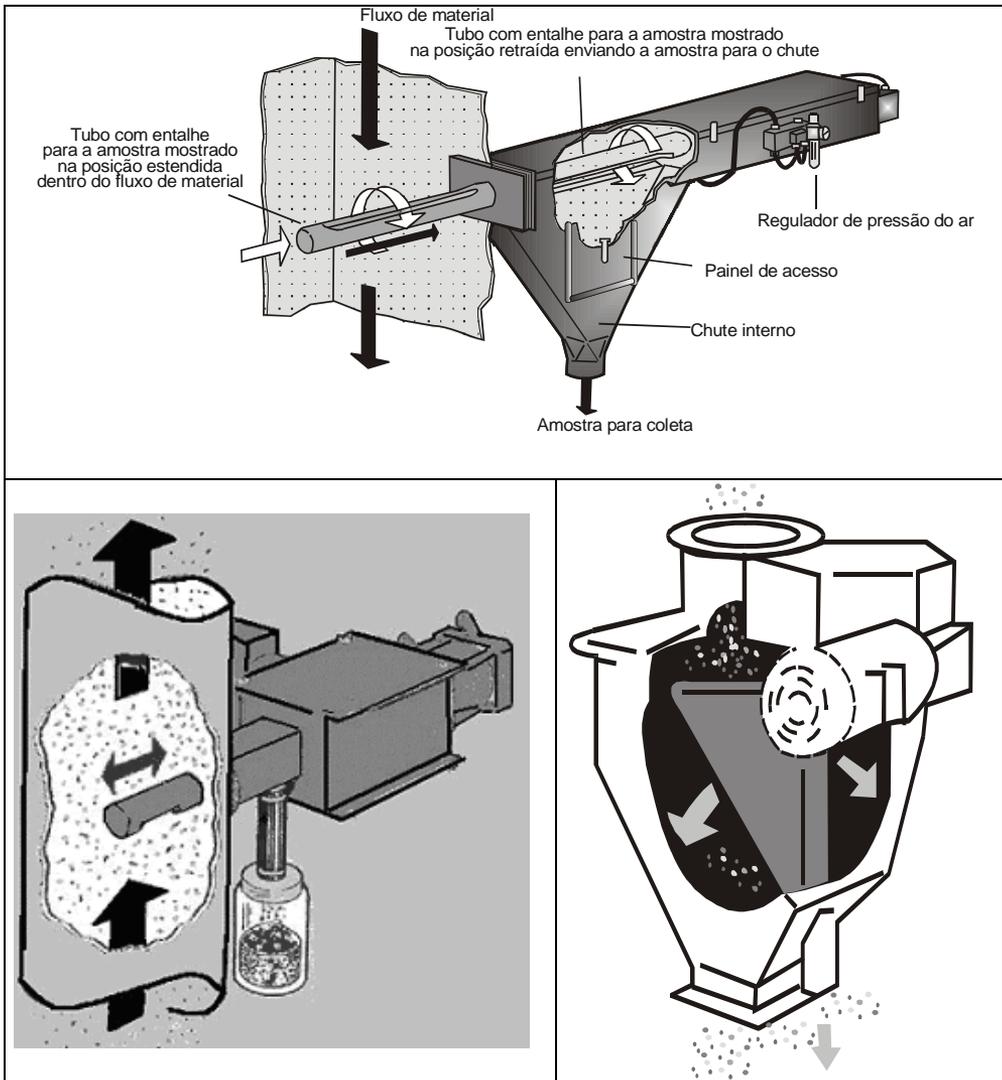


Figura 8 – No primeiro plano, amostrador de polpa em tubo com entalhe e, no segundo plano, amostradores de polpa em operação.

A amostragem manual de polpa pode ser realizada de diversas maneiras, mas as seguintes recomendações são fundamentais para garantir a representatividade da amostra coletada:

- (i) o movimento da caneca através do fluxo de material deve percorrer toda a seção transversal desse fluxo;
- (ii) o tamanho da abertura da caneca de amostragem deve ser proporcional ao tamanho da maior partícula da amostra, ou seja, no mínimo três vezes maior;
- (iii) o tamanho da caneca deve ser tal que, em uma passada, tenha capacidade de armazenar o volume equivalente ao material da seção transversal do fluxo;
- (iv) deve-se mover a caneca a uma velocidade tal que não haja transbordamento, logo, o volume da caneca deve ser compatível com o volume de polpa no fluxo;
- (v) após a coleta de um fluxo, parte da amostra coletada não deve ser retornada, caso o tamanho da amostra assim obtida seja muito grande, para redução de sua massa é necessário homogeneizar e quartear o volume amostrado em um quarteador de polpa;
- (vi) a amostra final deve ser formada pela mistura de vários incrementos coletados na passagem da caneca, pelo fluxo estabelecido em um plano de amostragem;
- (vii) deve ser estabelecido um volume padrão de amostragem que permita a comparação entre os resultados.

O tamanho da amostra depende da abertura da caneca e da sua velocidade através do fluxo. Ressalta-se que esta velocidade não pode ser tão elevada a ponto de desviar o fluxo de minério.

A frequência de corte de uma amostra depende do conhecimento de algumas características do material. Quanto mais uniformes forem o material

e o seu fluxo, menor será a necessidade de se cortar a amostra com precisão. Por outro lado, quanto maior o número de incrementos tomados, mais representativa será a amostra final. Entretanto, cuidados devem ser tomados com o grande volume da amostra gerada.

Uma alternativa para reduzir o volume de amostra nos pontos do circuito é a utilização do carretel quarteador (Figura 9). Esse carretel é instalado na tubulação principal e opera continuamente desviando parte do fluxo para uma tubulação paralela. A amostragem do fluxo principal é realizada na tubulação paralela, de menor vazão volumétrica, permitindo a obtenção de amostras com massa menor, sem perda da representatividade.

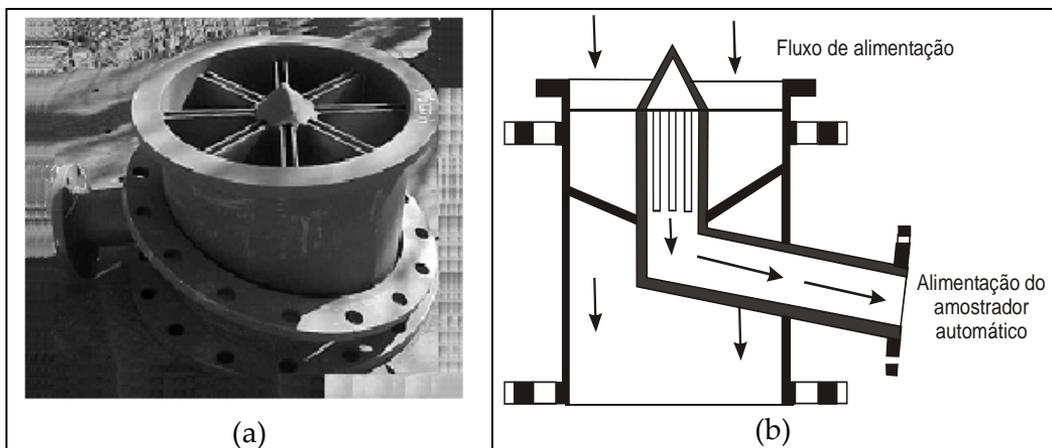


Figura 9 – Em (a), carretel quarteador usado para reduzir volumes de amostras obtidas em fluxo contínuo e, em (b), seu desenho esquemático.

5. MÉTODOS E APARELHOS DE QUARTEAMENTO

Enquanto a coleta de amostras é uma operação de campo, por ser realizada nos lugares onde se encontram as instalações, a operação que se segue à coleta, é realizada em lugares apropriados.

Após a coleta das amostras, segue-se a preparação e as principais técnicas usadas são: secagem, fragmentação, homogeneização e quarteamento. Destas, a única que estará obrigatoriamente inserida em uma seqüência completa de amostragem é a homogeneização.

Quarteamento em Polpa

As massas de minérios amostradas são usualmente superiores à massa mínima necessária para garantir a representatividade de um dado universo. Assim, a primeira etapa de amostragem consiste no quarteamento da amostra, ainda na forma de polpa. Para isso são utilizados equipamentos de concepção simples (Figura 10) que reduzem, significativamente, o manuseio da amostra.

Os quarteadores de polpa são constituídos por um cilindro com terminação cônica, no qual há uma válvula de abertura. Em seu interior há um agitador para homogeneizar o material. Ao abrir-se a válvula, o material cai em um disco giratório contendo várias repartições. Cada repartição constitui uma fração do quarteamento. Caso se deseje um número menor de frações, juntam-se as amostras das repartições diametralmente opostas.



Figura 10 – Quarteador de polpa utilizado para quarteamento de amostras obtidas em operações piloto e/ou industrial.

Os divisores rotativos devem ser evitados na amostragem de lotes de pequena massa, de produtos úmidos ou de alta viscosidade, de minérios grossos ou de polpas instáveis, sem agitação prévia.

Homogeneização

A homogeneização da amostra primária tem por objetivo obter uma distribuição mais uniforme dos constituintes, permitindo assim o quarteamento em frações de menor massa. Os métodos de homogeneização mais utilizados são as pilhas, na forma de tronco de cone ou longitudinais. Estas também são conhecidas como pilhas prismáticas de homogeneização.

Para construção de uma pilha tronco de cone, o material é colocado sobre uma lona quadrada. Os vértices do quadrado são levantados, alternadamente, de forma a fazer com que o material da base da pilha de um dos lados seja alocado no topo da pilha, em cada passada. Na Figura 11 tem-se uma representação esquemática da construção de uma pilha cônica. Depois de algumas repetições desta atividade, a pilha é considerada homogênea. Este processo pode também ser realizado utilizando duas espátulas triangulares, com as quais se toma a base da pilha em lados opostos revolvendo-a para o centro.

A construção das pilhas longitudinais é realizada distribuindo-se o material, longitudinalmente, em uma bancada, mediante sucessivas passagens. Construída a pilha, as extremidades devem ser retomadas e novamente espalhadas sobre seu centro. A pilha formada tem a seção em tronco de pirâmide (Figura 11).

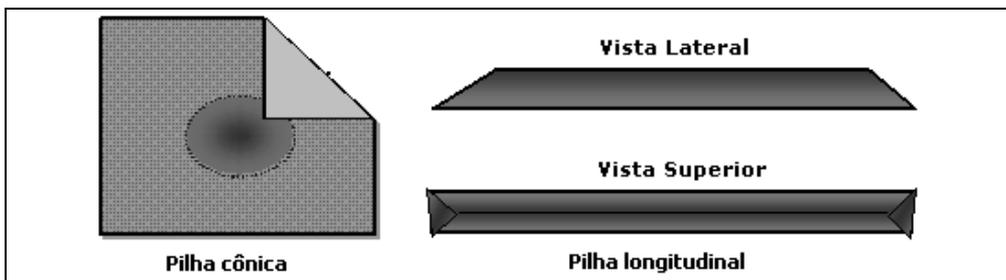


Figura 11 – Representação esquemática da construção de pilhas cônica e longitudinal.

Quarteamento

A operação de quarteamento é realizada com o objetivo de reduzir a massa a ser manuseada e preparar as alíquotas para análise granulométrica, química, mineralógica, peso específico, etc. Essas operações são realizadas a seco e podem ser manuais ou utilizando equipamentos de concepção simples, mas de grande importância na obtenção de amostras finais, com características similares do ponto de vista estatístico. A seguir estão descritos os principais métodos utilizados no quarteamento de amostras de minério.

Pazada Fracionada

A pazada fracionada de ordem P é uma generalização da pazada alternada (Figura 12), a qual consiste em retomar um lote de material com uma pá (manual ou mecânica) e colocar a primeira pazada no topo de E1, a segunda no topo de E2, a terceira em E1 e assim sucessivamente. Obtêm-se duas frações gêmeas em E1 e E2.

A divisão é correta se a taxa de enchimento da pá for sucessivamente constante. A separação é correta se o operador proceder “cegamente”, seguindo regularmente o contorno do lote, até o esgotamento. O quarteamento é equitativo, desde que corresponda, efetivamente, a uma separação em P amostras potencialmente gêmeas e que a escolha da amostra real seja feita ao acaso, dentre aquelas. Como a variância (σ^2) só depende da massa da amostra (P), na prática, para reduzir o erro de segregação para valores aceitáveis com a economia do processo, admite-se que cada fração gêmea seja constituída por 30 pazadas. Assim, a dimensão média da pazada será dada pela expressão da Equação [1].

$$M_n = \frac{M_L}{30P} \quad [1]$$

onde:

M_L massa do lote;

P taxa de redução escolhida.

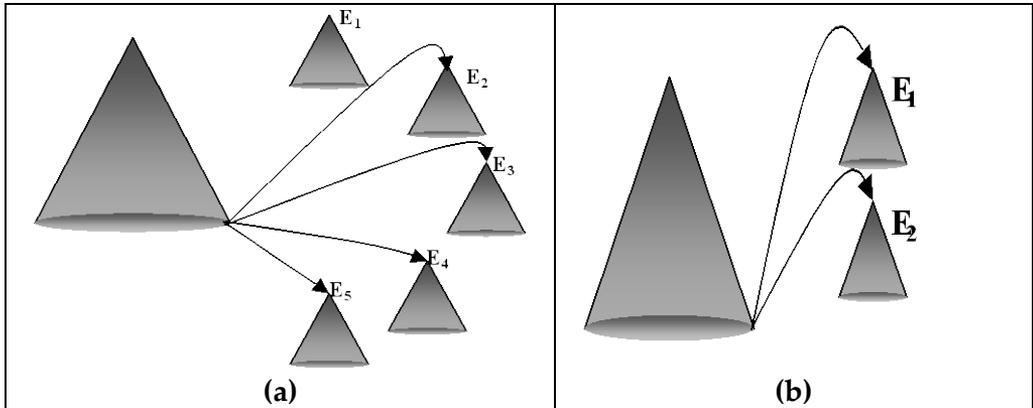


Figura 12 – Quarteamento de amostra. Em (a), pazada fracionada, em (b), pazada alternada.

O método das pazadas é aplicável a lotes maiores, tendo a vantagem de ser barato, rápido e requerer menos espaço. Quando comparado com o quarteamento em cone, é mais preciso, confiável e seguro. A amostragem por este método pode acarretar a obtenção de uma amostra não representativa do todo, em decorrência do efeito de segregação durante o empilhamento do minério. Desse modo, o operador e o engenheiro, responsáveis pelos trabalhos, devem ter maior rigor na execução dos trabalhos de amostragem.

Pazadas Manual e Mecânica

As pazadas manual e mecânica são utilizadas para materiais secos, úmidos ou até mesmo sólidos argilosos. Sua aplicação está sumarizada na Tabela 1.

Tabela 1 – Características das pazadas manual e mecânica.

Propriedade	Pazada	
	Manual	Mecânica
Tamanho máximo de partículas	100 mm (4")	250 a 300 mm
Peso do lote	tonelada	milhares de toneladas
Peso da amostra	próximo de um grama	toneladas
Tamanho da pá	$M_L/30P^*$	$M_L/30P^*$
M_L – Massa do lote P = Número de pilhas		

Pilhas Cônicas

O quarteamento em pilhas cônicas é um dos métodos mais antigos de fracionamento de amostras. Este método consiste em homogeneizar o material cuidadosamente e formar uma pilha cônica. O objetivo de se formar uma pilha cônica é obter uma pilha, na qual a segregação deve ser simétrica em relação ao vértice do cone. Depois de feito o cone, o vértice é achatado para facilitar a divisão, e divide-se o material em quatro porções, segundo dois planos verticais que se cruzam no eixo geométrico do cone. Duas frações, em diagonal, são reunidas e as outras duas rejeitadas. Se for preciso uma amostra menor, repete-se o processo. Esta técnica é também chamada de quarteamento em lona ou bancada. É utilizada para pequenos volumes de amostras.

Este método é o menos indicado para amostragem de minérios muito heterogêneos e de granulometria grossa. Sua aplicação é generalizada devido à facilidade de sua execução (Figura 13). Na Figura 14, está esquematizada a seqüência de quarteamento em pilha cônica.

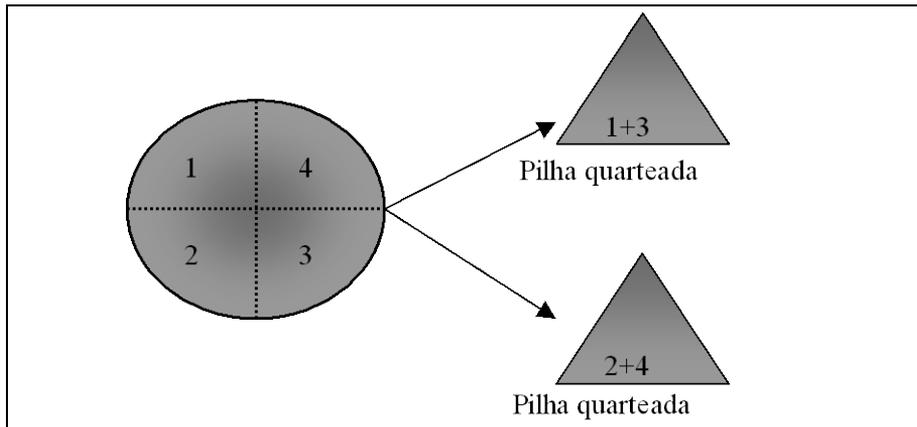


Figura 13 – Representação esquemática do quarteamento em pilha cônica

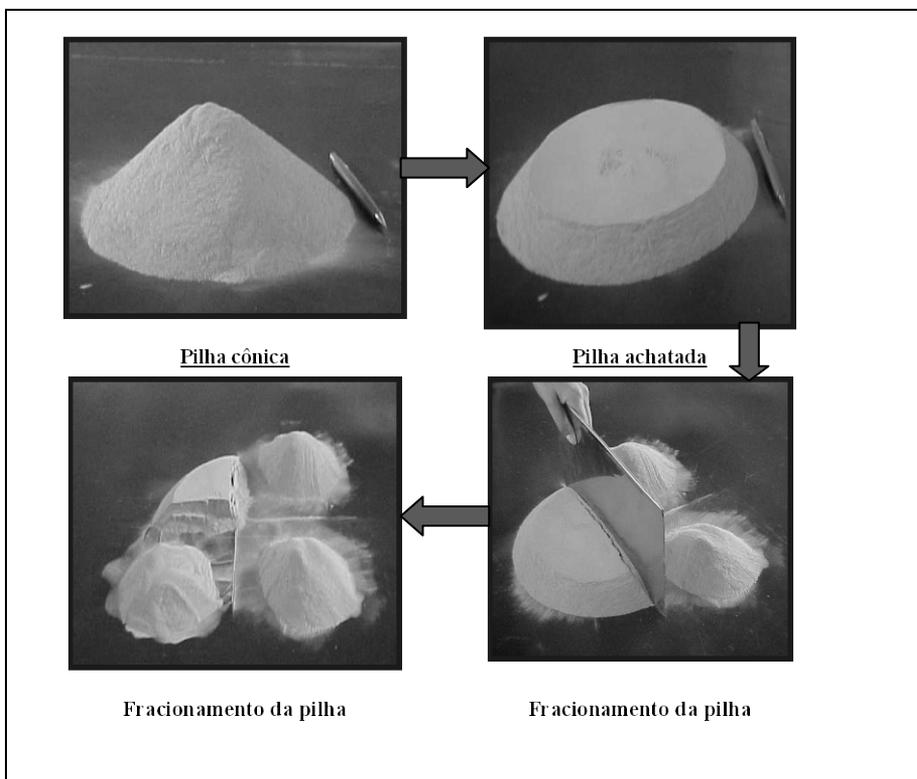


Figura 14 – Representação das etapas de fracionamento das pilhas cônica e achatada.

Pilhas Longitudinais

As pilhas longitudinais são formadas tomando-se o material e distribuindo-o ao longo de uma linha sobre o chão ou lona. Para construção da pilha, a primeira fração do minério é distribuída da esquerda para a direita, a segunda, da direita para a esquerda sobre a primeira e assim sucessivamente. A quantidade de minério em cada fração, tomada no lote inicial, deve ser suficiente para distribuí-la ao longo de toda a pilha, com velocidade constante. O material constituinte das extremidades deve ser retomado, sendo distribuído novamente ao longo da pilha.

A pilha formada deverá ser dividida em segmentos, utilizando-se a largura da pá como medida, os quais devem ser numerados como mostrado na Figura 15. O quarteamento é feito formando-se duas novas pilhas com as seções alternadas. A primeira tomando-se as porções de índices pares e a outra, as de índices ímpares. Caso seja necessário, repete-se a operação com uma das pilhas. Na Figura 15 estão ilustradas as etapas de formação da pilha longitudinal.

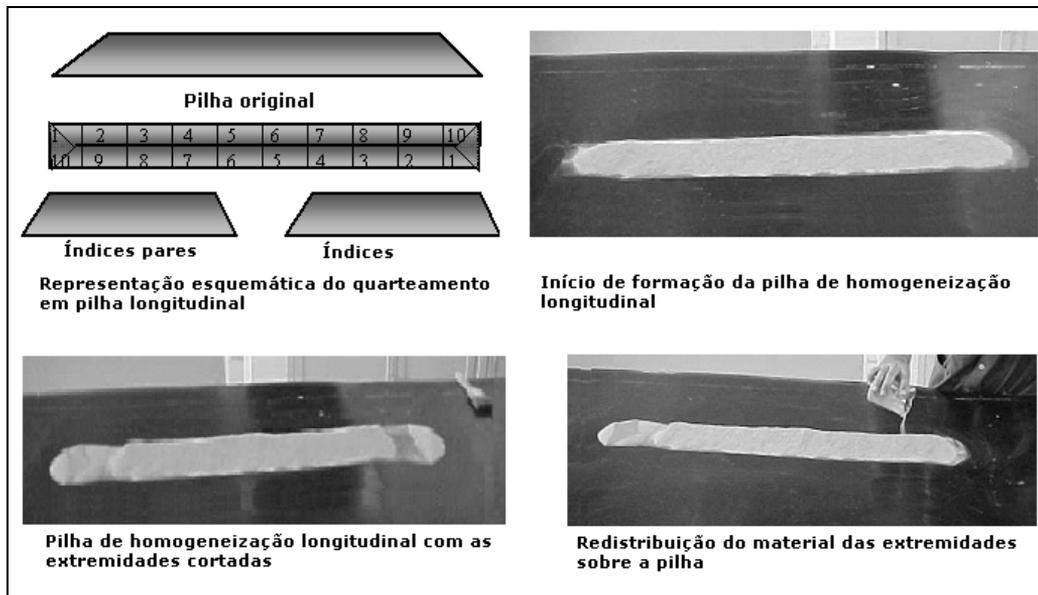


Figura 15 – Representação esquemática do quarteamento e etapas de preparação da pilha de homogeneização longitudinal.

Divisor de *Riffles* ou Quarteador Tipo Jones

O quarteador tipo Jones é constituído por uma série de calhas inclinadas (inclinação $> 45^\circ$) montadas, alternadamente, para um lado ou para outro. Abaixo do término dessas canaletas, são colocadas as caixas para recolhimento do material, uma do lado esquerdo e outra do lado direito. O número de calhas deve ser par e estas devem ter a mesma largura, sendo, no mínimo, três vezes o tamanho da maior partícula do lote a ser quarteado. Quanto maior o número de calhas, maior será a representatividade das amostras obtidas. A quantidade de amostra a ser adicionada no quarteador deve ser suficiente para cobrir o conjunto de calhas do mesmo. Além disso, a forma de distribuição da amostra sobre as calhas deve ser uniforme, isto é, não deve ser concentrada em uma parte das calhas, principalmente, quando o quarteador não dispõe de um retentor da amostra no fundo do silo de alimentação, como ilustrado na Figura 16.

O procedimento prático para a utilização do quarteador tipo Jones inclui a homogeneização inicial do lote e a distribuição do minério na calha central do divisor. O operador deverá colocar a amostra a ser quarteada, que deverá estar praticamente seca, na posição central da grade, de maneira lenta e contínua, para evitar a obstrução das calhas. Isso pode ser executado com uma pá ou com um terceiro recipiente coletor da amostra. Na Figura 16 observam-se as etapas de quarteamento em quarteador Jones.



Figura 16 – Ilustração sequencial do quarteamento de uma amostra em um quarteador Jones.

Divisão por Incrementos

Este método é aplicado, principalmente, em minérios de baixo teor e/ou minérios muito heterogêneos. As seguintes etapas devem ser seguidas:

- (i) escolher os equipamentos adequados ao quarteamento, de acordo com a granulometria do lote, como elucidado na Figura 17 e Tabela 2.
- (ii) homogeneizar a amostra e espalhá-la em uma lona, formando um retângulo;
- (iii) usando uma régua, dividir a amostra em quadrados com aresta próxima a duas vezes a largura da pá;
- (iv) com a pá selecionada, retirar um incremento de cada quadrado com a pá cheia, e, além disso, o movimento de coleta deve ser iniciado na parte inferior do quadrado.

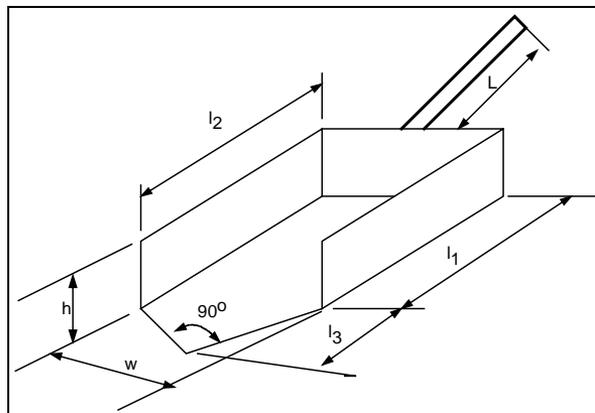


Figura 17 – Esquema ilustrativo do tipo de pá utilizada na tomada de incrementos no processo de amostragem.

Tabela 2 – Especificações de pás utilizadas nas partilhas de amostras.

Tamanho Máximo (mm)	Volume (mL)	Dimensões (mm)					Espessura (mm)
		w	h	l ₁	l ₂	l ₃	
1	15	30	15	30	25	12	0,5
3	40	40	25	40	30	15	0,5
5	75	50	30	50	40	20	1
10	125	60	35	60	50	25	1
15	200	70	40	70	60	30	2
20	300	80	45	80	70	35	2
30	400	90	50	90	80	40	2
40	800	110	65	110	95	50	2
75	4.000	200	100	200	170	80	2
100	7.000	250	110	250	220	100	2
125	10.000	300	120	300	250	120	2
150	16.000	350	140	350	300	140	2

Mesa Homogeneizadora/Divisora

Este equipamento consiste de uma calha vibratória, com vazão e altura de descarga variáveis, que descreve uma trajetória circular sobre uma mesa, sendo esta alimentada por um silo e acionada por um motovariador. A amostra alimentada no silo deve estar seca.

A mesa homogeneizadora e divisora (Figura 18) proporciona a formação de uma pilha circular, com seção triangular, que pode ser quarteada utilizando um dispositivo constituído de dois interceptores triangulares, articulados e reguláveis pelo deslizamento de seu suporte em um aro graduado. Esse aro pode ser colocado em qualquer posição da mesa.

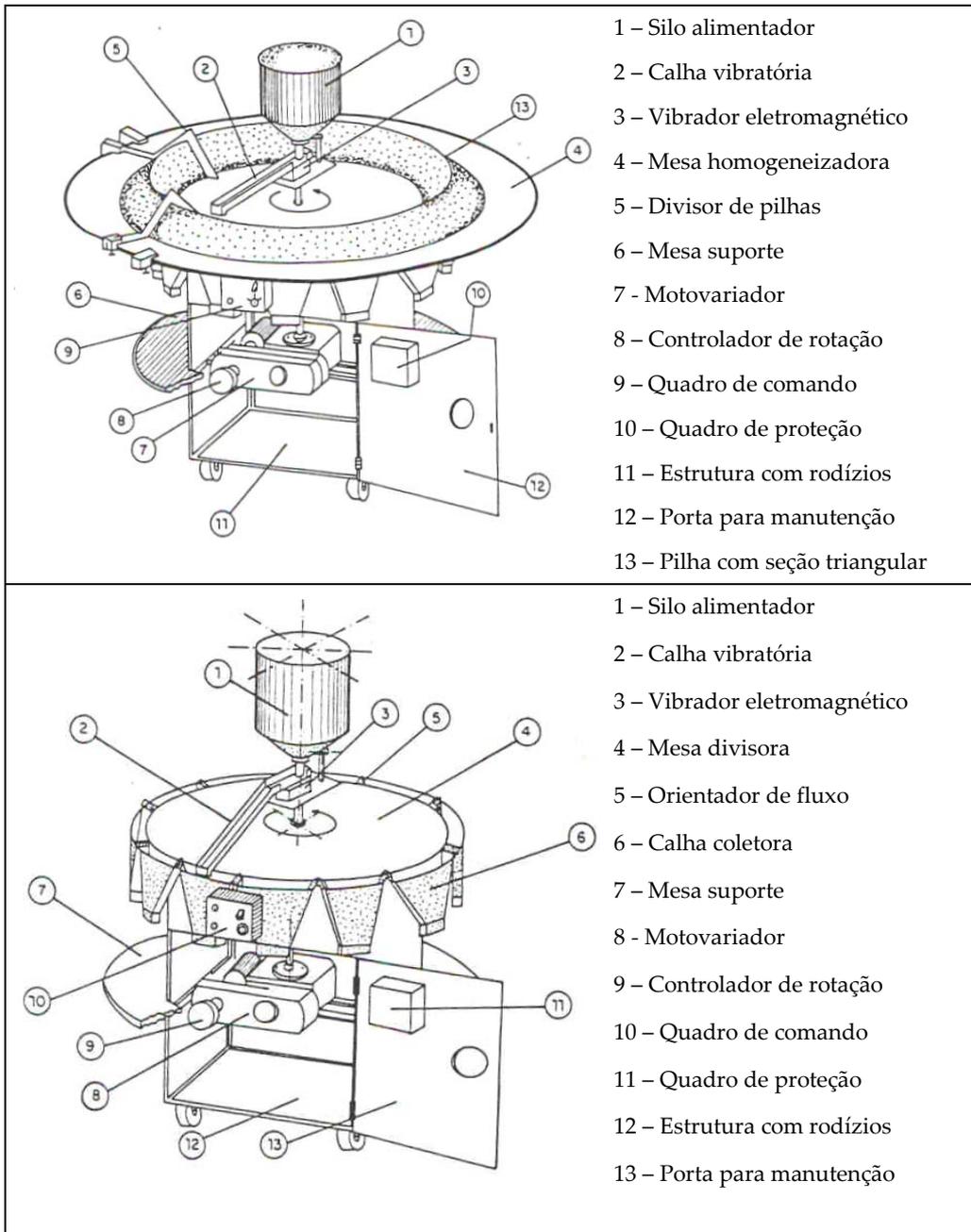


Figura 18 – No primeiro plano, mesa homogeneizadora de amostra, e no segundo, mesa divisora de amostra (Luz *et al.*, 1984).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Allen T. Sampling of Powders. In: Scarllet, B. (Ed.). Particules size measurement, powder technology series. London: Third Edition, 1981, p.1-35.
- Assis, S. M.; Salum, M. J. Aulas Práticas de Tratamento de Minérios. Universidade Federal de Minas Gerais. Departamento de Engenharia de Minas. Belo Horizonte, 1993.
- Bolfarine, H. e Bussab, W.O. Elementos de amostragem. Instituto de Matemática e Estatística da Universidade de São Paulo. Versão Preliminar. Julho, 2000.
- Eickmers, A. D. e Hollis, N. T. Statistics an introduction. New York: MacGraw - Hill Book Company, 1967, 585p.
- Goes, M. A. C.; Luz, A. B. e Possa, M. V. Amostragem. In: Luz, A. B., Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). Tratamento de minérios. 4ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p.19-54.
- Gy, P. Sampling for analytical purposes. John Wiley & Sons, West Sussex, England, 1998.
- Ladeira, A. C. Q. Teoria e prática de amostragem. Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, abril, 1987 (Seminário).
- Luz, I. L. O; Oliveira, M. L. O.; Messias, C. F. Homogeneizador/quarteador de minérios: projeto e construção. In: Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Hidrometalurgia, 10, Belo Horizonte, 1984.
- Merks, J. W. Sampling and weighing of bulk solids. Trans Tech Publication, Karl Distributors, Rockport. USA, 1985.

CAPÍTULO 2 – DETERMINAÇÃO DAS DENSIDADES DE SÓLIDOS E DE POLPA

João Alves Sampaio

Engenheiro de Minas/UFPE, Mestre e Doutor em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Tecnologista Sênior do CETEM/MCT

Fernanda Arruda Nogueira Gomes da Silva

Licenciada em Química - Instituto de Química/UFRJ, Mestre em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Doutoranda em Química Inorgânica - Instituto de Química/UFRJ

1. INTRODUÇÃO

As propriedades das substâncias podem ser classificadas como intensivas e extensivas. As propriedades intensivas não dependem do tamanho da amostra, enquanto as propriedades extensivas dependem do tamanho da amostra. As propriedades intensivas são mais úteis, já que uma substância exibirá sempre a mesma propriedade intensiva, independentemente da quantidade que estiver examinada (Brady e Humiston, 1986). A densidade de uma substância é uma propriedade intensiva, obtida pela razão entre duas propriedades extensivas (Atkins e Jones, 2001). Esta grandeza é definida como a razão entre a massa de uma determinada substância, que, no processamento mineral, pode ser uma amostra de rocha, minério ou mineral, e o seu volume (Atkins e Jones, 2001).

Ademais, a densidade é função dos raios dos átomos e íons que constituem os minerais, quer dizer, depende da forma como esses constituintes arranjam-se na estrutura cristalina dos minerais. Assim, o peso atômico do potássio é 1,7 vezes maior que o do sódio, e a densidade do KCl (1,98) é menor que a do NaCl (2,17). A diferença dos raios atômicos entre o K^+ (1,33) e Na^+ (0,98) justifica essa diferença e explica o pronunciado efeito sobre o volume dessas substâncias cristalinas. Entretanto, as variações periódicas da densidade com o número atômico não se repetem igualmente com a periodicidade dos números atômicos. Essa discrepância pode esclarecer porque a faixa de valores da densidade dos minerais varia desde pouco mais de 1,0 até 23,0, valores que são encontrados em alguns minerais, como aqueles do grupo do ósmio.

Matematicamente, a densidade (d) é a razão entre a massa de uma substância (m) e o seu volume (V) (Atkins e Jones, 2001).

$$d = \frac{\text{massa}}{\text{volume}} \quad \text{ou} \quad d = \frac{m}{V} \quad [1]$$

Em tratamento de minérios, o manuseio do minério se dá na forma de grãos e em grandes volumes. Há, portanto, a necessidade de se conhecer a densidade real e a densidade aparente:

- (i) densidade **real** ou **relativa** considera apenas o volume do conjunto de grãos que compõe a amostra, sem considerar o espaço vazio existente entre os grãos;
- (ii) densidade **aparente** considera o volume total da amostra, inclusive o espaço vazio entre os grãos que a compõem.

Portanto, a densidade real ou relativa de uma determinada amostra de um minério sempre será maior que sua densidade aparente.

A densidade relativa de uma substância pode ser obtida pela razão entre a sua densidade e a densidade de uma substância estabelecida como padrão (Andrade *et al.*, 2006.). O padrão usualmente escolhido é a água, cujo valor da densidade é $1,00000 \text{ g/cm}^3$ a 4°C . Assim, quando se afirma que um mineral tem densidade igual a 3,18, significa dizer que esse mineral é 3,18 vezes mais denso que a água.

A densidade aparente de uma substância é aquela determinada no ar, sem referenciar as flutuações do mesmo. Já a densidade real de uma substância é medida no vácuo. A densidade aparente da água a 20°C é $0,99715 \text{ g/cm}^3$ e a densidade real na mesma temperatura é $0,99823 \text{ g/cm}^3$ (Salvagnini, 2006).

Doravante, o termo densidade refere-se à densidade relativa ou real, um número adimensional.

Cabe lembrar que as denominações em inglês *specific gravity* ou *relative density* correspondem em português, à **densidade relativa** ou simplesmente **densidade**, isto é, um número adimensional (Dana, 1969). Entretanto, o termo em inglês *density* corresponde, em português, ao peso específico, ou seja, o peso por unidade de volume (Dana, 1969).

A densidade dos minerais é uma propriedade empregada como ferramenta auxiliar na identificação dos mesmos, além de ser usada também na concentração de minerais por meio dos processos gravíticos. Neste caso, a

diferença de densidade dos minerais é o fator predominante, e está associada a outros, como forma e tamanho das partículas. A densidade relativa de um minério é usada também na determinação da densidade de polpas desses mesmos minérios. A densidade aparente é usada para determinar o volume do minério ou do produto de um processo (alimentação, rejeito, concentrado e outros), a ser acondicionado em silos, vagões de trens, caçambas de caminhões, etc.

O método mais prático de se determinar, com precisão razoável, a densidade de uma rocha, de um minério ou de um mineral, é por meio da picnometria, que será discutido ao longo deste Capítulo, e as medidas de umidade, densidade, percentagem de sólidos referem-se à base seca em peso, salvo menção contrária.

A densidade de um sólido pode ser determinada pesando-o cuidadosamente e, em seguida, determinando-se seu volume. Se o sólido possui uma forma irregular, o que torna impossível medir suas dimensões, o seu volume pode ser determinado pelo método de deslocamento. Esse método consiste em determinar a massa da substância e transferi-la para um instrumento volumétrico graduado, parcialmente cheio com água (ou algum líquido no qual o sólido não flutue). O sólido deslocará um volume de líquido igual ao seu volume.

A densidade dos líquidos pode ser determinada analogamente à densidade dos sólidos, medindo-se a sua massa e determinando-se o seu volume. Entretanto, no caso dos líquidos, uma alteração relativamente pequena na temperatura pode afetar consideravelmente o valor da densidade. A determinação da densidade dos líquidos não é objeto deste capítulo.

2. MEDIDAS DE DENSIDADE DE SÓLIDOS

Determinação da Densidade Relativa de Sólidos (d_s)

Uma das técnicas utilizadas para medir a densidade de sólidos é o método do picnômetro. Um picnômetro consiste, basicamente, num balão de vidro com fundo chato, equipado com uma rolha também de vidro, através da qual passa um canal capilar, conforme ilustrado na Figura 1.

O volume dos picnômetros varia de 25 a 250 mL ou mais, dependendo da sua aplicação. Os mais usados possuem capacidades entre 25 e 100 mL. A Figura 1 ilustra exemplos de três picnômetros de mesmo volume utilizados para medir densidade de sólidos, em particular, de rocha, minérios ou minerais.

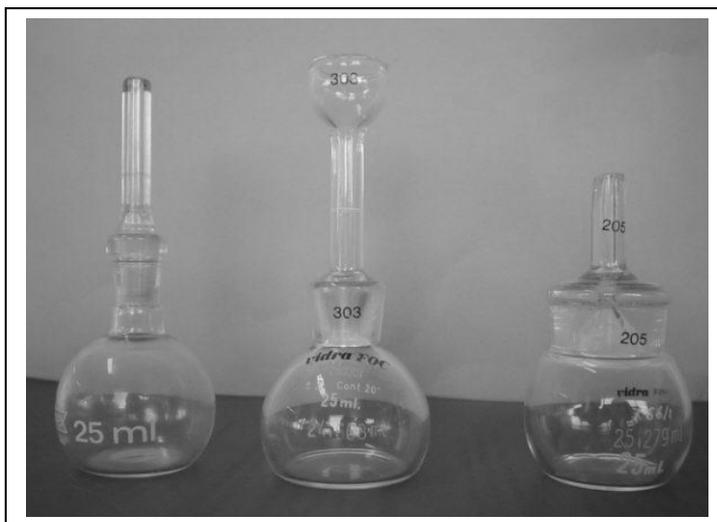


Figura 1 – Picnômetros utilizados para determinação de densidade de sólidos nos laboratórios do CETEM.

A determinação da densidade de um mineral por meio da técnica do picnômetro exige também uma balança de precisão, com, no mínimo, duas casas decimais. Para assegurar que o procedimento foi utilizado corretamente, recomenda-se a determinação da densidade em duplicata e, para obter boa reprodutibilidade, deve-se:

- (i) molhar, com água ou outro líquido utilizado no experimento, as partículas dos sólidos que constituem a amostra; recomenda-se ferver a água que será adicionada ao picnômetro;
- (ii) verificar se não há bolhas de ar aderidas às partículas ou à superfície interna do picnômetro;
- (iii) agitar o picnômetro com água e amostra antes do aquecimento e após o resfriamento.

Neste trabalho foi utilizada uma amostra de caulim dos pegmatitos do Rio Grande do Norte, cuja densidade foi determinada pelo método picnométrico. Para calcular a densidade da amostra de caulim, foi utilizada uma amostra representativa da original, com base na Equação [2].

$$d_s = \frac{(A_2) - (A_1)}{(A_4 + A_2) - (A_1 + A_3)} \quad [2]$$

onde:

d_s densidade dos sólidos;

A_1 massa do picnômetro (obtida no procedimento (i), abaixo);

A_2 massa do picnômetro + amostra;

A_3 massa do picnômetro + amostra + água;

A_4 massa do picnômetro + água.

O procedimento a seguir, usado na quantificação da densidade de uma rocha, minério ou mineral, descreve, passo a passo, a determinação da densidade relativa (d_s) (Silva, 2007).

- (i) Pesar o picnômetro vazio, previamente limpo e seco, em estufa, a 100°C e resfriado em dessecador.
- (ii) Encher o picnômetro com água até transbordar, secar a água que molha a superfície externa do mesmo e, em seguida, pesar o picnômetro com água.
- (iii) A diferença entre os pesos do picnômetro com água e sem água é a massa de água utilizada. Sabendo o volume de água colocada no picnômetro pode-se determinar a densidade da água ou de outro líquido utilizado.
- (iv) Adiciona-se a amostra de caulim no picnômetro e, em seguida, pesa-se todo o conjunto, obtendo-se o valor de A_2 . A massa da amostra é determinada pela diferença entre a massa do picnômetro com caulim e sem caulim (vazio), informação obtida no item (i).

- (v) A massa de água adicionada ao picnômetro com amostra é determinada pela diferença entre a massa do picnômetro com caulim e água (A_3) e a massa do picnômetro com caulim (A_2).
- (vi) O volume de água adicionado é obtido pela relação entre a densidade da água (obtida em iii) e a massa de água adicionada no picnômetro (obtida em v).
- (vii) O volume do caulim é determinado pela diferença entre o volume total do picnômetro e o volume de água adicionada (obtida em vi).
- (viii) A densidade do caulim é obtida pela relação entre a massa de caulim (obtida em iv) e o volume de caulim (obtido em vii).

A seguir um exemplo prático da determinação da densidade relativa (d_r) de uma amostra de caulim, utilizando um picnômetro com volume de 100 mL.

$$d_s = \frac{66,4756 - 51,6191}{(153,0480 + 66,4756) - (51,6191 + 161,5161)} = 2,33 \text{ g/cm}^3$$

Determinação da Densidade Aparente (d_a)

A determinação da densidade aparente, em base seca, consiste na medida do volume de uma determinada amostra do minério e pesagem da mesma.

Nas operações de laboratório e/ou unidades piloto, a medida do volume da amostra pode ser feita com auxílio de uma proveta ou de um balde graduado, ou ainda de outros recipientes, também graduados. Já no campo, ou nas unidades industriais, é comum realizar esta medida com auxílio de um tambor graduado ou outro equipamento de volume conhecido; pode ser inclusive a concha de uma carregadeira frontal, ou ainda a medida do volume de uma pilha de minério, com auxílio de técnicas topográficas etc.

Nas medidas da densidade aparente, é indispensável o uso de uma balança confiável para pesagem da amostra, que nem sempre está disponível no campo, bem como os equipamentos usados nas medidas dos volumes das

amostras. Esses procedimentos poupam o pesquisador de surpresas desagradáveis durante a realização do trabalho de pesquisa.

Como exemplo (Figura 2) foram feitas três determinações da densidade aparente (d_a) de três amostras, dos seguintes materiais:

- (a) RCD – Resíduo da Construção e Demolição;
- (b) caulim;
- (c) minério de fosfato.

Inicialmente foram medidos os pesos e os volumes de cada amostra. Foi tomado o volume de 1.000 cm³ para todas as amostras, cujos valores encontram-se a seguir:

Amostra de RCD

Granulometria entre 12 e 5 mm.

Volume 1.000 cm³.

Massa 1.366,17 gr

$$d_a = m/V = 1366,17/1000 = 1,37 \text{ g/ cm}^3.$$

Amostra de minério de fosfato

Granulometria abaixo de 3,5 mm.

Volume 1.000 cm³.

Massa 1.526,85 gr

$$d_a = m/V = 1.526,85/1000 = 1,53 \text{ g/ cm}^3.$$

Amostra de caulim

Granulometria abaixo de 9 mm.

Volume 1.000 cm³.

Massa 1.169,06 gr

$$d_a = m/V = 1169,06/1000 = 1,17 \text{ g/ cm}^3.$$

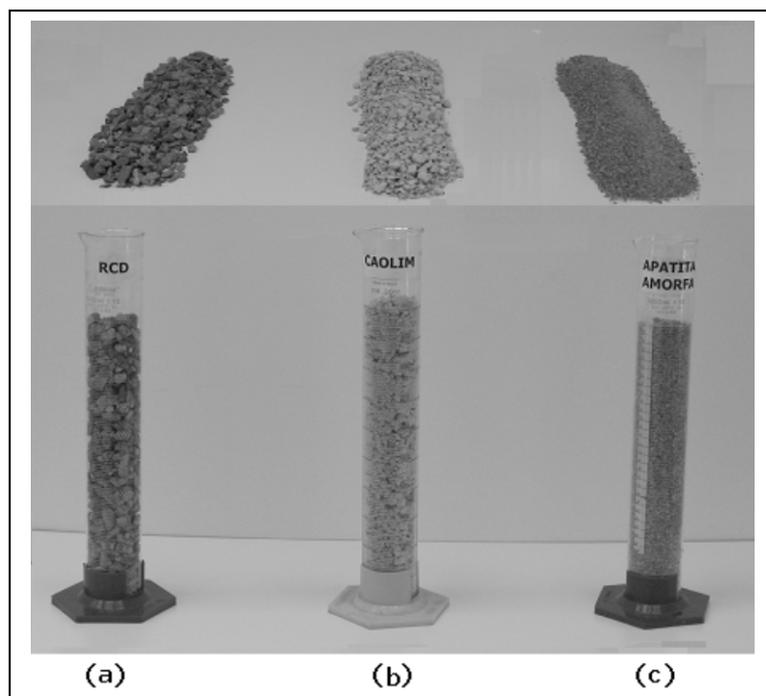


Figura 2 – Em (a), amostra de RCD; em (b), amostra de caulim e, em (c), amostra de minério de fosfato.

3. DETERMINAÇÃO DA UMIDADE, DENSIDADE DE POLPA (d_p) E PERCENTAGEM DE SÓLIDOS NA POLPA (%S).

No beneficiamento a úmido de minérios, há formação da polpa, que consiste na suspensão dos sólidos em água. Segundo Chaves (2002), há diversas vantagens de se tratar o minério por processos a úmido, dentre outras, destacam-se que a água:

- (i) funciona como meio de transporte e de separação;
- (ii) minimiza o calor gerado no processo, caso da moagem;
- (iii) impede a geração de poeiras nas diversas etapas do processo.

Quando o minério é manuseado, a água a ele associada pode ser quantificada de várias maneiras, pela: umidade, densidade de polpa ou ainda, percentagem de sólidos (%S).

Determinação da Umidade

A **umidade** é definida como o peso de água existente no minério, isto é, a água de superfície dividida pelo peso do minério seco. Quando o peso de água no minério atinge valores para os quais, a mistura água minério, torna-se uma suspensão, utiliza-se a percentagem de sólidos para o cálculo da água contida no minério, como será discutido posteriormente. Em tratamento de minérios, a **umidade** é sempre definida em base seca (bc) e em peso, salvo menção ao contrário (Chaves, 2002). O cálculo da umidade, expresso em (%), é feito com auxílio da Equação [3].

$$\text{umidade (\%)} = 100 \frac{(\text{massa úmida}) - (\text{massa seca})}{\text{massa úmida}} \quad [3]$$

Exemplo 1

Nas operações de unidade piloto, o operador pesou uma amostra molhada e, em seguida, após secagem, efetuou a segunda pesagem para tomada do peso seco. Verificou que o peso da amostra molhada foi 54 kg e o peso da amostra seca foi 51 kg. Pergunta-se qual o valor da umidade da amostra antes e depois da secagem?

No caso da amostra molhada, calcula-se a umidade em (%), segundo a Equação [3], isto é, a percentagem de água contida no minério:

$$\text{umidade (\%)} = 100 \frac{54 - 51}{54} = 5,56$$

Logo, o valor da umidade é de 5,56%, ou seja, para cada 100 kg da mistura minério água, 5,56 kg são de água.

No caso da amostra seca, considerando que o operador secou completamente a amostra, conclui-se que o valor da umidade é zero, pois não existe mais água de superfície na amostra.

Determinação da Densidade de Polpa (d_p)

Durante as operações de tratamento de minérios nas escalas de laboratório, piloto e industrial, há necessidade de se conhecer a **densidade da polpa (d_p)**, desde que essas operações sejam conduzidas a úmido. Trata-se de um parâmetro importante que o pesquisador, engenheiro e operador de unidades de tratamento de minérios deverão sempre controlar. Para a sua determinação, deve-se antes determinar, por picnometria, a densidade (d_r) dos sólidos (minério, concentrado, rejeito e outros) que compõem a polpa.

A Equação [4] expressa o valor da densidade de polpa (d_p) em função da massa total da polpa (m_p) e do volume total da polpa (v_p), ou seja:

$$d_p = \frac{m_p}{v_p} \quad [4]$$

Há disponível na literatura (Steffenson, 1985) uma tabela com os valores da densidade de polpa correspondentes a diferentes valores da densidade dos sólidos. Isto permite determinar a densidade de polpa, desde que se conheça a densidade dos sólidos, determinada por picnometria.

Determinação da Percentagem de Sólidos (%S)

A percentagem de sólidos é muito usada na prática de tratamento de minérios, para avaliar a quantidade de sólidos na polpa, a razão sólido/líquido, entre outros. Assim, a estabilidade da polpa, fator importante nos processos de beneficiamento de minérios, depende da: percentagem de sólidos; viscosidade da polpa; agitação, densidade dos sólidos, entre outras.

Nas operações de laboratório, utilizam-se percentagens de sólidos próximas àquelas praticadas nos circuitos pilotos e industriais. Como exemplo, ensaios de flotação em laboratório, na maioria dos casos, são realizados com percentagem de sólidos entre 15 e 35%, e este valor deve ser utilizado na etapa piloto ou industrial.

A expressão da Equação [5] permite calcular a percentagem de sólidos (%S) na polpa em função da densidade (d_s) dos sólidos e da densidade de polpa (d_p) na qual estão contidos esses sólidos (Wills, 1988). Assim, para a densidade da água igual a 1.000 kg/m³, tem-se:

$$(\%S) = 100 \frac{d_s (d_p - 1.000)}{d_p (d_s - 1.000)} \quad [5]$$

Nas operações contínuas em escala piloto e industrial é comum medir o fluxo de polpa (f_p) em m^3/h , a densidade de polpa (d_p) em kg/m^3 e a densidade dos sólidos (d_s) em kg/m^3 . Segundo Wills (1988), o fluxo de sólidos secos (f_s) ou massa de sólidos, em kg/h , pode ser calculado por meio da expressão da Equação [6].

$$(f_s) = \frac{(f_p)(d_s)(d_p - 1.000)}{(d_s - 1.000)} \text{ (kg/h)} \quad [6]$$

Determinação da Densidade de Polpa e da Percentagem de Sólidos (%S), por meio da Balança Marcy

A balança Marcy (Figura 3) é um equipamento prático e muito utilizado nas operações de usinas de beneficiamento de minérios, sendo utilizada para medição da densidade de polpa, de sólidos e de líquidos, com leituras rápidas, sem a necessidade de utilização de gráficos, ábacos ou a realização de cálculos matemáticos. Com este equipamento é possível obter leituras diretas das densidades de polpas e de líquidos com densidades de sólidos na faixa de 1,2 a 7,8.

O conjunto consiste de uma balança e um recipiente em aço inoxidável com 1.000 cm^3 de capacidade e 12 discos indicadores intercambiáveis (Tabela 1) com diferentes intervalos de leituras de densidade.

Exemplo 2

Numa operação, em usina piloto, tomou-se uma amostra (1 L em 7 s) do fluxo de polpa de quartzo. A densidade de polpa ($d_p = 1.400 \text{ kg/m}^3$) foi determinada por meio de uma balança calibrada. Calcular a percentagem de sólidos (%S) em peso e o fluxo de sólidos da polpa.

A densidade (d_s) do quartzo é 2.650 kg/m^3 e, de acordo com a Equação [5]:

$$(\%S) = 100 \frac{2.650(1.400 - 1.000)}{1.400(2.650 - 1.000)} = 45,9\%$$

Fluxo volumétrico da polpa (f_p) = $1/7 \text{ L/s} = 3.600/7000 = 0,51 \text{ m}^3/\text{h}$

O fluxo de sólidos (f_s) pode ser calculado com auxílio da Equação [6].

$$(f_s) = \frac{(0,51)(2.650)(1.400 - 1.000)}{(2.650 - 1.000)} = 327,70 \text{ kg/h}$$

Os exemplos 1 e 2 ilustram, de forma clara, que as grandezas aqui discutidas são muito úteis nas operações de usinas pilotos e industriais.

Exemplo 3

O operador de uma unidade piloto precisa preparar uma polpa ($V = 100 \text{ L}$ e $d_p = 2,8$) de ferro/silício ($d_s = 6,8$). Quais as quantidades de ferro/silício e água que devem ser adicionadas ao recipiente para formar essa polpa?

$$v_p = 100 \text{ L} = 0,10 \text{ m}^3 \quad d_p = 2800 \text{ kg/m}^3$$

$$d_s = 6800 \text{ kg/m}^3$$

A massa da polpa (m_p) é dada pela Equação [4].

$$m_p = d_p \times v_p = 2800 \times 0,100 = 280 \text{ kg}$$

A percentagem de sólidos (%S) na polpa é dada pela Equação [5].

$$(\%S) = 100 \frac{6800(2800 - 1.000)}{2800(6800 - 1.000)} = 75,34\%$$

A massa de ferro/silício é calculada por:

$$M_{\text{Fe/Si}} = 280,00 \times 0,75 = 210 \text{ kg}$$

A massa (kg) de água é calculada por:

$$\text{Massa de água} = (\text{massa da polpa}) - (\text{massa de Fe/Si})$$

$$\text{Massa de água} = (280) - (210) = 70 \text{ kg} = 70 \text{ L}$$

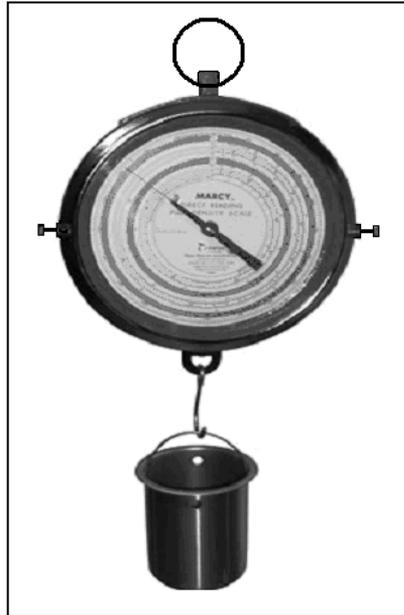


Figura 3 – Ilustração da balança Marcy com recipiente de aço inoxidável usados na determinação de densidade de polpas e da percentagem de sólidos.

Tabela 1 – Relação dos discos indicadores da densidade dos sólidos secos usados na balança Marcy.

ND	Densidades dos Sólidos Secos						
1	2,2	2,6	2,8	3,2	3,6	4,0	4,4
2	1,2	1,3	1,4	1,5	1,6	1,7	1,8
3	1,7	1,8	1,9	2,0	2,1	2,2	2,3
4	2,2	2,3	2,4	2,5	2,6	2,7	2,8
5	2,6	2,7	2,8	2,9	3,0	3,1	3,1
6	3,0	3,1	3,2	3,3	3,4	3,5	3,6
7	3,4	3,5	3,6	3,7	3,8	3,9	4,0
8	3,8	3,9	4,0	4,1	4,2	4,3	4,4
9	4,2	4,3	4,4	4,5	4,6	4,7	4,8
10	4,6	4,8	5,0	5,2	5,4	5,6	5,8
11	5,6	5,8	6,0	6,2	6,7	6,6	6,8
12	6,6	6,8	7,0	7,2	7,4	7,6	7,8

ND – Número do disco.

Calibração da Balança Marcy

A calibração da balança consiste em encher o recipiente de aço inoxidável com água limpa até o limite de 1.000 cm³. Esse limite de 1.000 cm³ é indicado pelo vazamento da água através dos furos laterais do recipiente. A seguir, o operador pendura o recipiente cheio de água na alça da balança, gira o parafuso de ajuste, localizado sobre a alça da balança, até que o ponteiro indicador esteja na posição vertical, isto é, indicando 1.000 no disco de leitura. Após este procedimento a balança estará calibrada.

Determinação da Densidade de Polpa

A princípio, operador enche o recipiente de aço inoxidável com a polpa de minério até o limite de 1.000 cm³, em seguida pendura o recipiente cheio de polpa na alça da balança e, então, ler a densidade de polpa na faixa externa do disco da balança.

Determinação da Percentagem de Sólidos na Polpa (%S)

Primeiro, o operador deve verificar a densidade relativa dos sólidos secos, para ler a %S, diretamente, na balança Marcy. Em seguida, seleciona o disco apropriado em função da densidade dos sólidos secos. Na manobra seguinte pendura o recipiente cheio de polpa na alça da balança. A percentagem de sólidos estará indicada à direita do número da densidade real nos anéis vermelhos, brancos e amarelos do disco.

Exemplo 4

Uma leitura de 44% sólidos e 2,2 de densidade real também indicará 39% sólidos com 2,6 de densidade real e 35% sólidos com 3,2 de densidade real.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Andrade, J. C.; Custódio R. e Collins, C. H. www.chemkeys.com/bra/md/eddns-2/adddds-3/adddd-3.htm> acesso em: julho, 2006.
- Atkins, P. e Jones, L. Princípios de Química: questionando a vida moderna e o meio ambiente, Porto Alegre: Bookman, 2001, p.39-40.
- Brady, J. E. e Humiston, G. E. Química Geral, vol. 1, 2ª ed., Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 1986, p.14-17.
- Chaves, A. P. Noções básicas. In: Chaves, A. P. (Ed.). Teoria e Práticas do Tratamento de Minérios.v. 1, São Paulo: Signus Editora, 2002, p.1-78.
- Dana, J. D. Manual de Mineralogia, Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 1969.
- Salvagnini, W. www.hottopos.com.br/regeq3/densidad.htm> acesso em: julho, 2006.
- Silva, F. A. N. G. Estudos de Caracterização Tecnológica e Beneficiamento do Caulim da Região Borborema – Seridó. 2007. Dissertação (Mestrado). Rio de Janeiro: COPPE/UFRJ.
- Stephenson, W. B. Tables conversions and equivalents. In: Weiss, N. L. (Ed.). SME mineral processing handbook. vol. 2.. New York, 1985, p.37-9/37-26.
- Wills, B. A Mineral processing technology. Pergamon Press. Oxford, 1988, p.71-165.



PARTE II CLASSIFICAÇÃO



CAPÍTULO 3 – ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR PENEIRAMENTO

João Alves Sampaio

Engenheiro de Minas/UFPE, Mestre e Doutor em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Tecnologista Sênior do CETEM/MCT

Fernanda Arruda Nogueira Gomes da Silva

Licenciada em Química - Instituto de Química/UFRJ, Mestre em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Doutoranda em Química Inorgânica - Instituto de Química-UFRJ

1. INTRODUÇÃO

O peneiramento é um dos métodos mais antigos na área de processamento mineral e, até hoje, é usado com aplicação comprovada numa variedade de indústrias e nas mais diferentes áreas. Na área mineral, o peneiramento pode ser utilizado na separação por tamanho, no desaguamento, na deslamagem, na concentração e em muitas outras combinações dessas aplicações.

Em tratamento de minérios, a separação por tamanho ou o peneiramento foi concebida pelo homem no seu esforço para extrair da terra os metais de que precisava. As referências mais antigas sobre peneiramento são encontradas nas descrições dos métodos de mineração por volta de 150 a.C. Naquela época, os gregos e romanos reportavam-se à peneira como prancha ou pele perfurada, isto é, cheia de buracos, ou usavam tecidos de cabelo humano e até de cavalo.

No século XV, os alemães introduziram as primeiras telas de arame, mostrando os sinais do primeiro avanço tecnológico no peneiramento de minérios e, assim, foram iniciadas operações mecanizadas com o uso de telas de arame. Isso resultou num acréscimo significativo na produção das etapas de britagem e peneiramento, com maior exatidão nas medidas de tamanho dos produtos. Desse modo, iniciava-se o processo de qualificação dos produtos minerais a serem comercializados.

Ao mesmo tempo, a indústria estabeleceu especificações de tamanho com base em ensaios de peneiramento, entretanto, não havia nenhuma relação entre as aberturas das telas das peneiras. Com o avanço no processo de qualidade dos produtos, surgiu a necessidade de um padrão de referência para o peneiramento de minérios. Desse modo, apareceram os padrões de comparação, isto é, as chamadas séries de peneiras, como a Tyler. Isso facilitou não só o controle das operações de fragmentação como também os produtos finais advindos das mesmas.

Em termos técnicos, o peneiramento é compreendido como um processo de classificação de partículas por tamanho. Embora fatores como forma e densidade das partículas sejam significativos nesse processo, o tamanho da

partícula ainda é o fator predominante na classificação por tamanho. Em geral, o peneiramento, nas operações de laboratório, de material fino, compreende a faixa granulométrica desde 37 até 10 μm (Valire e Wennens, 1980).

O processo de peneiramento fino pode ser usado tanto a seco quanto a úmido, todavia o peneiramento de material fino, em laboratório, é feito a úmido e a alimentação do minério é feita, segundo uma polpa, minério e água. As partículas menores transportadas pelo fluido passam pelas aberturas da tela. No caso das operações contínuas, tanto piloto como industrial, a separação se completa em um comprimento, relativamente curto, da tela da peneira. As operações contínuas só são possíveis com a fração grossa. Quando o líquido não mais existe na tela, esta atua como um transportador vibratório no percurso, até que nova adição de água seja efetuada para facilitar a remoção de partículas finas, ainda remanescentes (Carriso, 2004).

No peneiramento a seco, as partículas rolam sobre a superfície da tela e são expostas às aberturas das mesmas por várias vezes, numa verdadeira disputa probabilística na tentativa de encontrar a abertura da tela. Para assegurar a eficiência do peneiramento, o processo a seco utiliza peneiras, cujas telas são mais longas que aquelas usadas no processo a úmido. Por essa e outras razões, as peneiras usadas no peneiramento fino a seco são dimensionadas com base em unidade de alimentação por área unitária (t/h/m^2), enquanto no processo a úmido considera-se t/h/m .

O peneiramento de minérios finamente moídos é de extraordinária importância para o tratamento de minérios, pois, além de incluir uma das características essenciais ao produto final, facilita o processo de separação e/ou concentração. Na prática, ocorre a classificação do minério, usualmente, em hidrociclones para os minérios finamente moídos.

Neste capítulo são abordados os procedimentos práticos de peneiramento em escala de laboratório, acompanhados de uma descrição sucinta dos tamanhos das amostras utilizadas.

2. PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Nos ensaios de peneiramento, é essencial o conhecimento dos tamanhos das amostras global e final a serem obtidas com a devida representatividade. É conclusivo que os procedimentos de amostragem devem prover amostras capazes de gerar resultados consistentes em todos os ensaios e/ou análises subseqüentes. A utilização de métodos de amostragem inadequados compromete a representatividade da amostra final e, em conseqüência, os resultados. Desse modo, não se deve coletar amostras de forma aleatória sem o devido cuidado com a utilização correta das técnicas de amostragem. Como lembrete deve-se mencionar que, nos vértices dos cones de amostragens, concentra-se a maior parte das partículas finas, enquanto, na base dos mesmos, as grossas.

Ao se realizar uma operação de amostragem, torna-se necessário o uso de equipamentos apropriados para se obter amostras representativas e não comprometer os resultados da pesquisa. Como exemplo, a amostragem de fluxos contínuos requer equipamentos que permitam a tomada de amostra na seção reta do fluxo, em breves intervalos de tempo, os quais foram pré-estabelecidos pelo engenheiro responsável pela pesquisa. Neste capítulo não há detalhes sobre os procedimentos de amostragem, entretanto, o leitor poderá encontrá-los no Capítulo 1, bem como em Góes *et al.*, 2004.

Cone e Pilha de Amostragem

Em laboratório e unidade piloto, é muito comum a homogeneização e o quarteamento das amostras para peneiramento, segundo cones e pilhas. Essas técnicas permitem a obtenção de pequenas amostras (alíquotas) representativas da amostra global. Inicialmente, a amostra deve ser misturada para garantir sua homogeneidade e, em seguida, constrói-se o cone. Na etapa seguinte, o cone é dividido em quatro partes iguais, e aquelas diametralmente opostas são tomadas como amostra final ou como amostra para construção de um novo cone. A operação se repete até se obter uma amostra final com a quantidade ajustada ao ensaio de peneiramento devidamente planejado. A seqüência dessas operações está ilustrada na Figura 1.

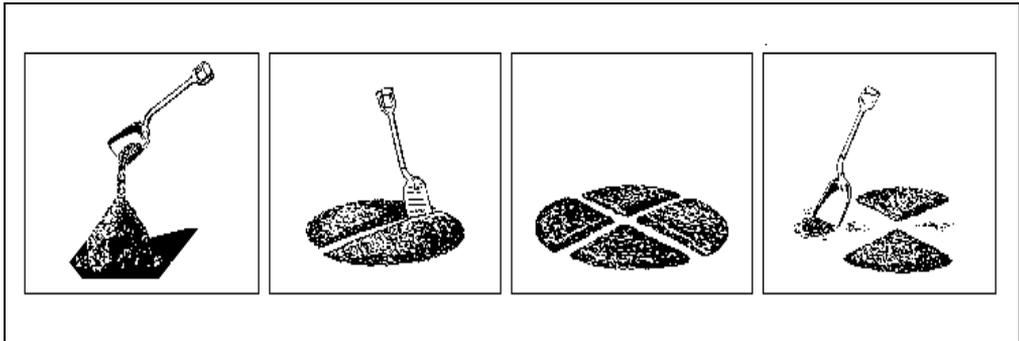


Figura 1 – Ilustração da coleta de amostra, segundo o cone de amostragem.

Uma alternativa para redução do volume de amostra, necessária aos ensaios de peneiramento, consiste no uso de quarteadores Jones, conforme ilustrado na Figura 2. Neste caso, a amostra é quarteada em duas partes ou, no caso dos quarteadores múltiplos, em um quarto ou menos. Quando se usa o quarteador simples, retorna-se uma das partes para um novo quarteamento e, assim, sucessivamente até se obter a alíquota na quantidade desejada.

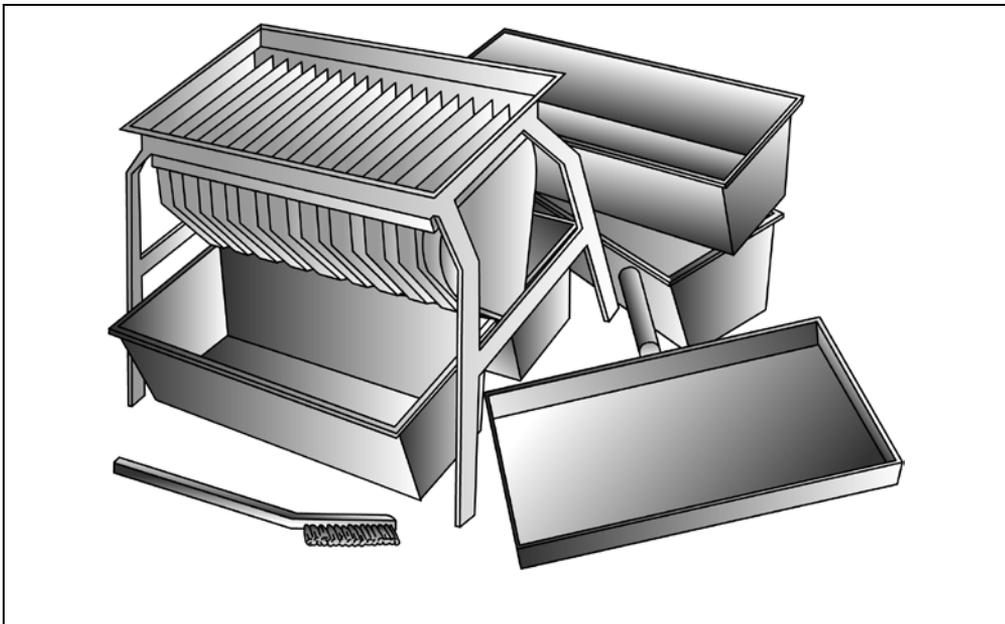


Figura 2 – Representação esquemática de um quarteador Jones usado em laboratório.

A pilha de homogeneização é também muito utilizada na preparação e obtenção de amostras para ensaios de peneiramento. A pilha com seção reta na forma prismática consiste no método mais simples e prático de homogeneização e quarteamento de amostras em laboratório, em unidade piloto e até industriais. Entre as principais vantagens desse método destacam-se:

- (i) obtenção de alíquotas com quantidades previamente determinadas;
- (ii) simplicidade da operação, com ausência de equipamentos especiais, o que favorece a execução da amostragem em qualquer lugar.

Assim, em laboratório, são obtidas amostras ideais para análises granulométricas e outras análises, quando necessárias. Observa-se, na Figura 3(a), uma pilha de homogeneização e, em (b), tomadas das alíquotas representativas da amostra global.

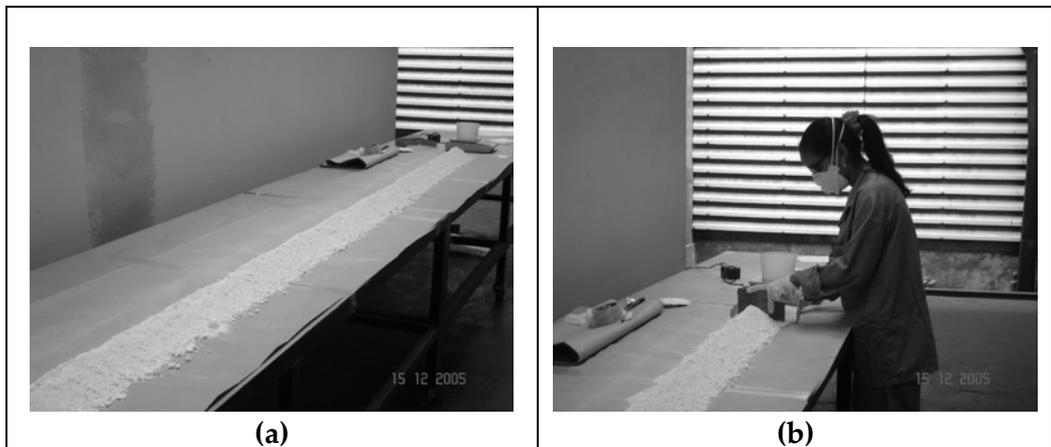


Figura 3 – Pilha de homogeneização. Em (a), vista geral do material na pilha e, em (b), tomadas de alíquotas para ensaios em laboratório.

Séries de Peneiras e Padronização

A padronização das peneiras foi um dos avanços qualitativos dado ao processo de peneiramento de minérios. Neste caminho foram concebidas várias séries de peneiras, segundo critérios semelhantes. Uma sugestão, aceita pelos fabricantes de peneiras, foi dada pelo professor alemão R. von Rittinger, na qual ficou estabelecida que a razão entre as aberturas de duas peneiras sucessivas é constante e igual a $\sqrt{2}$, enquanto a razão entre as áreas é igual a 2.

Assim, foi criada uma série de peneiras (Tabela 1) conhecida também como série Tyler $\sqrt{2}$, além de outra complementar chamada série Tyler $\sqrt{2}$ (Kelly e Spottiswood, 1982). Para se construir a série Tyler $\sqrt{2}$, basta tomar como referência a peneira (peneira referência) com abertura de 0,074 mm (200 malhas) e multiplicar esse valor por $\sqrt{2}$. O produto obtido corresponde à abertura da peneira imediatamente superior àquela da peneira referência, isto é, 0,104 mm (150 malhas). A operação se repete sucessivamente até completar a série.

De modo análogo, para determinar o valor da abertura da peneira imediatamente inferior àquela da peneira referência, divide-se o valor 0,074 mm (abertura da peneira referência) por $\sqrt{2}$ e, assim, sucessivamente. Os resultados estão listados na Tabela 1, cujos valores, em negrito, correspondem à série Tyler $\sqrt{2}$. Na série Tyler há uma preferência pelo uso da abertura da peneira em malhas. Assim, quando se fala em uma peneira de 200 malhas, significa que em uma polegada linear da tela há 200 aberturas, e cada abertura corresponde a 74 μm .

Tabela 1 – Série Tyler de peneiras com aberturas em malhas com valores correspondentes em mm, μm e polegada.

Abertura (Malha)		Aberturas	
Série Tyler	(mm)	μm	Polegada
2 ½	8,000	8000	5/16
3	6,730	6730	0,265
3 ½	5,613	5613	0,221
4	4,800	4800	0,185
5	4,000	4000	0,157
6	3,400	3400	0,131
7	2,840	2840	0,110
8	2,400	2400	0,093
9	2,000	2000	0,079
10	1,700	1700	0,065
12	1,420	1420	0,055
14	1,200	1200	0,046
16	1,000	1000	0,039
20	0,850	850	0,0331
24	0,710	710	0,0278
28	0,600	600	0,0234
32	0,500	500	0,0197
35	0,425	425	0,0165
42	0,355	355	0,0139
48	0,300	300	0,0117
60	0,250	250	0,0098
65	0,212	212	0,0083
80	0,180	180	0,0069
100	0,150	150	0,0058
115	0,125	125	0,0049
150	0,104	104	0,0041
170	0,090	90	0,0035
200	0,074	74	0,0029
250	0,063	63	0,0025
270	0,053	53	0,0021
325	0,045	45	0,0017
400	0,037	37	0,0014
635	0,020	20	0,00079

Fonte: Tabela Krebs Engineers

3. PROCEDIMENTO PARA ENSAIOS DE ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

Nos ensaios de análise granulométrica, devem ser considerados o peso da amostra utilizada, o tempo e a precisão do ensaio, além da forma como será conduzido o ensaio: a seco, a úmido ou a forma combinada úmido/seco.

Na determinação do peso da amostra, deve ser considerado o tipo de amostra, o teor do mineral minério, a granulometria do material, entre outros. Com relação aos minérios com granulometria grossa, isto é, abaixo de 50 mm, em muitos casos, são tomadas amostras de 10,0 kg ou mais. Nos casos dos minérios finamente moídos, a quantidade de amostra varia no intervalo de 200 a 600 g. Em todas as situações, o tamanho das amostras depende da finalidade da análise granulométrica, isto é, das análises subseqüentes com as frações resultantes do ensaio granulométrico, entre outros. Não se deve utilizar quantidade excessiva da amostra sobre a peneira. Neste caso, muitas partículas finas ficarão inclusas nas grossas, sem a chance de se exporem à abertura da peneira. Entende-se que a amostra deve ser bastante para que cada fração retida seja representativa e sua quantidade seja suficiente para as análises subseqüentes. O uso da metodologia adequada e boa experiência laboratorial tornam-se instrumentos indispensáveis a uma análise granulométrica confiável, ou seja, com resultados consistentes.

O tempo do ensaio está ligado, entre outros, aos seguintes fatores: natureza e granulometria do minério, precisão e finalidade do ensaio. Minérios com granulometria grossa requerem tempo menor de peneiramento. Ao contrário, para aqueles com granulometrias finas, torna-se essencial a operação com tempos mais longos, para que todas as partículas tenham a chance de se exporem às aberturas de cada peneira. Além disso, para melhorar a eficiência do peneiramento, recomenda-se a realização do ensaio a úmido.

Antes de iniciar qualquer ensaio de peneiramento, o bom operador confere o estado de conservação das peneiras, bem como os demais equipamentos a serem usados. Esses devem estar em ótimas condições operacionais para não comprometerem os resultados dos ensaios. Logo, ao final de cada ensaio, é obrigação do mesmo operador deixar todos os equipamentos em perfeitas condições de uso. É preciso lembrar que imputa-se boa parte da qualidade dos resultados obtidos nos ensaios às condições

operacionais dos equipamentos e ao seu estado de conservação, responsabilidade básica dos seus usuários.

Ensaio a Seco

Os ensaios a seco são indicados para minérios com granulometria grossa e quantidades mínimas da fração fina. O método para realização dos ensaios fundamenta-se também na seleção das peneiras a serem usadas. As amostras devem ser secas em estufas para evitar o efeito da umidade no peneiramento. Amostras úmidas podem se aglomerar e mascarar os resultados dos ensaios.

A amostra deve ser adicionada na peneira superior (Figura 4a) e então se liga o peneirador. Após a operação remove-se toda a coluna de peneira do peneirador e coloca-se sobre uma bancada. A duração do ensaio é função da natureza do minério e da habilidade do operador.

Remove-se a peneira superior da coluna, isto é, a de malha mais grossa e encaixa-se na mesma um fundo cego. Em seguida realiza-se um peneiramento manual para remoção da fração fina ainda retida na malha.

Na etapa seguinte, verte-se a fração passante, retida no fundo cego, na peneira de abertura imediatamente inferior.

Repete-se a operação, sucessivamente, até a última peneira do teste, isto é, aquela de menor abertura. Para finalizar o ensaio, as frações retidas são pesadas de forma precisa e servem de base para o cálculo da distribuição granulométrica. Após o ensaio, conduz-se a limpeza das peneiras, removendo-se as sujeiras residuais com um pincel especial e, em seguida, são acondicionadas e guardadas para os próximos ensaios. Assim, parcialmente, fica assegurada a reprodutibilidade dos futuros ensaios.

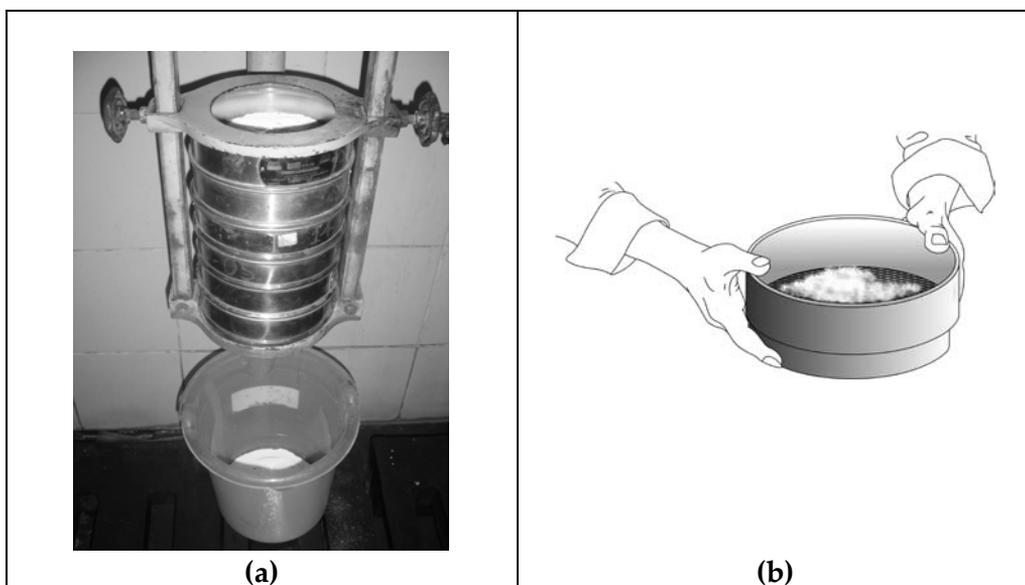


Figura 4 – Em (a), série de peneira Tyler no peneirador vibratório, em (b), peneira encaixada no fundo cego para peneiramento manual da fração final, ainda residual.

Ensaio a Úmido

Em princípio, a amostra é empalpada, seguida da sua dispersão feita com uma percentagem de sólidos na faixa de 40 a 50%. A etapa de dispersão consiste em realizar a atrição da polpa em um condicionador de polpa, operando com rotação da ordem de 1.200 rpm, com tempo de atrição da ordem de 10 min, dependendo do caso. Na maioria dos casos, emprega-se um dispersante com o objetivo de assegurar a dispersão das partículas e facilitar o seu peneiramento, principalmente, quando o minério contém elevada quantidade de argila, por exemplo caulim. O dispersante mais utilizado é o silicato de sódio Na_2SiO_3 ou hexametasilicato de sódio $\text{Na}_2(\text{Na}_2\text{SiO}_3)_6$. Por essa e outras razões, esse método é indicado para os minérios com fração fina, em especial os argilosos.

Após a dispersão transfere-se a polpa para uma coluna de peneiras previamente selecionada. Procede-se o ensaio, cuja duração está ligada à natureza do minério, à quantidade da fração fina, entre outros aspectos.

A boa prática recomenda evitar o uso excessivo de água. O encerramento do ensaio deve acontecer quando o operador observar que ocorreram simultaneamente as duas condições seguintes:

- (i) a água coletada na saída está tão limpa quanto a água nova adicionada na entrada;
- (ii) não há mais partícula de minério, na fração passante na peneira de menor abertura.

Na etapa seguinte, removem-se todas as frações retidas nas peneiras e, em recipientes apropriados, estas são secas em estufa com temperatura não superior a 150°C. Finalmente, é realizada pesagem de cada fração, para o cálculo da distribuição granulométrica.

Ensaio Úmido/Seco

Em muitos casos, o minério contém uma fração fina, cujas partículas estão aglomeradas em decorrência da tensão superficial resultante da umidade ou da atração eletrostática. Em outras situações, as partículas finas estão aderidas às grossas. Como consequência, num peneiramento a seco, essas partículas são retidas nas peneiras de aberturas maiores ou obstruem as peneiras com aberturas menores, ou seja, peneiras de malhas finas. Portanto, há necessidade da remoção dessa fração fina para não mascarar os resultados do ensaio. Nesse caso, o peneiramento a seco impede a reprodutibilidade dos resultados e compromete, sobretudo, a consistência dos mesmos. A alternativa consiste em combinar os peneiramentos a úmido e a seco, utilizando a peneira com abertura de 37 μm . Esse procedimento, com a vantagem de ser mais rápido que o úmido, resume-se em cinco etapas: dispersão, lavagem, secagem, peneiramento a seco e pesagem das frações.

A dispersão da polpa (primeira etapa) é feita conforme procedimento previamente descrito neste trabalho.

Na segunda etapa procede-se à lavagem da amostra. Para tal, utiliza-se a peneira com abertura de 37 μm , para remover a fração fina. Por ser a tela dessa peneira delicada, empregam-se as chamadas peneiras de alívio, quais sejam, aquelas cuja função é aliviar o excesso de carga sobre a peneira de 37 μm . O número das peneiras de alívio e as aberturas das suas telas dependem

do tipo de minério, da quantidade da fração grossa contida no mesmo e da habilidade do operador.

Na etapa seguinte conduz-se o peneiramento com auxílio de um peneirador vibratório (Figura 5), com adição de água. A operação prossegue até que não haja partículas de minério no fluxo de água de descarga.

Nesse momento, suspende-se a operação de lavagem e retira-se a fração grossa (areia), que será secada em estufa. A fração fina, chamada de lama, é filtrada, secada e pesada. Recomenda-se cuidado especial com a adição da água de lavagem na entrada, já que, sua adição em excesso, prejudica a operacionalidade do ensaio. Para facilitar a operação de filtragem da fração fina, aconselha-se o uso de floculante, desde que não haja necessidade do uso posterior dessa fração em ensaios que utilizem reagentes tensioativos, por exemplo, flotação.

A secagem das frações granulométricas é feita em estufa, cuja temperatura não pode exceder 150°C, evitando-se, de igual maneira, a perda de massa dos materiais voláteis porventura existentes. As peneiras não devem ser usadas como recipientes de secagem das amostras. Assim, o operador não as danifica, assegura a vida útil das mesmas, além de contribuir para a reprodutibilidade dos futuros ensaios, imprimindo qualidade e respeito técnico ao seu trabalho.

Na última etapa procede-se à análise granulométrica a seco da fração grossa, acima de 37 μm , com a composição completa da série de peneiras selecionadas para o ensaio, conforme previamente descrito nesta metodologia.



Figura 5 – Peneiramento a úmido, em escala de laboratório.

Distribuição Granulométrica

Após a secagem e pesagem de cada fração granulométrica, realiza-se o cálculo da distribuição granulométrica. Inicialmente, prepara-se uma tabela para apresentação dos dados obtidos, conforme o modelo da Tabela 2. O método de preenchimento encontra-se seguir.

A coluna **Abertura (μm)** corresponde às aberturas das peneiras utilizadas no ensaio.

A coluna **Peso (g)** refere-se às massas (g) da fração retida na peneira correspondente. Em seguida, somam-se esses valores, registrando o total na linha 17 e na coluna **Peso (g)**, no valor de 976,02.

A coluna **Porcentagem Retida** é obtida pela divisão do valor da massa retida em cada peneira pelo total da soma das massas, multiplicando-se o quociente por 100. O registro é feito na mesma linha, porém na coluna **Porcentagem Retida**. No caso, $83,44 \div 976,02 = 8,55$, que corresponde ao primeiro valor da linha 1 e da coluna porcentagem retida.

Na coluna **Percentagem Acumulada**, inicialmente, registra-se o valor da primeira linha correspondente à coluna **Percentagem Retida**, na mesma linha da coluna **Percentagem Acumulada**, isto é, $8,55 + 5,19 = 13,74$. Em seguida, soma-se esse valor àquele da linha seguinte e coluna anterior. Repete-se a operação com esse novo valor até o último valor da coluna **Percentagem Retida**.

Obtém-se a coluna **Percentagem Passante** subtrai do valor 100 aquele registrado na coluna **Percentagem Acumulada**, isto é, $100 - 8,55 = 91,45$. Registra-se a diferença na linha correspondente da coluna **Percentagem Passante**. Repete-se a operação até o último valor na coluna **Percentagem Acumulada**.

Todo esse procedimento pode ser feito de forma mais prática, com o uso de planilhas eletrônicas de cálculo, ou com o uso de calculadoras programáveis. Mesmo assim, é indispensável o conhecimento do cálculo de cada coluna dessa tabela e não simplesmente proceder às operações mecanizadas por meio de calculadoras e/ou aplicativos existentes nos variados tipos de computadores pessoais.

Para utilização desses resultados em relatórios, registram-se apenas os valores correspondentes às colunas: abertura, percentagens retidas e passantes. Também é comum expressar esses valores na forma de gráfico, ilustrado na Figura 6, ou, ainda, a forma combinada, tabela e gráfico. Neste caso, há também a disponibilidade de programas específicos em computadores pessoais.

A consistência dos resultados deve ser avaliada para verificar, em especial, a reprodutibilidade dos ensaios, ainda que realizados em duplicata. Uma avaliação preliminar do ensaio pode ser feita mediante a diferença entre o peso inicial da amostra e o peso final, ou seja, a soma de todas as massas retidas nas peneiras. Para ensaios realizados com procedimentos corretos, essa diferença não pode ser superior a dois pontos percentuais. Valores superiores indicam perdas significativas da amostra durante a realização do ensaio. Neste caso, aconselha-se a repetição do ensaio. Finalmente, deve-se utilizar balança de precisão.

Tabela 2 – Distribuição granulométrica típica de uma amostra de caulim, onde se utilizou a série de peneiras Tyler $\sqrt{2}$, ensaio realizado no CETEM.

Linha	Abertura (μm)	Peso (g)	Percentagens		
			Retida	Acumulada	Passante
1	3350	83,44	8,55	8,55	91,45
2	2623	50,61	5,19	13,74	86,27
3	1700	50,74	5,20	18,93	81,07
4	1170	44,07	4,52	23,45	76,55
5	830	51,26	5,25	28,70	71,30
6	589	54,95	5,63	34,33	65,67
7	420	38,27	3,92	38,25	61,75
8	290	36,51	3,74	41,99	58,01
9	210	24,78	2,54	44,53	55,47
10	150	20,00	2,05	46,58	53,42
11	100	14,50	1,49	48,07	51,93
12	74	12,16	1,25	49,31	50,69
13	53	19,38	1,99	51,30	48,70
14	45	2,71	0,28	51,58	48,43
15	37	10,54	1,08	52,66	47,35
16	-37	462,1	47,35	100,00	0,00
17	Total	976,02	100,00	-	-

- 37: material passante na peneira de 37 μm .

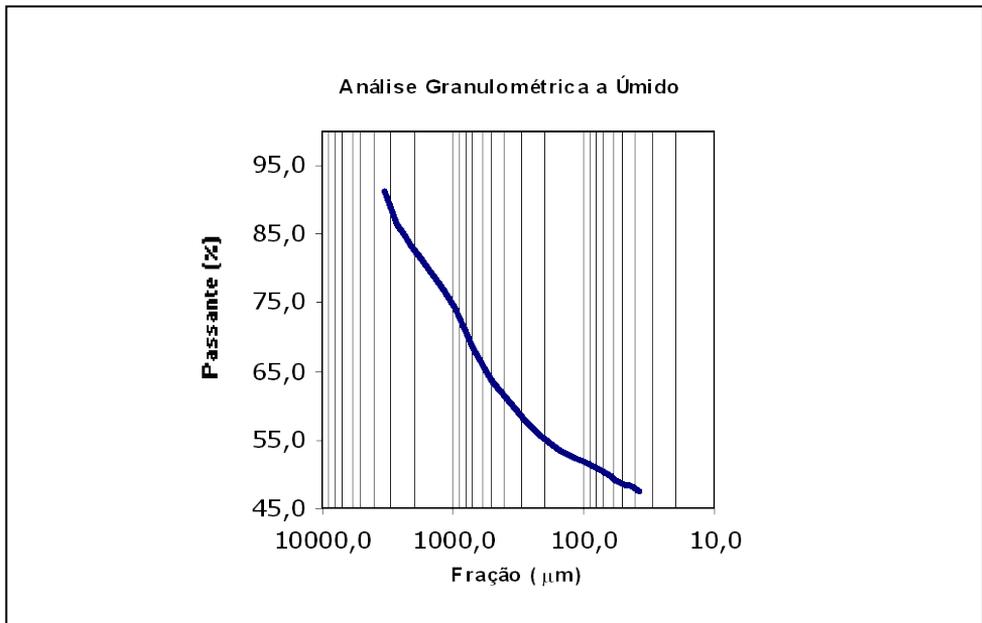


Figura 6 – Representação gráfica referente à distribuição granulométrica de uma amostra de caulim.

Eficiência do Peneiramento

A eficiência do peneiramento é fundamental ao processo de classificação por tamanho e, na prática, é análoga à recuperação, enquanto a análise por tamanho de uma determinada peneira é semelhante ao grau de liberação (Bothwell e Mular, 2002). A eficiência de peneiramento é expressa como a razão entre a quantidade real de minério que passa na abertura da tela da peneira e a quantidade na alimentação que deveria passar, ambas obtidas por meio de ensaio em laboratório. No peneiramento industrial, considera-se a eficiência máxima igual a 95%, cujo fator de eficiência corresponde a 1,0. Assim, compreende-se que não há, na prática, peneira com 100% de eficiência. Em termos percentuais, a eficiência (E) do peneiramento é expressa pela relação abaixo.

$$E = 100 \left(\frac{QE}{QA} \right) \quad [1]$$

onde:

- QE quantidade (%) efetiva de material que realmente passa na abertura da peneira;
- QA quantidade (%) de material contida na alimentação que deveria passar na abertura da peneira.

Fatores que Afetam a Eficiência do Peneiramento

Taxa de Alimentação – A capacidade do peneiramento é definida como a razão ótima de alimentação para encontrar as especificações requeridas dos produtos. Essa taxa, usualmente expressa como fluxo de massa seca (t/h), é um dos fatores mais críticos que afetam o peneiramento. A capacidade da peneira determinará o número de peneiras requeridas. No caso do peneiramento industrial, o excesso na alimentação (kg/h) da peneira resultará na direção errada das partículas e fluído para o fluxo retido, além da redução da vida útil da tela (Colman, 1980). Dependendo de outros fatores, a taxa ótima de alimentação pode ser feita até certo ponto sem uma diminuição significativa da eficiência. A capacidade de uma tela é determinada por meio de ensaios completos para otimizar todos os fatores que afetam a performance do peneiramento.

Percentagem de Sólidos – Em analogia ao item anterior, partículas da fração passante são transportadas pelo fluído (água) através das aberturas da tela. Neste caso, o volume de água necessário ao peneiramento afetará sua eficiência, que aumenta quando a percentagem de sólidos na polpa de alimentação diminui (Colman, 1980). Na prática, utiliza-se um valor da ordem de 20% de sólidos, independente da densidade dos sólidos. Por exemplo, eficiência elevada poderia ser obtida nos casos em que a percentagem de sólidos está situada em torno de 45% de sólidos na alimentação. Este é um caso típico de polpa de areia com densidade 2,6, ou seja, material com baixa quantidade de finos.

Para maximizar a eficiência do peneiramento, é comum a prática de classificação por tamanho com 10 a 15% de sólidos na polpa. A prática tem mostrado que esse procedimento proporciona melhores resultados, além de ser mais indicado que a adição de água diretamente sobre a tela da peneira. Todavia, cada caso possui suas peculiaridades que devem ser consideradas. Além disso, há que se considerar a viabilidade econômica do processo.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Bothwell, M. A., Mular, A. L. Coarse Screening In: Mular, L. A., Halbe, D. N., Barratt, D. J. (Ed.). *Mineral Processing Plant Design, Practice and Control Proceedings*. Littleton, Colorado, USA: SME, 2002, p.894-915.
- Carriso, R.C.C. e Correia, J.C.G. Classificação e peneiramento. In: Luz, A. B., Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). *Tratamento de minérios*. 4ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004., p.197-240.
- Colman G. K. Selection Guidelines for size and type of Vibrating Screens in ore Crushing Plants. In: Mular, A. L., BHAPPU, R. B. *Mineral Processing Plant Design*, 2nd Edition. Littleton, USA: SME, 1980, p.341-361.
- Goes, M. A. C.; Luz, A. B. e Possa, M. V. Amostragem. (Ed.). Luz, A. B., Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). *Tratamento de minérios*. 4ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004., p.19-54.
- Kelly, E. G. e Sopottiswwod, D. J. *Introduction to Mineral Processing*. Nova York: John Wiley Sons, 1982, p.169-197.
- Valire, S. B. e Wennen, J. E. Screening in Mineral Processing Operations. In: Mular, A.L., Bhappu, R.B. *Mineral Processing Plant Design*, 2nd Edition. Littleton, USA: SME, 1980, p.917-928.

CAPÍTULO 4 – ENSAIOS DE CLASSIFICAÇÃO GRANULOMÉTRICA POR MEIO DE CICLOCLASSIFICADOR

Paulo Fernando Almeida Braga

Engenheiro Químico/UFRRJ, Mestre em
Engenharia Mineral/EPUSP
Pesquisador do CETEM/MCT

Hudson Jean Bianchini Couto

Engenheiro Químico/UFRRJ, Mestre e Doutor em
Engenharia Química/COPPE-UFRRJ
Pesquisador do CETEM/MCT

1. INTRODUÇÃO

A classificação de minérios pode ser feita por elutriação centrífuga utilizando um conjunto de hidrociclones ligados em série, conforme ilustrado na Figura 1. Esse conjunto, denominado de cicloclassificador (*cyclosizer*), é utilizado na determinação da distribuição granulométrica de amostras de minérios, na faixa de, aproximadamente, 10 a 50 μm , para materiais com densidade similar à do quartzo (2,7). Essa faixa estende-se para granulometrias abaixo de 4 μm , caso dos minerais e/ou minérios mais pesados. Um exemplo típico é a classificação da galena com densidade igual a 7,5 (Wills, 1988).

A geometria de cada hidrociclone favorece a classificação, em decorrência dos diâmetros decrescentes na tubulação de entrada (alimentação) e de saída (*vortex*) na direção do fluxo. Essa redução dos diâmetros resulta em maiores velocidades da suspensão e forças centrífugas com intensidades elevadas no interior dos hidrociclones, promovendo um decréscimo do tamanho limite de separação das partículas (Wills, 1988).

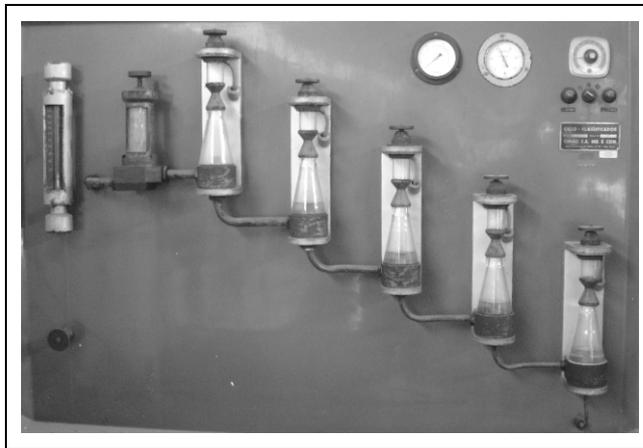


Figura 1 – Cicloclassificador com hidrociclones invertidos em série, existente no CETEM.

O equipamento é aplicado na classificação granulométrica na faixa fina, por exemplo, nas áreas de: processamento de minérios finos; fabricação de massa cerâmica; pigmentos; abrasivos e fertilizantes; metalurgia do pó; dentre

outras. Os ensaios são simples e o tempo requerido para uma classificação eficiente neste equipamento varia de 10 a 30 min. Além disso, possui a vantagem ímpar de separar as partículas em frações distintas, como ocorre no peneiramento. Essas análises são de elevada importância para determinar os teores dos minérios em cada fração granulométrica, algo impossível por meio de outros equipamentos modernos, como *Malvern* e *Sedigraph*.

O circuito completo do cicloclassificador está ilustrado na Figura 2 e consiste basicamente de cinco hidrociclones, instalados em série e posições invertidas. Outros componentes completam o circuito: um rotâmetro com escala em L/h, uma bomba d'água monobloco, reservatório de água para alimentação do sistema, manômetro montado na tubulação de descarga da bomba, termômetro para determinação da temperatura da água do reservatório e um dispositivo de controle de tempo, temporizador (*timer*) com alarme.

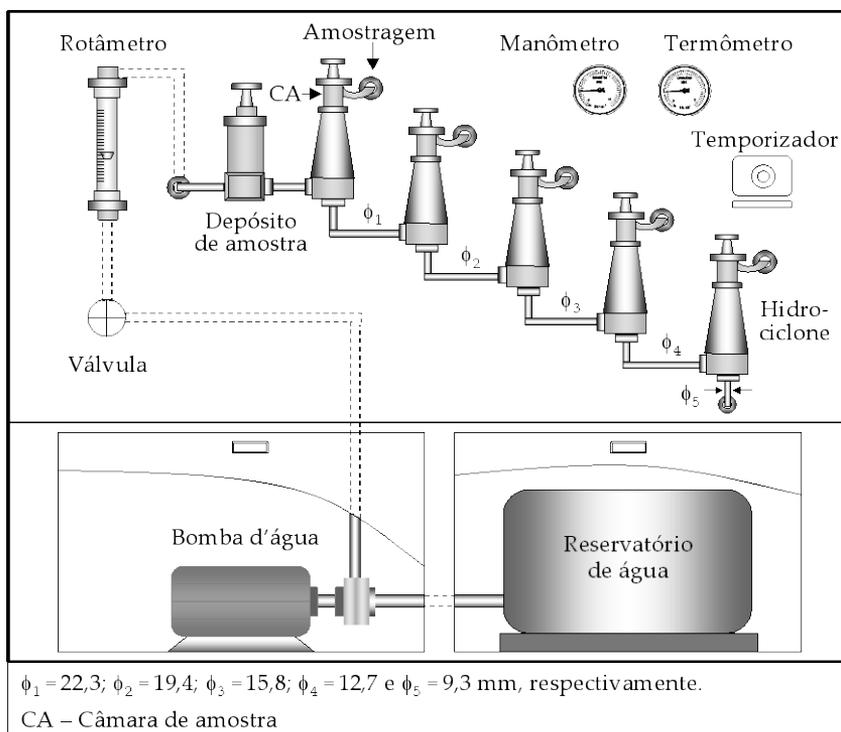


Figura 2 – Esquema ilustrativo do cicloclassificador, marca CIMAQ, modelo CL-501, existente na usina piloto do CETEM.

2. PRINCÍPIO DE FUNCIONAMENTO

Dimensões Limite e Efetiva de Separação das Partículas Mineraias

A fração grossa, resultante do processo de classificação em cada hidrociclone, é armazenada em câmaras de amostra (CA), situadas logo acima do *apex* dos hidrociclones (Figura 2). A fração fina é descarregada pelo vórtice do hidrociclone, que alimenta o seguinte e, assim, sucessivamente.

A fim de entender a classificação granulométrica em um cicloclassificador e compreender melhor os efeitos das variáveis operacionais do equipamento, aconselha-se a leitura do Capítulo 7 deste livro ou ainda: Wills, 1988; Mullar, 1980; Kelly, 1982, dentre outros.

Mesmo assim, alguns tópicos básicos são descritos a seguir. O hidrociclone consiste numa seção cilíndrica curta, na qual é feita a alimentação da suspensão por uma abertura tangencial, que é continuada por uma seção cônica. Na seção cilíndrica (câmara de entrada), encontra-se um tubo que sobressai do corpo, chamado *vortex* e na parte terminal da seção cônica existe uma abertura circular, chamada *apex*. Para fazer a classificação, uma suspensão de partículas sólidas num líquido é introduzida sob pressão através da abertura de alimentação.

A entrada tangencial e a forma cilíndrica submetem as partículas mineraias a uma aceleração centrífuga. Essa aceleração faz com que as partículas de maior diâmetro atinjam a parede externa mais rapidamente, em função do movimento helicoidal ascendente, descarregando as partículas grossas pela abertura do *apex*. O líquido remanescente com as partículas mais finas será descarregado pela saída do *vortex*, segundo as espirais descendentes na parte interna do hidrociclone.

Desse modo, existe, para cada hidrociclone, uma **dimensão limite de separação**, ou melhor, um diâmetro de separação, como se fosse a abertura de uma peneira, método aplicado às operações de peneiramento.

A dimensão limite de separação de partículas de um sistema de hidrociclone é a dimensão da menor partícula que o sistema retém após um número infinito de reciclagens do material retido na câmara de amostra.

Nos primeiros ciclos de operação, há uma eliminação preferencial das partículas mais finas e, à medida que o número de ciclos aumenta (tempos mais longos de elutriação), as dimensões retidas são aquelas mais próximas às dimensões limite de separação. Assim, desde que se ultrapasse um certo número de ciclos, a classificação poderá ser considerada efetiva, sendo a dimensão de separação denominada, neste caso, de **dimensão efetiva** de separação das partículas. A **dimensão efetiva** tende à **dimensão limite** de separação de partículas, quando o número de reciclagens tende ao infinito.

O funcionamento do cicloclassificador é simples e o equipamento pode ser aplicado nas operações de classificação de partículas finas, desde que:

- (i) a geometria do hidrociclone seja projetada, de forma a dar a **dimensão limite** de separação dentro de uma faixa útil;
- (ii) o hidrociclone seja projetado, de modo a prover uma reciclagem contínua do material descarregado pelo *apex*;
- (iii) a relação entre as **dimensões limite** e **efetiva** de separação de partículas possa ser expressa em termos de ciclos ou do tempo de reciclagem sob condições operacionais constantes;
- (iv) a água seja usada como meio líquido.

No cicloclassificador, as condições para reciclagem contínua dos sólidos da descarga do *apex* são conseguidas pela forma da montagem dos hidrociclones (com o *apex* verticalmente para cima) em série, com as câmaras fechadas deste dispositivo, que conferem à unidade a capacidade de conter os sólidos. Durante o teste, a fração mais grossa é recolhida no hidrociclone número 1 e a fração mais fina é recolhida no hidrociclone número 5.

Os procedimentos (operacional, de correção e de cálculo) que serão discutidos neste Capítulo foram obtidos com base no manual do equipamento da CIMAQ (Cicloclassificador, s.d.), com adaptações e melhorias de gráficos, figuras e algumas instruções.

3. VARIÁVEIS OPERACIONAIS E FATORES DE CORREÇÃO

Vazão, temperatura de água, massa específica das partículas e tempo de elutriação (decantação) são as variáveis mais importantes do processo de classificação por cicloclassificador. O controle destas variáveis determina as dimensões efetivas de separação das partículas dos cinco hidrociclones.

Na prática, o sistema trabalha de modo a proporcionar uma classificação dentro de uma faixa granulométrica predeterminada, sempre de acordo com a combinação das variáveis nas granulometrias especificadas. As dimensões da separação para outros conjuntos de valores poderão ser facilmente calculadas, desde que seja conhecida a dimensão efetiva da separação dos hidrociclones para um dado conjunto de valores das variáveis.

O cicloclassificador é fabricado de forma a ter as dimensões limites de separação iguais àsquelas ilustradas na Tabela 1, para variáveis operacionais com os valores padrão.

Tabela 1 – Dimensões limite de separação dos hidrociclones nas condições padrão.

Hidrociclone Nº	DL (μm)	Hidrociclone Nº	DL (μm)
01	44	04	15
02	33	05	11
03	23	DL – Dimensão Limite	

Os valores padrão das variáveis são:

- (i) vazão da água igual a 696 L/h;
- (ii) temperatura da água igual a 20°C;
- (iii) massa específica das partículas igual a 2,65 g/cm³;
- (iv) tempo de elutriação equivalente ao infinito.

A correção das variáveis é feita por meio de gráficos dos quais se obtém um fator de correção para cada variável, dentro da faixa operacional especificada. Para cada hidrociclone, a relação entre as dimensões limite e a efetiva de separação das partículas será dada pela Equação [1].

$$d_e = d_1 \cdot f_1 \cdot f_2 \cdot f_3 \cdot f_4 \quad [1]$$

onde:

d_e dimensão efetiva de separação das partículas do hidrociclone;

d_1 dimensão limite de separação das partículas do mesmo hidrociclone;

f_1 , f_2 , f_3 e f_4 são os fatores de correção para a temperatura, massa específica, vazão e tempo de elutriação, respectivamente.

Temperatura da Água

O fator de correção da temperatura é, basicamente, o mesmo da viscosidade (μ), que considera a viscosidade da água dentro da faixa de temperaturas operacionais do cicloclassificador. Conhecendo-se a dimensão efetiva ou o limite de separação (d_1) para um dado valor de temperatura, o valor correspondente à outra temperatura (d_2) pode ser calculado, segundo a lei de Stokes, pela Equação [2].

$$d_2 = d_1 \cdot \left(\frac{\mu_2}{\mu_1} \right)^{\frac{1}{2}} \quad [2]$$

Assim: $d_2 = d_1 \cdot f_1$

onde:

- (i) o índice 1 corresponde aos valores padrão (temperatura de 20°C);
- (ii) o índice 2 corresponde aos valores na outra temperatura;
- (iii) f_1 é o fator de correção da temperatura.

O gráfico da Figura 3 expressa o fator de correção f_1 , em função da temperatura da água. Para obtê-lo, marca-se no eixo das abscissas o valor de temperatura, em seguida, verifica-se o valor correspondente de f_1 no eixo das ordenadas, conforme ilustrado na Figura 3.

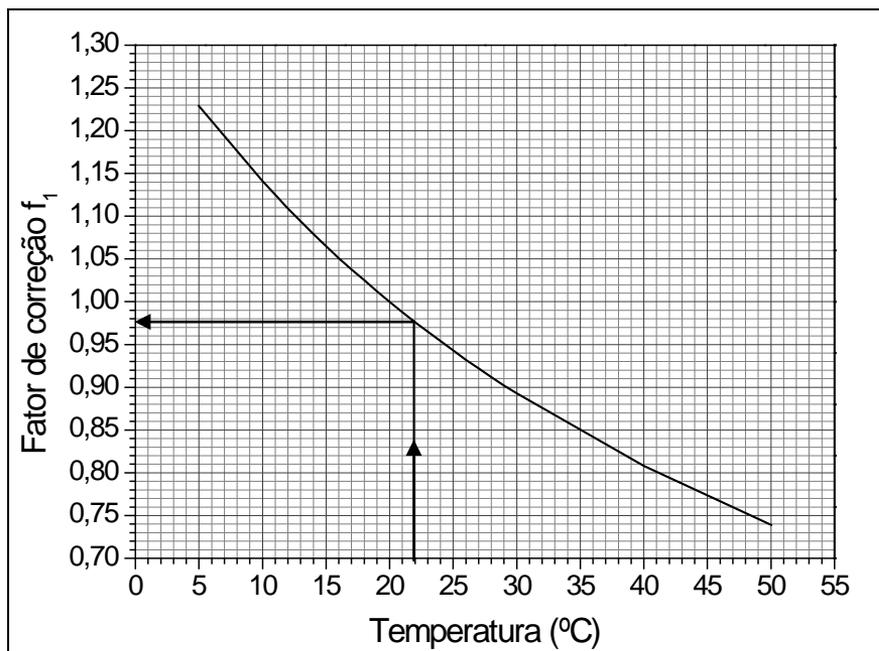


Figura 3 – Representação gráfica do fator de correção f_1 em função da temperatura.

Massa Específica da Partícula

O efeito das variações da massa específica da partícula segue, de forma semelhante, ao estabelecido na Lei de Stokes. Neste caso, as dimensões de separação das partículas são facilmente obtidas, considerando-se que a massa específica da partícula é diferente do valor padrão mencionado. O cálculo da dimensão efetiva d_2 pode ser obtido pela Equação [3].

$$d_2 = d_1 \cdot \left(\frac{\rho_1 - 1}{\rho_2 - 1} \right)^{1/2} = d_1 \cdot f_2 \quad [3]$$

onde:

d_1 dimensão limite da partícula;

ρ_1 massa específica da partícula na condição padrão, ou seja, 2,65 g/cm³.

f_2 fator de correção da massa específica da partícula, obtido com auxílio do gráfico da Figura 4.

O gráfico da Figura 4 expressa o fator de correção f_2 em função da massa específica das partículas em uma dada faixa de valores.

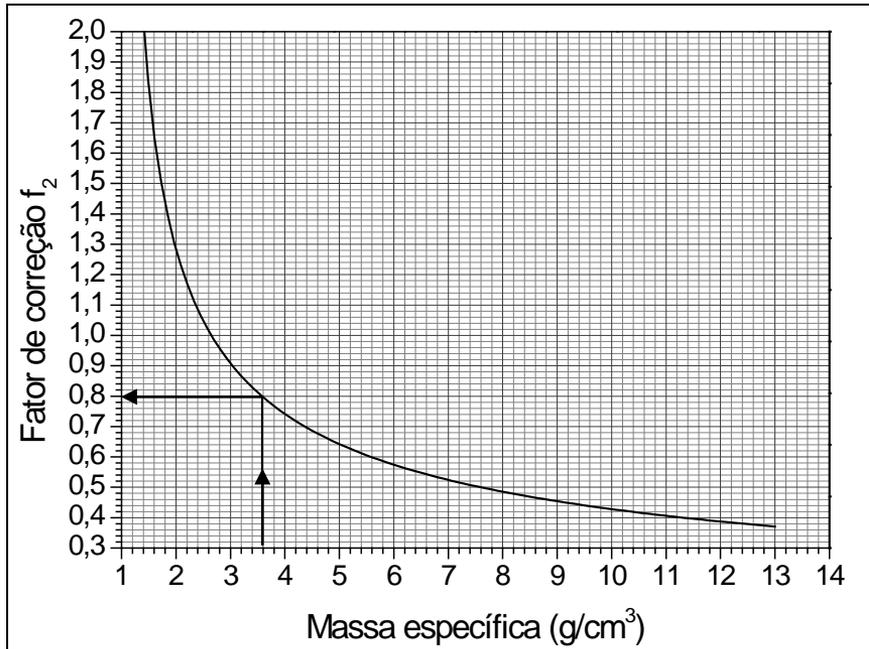


Figura 4 – Representação gráfica do fator de correção f_2 em função da massa específica.

Vazão da Água

A relação entre a vazão de água utilizada na elutriação e a dimensão limite de separação das partículas do hidrociclone é dada por Kelsall e McAdam (1963).

$$d_i = k \cdot (\text{vazão})^{-1/2} \quad [4]$$

onde:

k é uma constante.

Com a Equação [4], para duas vazões diferentes, a razão entre as dimensões limite será calculada pela expressão da Equação [5].

$$d_2 = d_1 \cdot \left(\frac{\text{vazão 1}}{\text{vazão 2}} \right)^{1/2} = d_1 \cdot f_3 \quad [5]$$

Sendo d_1 e vazão 1 os valores na condição padrão, vazão 2 é a vazão na condição do teste e f_3 é o fator de correção da vazão.

O gráfico da Figura 5 expressa o fator de correção f_3 em função da vazão na faixa de 450 – 900 L/h.

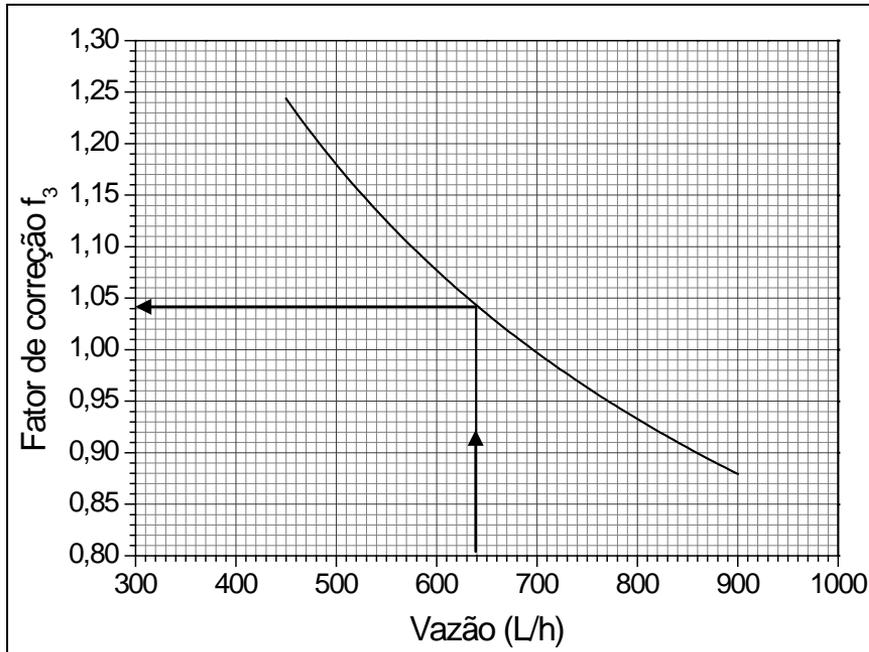


Figura 5 – Representação gráfica do fator de correção f_3 em função da vazão de água.

O efeito do aumento da vazão de operação acarreta uma diminuição da dimensão limite de separação das partículas do hidrociclone. É importante manter constante a vazão, dentro dos limites operacionais de medição do rotâmetro, durante o período ajustado para a elutrição. É importante que o valor da vazão não seja menor que o especificado, pois isso faria com que as partículas mais grossas acompanhassem o fluxo para o hidrociclone subsequente, até serem rejeitadas pelo sistema.

Embora as instruções operacionais sejam baseadas numa vazão padrão, não há motivos para desprezar o uso de outras vazões, desde que os fatores de correção adequados a essas vazões sejam usados para determinar a dimensão efetiva de separação dos hidrociclones. De fato, se houver eventual necessidade de se testar a distribuição com outras dimensões de separação, pode-se usar diversas vazões ainda na faixa de 480 a 900 L/h.

Tempo de Elutriação

O fator de correção do tempo, que deverá ser aplicado à dimensão limite para obter o valor da dimensão efetiva de separação, é determinado por meio de um processo de calibração. Na maioria dos hidrociclones, cada intervalo de tempo fixado para a elutriação, está associado a uma razão constante entre as dimensões limite e efetiva de separação. Assim, para um período de tempo t , tem-se:

$$f_4 = \frac{d_t}{d_i} \quad [6]$$

f_4 é o fator de correção do tempo de elutriação, obtido com auxílio do gráfico da Figura 6.

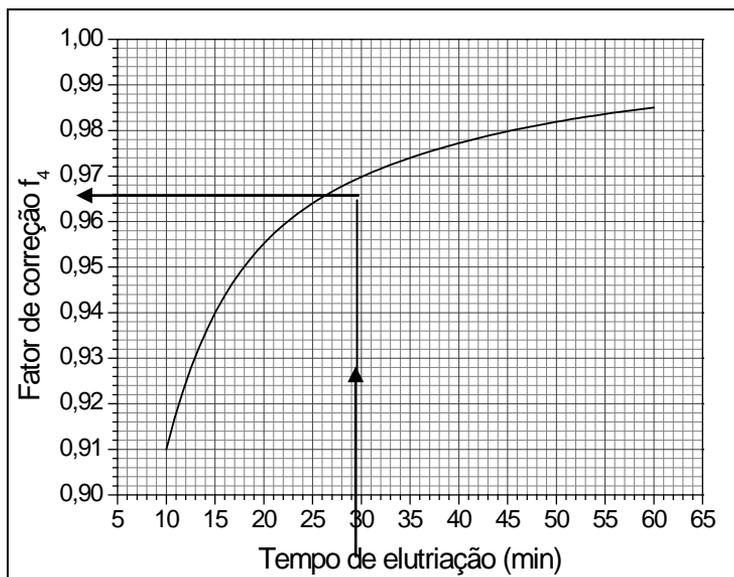


Figura 6 – Representação gráfica do fator de correção f_4 em função do tempo de elutriação.

4. CALIBRAÇÃO DO EQUIPAMENTO

Enquanto as características de classificação do cicloclassificador obedecem à Lei de Stokes, com um elevado índice de reprodutibilidade, não há um método direto para calcular as dimensões limite ou efetiva dos hidrociclones. Portanto, o conjunto precisa ser calibrado por meio de amostra padrão possuindo uma distribuição granulométrica conhecida. Para isso, determinam-se as dimensões limite de separação para os hidrociclones, com valores conhecidos da vazão, massa específica das partículas e temperatura. Na etapa seguinte corrige-se, novamente, de forma a obter as condições padrão, por meio da aplicação dos fatores de correção.

Ensaio repetidos com um cicloclassificador calibrado mostraram que as determinações da distribuição dos materiais dos quais mais de 50% são retidos nos cinco hidrociclones, cuidadosamente amostrados, podem ser duplicados de forma que a percentagem retida em cada hidrociclone terá uma precisão entre 1 e 2%, com uma segurança estatística de 95%. Na maioria dos casos isso corresponde a uma imprecisão em torno de 1 μm .

Na Tabela 2 constam os valores das dimensões limite, para os cinco hidrociclones do cicloclassificador CIMAQ CL-501-005 (existente no CETEM), calibrado nas condições padrão, utilizando padrão de quartzo abaixo de 74 μm da série *Tyler*.

Tabela 2 – Dimensões limite de separação para o cicloclassificador CIMAQ CL-501-005, nas condições padrão.

Hidrociclone Nº	DL (μm)	Hidrociclone Nº	DL (μm)
01	52,1	04	18,9
02	39,1	05	13,5
03	28,6	DL – Dimensão Limite	

5. INSTRUÇÕES PARA INÍCIO DE FUNCIONAMENTO

Antes de iniciar qualquer análise granulométrica, o operador deve ligar o equipamento somente com água, para verificar se não há vazamento e familiarizar-se com as técnicas de controle do mesmo. Para tanto recomenda-se:

- (i) remover o recipiente de amostras e lubrificar as vedações de gaxetas umedecendo-as com uma solução de sabão diluído;
- (ii) ajustar o recipiente de amostras em seu respectivo suporte no cicloclassificador, certificando-se de que ele está firmemente preso na devida posição, girando-o 90°, de modo que um dos lados de vidro fique voltado para o operador;
- (iii) ligar o suprimento de água para encher o reservatório, Figura 2;
- (iv) fechar todas as válvulas do *apex* e também a válvula de controle e ligar a bomba, isto é, mover a chave para a posição I, ligada;
- (v) abrir lentamente a válvula de controle, de modo que o fluxo de água passe através dos hidrociclones, examinando se o funcionamento é satisfatório;
- (vi) verificar se há vazamentos nos cones ou nas câmaras dos *apex*, eliminando-os por meio de aperto do anel de cada hidrociclone com chave apropriada para essa manobra;
- (vii) ligar e desligar a bomba várias vezes, a fim de expulsar todo o ar porventura existente na carcaça da bomba.

Observações:

Deve-se proceder à última recomendação, quando o cicloclassificador é usado pela primeira vez, ou no início da primeira operação após a drenagem da água do reservatório. O operador percebe a existência de ar, quando comprova o registro de pressões inferiores a 40 lb/pol² no manômetro. Finalmente, recomenda-se nunca operar a bomba a seco.

6. PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS

A quantidade de amostra utilizada nos ensaios por cicloclassificador é muito pequena e deve ser representativa de um universo milhões de vezes maiores.

O índice de reprodutibilidade de qualquer equipamento, projetado para determinar a distribuição granulométrica de uma amostra, depende da metodologia de preparação da amostra original, com a finalidade de obter a amostra final para o teste.

Por essas e outras razões, a amostra utilizada na análise deverá sempre ter as mesmas características e não valores ajustados para o ensaio, por exemplo, o seu peso. Isso ressalta mais ainda o cuidado emprestado à preparação dessas amostras, assegurando a confiabilidade e consistência aos resultados oriundos dos ensaios. Portanto, aconselha-se a leitura do Capítulo 1 deste livro, muito embora, alguns desses aspectos sejam resumidos a seguir.

Para uma análise granulométrica usando o cicloclassificador, o total de subdivisões necessárias depende da distribuição granulométrica da amostra. O peso da amostra para análise a ser usada no ensaio deverá ser tal, que, em cada hidrociclone, não sejam coletadas mais que 15 gramas dos sólidos. Para determinar com precisão o peso de uma amostra para o ensaio, inicia-se com uma classificação preliminar, usando cerca de 20 g de amostra. Com os resultados obtidos, calcula-se o peso máximo da amostra para a análise planejada.

Na prática de análises granulométricas, é comum utilizar amostras originais, tanto secas quanto úmidas. Estas amostras são quarteadas e, em seguida, determina-se, em duplicata, o valor da umidade, conforme descrito no Capítulo 2. A secagem de amostras de minérios finos provoca dificuldades ao processo de classificação, em decorrência dos aglomerados resultantes da secagem, mascarando os resultados de forma significativa. Ademais, esses produtos são difíceis, quando não impossíveis, de serem redispersados para retornarem a sua granulometria original. Isso enfatiza a recomendação de nunca realizar o ensaio de classificação com amostras de minérios finos, secadas em estufas ou outro equipamento.

As técnicas para quarteamento de amostras em polpa estão descritas com detalhes no Capítulo 1 deste livro. O uso cuidadoso das técnicas garante ao pesquisador e operador confiabilidade e reprodutibilidade dos resultados.

Antes do início do ensaio de classificação de uma dada amostra deve-se proceder à remoção da fração grossa contida na mesma. Essa etapa é feita por peneiramento em laboratório, e a fração acima de 37 μm é removida. O operador deve, também, determinar a massa específica da amostra (fração abaixo de 37 μm), utilizando a metodologia descrita no Capítulo 2 deste livro.

Após a obtenção da amostra final para o teste, no caso de amostra seca, segue-se a segunda etapa de preparação: a formação da polpa com elevada percentagem de sólidos. A técnica consiste em adicionar cerca de 50 a 150 mL de água e a amostra em um béquer de 250 mL. Um agitador de laboratório é o equipamento adequado para preparar a polpa, desde que a agitação não provoque nenhum tipo de desagregação das partículas minerais da amostra.

Agentes dispersantes não são necessários, devido às forças tangenciais cortantes dentro dos hidrociclones, que previnem a formação de flocos e de aglomerações de material.

Amostras úmidas, em forma de torta filtrada são transformadas em polpas com elevada percentagem de sólidos, por meio da mesma técnica utilizada na preparação de polpa com amostras secas. Na preparação de amostras úmidas adiciona-se menor quantidade de água, comparada àquela usada na preparação de amostra seca.

7. PROCEDIMENTO DO ENSAIO NO CICLOCLASSIFICADOR

Após a preparação da amostra, de forma cuidadosa e sistemática, seleciona-se a vazão adequada à elutriação e, então, procede-se à rotina de análise a seguir.

- (i) Retirar o recipiente de amostras do seu suporte, girando-o até que um dos lados de metal fique voltado para o operador. Puxe-o diretamente para cima. Este procedimento deve ser feito vagarosamente e com a bomba desligada.

- (ii) Abrir completamente a válvula do recipiente para esvaziar toda a água do mesmo.
- (iii) Verter a amostra para análise no recipiente. Com auxílio de uma pisseta, lavar o resto dos sólidos do béquer, fazendo-o verter no recipiente. Ao completar este procedimento, a amostra deverá estar totalmente isolada dentro do recipiente de amostra, além da perfeita remoção do ar existente no interior do mesmo.
- (iv) Completar o recipiente para amostras com água limpa até o nível atingir a meia altura da fita externa e, a seguir, mover o volante da válvula até fechá-la. Em seguida, retornar o recipiente ao seu suporte.
- (v) É imprescindível, antes de continuar o teste, que o operador certifique-se de que o recipiente para amostras está corretamente ajustado no suporte e que o lado do vidro está voltado para o operador.
- (vi) Ligar o fornecimento de água e esperar que o tanque, de altura manométrica constante, fique cheio e a válvula da bóia interrompa o suprimento de água.
- (vii) Ajustar o temporizador para 5 min (intervalo fixo por ser um teste de funcionamento do ciclclassificador).
- (viii) Assegurar-se de que a válvula de controle está fechada e ligar a bomba, acionando a chave do painel de controle para a posição "I". Nesta posição o temporizador não é acionado.
- (ix) Abrir lentamente a válvula de controle, permitindo a saída do ar da tubulação, até que a vazão fique acima da vazão desejada à elutriação.
- (x) Drenar o ar dos hidrociclones, abrindo as válvulas do *apex*, uma de cada vez, começando pelo primeiro hidrociclone. O ar residual do hidrociclone 3 é de difícil remoção. Uma alternativa para o escoamento deste ar consiste em abrir as válvulas do *apex* e de controle, deixar o ar remanescente acumular-se na câmara

do *ápex*. Em seguida abrir totalmente as duas válvulas para que o ar seja expulso. Uma vez que a saída do *vortex* do hidrociclone nº 5 se abre para a atmosfera, não será possível retirar a coluna central de ar.

- (xi) Com o valor da vazão acima daquele desejado à de elutriação, acionar a chave do painel de controle para a posição “II” (nesta, posição começa a funcionar o temporizador) e abrir, lentamente, a válvula do recipiente de amostra, cerca de um quarto de volta, nos primeiros 2 min.
- (xii) Ajustar o temporizador para o tempo de decantação desejado.
- (xiii) Quando o alarme soar, acionar a chave do painel de controle da posição “II” para a posição “I”. Com esta manobra, o alarme pára de soar e o ponteiro volta à posição limitada pelo ponteiro maior, já ajustado para o tempo desejado.
- (xiv) Fechar a válvula de controle até que o medidor de vazão indique a vazão de elutriação desejada.
- (xv) Acionar o temporizador, movendo a chave novamente para a posição “II”.
- (xvi) Quando o alarme soar (final do tempo de elutriação), o operador deve cancelar o sinal de aviso, retornando a chave do painel de controle à posição “I”. Em seguida, abrir a válvula de controle de vazão, de modo que a mesma fique acima da vazão de elutriação.
- (xvii) Descarregar, separadamente, os sólidos da sua câmara de cada hidrociclone em um béquer de 1.000 mL, iniciando-se pelo hidrociclone nº 5. Para tanto, o operador deve puxar o tubo de plástico que faz a conexão de drenagem e abrir a válvula do *ápex*.
- (xviii) Fechar a válvula de descarga do hidrociclone nº 5 e efetuar essa mesma manobra no hidrociclone 4 e, assim, sucessivamente, até completar a descarga dos sólidos de todos os hidrociclones.

Anotar a temperatura da água.

- (xix) Deixar os béqueres, devidamente identificados com etiquetas, em repouso por no mínimo de 20 min para decantar a água em excesso. Neste intervalo, o operador deve proceder à limpeza de todo o cicloclassificador, remover a água do reservatório, em resumo, deixar o sistema nas condições operacionais para o próximo teste.
- (xx) Proceder à filtragem, seguida de secagem, das frações coletadas, que serão pesadas e, também, serão utilizadas para análises químicas, entre outros. Para secagem das amostras, o operador pode, também, utilizar recipientes de evaporação.
- (xxi) Calcular a percentagem de material descarregado pelo hidrociclone nº 5, subtraindo do peso inicial o correspondente à soma dos pesos das frações.

Observações:

- (i) No caso de análises rotineiras, poderá ser vantajoso usar dois recipientes de amostras.
- (ii) A amostra de sólidos finos descarregada pelo último hidrociclone poderá ser recuperada. Para isso, recomenda-se sempre coletar a água de drenagem do último hidrociclone, com auxílio de tambores de plásticos. Sabe-se que de 80 a 90% do material fino é recuperado desta água durante os primeiros 10 min após a abertura do recipiente de amostras.

8. CUIDADOS E MANUTENÇÃO

Reservatório de Água

Durante o funcionamento da bomba, poderá ocorrer acúmulo de sedimentos no reservatório de água. Recomenda-se inspecioná-lo em intervalos regulares de tempo e proceder à limpeza, se necessária. Um registro de drenagem está situado na parte inferior traseira do equipamento para essa finalidade.

O operador não deve operar a bomba a seco. Ela poderá operar por períodos de até 5 min com a válvula de controle fechada, sem que ocorram danos à bomba. Entretanto, por períodos mais longos, poderá haver aquecimento da água na carcaça da bomba, danificando a vedação.

Rotâmetro e Manômetro

O operador deve observar que a posição correta de leitura do rotâmetro é acima do corpo da bóia.

O manômetro, sempre ligado na tubulação de água após o rotâmetro, indicará um valor da pressão em torno de 40 lb/pol², quando a bomba estiver funcionando. A função principal do manômetro é informar ao operador o valor máximo de pressão da bomba, isto é, a pressão operacional.

Se o manômetro exibe flutuações elevadas na pressão da água ou indica uma pressão inferior a 38 lb/pol², o operador deve:

- (i) ligar e desligar a bomba diversas vezes seguida, para eliminar o ar, ocasionalmente, preso na carcaça da bomba;
- (ii) verificar se a pressão da linha de suprimento de água é suficiente para manter o nível operacional (máximo) da água no reservatório.

Válvulas e Recipiente de Amostras dos Hidrociclones

Tanto quanto possível, os conjuntos dos hidrociclones deverão ser deixados intactos, mas, se ocorrer vazamentos, as diversas vedações deverão ser examinadas. Para tanto, remove-se cada hidrociclone desatarraxando o anel de aperto no seu topo, usando a chave adequada. Na repetição dessa montagem, será preciso tomar cuidado para que todas as vedações estejam no seu lugar e alinhadas.

Certifique-se também de que todas as partes de vidro estão devidamente assentadas nos encaixes torneados para essa finalidade. Evite apertos excessivos no anel de vedação, pois isso desalinha o suporte e impede a vedação do sistema. Se houver necessidade de desmontar qualquer hidrociclone, o operador deverá realizar nova calibração do cicloclassificador, usando amostras padrão.

9. CÁLCULOS

Após remoção, secagem e pesagem das amostras dos cinco hidrociclones, procede-se ao cálculo da dimensão efetiva de separação das partículas, nas condições da análise. Nesta etapa utilizam-se os fatores de correção das quatro variáveis, multiplicando-os pela dimensão limite de separação de cada hidrociclone. Esse cálculo é feito com auxílio da Equação [7].

$$d_e = d_i \cdot f_1 \cdot f_2 \cdot f_3 \cdot f_4 \quad [7]$$

onde:

- d_e dimensão efetiva de separação das partículas;
- d_i dimensão limite de separação do hidrociclone;
- f_1 fator de correção da temperatura ajustada a da análise;
- f_2 fator de correção da massa específica da partícula;
- f_3 fator de correção da vazão real de água para o ensaio;
- f_4 fator de correção do tempo real utilizado.

Para fins práticos, é conveniente determinar, em primeiro lugar, um fator geral de correção, multiplicando os quatro fatores separados, e usar esse fator geral para a correção da dimensão limite de separação das partículas.

Quando a amostra consiste de uma mistura de partículas com diferentes massas específicas, caso dos minérios, é conveniente registrar os resultados como percentagem de material que passa por cada hidrociclone. Assim, consideram-se as dimensões efetivas de separação aquelas correspondentes à massa específica do quartzo.

Exemplo de Procedimento de Cálculo

Supondo-se uma operação nas condições **padrão**, os hidrociclones são capazes de classificar com as dimensões limite ilustradas na Tabela 1.

Considere uma análise granulométrica de um determinado mineral, nas seguintes condições: vazão da água de 696 L/h; temperatura da água de 17°C; massa específica das partículas de 3,17 g/cm³ e tempo de elutriação de 30 min.

De acordo com os dados obtidos por meio dos gráficos, os fatores de correção serão os seguintes:

- (i) para a temperatura $f_1 = 1,04$.
- (ii) para a massa específica da partícula $f_2 = 0,88$.
- (iii) para a vazão $f_3 = 1,00$.
- (iv) para o intervalo de tempo do ensaio $f_4 = 0,97$.

Desse modo, o fator geral de correção será $1,04 \times 0,88 \times 1,00 \times 0,97 = 0,89$.

Portanto, as dimensões efetivas de separação estão ilustradas na Tabela 3.

Tabela 3 – Dimensões efetivas de separação para o cicloclassificador CIMAQ CI-501 na condição de análise do exemplo anterior.

Hidrociclone Nº	DE (μm)	Hidrociclone Nº	DE (μm)
01	$44 \times 0,89 = 39$	04	$15 \times 0,89 = 13$
02	$33 \times 0,89 = 29$	05	$11 \times 0,89 = 10$
03	$23 \times 0,89 = 20$	DE – Dimensão Efetiva	

No caso de uma melhor precisão, podem-se usar os dados indicados no certificado de calibração do cicloclassificador (Tabela 2). Esse procedimento está ilustrado na Tabela 4, na qual os cálculos (coluna A) foram efetuados com base nos dados de calibração.

Há a possibilidade de determinar também qual o valor de uma variável operacional necessária para obter uma dada dimensão efetiva de separação num dos hidrociclones.

Exemplo: Nas condições padrão mencionadas no exemplo anterior, determinar a vazão com a qual o hidrociclone nº 1 irá fazer a classificação com dimensão efetiva de $44 \mu\text{m}$, para partículas de massa específica igual a $2,65 \text{ g/cm}^3$, com temperatura da água de 14°C e com tempo de elutriação de 20 min.

Neste caso, a equação básica (Equação 7) é usada novamente, bem como os fatores de correção obtidos nos respectivos gráficos, para a massa específica da partícula, temperatura e tempo de elutriação, desde que as dimensões limite e efetiva de separação para esse caso sejam conhecidas.

Assim, de acordo com a Equação [7]:

$$d_e = d_i \cdot f_1 \cdot f_2 \cdot f_3 \cdot f_4, \text{ isto é, } 50 = 44 \cdot 1,075 \cdot 1,00 \cdot f_3 \cdot 0,95$$

$$f_3 = 1,11.$$

De acordo com o gráfico de correção da vazão, verifica-se que esse fator corresponde a uma vazão de 560 L/h. Os demais hidrociclones terão a mesma razão (d_e/d_i) que o hidrociclone 1.

O último procedimento convém à aplicação em classificações de rotina, quando muitas vezes se quer operar em condições hidrodinâmicas equivalentes e estabelecer um procedimento padrão, tal que, em todas as análises as frações do cicloclassificador tenham a mesma velocidade de sedimentação de Stokes.

Cabe ressaltar que há uma faixa coincidente, de 37 μm a aproximadamente 50 μm , na classificação granulométrica obtida por meio de cicloclassificador e por peneiras, sendo que, para tamanhos superiores a 37 μm , utiliza-se amplamente a operação de peneiramento para este fim.

Os ensaios de classificação granulométrica por peneiramento em laboratório são feitos até a malha 37 μm . Abaixo desta granulometria a eficiência do peneiramento é baixa e, então, o equipamento adequado para este fim é o cicloclassificador. Entretanto, na classificação por esse equipamento, na faixa granulométrica abaixo de 37 μm , pode não haver decantação nos hidrociclones 1 e 2. Cabe lembrar que o projeto do cicloclassificador baseou-se numa granulometria da amostra abaixo de 50 μm .

Tabela 4 – Registro dos dados e subseqüentes cálculos da análise granulométrica por cicloclassificador (coluna A: exemplo de cálculo).

Amostra	A	B	C	D	E
Peso da amostra inicial (g)	24,7				
Temperatura (°C)	29				
Massa específica (g/cm ³)	2,65				
Vazão (L/h)	696				
Tempo de elutriação (min)	15				
Fator de correção 1	0,90				
Fator de correção 2	1,00				
Fator de correção 3	1,00				
Fator de correção 4	0,94				
Peso da amostra nº 1	13,8				
Peso da amostra nº 2	3,0				
Peso da amostra nº 3	2,2				
Peso da amostra nº 4	2,0				
Peso da amostra nº 5	0,9				
% retida – hidrociclone nº 1	55,9				
% retida – hidrociclone nº 2	12,1				
% retida – hidrociclone nº 3	8,9				
% retida – hidrociclone nº 4	8,1				
% retida – hidrociclone nº 5	3,6				
% passada - hidrociclone nº1	44,1				
% passada - hidrociclone nº2	32,0				
% passada - hidrociclone nº3	23,1				
% passada - hidrociclone nº4	15,0				
% passada - hidrociclone nº5	11,4				
Fator de correção geral	0,846				
d _e - hidrociclone nº1 (µm)	44,1				
d _e - hidrociclone nº2 (µm)	33,1				
d _e - hidrociclone nº3 (µm)	24,2				
d _e - hidrociclone nº4 (µm)	16,0				
d _e - hidrociclone nº5 (µm)	11,4				

As colunas sombreadas em cinza são para preenchimento do operador

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

British Standard 3406-1, Methods for determination of particle size distribution. Guide to powder sampling, 1986, 24p.

Cicloclassificador, Manual do equipamento, Cimaq, [s.d.].

Kelly, E. G.; Spottiswood, D. J. Introduction to mineral processing. New York: John Wiley & Sons, 1982, p.199-236.

Kersall, D. F.; McAdam, J. C. H. Design and Operating Characteristics of a Hydraulic Cyclone Elutriator. Chemical Engineering Research and Design, v. 41a, 1963, p.84-95.

Mular, A. L.; Jull, N. J. The selection of cyclone classifiers, pumps and pump boxes for grinding circuit. In: Mular, A. e Baphpu, R. B. (Ed.). Mineral processing plant design. AIME, 1980, p.376-403.

Wills, B. A. Mineral Processing Technology. An Introduction of the Practical Aspects of Ore Treatment and Mineral Recovery. (4ª Ed.) Pergamon Press. Oxford, 1988, 785p.

CAPÍTULO 5 – ANÁLISE MICROGRANULOMÉTRICA – MALVERN E SEDIGRAPH

Silvia Cristina Alves França

Engenheira Química/UFS, Mestre e Doutora em
Engenharia Química/COPPE/UFRJ
Tecnologista III do CETEM/MCT

Hudson Jean Bianchini Couto

Engenheiro Químico/UFRRJ, Mestre e Doutor em
Engenharia Química/COPPE/UFRJ
Pesquisador do CETEM/MCT

1. INTRODUÇÃO

Tamanho de partícula é uma variável de grande interesse para muitos processos, com impacto direto na qualidade do produto final. Analisadores da distribuição de tamanhos de partículas são empregados para o controle da produção de pós em todas as situações onde o estado da distribuição é determinante para o processamento ou qualidade do produto.

As partículas são estruturas tridimensionais, em sua maioria irregulares, polidispersas (de vários tamanhos) e com diferentes propriedades físico-químicas. No entanto, os métodos correntemente empregados para determinação do tamanho de uma partícula fornecem como resposta um número, com o qual se pretende representar essa grandeza física (Santos *et al.*, 2004). A esfera é a única forma geométrica passível de ser completamente representada por um único número no espaço tridimensional.

Uma dada partícula pode ser representada por diferentes esferas, com base em uma das suas diferentes propriedades, tais como: maior ou menor dimensão, área projetada, área superficial, volume, velocidade de sedimentação, massa, dentre outras. O princípio da esfera equivalente consiste em relacionar alguma dessas propriedades com o diâmetro de uma esfera (Allen, 1997).

Como exemplo (Figura 1), uma esfera de diâmetro igual a $39\ \mu\text{m}$ tem o mesmo volume de uma partícula cilíndrica de diâmetro e comprimento iguais a $20\ \mu\text{m}$ e $100\ \mu\text{m}$, respectivamente.

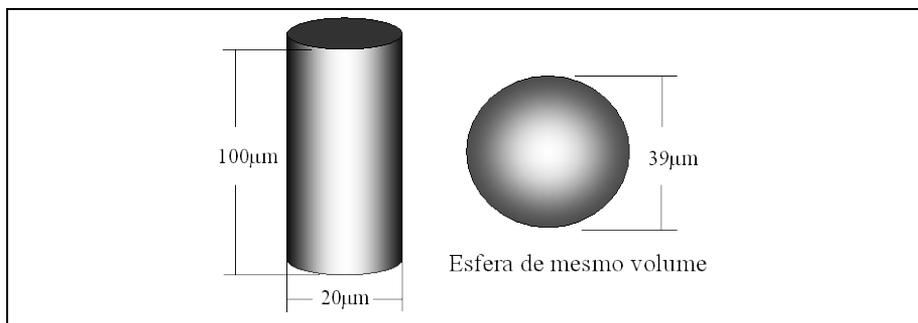


Figura 1 – Princípio da esfera equivalente: esfera de mesmo volume (Rawle, 2002).

Portanto, ao relacionar diferentes propriedades de uma mesma partícula a um diâmetro de esfera equivalente, podem ser obtidos diferentes valores deste parâmetro, como ilustrado na Figura 2.

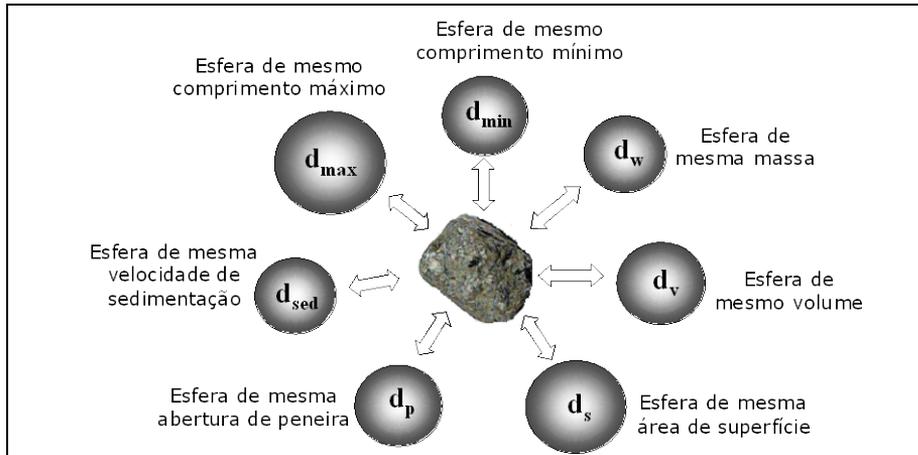


Figura 2 – Diâmetros equivalentes para uma mesma partícula (Rawle, 2002).

A análise granulométrica de um material compreende parte da sua caracterização, por meio da determinação do tamanho de partículas e da frequência com que ocorrem em uma determinada faixa de tamanhos. Na área de tratamento de minérios a sua importância é verificada na determinação do grau de liberação dos minerais de ganga e em outras etapas do beneficiamento como na eficiência de peneiramento, curvas de partição dos classificadores, e ainda, no controle das especificações do produto final (Lima e da Luz, 2001).

Partículas, de um modo geral, podem apresentar diferentes formas e esta característica irá influenciar diretamente algumas das suas propriedades como o empacotamento e a fluidez.

Neste capítulo serão descritos os procedimentos básicos para a determinação de tamanho de partículas, utilizando dois equipamentos: o *Malvern Mastersizer*, que se baseia na técnica de espalhamento de luz e o *Sedigraph*, baseado na sedimentação gravitacional de partículas.

2. DETERMINAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS UTILIZANDO O EQUIPAMENTO MALVERN

A análise granulométrica realizada no equipamento Malvern, que utiliza a técnica de espalhamento de luz laser de baixo ângulo (LALLS - *Low Angle Laser Light Scattering*), conhecida genericamente por “espalhamento de luz”, surgiu na metade dos anos 70 e sua instrumentação teve grande desenvolvimento nos últimos 20 anos (Rawle, 2002). Este método de análise de tamanho de partículas, também conhecido como difração laser, consiste na medição dos ângulos de difração do raio laser, que são relacionados ao diâmetro da partícula.

Atualmente, é a técnica mais utilizada na determinação do diâmetro de partículas devido à possibilidade de medidas em diversos meios: ar, suspensões, emulsões e aerossóis. Possui amplitude de 0,01 a 3500 μm , dependendo do equipamento, sendo a faixa de aplicação recomendada de 0,1 a 3000 μm (ISO13320, 1999). Permite a reprodutibilidade dos resultados pela integração de várias médias individuais e possibilita a fácil verificação da calibração por meio de materiais padrão.

Como desvantagens, esta técnica recente requer equipamentos de difração laser de custo relativamente alto e possui dificuldade de aplicação para materiais com dimensões superiores a 2 mm, devido aos ângulos de espalhamento serem muito pequenos.

No método de difração laser, as partículas grossas espalham o raio a menores ângulos e vice-versa. É empregado o laser (fonte de luz de comprimento de onda fixo, comumente $\lambda=0,63 \mu\text{m}$) e detectores para espalhamento da luz, que emitem mensagens para um computador que calcula e fornece os resultados. A Figura 3 ilustra o processo de difração laser ocorrido durante a análise do tamanho de partículas.

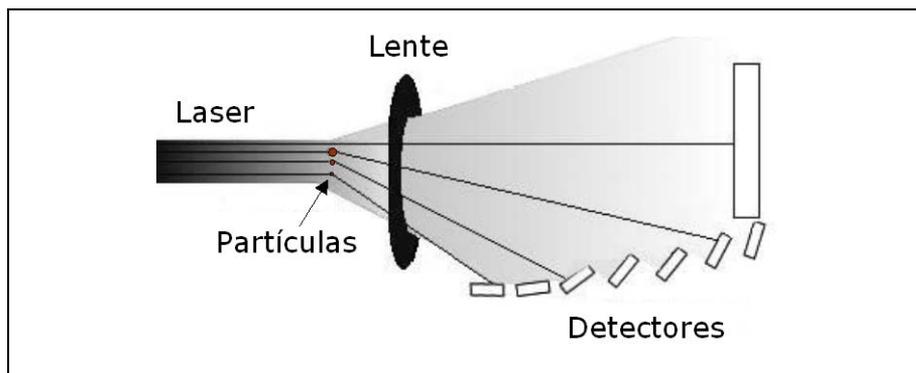


Figura 3 – Representação da difração laser ocorrida durante a análise do tamanho de partículas.

Características do Equipamento

A determinação de tamanho de partículas utilizando o equipamento da Malvern Instruments® será descrita, especificamente, para o modelo Malvern Mastersizer MicroPlus, MAF 5001, que possui faixa de diâmetro de 0,05 a 550 μm . A Figura 4 ilustra uma foto do equipamento Malvern.



Figura 4 – Foto do equipamento Malvern Mastersizer MicroPlus, MAF 5001 (Laboratório de Sistemas Particulados, PEQ/COPPE/UFRJ).

Preparação das Amostras

Deve-se tomar cuidado na amostragem do material a ser analisado, garantindo que a amostra a ser analisada seja representativa. Se a amostra estiver estocada em um frasco ou contêiner qualquer, a recomendação (manual do equipamento: *Getting Started*) é a seguinte: segure o frasco com as mãos na posição horizontal e gire-o continuamente, mudando sua orientação. Esse procedimento irá garantir uma boa mistura da amostra antes da análise.

Escolha do Dispersante (Meio de Suspensão)

A primeira escolha a ser feita antes da análise de uma amostra no Malvern é a do dispersante que será usado. A função do dispersante é promover a separação dos aglomerados de partículas, evitando erros nas medidas de tamanho. O dispersante mais utilizado é a água e será usado sempre que possível, desde que a amostra não seja solúvel nesse dispersante. Caso isso não seja conhecido, um teste pode ser feito adicionando uma pequena quantidade da amostra em um béquer com água. Agite um pouco e observe se houve solubilização: em caso negativo, a água poderá ser utilizada; em caso positivo, deve-se escolher outro dispersante (ex. um álcool) e fazer o teste novamente.

O dispersante pode ser qualquer líquido que seja límpido e opticamente uniforme no comprimento de onda de 633 nm (utilizado na análise), desde que não interaja com a amostra mudando seu tamanho original, como por exemplo, por inchamento. Uma lista contendo informações sobre diversos dispersantes comumente utilizados encontra-se na Tabela 1.

Tabela 1 – Dispersantes utilizados e seus respectivos índices de refração na ordem decrescente de uso (Malvern, 1996a)

Dispersante	Índice de Refração	Dispersante	Índice de Refração
Água	1,33	Acetona	1,36
Etanol	1,36	Butanona	1,38
Álcoo isopropílico	1,39	Hexano	1,38

Em alguns casos, por exemplo, quando a amostra flutua sobre a superfície do dispersante, dificultando a suspensão do material, é recomendado o uso de surfatantes ou outros aditivos para contornar esse problema. Além disso, pode ser utilizado o ultra-som do equipamento para ajudar a dispersar melhor a amostra, principalmente quando se observa, por inspeção visual, a formação de aglomerados no dispersante. Neste caso, o uso do ultra-som durante dois minutos poderá ser suficiente para promover a dispersão desses aglomerados.

O equipamento Malvern possui um manual de operação (*Sample Dispersion & Refractive Index Guide*) disponível para consulta, contendo uma lista de dispersantes e seus índices de refração, aditivos e tempo de uso do ultra-som (quando necessário) recomendado para diversos materiais.

Procedimento de Análise

Nesta seção será descrito o procedimento de análise para determinação da distribuição de tamanhos de partículas em amostras, de acordo com a seqüência abaixo.

- (i) Ligar o estabilizador, o computador e o equipamento Malvern, nesta seqüência.

No equipamento, pressionar o botão **On/Off** para cima (localizado na parte de trás inferior), e observar que as luzes do painel do equipamento acenderão. O equipamento deverá permanecer ligado por aproximadamente 30 minutos, antes do início das medidas.

- (ii) Na área de trabalho do computador, iniciar o programa de leitura e análise do equipamento Malvern clicando no ícone  Mastersizer Microplus.

- (iii) Abrir o arquivo onde serão armazenados os resultados da análise.

Clicar no ícone Alt+2 no topo da tela do computador ou em **File > Open Sample File and Record**, uma janela se abrirá.

Em **Files**: escolher o arquivo onde será gravada a análise e clicar em **Ok**.

(iv) Identificar a amostra.

Clicar no ícone Alt+3 ou em **Measure > Document**, uma janela se abrirá.

Em **Sample Name** digitar o nome da amostra e, opcionalmente, em **Notes** as condições da análise, como por exemplo, velocidade da bomba, tempo e potência de ultra-som, aditivo usado, etc. e clicar em **Ok**.

(v) Preparar para o alinhamento do aparelho.

Colocar o dispersante no béquer do aparelho (aproximadamente 500 mL).

Baixar a haste de agitação da suspensão até cerca de 1,5 cm entre a ponta da hélice e o fundo do béquer.

Ligar a bomba de circulação (primeiro botão no display do aparelho – **Pump Speed**) em rotação suficiente para manter a amostra em suspensão. Valor normalmente utilizado: 2500 rpm.

(vi) Iniciar o Alinhamento.

Clicar no ícone Alt+4 ou em **Measure > Align**, uma janela se abrirá.

Verificar o nível de potência do equipamento **Laser Power**, que deve estar entre 65 e 85 (a barra no centro da janela deve atingir a cor verde).

Desmarcar a opção **Pause at Each Stage**, caso esteja selecionada, e pressionar a barra de espaço.

Esperar o alinhamento enquanto estiver aparecendo **aligning...** no rodapé da janela.

Se aparecer a mensagem: **The Electrical Background is Invalid**, ignorar e clicar em **Ok** para manter o background anterior (sinal elétrico obtido com o espalhamento de luz no dispersante sem amostra).

Realizar a Análise

- (i) Após o alinhamento, quando aparecer no rodapé da janela o índice de obscuração (**Obscuration**), que deverá estar entre 0 a 0,1% no máximo, adicionar a amostra no béquer pouco a pouco com uma espátula, até que o índice de obscuração fique entre 10 – 30% (a barra ao lado atinge a cor verde), que é a faixa correspondente de concentração de partículas ideal para a análise.
- (ii) Ligar o ultra-som do equipamento (segundo botão no display do aparelho – **Ultrasonic Displacement**), quando necessário, durante o tempo recomendado, geralmente na potência máxima.
- (iii) Pressionar a barra de espaço e pronto, a análise está feita.

Para repetir a análise basta clicar no ícone verde escrito **GO** (A+S+2), no topo da tela do computador, ou ir em **Measure > Sample** e depois clicar em **Ok** após cada leitura (o equipamento está programado para fazer três medidas consecutivas de análise granulométrica).

Obs. O número de leituras pode ser alterado no ícone do lado esquerdo de **GO** (A+S+1) ou em **Setup > Measurements Sequence**.

Para selecionar apenas as análises de interesse e remover do gráfico análises anteriores, clicar novamente no ícone Alt+2, selecionar as análises em **Records**, clicar em **Ok** e, por fim, em **Yes**, na mensagem que aparecerá.

No Quadro 1 são citados alguns procedimentos necessários à boa execução das análises granulométricas, utilizando o equipamento *Particle Sizer* da Malvern.

Quadro 1 – Procedimentos, materiais e equipamentos utilizados em testes de determinação da análise granulométrica utilizando o equipamento Malvern

ITEM	DISCRIMINAÇÃO
1	Proceder à limpeza de toda a área de trabalho, bem como dos equipamentos a serem utilizados nos testes. Ao final de cada teste deixá-los todos limpos e em perfeitas condições operacionais.
2	Lembrar de ligar o equipamento Malvern pelo menos 20–30 minutos antes de realização das análises.
3	Verificar a disponibilidade do dispersante que será utilizado na análise, de acordo com o item 2.2 apresentado anteriormente. Geralmente o dispersante é a água, que deverá ser filtrada.
4	Certificar que durante o alinhamento não haja bolhas no béquer durante a circulação do dispersante. Caso ocorra, recomenda-se a diminuição da velocidade de rotação até a eliminação das bolhas e aumento para o valor original, antes do alinhamento.
5	Entre a análise de uma amostra e outra, fazer a limpeza do interior do sistema de circulação da suspensão (lentes, mangueiras, etc.). Para isso, utilizar um béquer com dispersante puro, deixar circulando no sistema durante aproximadamente 1 minuto e, em seguida, descartar esse líquido.

Informações Úteis

Análise granulométrica de efluentes líquidos e emulsões

O equipamento Malvern permite fazer análise granulométrica de pós já dispersos em um líquido, como é o caso de efluentes líquidos, ou de gotículas de um líquido emulsionadas em outro líquido, por exemplo, emulsões óleo-água. Isto é possível dentro das limitações do equipamento: faixa granulométrica, concentrações de partículas, tipo de efluente ou emulsão, etc.

Para isso, o procedimento de análise é o mesmo apresentado anteriormente no item 2.3, com diferença apenas no item 2.4, que trata da realização da análise, como segue.

- (i) Após o alinhamento, quando aparecer no rodapé da janela o índice de obscuração (**Obscuration**), desligar a bomba de circulação (**Pump Speed**), levantar a haste de agitação e esperar o dispersante (normalmente água) escoar totalmente.
- (ii) Em seguida descartar o dispersante do béquer e substituir pelo efluente ou emulsão, baixar a haste de agitação e ligar a bomba novamente. Verificar se o índice de obscuridade encontra-se entre 10–30%, caso contrário fazer uma diluição suficiente para que esse índice se enquadre nessa faixa.
- (iii) Dar seqüência à análise normalmente a partir do item 2.4 (ii).

Mudança de Valores dos Índices de Refração

Quando a análise granulométrica é realizada com um dispersante diferente da água ou quando a amostra possui quantidade considerável de partículas com tamanho inferior a 10 μm , principalmente inferior a 1 μm , é importante a mudança dos índices de refração da amostra e/ou do dispersante. Em geral, se o índice de refração da amostra dividido pelo índice de refração do dispersante for maior que 1,2 e a partículas possuírem tamanho superior que 10 μm , a mudança dos índices não é importante. Quando essa razão ficar entre 1,1 e 1,2 e as partículas possuírem tamanho inferior a 1 μm , a mudança dos índices é importante e necessária.

O equipamento utiliza automaticamente (*default*) o índice de refração do látex para as amostras (por ser um valor próximo da maioria das partículas) e o da água para o dispersante (por ser o dispersante universal). Uma vez feita a análise com os índices de refração do *default*, quando necessário, a curva de distribuição poderá ser recalculada a qualquer tempo, mudando-se os valores desses índices, de acordo com o procedimento a seguir.

Ir em **Setup > Presentation**, uma janela se abrirá. Do lado esquerdo da janela (**System**) aparecerá a opção marcada **Standard** correspondente aos índices do default: **50HD = 1.5295, 0.1000, 1.3300**, representando respectivamente: índice de refração do látex, índice de absorção do látex e índice de refração da água.

Do lado direito da janela (**Custon**), selecionar o último sistema, por exemplo, **Depha in Water**.

Clicar em **Request** e mudar o nome da partícula, do dispersante (se necessário) e digitar os índices de refração (**Refraction Index**) real das partículas e do dispersante.

Clicar em **Define**, no rodapé direito da janela, e depois em **Accept** para aceitar os valores dos índices mais próximos dos fornecidos.

Clicar em **Done**, depois em **Select** e por fim em **Load** para carregar os novos índices.

Para recalcular os valores da curva de distribuição, clicar no ícone Alt+2 ou ir em **File > Open Sample File and Record**, uma janela se abrirá.

Selecionar as análises que serão corrigidas em **Records** e clicar em **Start Sequence** ao lado.

Limpeza da Lente

Limpar a parte óptica do equipamento, principalmente as lentes de vidro, quando sujas, o que pode ser percebido pelos indicativos de funcionamento do equipamento. Por exemplo, quando na etapa de alinhamento a potência do laser (**Laser Power**) estiver abaixo de 70% ou quando o índice de obscuração possuir valor acima de 0,1%.

Periodicamente, dependendo do uso do equipamento, pode-se limpar o sistema óptico, circulando uma solução de álcool etílico, água e detergente a uma velocidade de rotação alta (~ 3.500 rpm), por aproximadamente 15 min. Após a limpeza deve-se circular no sistema água limpa, até remover toda a espuma.

Recomenda-se também, fazer temporariamente uma inspeção visual da célula óptica do equipamento, localizada na parte lateral do mesmo (ver o manual *Getting Started*, págs 11.3 e 11.4) para verificar se há alguma sujeira acumulada ou presa. Caso necessite de limpeza, poderá ser feita removendo-se a célula, com a bomba de circulação desligada (recomenda-se a leitura do manual do equipamento). Utilizando um chumaço de algodão ou um guardanapo de papel macio umedecido com uma solução de álcool etílico ou

isopropílico 70:30 (álcool:água), fazer a limpeza da lente com movimentos leves e recolocar a célula de volta.

Interpretação da Análise Granulométrica

A Figura 5 ilustra a tela com os resultados de uma análise granulométrica realizada no equipamento Malvern.

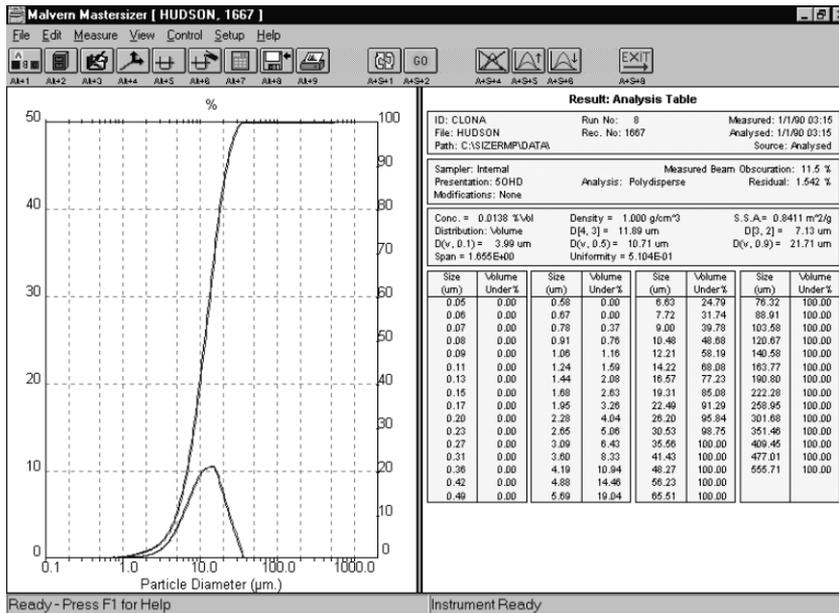


Figura 5 – Exemplo de distribuição de tamanho de partículas de uma argila.

Com base no exemplo serão definidas as curvas de distribuição granulométrica de uma amostra, mostradas no gráfico à esquerda da Figura 5, e alguns valores característicos da distribuição encontrados no terceiro quadro à direita da Figura 5.

A curva acumulativa é a curva em forma de S no gráfico (escala da direita na faixa de 0 a 100%) e corresponde ao resultado acumulado abaixo de um dado diâmetro. Por exemplo, o valor de diâmetro característico $D(v, 0.9)$ é obtido na abscissa diretamente da curva acumulativa para o valor de 90% na ordenada. Interpreta-se, desse modo, que 90% das partículas da amostra possuem diâmetro abaixo desse valor.

A curva de frequência é representada no gráfico pela curva com um pico ou mais (escala da esquerda na faixa de 0 a 50%), sendo obtida por derivação da curva acumulativa. Quando essa curva contém apenas um pico é classificada como unimodal e com mais de um pico é classificada como polimodal (2 picos: bimodal, 3 picos: trimodal, etc.).

Cada pico, neste caso, corresponde a uma população de tamanhos de partículas diferentes. Um pico localizado mais à esquerda do gráfico equivale a uma população de partículas de tamanhos menores e, quando localizado mais à direita do gráfico equivale a uma população de partículas de tamanhos maiores, de acordo com a faixa de diâmetro onde se encontra o pico.

Alguns valores característicos da curva de distribuição granulométrica acumulada estão definidos a seguir.

$D(v, 0,1)$ é igual ao valor do tamanho de partícula abaixo do qual se situam 10% da amostra.

$D(v, 0,5)$ é igual ao valor do tamanho de partícula abaixo do qual se situam 50% da amostra; geralmente considerado como tamanho médio das partículas da amostra.

$D(v, 0,9)$ é igual ao valor do tamanho de partícula abaixo do qual se situam 90% da amostra.

Além dos valores característicos $D(v,0,1)$, $D(v,0,5)$ e $D(v,0,9)$ são definidos outros, de natureza estatística, que o equipamento Malvern fornece para efeito de comparação entre amostras, são eles:

$D[3, 2]$ é igual ao valor do diâmetro médio de área superficial ou diâmetro médio de Sauter, que representa a média dos diâmetros de esferas de área superficial igual a das partículas reais.

$D[4, 3]$ é igual ao valor do diâmetro médio de volume, representa a média dos diâmetros de esferas de volume igual a das partículas reais.

3. DETERMINAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS UTILIZANDO COMO PRINCÍPIO A LEI DE STOKES

O movimento de uma partícula imersa em um meio fluido (gás ou líquido) ocorre por ação da força gravitacional, entretanto também está sujeito a uma força resistiva, que depende do regime de escoamento vigente, além de aspectos de morfologia dessa partícula. Quando a força gravitacional e a força resistiva entram em equilíbrio, a partícula atinge uma velocidade terminal de queda (sedimentação) e sedimenta a uma taxa constante (Lima e da Luz, 2001; Massarani, 2002).

Esse é o princípio da lei de Stokes, que determina a variação da velocidade de queda de uma partícula em função do seu diâmetro, como mostrado pela Equação 1.

$$v_{t\infty} = \frac{(\rho_s - \rho_f)g D_p}{18\mu}, \quad [1]$$

onde:

$v_{t\infty}$ é a velocidade terminal da partícula;

ρ_s é a massa específica do sólido;

ρ_f a massa específica do fluido;

g é aceleração da gravidade;

μ é a viscosidade do fluido.

Dessa forma a equação de Stokes mostra que a velocidade terminal de uma partícula sedimentando no seio de um fluido é função direta do tamanho dessa partícula e da sua massa específica, porém varia inversamente proporcional à viscosidade do fluido, que oferece resistência ao seu movimento. Assim, esta lei pode ser aplicada para determinar o tamanho de uma partícula, como função do tempo que ele leva para percorrer uma distância conhecida, durante o processo de sedimentação.

O método de determinação de tamanho de partículas pelo Sedigraph é baseado em dois princípios físicos bem conhecidos: a sedimentação

gravitacional e a absorção de raios-X de baixa energia. Além do Sedigraph, outras técnicas de determinação são baseadas na lei de Stokes, como a pipeta de Andreasen, reportada no Capítulo 6 deste livro.

Características do Sedigraph™

O método Sedigraph de determinação de distribuição de tamanho de partículas tem sido empregado em uma vasta gama de aplicações, desde 1967, quando o equipamento começou a ser comercializado. Diversas modificações foram feitas ao longo dos anos, como velocidade e capacidade de amostragem, visando o aperfeiçoamento das medidas (Micrometrics, 2006). Entretanto, o método analítico de determinação manteve-se o mesmo, que é a determinação do tamanho das partículas, por meio da medida da velocidade de sedimentação e determinação da fração mássica por meio da absorção relativa de raios-X de baixa energia (Webb, 2004).

Pela lei de Stokes, quando uma partícula sedimenta, ela desloca um certo volume de líquido e, com isso, estabelece-se um fluxo laminar ao redor dessa partícula. Esta condição é satisfeita quando o número de Reynolds, (Equação 2), é menor do que 0,3, que indica fluxo laminar.

$$Re = \frac{\rho_f v_{\infty} D_p}{\mu} < 0,3. \quad [2]$$

Se o número de Reynolds exceder o valor 0,3, então o escoamento é turbulento e a lei de Stokes já não é mais válida.

Analisando a Equação 2, nota-se que o número de Reynolds pode ter o seu valor mantido na faixa menor do que 0,3 por meio da variação da viscosidade e densidade do fluido no qual a partícula sólida sedimenta. Dessa forma, o equipamento Sedigraph disponibiliza em seu *software* (programas básicos) meios de auxílio para que o usuário possa escolher o meio líquido mais adequado à preparação da amostra a ser analisada (Webb, 2004).

O experimento ilustrado na Figura 6(a) considera o caso de partículas de formato esférico de um mesmo material de densidade conhecida, porém com tamanhos desconhecidos, sedimentando no seio de um líquido com densidade (menor que a da partícula) e viscosidade conhecidas.

Se estas partículas de diferentes tamanhos são introduzidas no seio do líquido simultaneamente, as de tamanho maior atingirão uma determinada altura no recipiente de sedimentação mais rapidamente do que as menores. Isso porque as partículas terão velocidades de sedimentação proporcionais aos seus diâmetros.

Considerando, na Figura 6(b), o caso de uma suspensão homogênea de partículas sedimentando livremente em um recipiente, a velocidade de sedimentação de um determinado grupo de partículas também pode ser determinado pelo cálculo do tempo necessário para que as partículas percorram uma determinada altura (h) no recipiente do experimento. É por meio dessas informações que o Sedigraph resgata as informações do tamanho das partículas analisadas.

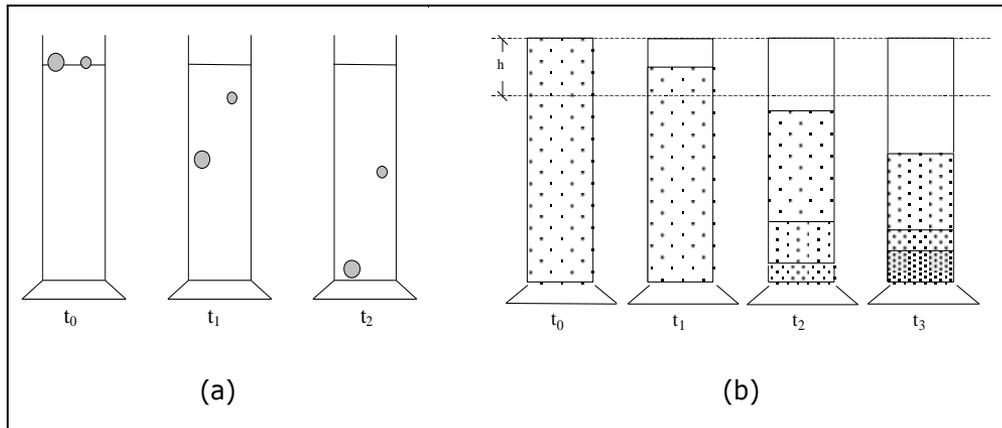


Figura 6 – Esquema de sedimentação de partículas de mesma densidade e diferentes tamanhos: (a) velocidade de sedimentação proporcional ao diâmetro da partícula; (b) etapas do processo de sedimentação de uma suspensão (Webb, 2004).

Analisando as etapas apresentadas na Figura 6(b) observa-se que em t_0 tem-se uma suspensão homogênea de partículas num meio líquido. Em t_1 , todas as partículas de diâmetro maior ou igual a d_1 já sedimentaram e encontram-se abaixo da altura h ; em t_2 , partículas com diâmetro maior ou igual a d_2 já atravessaram a região de altura h , e assim sucessivamente. Se um feixe de raios-X é projetado no recipiente de sedimentação nesse ponto de

altura h , a quantidade de energia transmitida irá aumentar proporcionalmente à diminuição da massa de partículas que atravessam essa seção.

Preparação da Amostra

A amostra deverá estar seca e desagregada. Não há uma preparação propriamente dita da suspensão, pois esta ocorre já durante a operação do equipamento e será detalhada a seguir.

Operação do Equipamento

O Sedigraph e seus acessórios são mostrados na Figura 7. Esse modelo de equipamento tem a capacidade de medir tamanhos de partículas na faixa de 0,1 a 300 μm (diâmetro de esfera equivalente). As medidas devem ser feitas com a suspensão a temperatura ambiente, uma vez que esta variável afeta a energia cinética das partículas e, conseqüentemente, sua velocidade de sedimentação (Micrometrics, 1997).



Figura 7 – Sedigraph e seus acessórios (Laboratório de Caracterização Tecnológica SCT/CETEM).

A medida da concentração mássica de partículas é feita por meio do uso de um feixe colimado de raios-X, que atravessa uma fenda horizontal do equipamento e passa através de uma suspensão contendo a amostra a ser estudada.

Inicialmente preenche-se o recipiente de amostra do Sedigraph com o líquido dispersante da suspensão e liga-se a bomba de circulação de amostra; em seguida, incide-se o feixe de raios-X através desse meio líquido e mede-se a intensidade máxima de transmissão dos raios-X (I_{\max}). A amostra líquida continuará circulando no equipamento e, então, adiciona-se lentamente a amostra sólida no recipiente de líquido até formar uma suspensão homogênea. Em seguida, esta suspensão homogênea começa a ser bombeada através da célula de medida de intensidade de luz.

Nota: a concentração de sólido na suspensão varia de acordo com o material a ser analisado, que normalmente possui uma metodologia própria de análise. Para materiais que não possuem metodologia, recomenda-se uma concentração de sólido inicial de 5% em volume (Micromeritics, 1997).

Sabe-se que os raios-X são mais absorvidos pelas partículas sólidas do que pela fase líquida. Dessa forma, à medida que as partículas sólidas vão passando através do feixe de raios-X a sua intensidade vai diminuindo, ou seja, a intensidade de raios-X transmitida é atenuada. Como a suspensão deverá estar homogênea, a intensidade transmitida nesse instante deverá apresentar um valor mínimo e constante (I_{\min}). Quando o valor I_{\min} é atingido, deve-se parar o bombeamento da suspensão, promovendo a sua sedimentação; a intensidade de raios-X que atravessa a fenda posicionada na altura h (Figura 6b) deverá ser monitorada.

Inicialmente, as partículas de maior diâmetro passarão através do feixe de raios-X, em seguida as de diâmetros menores, até o ponto em que restará apenas o líquido dispersante; esse processo diminui a atenuação do feixe. Assim, a intensidade do feixe aumenta de I_{\min} para I_{\max} . Os valores de intensidade transmitida do feixe de raios-X (I_t) situados entre os dois extremos (mínimo e máximo) podem ser calculados pela expressão:

$$I_t = I_{\max} \cdot 10^{-kM_t}, \quad [3]$$

onde:

M_t é a fração mássica de sólidos que atravessa o feixe de raios-X num tempo;

k é um parâmetro que leva em consideração todas as demais variáveis que afetam a absorção dos raios-X.

Analisando a Equação 3, pode-se notar que quando a fração mássica de partículas que atravessa o feixe é igual a zero (todas as partículas já sedimentaram), tem-se a leitura de intensidade máxima do feixe; no caso de ter a suspensão homogênea atravessando o feixe de raios-X, há um aumento na concentração da amostra, permitindo a medida segura da percentagem mássica de sólidos na faixa de 0-100% (Webb, 2004).

4. DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS DETERMINADO POR DIFERENTES METODOLOGIAS

Nas atividades industriais, as informações sobre distribuição de tamanhos de partículas são geralmente baseadas em ensaios de peneiramento. Entretanto, muitas análises de laboratórios são feitas em equipamentos que reportam seus resultados em tamanhos inferiores aos obtidos por aquele procedimento experimental. Assim, há uma grande necessidade de aplicação de metodologias que permitam a equivalência desses resultados.

O peneiramento é normalmente recomendado para partículas com tamanhos superiores a 45 μm , mas para tamanhos inferiores a energia superficial das partículas torna-se significativa, trazendo problemas como aglomeração e retenção nas peneiras (Schneider *et al.*, 2007).

Nessa seção são citadas duas metodologias de conversão de tamanhos de partículas: Sedigraph *versus* peneiras (Cho *et al.*, 1998) e Malvern Mastersizer *versus* peneiras (Schneider *et al.*, 2007).

Conversão Sedigraph *versus* Peneiras

Cho *et al.*, (1998) apresentam uma técnica de conversão da distribuição do tamanho de partículas obtida pelo *Sedigraph* em tamanho de peneira equivalente. A metodologia proposta pelos autores é determinar, no Sedigraph, a distribuição granulométrica de uma amostra de pó obtida por meio de ensaio de peneiramento a úmido.

De forma simplificada, as etapas de realização desses ensaios são:

- (i) a amostra obtida por peneiramento a úmido deverá ter faixa granulométrica bem determinada, entre 53 e 37 μm ;

- (ii) o resultado da distribuição de tamanhos de partícula gerado pelo Sedigraph deverá ser exposto em forma de gráfico em escala logarítmica ou semi-logarítmica, cujo ajuste dos pontos do gráfico fornecerá os valores de μ e λ , que são valores característicos do material estudado;
- (iii) a obtenção desses parâmetros é baseada no ajuste da equação proposta por diversos autores e apresentada por Cho *et al.* (1998):

$$F(X, x) = \frac{1}{[1 + (X/\mu x)]^{-\lambda}}, \quad x > 0, X > 0, \mu > 0 \text{ e } \lambda > 0. \quad [4]$$

onde:

$F(X, x)$ é a fração mássica acumulativa de partículas com tamanho menor do que X ;

x é o tamanho de abertura de peneiras;

μ e λ são constantes adimensionais.

Conversão Malvern *versus* Peneiras

Schneider *et al.*, (2007) utilizaram a metodologia de transformação da distribuição de tamanho de partícula medida no equipamento Malvern Mastersizer (que utiliza o princípio de esferas equivalentes), para distribuição correspondente em tamanhos de peneiras. As equações de transformação são similares às utilizadas por Cho *et al.*, (1998), na conversão de medidas Sedigraph *versus* peneiras, entretanto com um maior nível de sofisticação.

A metodologia apresentada por Schneider *et al.*, (2007) é baseada na conversão estereológica, com dependência principal na forma das partículas, com base em amostras previamente peneiradas em frações granulométricas estreitas. A metodologia de conversão foi especialmente vantajosa para distribuição de tamanho de partículas abaixo de 45 μm , faixa em que o peneiramento é menos preciso.

Cho *et al.*, (1998) e Schneider *et al.*, (2007) apresentam em seus trabalhos um embasamento teórico para aplicação das metodologias propostas. Nesta seção o objetivo foi somente descrever as técnicas e mostrar a possibilidade de conversão das medidas de distribuição de tamanho de partículas determinadas por metodologias diferentes.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Allen, T. Particle size measurement. 5^{ed.}, London, Chapman & Hall, Powder sampling and particle size measurement, v.1, 1997.
- Cho, H., Yldirim, K. e Austin, L.G. The conversion of sedigraph size distributions to equivalent sub-sieve screen size distributions. Powder Technology, v.95, 1998, p. 109-117.
- ISO13320, Particle Size Analysis – Laser Diffraction Methods Part 1: General Principles, ISO Standards Authority, 1999.
- Lima, R.M.F. e da Luz, J.A.M. Análise granulométrica por técnicas que se baseiam na sedimentação gravitacional: lei de Stokes. Rev. Escola de Minas, v. 54, n. 2, Ouro Preto, abr/jun., 2001.
- Malvern Instruments, Getting Started, Manual MAN 0106, Issue 1.0, 1996a.
- Malvern Instruments, Sample Dispersion & Refractive Index Guide, Manual MAN 0079, Version 3.0, 1996b.
- Massarani, G. Fluidodinâmica em Sistemas Particulados, 2^a edição, E-papers, Rio de Janeiro, 2002.
- Micromeritics, Sedigraph 5100, Operator`s Manual V1.02, 511-42802-01, 1997.
- Micromeritics, Sedigraph III 5120 Micromeritics: Description, features and analysis technique. (Home page), 2006.
- Rawle, A. The importance of particle size to the coating industry Part I: Particle size measurement. Advances in colour science and technology, v. 5, n. 1, January, 2002, p. 1-12.

- Santos, H.R., Prado, G.S., Vidal, C.M.S., Moruzzi, R.B. e Campos, J.R. Aplicabilidade das técnicas de determinação de tamanho de partículas em sistemas de tratamento de água e esgoto sanitário. *Eng. Sanit. Ambient.*, v.9, n.4, out/dez, 2004.
- Schneider, C.L., Neumann, R. e Souza, A.S. Determination of the distribution of size of irregularly shaped particles from laser diffractometer measurements. *Int. J. Miner. Process.*, v. 82, 2007, p. 30-40.
- Weeb, P.A. The Perseverance of Sedigraph method in particle sizing. *Micromeritics*, January, 2004.

CAPÍTULO 6 – ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR PIPETA DE ANDREASEN

Rosa Malena Fernandes Lima

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

José Aurélio Medeiros da Luz

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

1. INTRODUÇÃO

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

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

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

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

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

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

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

Fonte: Svarovsky, 1981

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

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

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

Fonte: Svarovsky, 1981

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

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

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

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

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

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

onde:

V_p – volume da partícula;

A_p – área da partícula.

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

2. PIPETA DE ANDREASEN

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

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

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

onde:

- v velocidade terminal da partícula (m/s);
- d diâmetro da partícula (m);
- η viscosidade dinâmica do fluido (Pa.s = kg.m⁻¹s⁻²);
- ρ_s massa específica do sólido (kg.m⁻³);
- ρ_f massa específica do fluido (kg.m⁻³);
- g aceleração da gravidade (m.s⁻²);
- h distância percorrida na sedimentação (submergência da pipeta) (m);
- t tempo de sedimentação (s).

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

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

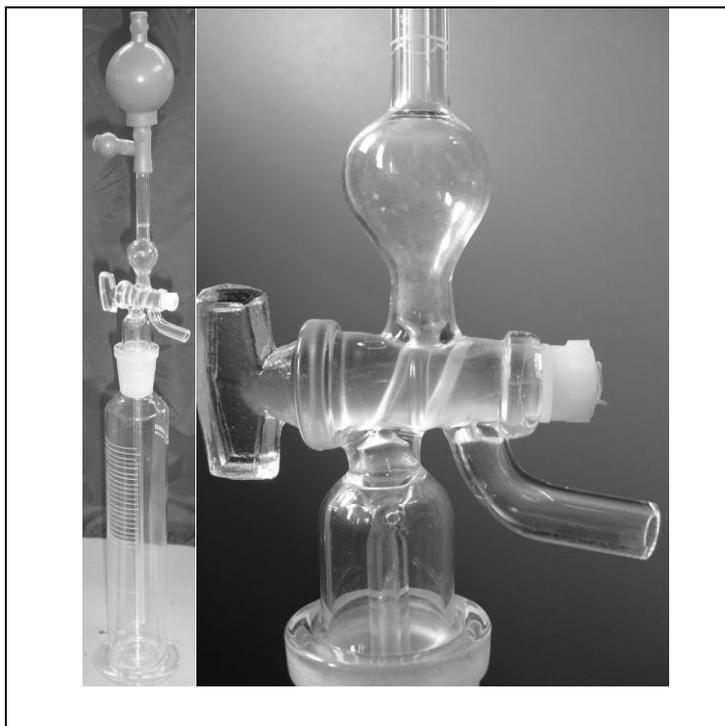


Figura 1 – Pipeta de Andreasen; montagem (sem suspensão) e detalhe do bulbo e da torneira de duas vias (DEMIN/EM/UFOP).

3. PROCEDIMENTO PARA REALIZAÇÃO DO ENSAIO

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

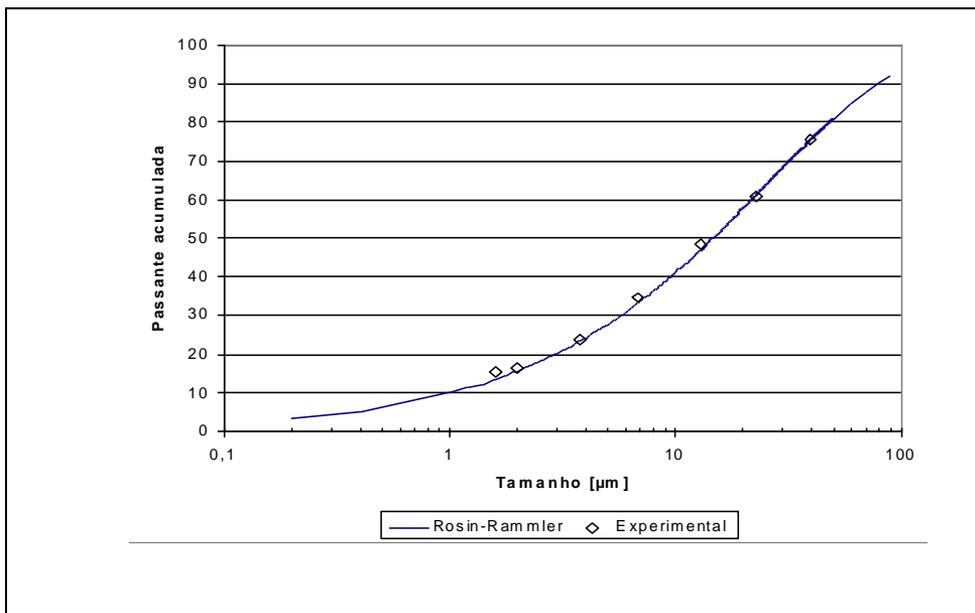


Figura 2 – Curva da distribuição granulométrica da amostra de apatita, referente aos dados da Tabela 2.

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

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

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

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

A velocidade de Stokes deverá ser corrigida pela expressão:

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

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Allen, T. Incremental Methods of Sedimentation Size Analysis. Chapter 9. In: Particles Size Measurement. Powder Technology. Third Edition. Scarlett, B. Editor, 1981, p.267-297.
- Geldart, D. Estimation of Basic Particle Properties for Use in Fluid-Particle Process Calculations. Powder Technology. Volume 60, n. 1, January, 1990, p.1-13.
- Kaye, B. H. Particle Shape Characterization. In: Fayed, M. E. & Otten, L. (ed.) Handbook of Powder Science & Technology (2^d ed.). New York: Chapman & Hall, 1997, 898p.

Lima, R. M. F.; Luz, J. A. M. Análise Granulométrica por Técnicas que se Baseiam na Sedimentação Gravitacional. Parte I: Lei de Stokes. Revista Escola de Minas. v. 54, n. 2, 2001, p.155-159.

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

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

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

CAPÍTULO 7 – ENSAIOS DE CLASSIFICAÇÃO EM HIDROCICLONE

João Alves Sampaio

Engenheiro de Minas/UFPE, Mestre e Doutor em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Tecnologista Sênior do CETEM/MCT

Gerson Pereira Oliveira

Engenheiro Químico/UFPA
Especialização em Tecnologia Mineral/UFPA
Engenheiro da Mineração Bauxita Paragominas/MBP-CVRD

Antonio Odilon da Silva

Técnico Químico/AFE – Associação Fluminense de Educação
Técnico Químico do CETEM/MCT

1. INTRODUÇÃO

Embora a existência dos hidrociclones reporte a 1890, somente a partir de 1940 iniciou-se a fabricação desse equipamento com tecnologias avançadas. Nos anos seguintes, milhares de hidrociclones foram instalados e hoje esses equipamentos são considerados padrões em muitas empresas. Trata-se de um equipamento versátil, de capacidade elevada e sem partes móveis. Os hidrociclones possuem vasta aplicação na área de processamento mineral. Dentre outras, podem ser citadas:

- (i) nos circuitos fechados de moagem;
- (ii) na deslamagem de minérios para a flotação;
- (iii) na remoção de partículas menores que 10 μm , operação de desaguamento.

Os hidrociclones são alimentados com polpa de minério, resultando como produtos o *underflow* e o *overflow*. O primeiro contém a maior parte das partículas grossas que foram alimentadas e o segundo engloba a maioria das partículas finas, que foram classificadas.

Basicamente um hidrociclone consiste de uma parte cilíndrica seguida de uma parte cônica que possui, em seu vértice, uma abertura, denominada *apex*, pela qual descarrega o *underflow*. A alimentação é introduzida tangencialmente à seção cilíndrica, em que há um tubo coaxial denominado *vortex finder*, pelo qual é descarregado o *overflow* (Carrisso, 2004).

A energia potencial armazenada na polpa, em razão do bombeamento é transformada em energia cinética, e devido à geometria do hidrociclone, esta produz um movimento rotacional da polpa. As partículas de diâmetros maiores tendem a ocupar as regiões mais periféricas do cilindro e, conseqüentemente, do cone. As partículas de diâmetros menores são deslocadas para a região central do hidrociclone. Desta forma, a região próxima à parede do hidrociclone é ocupada, preferencialmente, por polpa com predominância de partículas grossas e a região central, por polpa com predominância de partículas finas (Kelly, 1982).

Na região central do hidrociclone, na qual ocorre a mudança da seção cilíndrica para a cônica, o sentido do escoamento é invertido. Nessa seção cônica ocorre o estrangulamento no *apex* do cone, fazendo com que a maior parte do fluxo, com menor quantidade de partículas, seja descarregado no orifício oposto, o *vortex finder*, de diâmetro relativamente maior que o do *apex*. Isto possibilita a classificação, pois a polpa da região central, descarregada pelo *overflow*, contém uma população relativamente maior de partículas finas comparada àquela descarregada pelo *underflow*. A Figura 1 ilustra com detalhes as várias seções e/ou partes do hidrociclone.

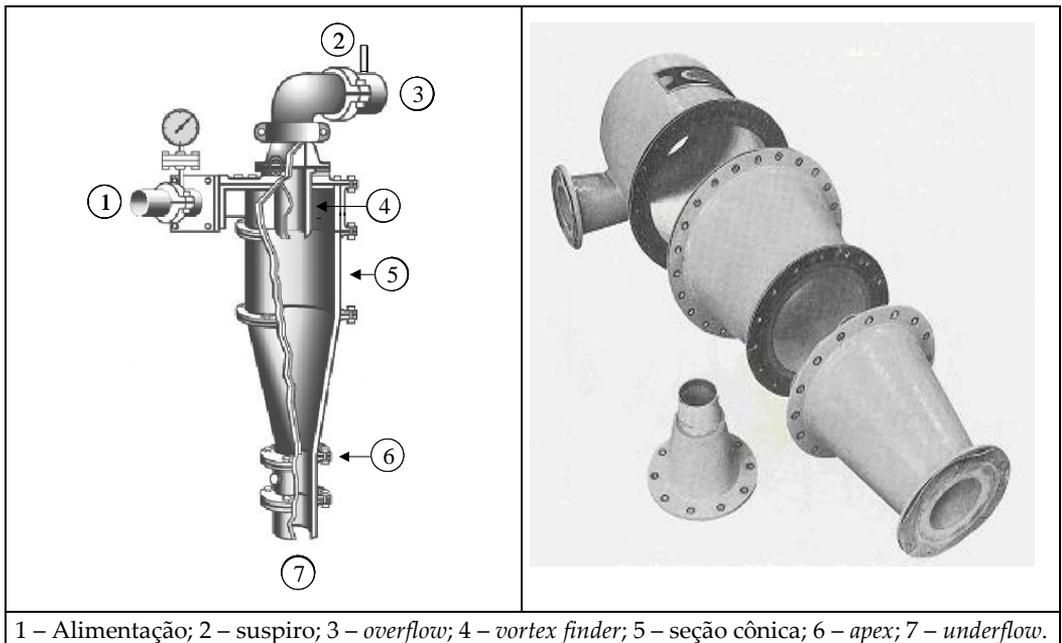


Figura 1 – Desenhos ilustrativos das seções e/ou partes de um hidrociclone.

A classificação em hidrociclone inclui o escoamento de duas fases: a líquida, composta de água, e a sólida, que é constituída pelas partículas do minério.

Neste Capítulo é feita uma descrição dos procedimentos básicos para realização de testes unitários (contínuos e descontínuos) de hidrociclonagem em escala piloto, os quais resultaram da prática operacional e das pesquisas realizadas no CETEM.

2. MECANISMO DE FUNCIONAMENTO DE UM HIDROCILONE

O fenômeno de esvaziamento de um tanque, por um dreno central em sua base, provoca o escoamento rotacional livre do fluido, através do dreno e forma um vórtice no meio da massa fluida (Kelly, 1982). Observando-se o comportamento de uma partícula isolada em suspensão, o seu movimento está associado a pelo menos três componentes de velocidade, a saber:

- (i) velocidade linear, tangencial à trajetória circular da partícula;
- (ii) velocidade angular, referente ao seu deslocamento radial em relação ao eixo da coluna de ar no dreno central;
- (iii) velocidade vertical, referente a um dado plano de referência (a base do tanque, por exemplo).

O exame de cada velocidade atuante nas partículas, em processamento no hidrociclone, permitirá compreender a classificação de partículas no processo de hidrociclonagem, entretanto esse não é o objetivo deste trabalho.

3. INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS NA CLASSIFICAÇÃO POR HIDROCICLONE

Na hidrociclonagem ocorre uma classificação de partículas, ou seja, estas estão contidas numa polpa, com as quais se obtêm, após a classificação, duas classes de partículas, uma contida no *underflow* e outra no *overflow*. Teoricamente essas duas classes de partículas deveriam ser uma fina e outra grossa, mas na prática, a fração contida no *underflow* inclui a maior quantidade de partículas grossas, enquanto aquela contida no *overflow* inclui a maior quantidade de partículas finas. É conclusivo que a classificação não é perfeita, ou seja, a classificação não ocorre num tamanho bem definido. No caso do peneiramento, esse corte é exato, porque a classificação acontece sob um determinado tamanho, bem definido pela abertura da peneira (Mular, 1980).

Desse modo, o exame da classificação por hidrociclone é feito segundo o conceito de percentagem das partículas passantes na abertura de uma determinada malha. Por convenção, ficou estabelecido que o diâmetro de corte seria P_{80} ou P_{50} . Trata-se de um procedimento útil à análise da eficiência de classificação por hidrociclone.

Na operação do hidrociclone há uma regra, quase universal, para utilização do P_{50} , como diâmetro de corte na classificação, mais conhecido como d_{50} , isto é, o diâmetro ou tamanho de partículas com 50% de probabilidade de ir para o *underflow* ou *overflow*, durante a classificação. A determinação desse valor dá-se por meio da análise granulométrica, em laboratório, de amostras dos fluxos da alimentação e *underflow*. Os resultados das análises granulométricas são plotados em um gráfico, em que, no eixo das abscissas estão os tamanhos das partículas em μm e, no eixo das ordenadas, estão os valores da recuperação no *underflow*. A curva obtida é chamada de curva de partição, na qual se determina o diâmetro (μm) mediano de partição, conforme ilustrado na Figura 2.

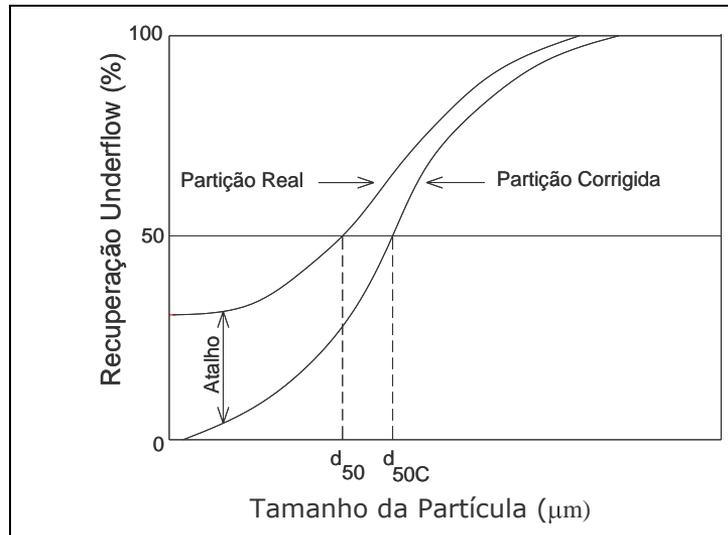


Figura 2 – Curvas de partição típicas de um hidrociclone com a ilustração dos diâmetros medianos de corte.

O diâmetro de corte d_{50} é influenciado por inúmeras variáveis, sob o aspecto conceitual (parâmetros de equipamento) e pela operação em si.

Nos hidrociclones industriais pouco se constata alterações desses parâmetros, pois as variações podem implicar em mudanças no projeto do equipamento. Entretanto, os hidrociclones usados em escala piloto permitem modificações de alguns parâmetros. Aqui serão discutidos apenas os parâmetros considerados importantes na operação de hidrociclones: diâmetro do hidrociclone, diâmetro e comprimento do *vortex finder*, área do injetor (*inlet*), diâmetro do *apex*, comprimento da parte cilíndrica e ângulo de cone (Mular, 2003).

Diâmetro do hidrociclone - Na prática, o diâmetro de corte é determinado pelas dimensões do hidrociclone. Este parâmetro exerce maior influência no diâmetro de corte da classificação, e o diâmetro interno da seção cilíndrica determina a capacidade do equipamento. A classificação em granulometrias finas requer a utilização de hidrociclones com pequenos diâmetros, exigindo que se trabalhe com grupos desses equipamentos, conhecidos como baterias, instalados em paralelo, para capacidades elevadas. Resumindo, quanto maior o diâmetro do hidrociclone, maior será o corte granulométrico da classificação, porque esses equipamentos proporcionam menor aceleração às partículas, isto é, a força de aceleração é inversamente proporcional ao diâmetro do hidrociclone.

Área do injetor (AI) - Determina a velocidade de entrada e, conseqüentemente, a velocidade tangencial, que também varia com o raio da seção cilíndrica. No dimensionamento do hidrociclone é comum usar, para cálculo da área do injetor (AI) de um hidrociclone com diâmetro D, a expressão da Equação 1.

$$(AI) = 0,05 D^2 \quad [1]$$

De modo análogo, a velocidade tangencial V_t é, aproximadamente, igual à velocidade de entrada (V_e) na seção cilíndrica do equipamento (Mular, 1980).

Variações na área de entrada implicarão em variações na capacidade (kg/h) do hidrociclone e na redução da pressão. Portanto, torna-se indispensável a realização de ensaios em unidade piloto para otimização deste parâmetro.

Comprimento da seção cilíndrica e ângulo de cone - São os parâmetros que afetam o tempo de residência da polpa no hidrociclone. É comum, o uso do comprimento da seção cilíndrica C igual ao seu diâmetro D . O aumento de C eleva o tempo de residência e, em consequência, se obtém uma classificação mais fina.

Para um hidrociclone com seção cilíndrica de diâmetro fixo, a diminuição do ângulo da seção cônica aumenta o comprimento da seção cilíndrica, induzindo um aumento do tempo de residência. Nesse caso, a classificação também será mais fina.

Diâmetro e altura do *vortex finder* - O diâmetro do *vortex finder* situa-se entre 35 e 40% do diâmetro interno do hidrociclone, entretanto não se trata de uma regra absoluta. As dimensões deste parâmetro exercem uma influência significativa sobre a:

- (i) eficiência da classificação e capacidade (kg/h) do hidrociclone;
- (ii) pressão, cujo valor pode reduzir ou aumentar.

Para um mesmo hidrociclone, acréscimos no diâmetro do *vortex finder* provocam também acréscimos no diâmetro de corte de classificação e na percentagem de sólidos no *overflow*.

O comprimento do *vortex finder* deve ser suficiente para que sua base seja horizontalmente posicionada abaixo do injetor. Desse modo, evita-se curto-circuito de partículas, isto é, passagem direta das partículas ao *overflow*, sem sofrer classificação.

Diâmetro do *apex* - Os hidrociclones pequenos, com diâmetros menores que 250 mm, usados nos estudos em escala piloto, possuem o ângulo do cone da ordem de 12° , enquanto os maiores possuem um ângulo de, aproximadamente, 20° . É aconselhável que o *apex*, ponto de maior desgaste do equipamento, possua um diâmetro menor que um quarto do diâmetro do *vortex finder*.

O aumento do diâmetro do *apex* diminui o diâmetro de classificação. A relação inversa é mais limitada, pois as partículas maiores só podem ser descarregadas pelo *apex*. Se o diâmetro do *apex* for muito pequeno, deverá

ocorrer um acúmulo de material grosso no cone, aguardando a sua descarga. Conseqüentemente, partículas que já foram rejeitadas pelo *vortex finder* podem retornar e serão descarregadas, o que aumentará o diâmetro da classificação granulométrica. Quando a operação resulta na descarga do *underflow*, segundo o formato de cordão, denota uma sobrecarga do *apex* com partículas grossas ou, de modo inadvertido, seu estrangulamento. Nesta situação, essas partículas são forçadas a sair pelo *overflow*, prejudicando, de forma expressiva, a eficiência da classificação. Por outro lado, a descarga em forma de guarda-chuva é característica de um *apex* muito aberto. Finalmente, o operador percebe a operação eficiente do hidrociclone, quando o *underflow* descarrega na forma de um cone de ângulo pequeno, ou chuveiro, que é a posição adequada à classificação perfeita. As três situações estão esquematizadas na Figura 3.

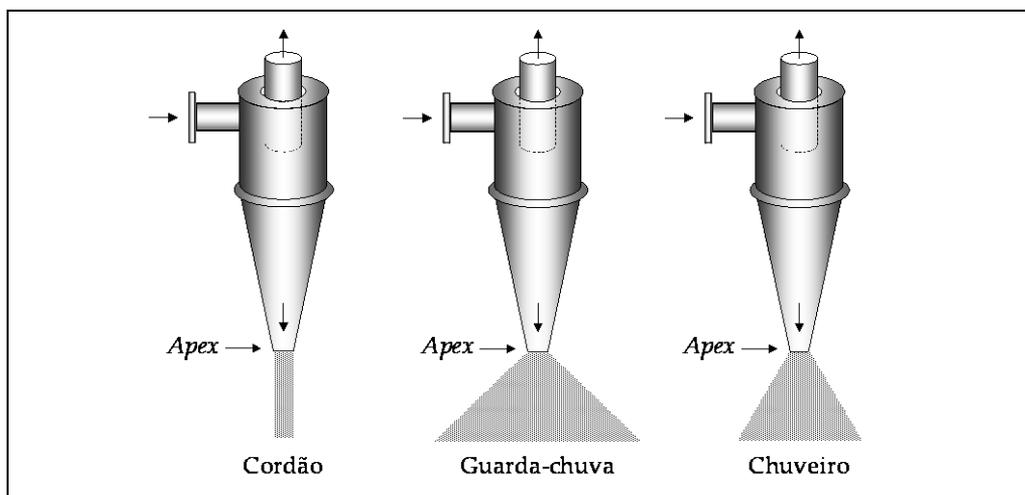


Figura 3 – Diagramas ilustrativos de três formas de descarga do *underflow* do hidrociclone.

4. INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS OPERACIONAIS NA CLASSIFICAÇÃO POR HIDROCICLONE

As variáveis operacionais são aquelas que o operador pode modificar por razões diversas, decorrentes, em muitos casos, das peculiaridades inerentes à pesquisa realizada e/ou operação. Aquelas mais importantes à

operação dos hidrociclones serão discutidas neste trabalho e constam da relação a seguir:

- (i) concentração de sólidos na alimentação;
- (ii) distribuição granulométrica do minério;
- (iii) formas das partículas na alimentação;
- (iv) pressão na alimentação;
- (v) viscosidade e densidade da polpa.

Porcentagem de sólidos na alimentação - O aumento dessa variável tende a aumentar o diâmetro de corte. Logo, quanto maior o valor desta variável, as partículas mais grossas enfrentarão mais obstáculos para atravessar a zona de partículas mais finas e decantam na zona de centrifugação. O controle da porcentagem de sólidos é feito pelo operador, primeiro, medindo o valor dessa variável com auxílio de uma balança MARCY, ou com procedimentos operacionais para medidas mais confiáveis.

Distribuição granulométrica da alimentação - Esta variável determina a relação entre as frações retida e passante na malha de classificação, ou seja, os sólidos residuais no *overflow*, que influenciarão no diâmetro de classificação. Quanto maior for a quantidade de lamas na alimentação, mais viscosa será a polpa e, conseqüentemente, maior será o diâmetro de classificação, pelas razões citadas no item 3 deste Capítulo. As medidas das porcentagens de sólidos são feitas para os fluxos da alimentação, *overflow* e *underflow*, com auxílio da balança MARCY. Também devem ser determinadas as vazões de polpa dos três fluxos.

Pressão da alimentação - Reservam-se cuidados especiais com o aumento da pressão na alimentação do hidrociclone, por razões várias. Na prática, aumenta-se a pressão quando a velocidade de rotação (rpm) da bomba é elevada. O aumento da pressão provoca um acréscimo na capacidade (kg/h) do hidrociclone, que implicará no aumento da velocidade tangencial e, por conseqüência, estende o mesmo efeito à velocidade angular. O resultado é um campo centrífugo com maior intensidade. Portanto, prover maior valor à pressão de alimentação significa oferecer maior chance de decantação

centrífuga às partículas menores, diminuindo o diâmetro de corte. No entanto, operações com demasiado valor da pressão (superiores a 7,0 atm) resultam em excessivos custos operacionais e de manutenção da bomba de polpa, o que é indesejado.

Entende-se por queda de pressão na hidrociclonação, a diferença entre as pressões de entrada do hidrociclone e àquela medida no *overflow*. O hidrociclone deve sempre descarregar sob pressão atmosférica, isto é, o ideal seria que a pressão de entrada fosse igual à queda de pressão. É comum o uso de um suspiro, pequeno tubo livre para a atmosfera, localizado na parte mais elevada da tubulação do *overflow* (Figura 1). O operador deve sempre estar atento ao suspiro, a fim de evitar a sua obstrução e, em especial, nas operações em escala piloto. Desse modo, não há chance de ocorrer o fenômeno da sifonagem pelo *overflow*.

5. PROCEDIMENTO DOS TESTES

As condições operacionais da hidrociclonação em testes unitários são previamente definidas pelo responsável por toda a investigação. Os experimentos possuem um objetivo de maior extensão, qual seja, a otimização do processo e sua viabilidade econômica. Desse modo, a operação preceitua um ajuste das variáveis operacionais do equipamento para fazê-lo funcionar em regime estabelecido nas condições definidas para o processo. Para isso acontecer, torna-se necessária a atuação de um operador experiente, capaz de conduzir os testes com a habilidade e o cuidado requeridos em cada caso, além de possuir habilidades pessoais para lidar com a equipe.

Os experimentos de hidrociclonação, como operação unitária, são realizados num conjunto dimensionado e instrumentado para esta finalidade. Neste conjunto, normalmente, se disponibilizam hidrociclones com várias capacidades, bem como peças sobressalentes do injetor, *apex*, *vortex finder*, de maneira a proporcionar diferentes possibilidades de testes direcionados aos resultados desejados na classificação.

Testes Unitários em Hidrociclones

Em unidade piloto o objetivo dos testes é otimizar o processo de classificação, avaliar as suas variáveis e as possíveis rotas a serem

implementadas industrialmente em um projeto novo, ou modificações em um já existente. Isso explica porque os circuitos de hidrociclonagem, em escala piloto, devem possuir características semelhantes às daquelas do circuito industrial. Dessa forma, os dados obtidos devem ser consistentes e confiáveis. Em decorrência disso, tornou-se prática comum incluir nos hidrociclones das unidades piloto:

- (i) inversores de frequência nos motores das bombas e medidores de pressão na linha de alimentação;
- (ii) grupos de injetor, *apex* e *vortex finder*, com vários tamanhos e diâmetros, para eventuais mudanças de condições operacionais;
- (iii) sistema constituído por tanque de alimentação e bomba horizontal de polpa para facilitar o controle operacional.

A otimização do processo em escala piloto demanda tempo operacional para o controle do processo, principalmente quando o operador e/ou sua equipe de trabalho não possuem a devida experiência. Quando não há disponibilidade da amostra em quantidade suficiente para realização dos estudos, o rigor na condução dos testes torna-se essencial para obtenção dos resultados desejados.

Entre outras recomendações, destacam-se os lembretes registrados no Quadro 1 para a realização de ensaios em hidrociclone. Antes de iniciar os testes, o operador deve comprovar se todos os itens do Quadro 1 foram regularmente obedecidos e se são suficientes à operação. Além disso, o mesmo operador ainda usufrui a liberdade de ampliar aqueles itens, caso seja necessário, em razão das peculiaridades inerentes a cada estudo realizado.

Quadro 1 – Procedimentos, materiais e equipamentos utilizados em testes unitários de hidrociclonagem em escala piloto, a cargo do operador.

ITEM	DISCRIMINAÇÃO
1	Proceder à limpeza de toda a área de trabalho, inclusive dos equipamentos a serem utilizados nos testes. Ao final de cada teste, deixá-los todos limpos e em perfeitas condições operacionais.
2	Verificar a disponibilidade de amostra: quantidade, granulometria, umidade da amostra, para o caso de testes com amostras secas.
3	Preparar a amostra para o teste. No caso de teste com amostra seca, procede-se a secagem, desagregação e quarteamento da mesma em frações adequadas a cada teste.
4	Conferir se todos os equipamentos a serem utilizados estão em bom estado de conservação, inclusive aqueles com partes móveis, verificando se estas partes estão devidamente lubrificadas.
5	Verificar se há disponibilidade dos equipamentos: caixa de hidrociclone com bomba horizontal de polpa, motor da bomba controlado por inversor de frequência, medidor de pressão na linha de alimentação, entre outros.
6	Confirmar se há opções para obtenção de diferentes configurações dos hidrociclones em termos de: injetor, <i>vortex finder</i> , <i>apex</i> , seções cilíndrica e cônica, além de uma balança MARCY para medida da percentagem de sólidos.
7	Comprovar a disponibilidade de um homogeneizador de polpa e alimentador vibratório para alimentação do tanque do hidrociclone.
8	Providenciar um cronômetro para medida dos intervalos de tempo de operação, amostragens e outros.
9	Disponibilizar amostradores para tomadas de amostras e baldes para acondicionamento das mesmas, entre outros.
10	Disponibilizar conjunto de peneiras, série <i>Tyler</i> , para efetuar análises granulométricas das amostras dos fluxos da hidrociclonagem.
11	Disponibilizar estufa adequada à secagem de amostras em escala piloto e balança para pesagem das amostras.
12	Averiguar se todos os registros instalados nas linhas do circuito estão em perfeitas condições de uso.

Nesta etapa da operação, o operador adiciona água ao tanque de alimentação, o suficiente para formar a polpa com a amostra do minério. Liga-se a bomba para circular a água em todo o circuito. A velocidade de rotação da

bomba deve ser aquela estabelecida para o ensaio, isto é, o suficiente para prover a pressão adequada ao hidrociclone, indispensável à classificação do minério. O seu ajuste deve ser feito por meio do inversor de frequência e pelo medidor de pressão, instalados na linha elétrica de alimentação do motor e na linha de alimentação de polpa do hidrociclone, respectivamente, conforme ilustrado na Figura 4.

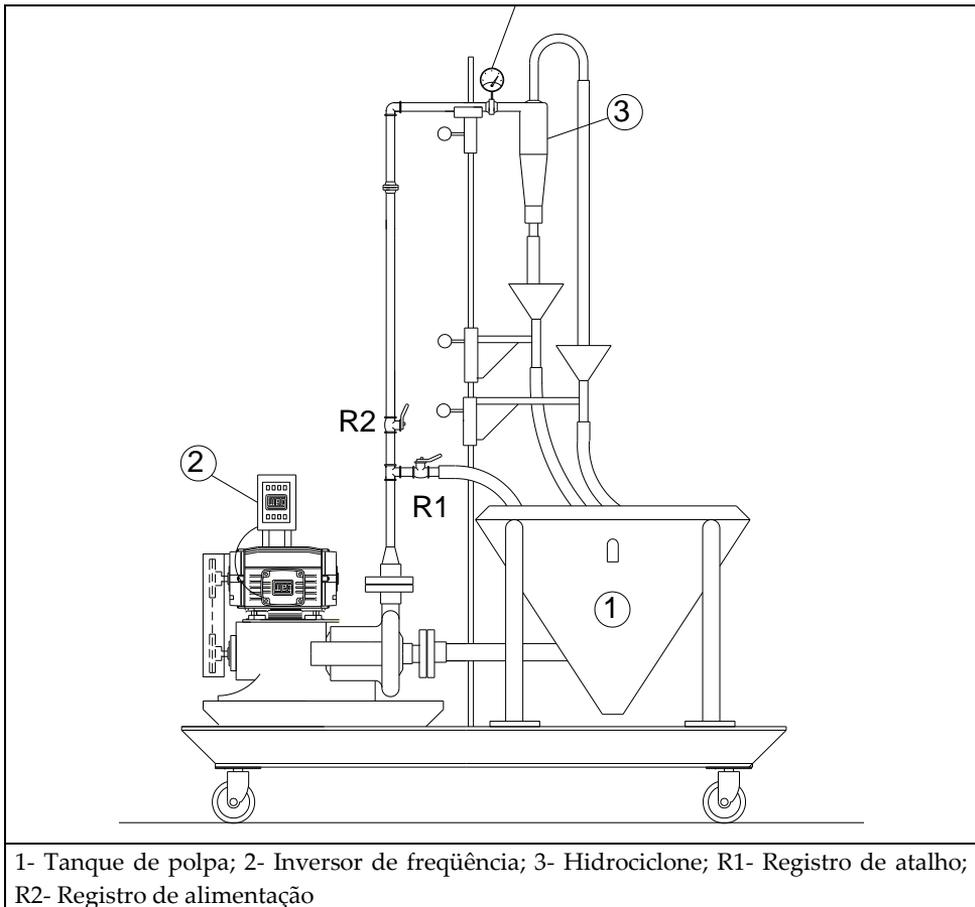


Figura 4 – Desenho esquemático de um circuito fechado de hidrociclonação em escala piloto.

A vazão (L/min) de água na alimentação do tanque deve ser igual à vazão volumétrica de polpa naquela corrente do circuito, isto é, a vazão de retorno da água ao tanque, para não ocorrer esvaziamento do mesmo ou

entrada de ar na sucção da bomba, de sorte que, não interrompa o recalque. Por essa razão, é imprescindível que as bombas de alimentação, por serem centrífugas, trabalhem afogadas. Assim, se justifica a existência de tanques de alimentação para acúmulo de polpa, de forma a trabalhar com uma margem de segurança operacional, sem comprometer a performance operacional do hidrociclone.

Na etapa seguinte adiciona-se a amostra ao tanque, vagarosamente, de modo que o sistema absorva toda a carga. Ao final da adição, o operador deve verificar se a pressão está correta, ou seja, se o valor registrado no medidor de pressão é o mesmo estabelecido previamente. Caso contrário procede-se ao ajuste do mesmo com auxílio do inversor de frequência e do medidor de pressão.

Verificar a circulação da água entre o tanque de alimentação e a bomba, com auxílio do atalho ou registro R1 (Figura 4). Segue-se então a adição da amostra, também vagarosamente. Logo após, abre-se o registro R2 de alimentação e, ao mesmo tempo, fecha-se o registro R1 do atalho. Inicia-se, então, a alimentação do hidrociclone de forma lenta e gradativa. Procede-se à operação até que o hidrociclone seja alimentado com toda vazão da bomba e a pressão seja mantida constante com valor igual ao preestabelecido pelo responsável por toda a pesquisa.

O operador deve observar se os fluxos do *apex* e do *vortex finder* estão normais. A descarga do *apex* deve ter o formato de um cone com pequeno ângulo, caso da operação normal, e não em forma de cordão ou de guarda-chuva. Quando há partição dos fluxos para o *apex* e *vortex finder*, o operador deve corrigir os valores dessas vazões. Muitas vezes isso pode ocorrer por insuficiência da pressão ou obstrução do *apex*.

Após o ajuste do circuito, suposto em regime, procede-se à etapa de amostragem. Os fluxos da alimentação, *apex* e *vortex finder* devem ser amostrados em curtos intervalos de tempo para não causar distúrbio ao sistema. Procede-se, então, às medidas das percentagens de sólidos, feitas com auxílio da balança MARCY. Em seguida determinam-se as vazões de polpa.

Em seguida, efetuam-se as amostragens dos fluxos da alimentação, *underflow* e *overflow*, para análises granulométricas de cada amostra. Com esses dados o operador deverá traçar a curva de partição e determinar o diâmetro mediano de partição.

6. TESTES CONTÍNUOS COM HIDROCICLONES

Os teste contínuos realizados em unidade piloto, com mais freqüência, são aqueles ligados aos circuitos de moagens. Os testes contínuos e descontínuos guardam entre si relações muito próximas, em muitos casos coincidentes. Assim, vários procedimentos operacionais, já descritos para os ensaios descontínuos, serão utilizados nos ensaios contínuos.

Procedimento do Ensaio

De início, alimenta-se o tanque com água e, com a bomba ligada, inicia-se a circulação de água em circuito fechado, mediante a utilização do registro R1 (Figura 4).

O fluxo de polpa que alimenta o tanque do hidrociclone deve incluir percentagem de sólidos, vazão de alimentação (L/h) e distribuição granulométrica do minério moído de acordo com os valores programados, para o ensaio, missão do engenheiro responsável pelas investigações. O fluxo de polpa descarregado no tanque de alimentação provém de um circuito de moagem ou de outro processo.

O operador conduz a alimentação do hidrociclone, fechando o registro R1 e, ao mesmo tempo, abrindo o registro R2 para direcionar o fluxo da bomba ao hidrociclone. Essa manobra deve ser lenta e gradativa e, ao seu final, o operador deve verificar se o valor da pressão no medidor é igual ao programado para o ensaio. Assim, os fluxos do *overflow* e do *underflow* são, imediatamente, redirecionados e não retornam ao tanque de alimentação do hidrociclone. Desse modo, inicia-se a operação em circuito aberto e contínuo, desde que o fluxo de polpa descarregado no tanque de alimentação, também seja contínuo.

As variáveis operacionais são as mesmas já discutidas para o ensaio descontínuo, às quais o operador deve guardar a devida atenção e controle.

Quando o circuito atinge a sua capacidade máxima e, também, o seu estado de equilíbrio, o operador efetua a etapa de amostragem. Ele deve confirmar, ainda, por meio da amostragem, se a pressão de alimentação, taxa de polpa (L/h) e percentagem de sólidos nos fluxos do *overflow*, do *underflow* e da alimentação estão de acordo com os valores programados pelo engenheiro responsável pela investigação.

O procedimento de amostragem inclui a coleta de incrementos, de forma sistematizada, em intervalos de tempos preestabelecidos. Ao final da amostragem, compõe-se a amostra final, que será quarteadada para a realização de análises química, granulométrica, balanços de massa e metalúrgico, determinação de percentagens de sólidos, densidade de polpa, entre outros.

7. COMENTÁRIOS

O hidrociclone é mais uma ilustração emocionante de toda ação criativa da engenharia. Sem partes móveis, esse equipamento é extremamente simples em desenho e altamente eficiente, como classificadores dinâmicos. Neste contexto, falta-lhe ainda uma exatidão no processo de classificação. Na realidade, há uma partição granulométrica e não um tamanho de corte definido, como desejariam todos os operadores e pesquisadores.

Há muitas tentativas de análise e descrição das relações entre os fluxos internos dos hidrociclones, algumas delas teóricas e outras baseadas em dados experimentais de laboratório, unidade piloto e, até mesmo, resultados operacionais. A análise desses dados resultou em ferramentas úteis para o cálculo e estudo dos hidrociclones. No entanto, essas ferramentas ainda possuem suas limitações em decorrência do elevado número de variáveis, conhecidas ou não, as quais estão ligadas ao projeto e à operação.

A análise desse conjunto não é trivial, por mais que os hidrociclones sejam equipamentos mecanicamente simples. Não existe um sistema capaz de relacionar todas essas variáveis e expressar, de forma precisa, a operação dos hidrociclones. Há sempre uma necessidade, seja qual for a extensão, dos estudos em escala piloto, de os dados proporcionarem mais precisão e confiança ao dimensionamento dos hidrociclones industriais.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Chaves, A. P. Teoria e Prática do Tratamento de Minérios. São Paulo: Signus Editora. 1ª Edição, 1996.
- Carriso, R. C. C. e Correia, J. C. G. Classificação e Peneiramento. In: Luz, A. B.; Sampaio, J. S e Almeida, S. L. M. (Ed). Tratamento de Minérios. 4ª ed. Rio de Janeiro: CETEM, 2004. p.197-237.
- Gomes, J. I. A. e Carriso, R. C. C. Aplicação da simulação de hidrociclones em circuitos de moagem. Brasília: DNPM/CPRM, 1985 (Série Tecnologia Mineral, nº 35. Seção Beneficiamento, nº 22.).
- Kelly, E. G. e Spottiswood, D. J. Introduction to mineral processing. New York: John Wiley & Sons, 1982, p.199-236.
- Mular, A. L. Size Separation. In: Principles of Mineral Processing. Fuerstenau, M. C. and Han, K. N. (Ed.) Society for Mining, Metallurgy and Exploration, Inc. Colorado, 2000.
- Mular, A. L. e Jull, N. A. Cyclone classifiers, pumps and pump boxes for grinding circuits. In Mular, A. L. e Bhappu, R. B. (Ed.) Mineral processing plant design. 2nd Edition. Society of Mining Engineers. New York, 1980.
- Mular, A. L. Size separation. In: Fuerstenau, M. C. Han, K. N. (Ed.) Principles of mineral processing. SME, 2003, p.119-172.
- Trawisnk, H. Teoria, Aplicações e Emprego Prático dos Hidrociclones. Separata da Edição nº 394, janeiro de 1978, Revista Mineração Metalurgia.

CAPÍTULO 8 – OPERAÇÃO DE CLASSIFICAÇÃO EM AEROCLASSIFICADOR STURTEVANT

Paulo Fernando Almeida Braga

Engenheiro Químico/UFRRJ, Mestre em
Engenharia Mineral/EPUSP
Pesquisador do CETEM/MCT

Lauro Santos Norbert Costa

Engenheiro Metalurgista/PUC-Rio, Mestre em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Pesquisador do CETEM/MCT

1. INTRODUÇÃO

Os aeroclassificadores (Figura 1) são regidos pelos princípios físicos da força centrífuga, da força de arraste e da aceleração da gravidade. A combinação destas forças resulta num processo de classificação de partículas, de acordo com o seu tamanho ou a sua densidade. Para materiais secos com granulometria abaixo de 100 μm , a classificação a ar fornece os meios mais eficazes na classificação dos finos contidos na alimentação e obtenção de um produto final com menor quantidade de partículas grossas. O equipamento é indicado para operação em circuito de moagem, no qual possui um desempenho ótimo na remoção da fração fina.

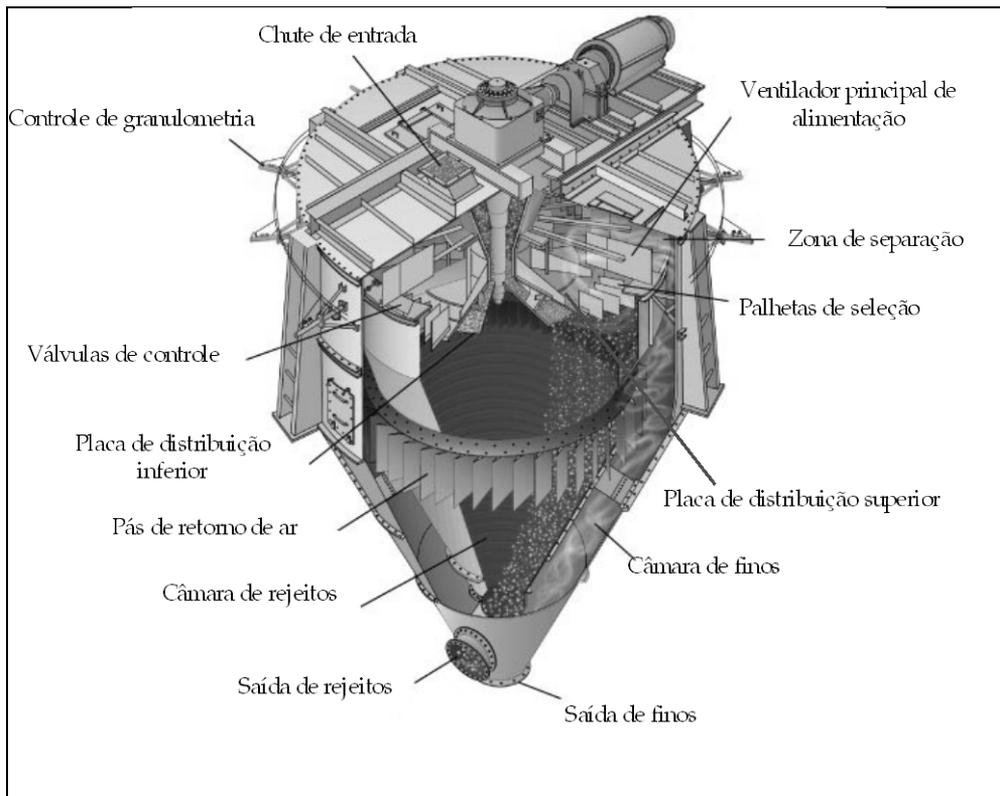


Figura 1 – Ilustração detalhada do aeroclassificador *Sturtevant Whirlwind*.

Entre as vantagens do uso da aeroclassificação, destacam-se a:

- (i) potencialidade para processar uma variedade de produtos oriundos de diversos setores industriais;
- (ii) capacidade elevada de processamento nas separações de produtos em granulometria que as tradicionais peneiras vibratórias não são aplicadas;
- (iii) sua construção simples e o baixo custo de manutenção associado à facilidade operacional;
- (iv) facilidade de controles externos de granulometria, sem a necessidade de parada do equipamento para ajuste do produto final;

Neste Capítulo são discutidos os procedimentos básicos para execução dos ensaios de classificação no aeroclassificador *Sturtevant Whirlwind* de 20", equipamento disponível no CETEM, além de uma breve descrição sobre o equipamento.

2. O AEROCLASSIFICADOR STURTEVANT WHIRLWIND

O aeroclassificador *Whirlwind* consiste num sistema de classificação com ventilador e hélices separadoras. O projeto interno do equipamento não requer ciclones para fechamentos do circuito e filtros de manga para coleta das partículas finas. O desenho esquemático da Figura 2 ilustra as principais características do aeroclassificador *Sturtevant Whirlwind* de 20".

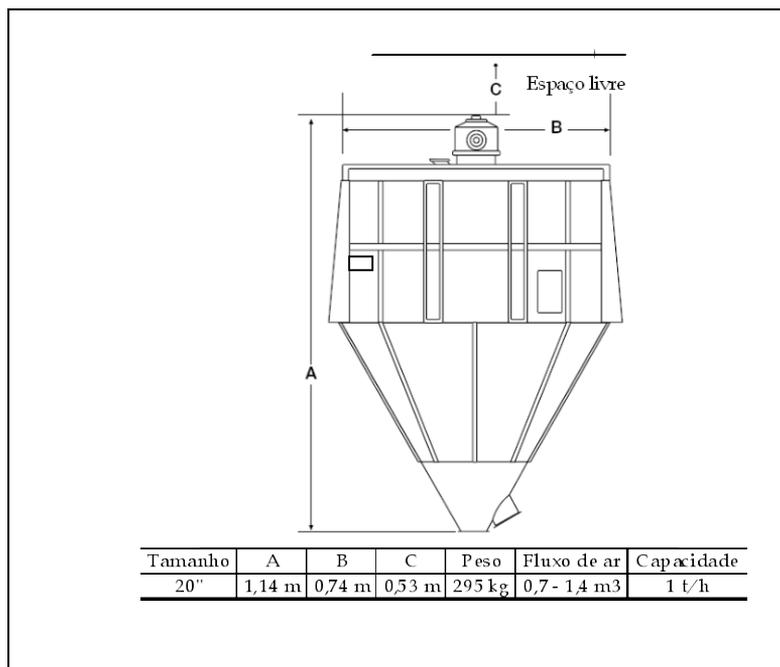


Figura 2 – Diagrama ilustrativo com dimensões do aeroclassificador *Sturtevant Whirlwind* de 20".

3. USOS E APLICAÇÕES DA AEROCLASSIFICAÇÃO

Cunha *et al.*, (2004) enfatizam as vantagens do uso do aeroclassificador, que alcançou rendimento de até 80% para adequar areia artificial, obtida com base em pó de brita oriundo de britadores giratórios e cônicos de pedreiras. A areia foi classificada no aeroclassificador para remover a fração fina e adequar o produto ao uso na construção civil (norma NBR 7211). O trabalho menciona a pouca importância, no caso, da taxa de alimentação e ressalta a importância da posição dos elementos de rejeição (lâminas) e da umidade da amostra que, para este material, não pode exceder 0,5% sem que os resultados fiquem sobremaneira prejudicados. Na Figura 3 encontram-se ilustrados os produtos resultantes de operação industrial de produção de brita para construção civil, após a classificação no aeroclassificador *Sturtevant*.

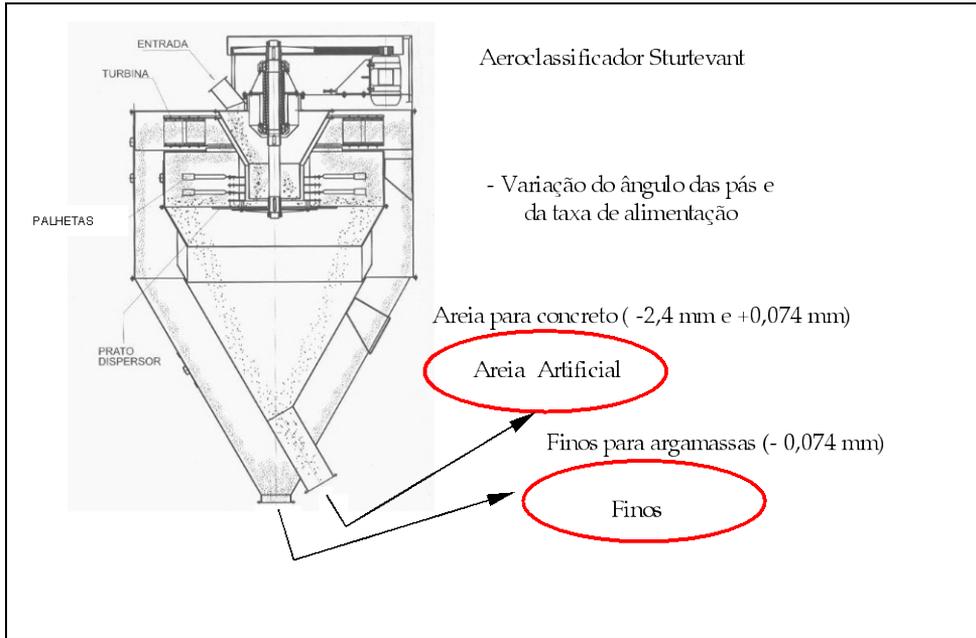


Figura 3 – Classificação dos produtos do britador VSI em aeroclassificador.

Outros usos da aeroclassificação são encontrados nas indústrias de cimento, cerâmica, plásticos, produtos químicos e alimentícios, inclusive nas classificações de carvão, diatomita, gesso, cal hidratado, minerais e pós-metálicos, areia de quartzo, carbonato e bicarbonato de sódio.

4. PROCEDIMENTO OPERACIONAL DE AEROCLASSIFICAÇÃO

Os materiais a serem classificados alimentam o cone de entrada do aeroclassificador com auxílio de um alimentador vibratório. Em seguida, são direcionados para o interior do equipamento pela ação da gravidade e da força centrífuga imprimida pela placa distribuidora rotatória superior.

A força centrífuga faz com que as partículas a serem separadas se afastem do centro da placa pelo movimento de rotação. Desta forma, as partículas são atiradas para as extremidades da placa rotatória superior, onde são coletadas nas abas da mesma e recolhidas na placa inferior logo abaixo. As duas placas delimitam a zona de classificação.

A intensidade da força sobre a partícula aumenta diretamente com a sua massa e com o quadrado da velocidade de rotação do aeroclassificador, segundo a Equação 1.

$$(F=1/2 MV^2) \quad [1]$$

Quanto maior a massa da partícula, obviamente, maior será a força e, à medida que as partículas se afastam do centro, a força diminui. Quanto maior a velocidade, maior a força.

Sabe-se que a velocidade de rotação do aeroclassificador deve ser controlada e, nesta ocasião, a força centrífuga imprimida deve ser suficiente para que o material penetre na zona de classificação com velocidade maior que aquela do material alimentado no equipamento. A classificação dos materiais tem início na zona de classificação compreendida entre as duas placas. À medida que partículas mais pesadas são afastadas para a periferia das placas, sua força diminui e elas se depositam, por gravidade, na câmara de grossos.

As partículas menores e/ou mais leves retardam seu movimento para a periferia da placa e são carregadas pelo fluxo ascendente de ar criado pelo ventilador principal até a zona de seleção.

O ventilador principal provoca uma circulação de ar contínuo no equipamento. O ar chega à alimentação e circula nas zonas de classificação e seleção em um movimento de espiral, chega à área dos finos e retorna pelas palhetas de retorno à zona de classificação.

O material da placa inferior é submetido a três tipos de forças: a força centrífuga, responsável pela classificação inicial; a força da gravidade, que exerce uma força para baixo e a força do ar ascendente, que é controlável e tende a elevá-las. A velocidade de alimentação, o volume de ar e a velocidade de rotação são fatores importantes nas zonas de classificação e seleção.

Uma cortina de material é formada acima da placa de distribuição inferior, na zona de classificação, fazendo uma trajetória normal pela ação da força da gravidade. A dispersão das partículas ocorre pela ação combinada da

força centrífuga e da ação do ar ascendente, que passa através do material e tende a elevar as partículas.

As partículas menores e mais leves são facilmente carreadas para cima, em direção à zona de classificação, na qual ocorre a classificação final. As partículas maiores e mais pesadas ficam mais afastadas do centro, fora da ação do fluxo de ar ascendente e se depositam como rejeitos.

O ventilador consiste numa série de lâminas, montadas na placa de distribuição superior. Este ventilador tem um propósito duplo na seleção final: é um seletor de tamanho rotativo pelo qual todos os finos ou o material de interesse devem passar, de modo a serem levados à zona de coleta e imprimir um efeito centrífugo. Com isso, as partículas maiores e mais pesadas se afastam para fora do centro, ficando fora do alcance do ar ascendente, enquanto as partículas finas são encaminhadas pelo ventilador de seleção para a câmara de finos.

O número e o tamanho das aberturas ou espaços pelos quais o material fino passa, assim como o tempo em que tais aberturas passam por um dado ponto, controlam a seleção da granulometria final. Variando tanto a velocidade de rotação quanto as aberturas, obtém-se seletividade em faixa bastante abrangente.

Observa-se que, quanto menores as aberturas no ventilador de seleção (ou seja, quanto maior número de lâminas), menor será a faixa de tamanho obtida no produto final, efeito que é incrementado com o uso de maior velocidade de rotação. Ao contrário, a redução do número de lâminas leva à obtenção de produto mais grosso.

Válvulas de controle estão localizadas estrategicamente entre o ventilador principal e o ventilador de seleção. Estas válvulas podem ser movidas para dentro ou para fora, assim, varia-se a abertura de entrada no ventilador principal. Quando se move essa válvula para dentro, a abertura diminui a capacidade volumétrica do ventilador principal, ao mesmo tempo, melhora a eficiência seletiva do ventilador pela formação de uma cobertura sobre as lâminas da seleção.

As pás de retorno de ar estão localizadas entre o cone dos grossos e a parte interna do aparelho cônico. Estas pás quebram o redemoinho do ar que desce para a câmara de finos, permitindo que estes se depositem suavemente no cone de finos. Elas estão assim dispostas, de modo a imprimir um movimento tangencial ao ar, que entra e volta à zona de classificação.

O ar carregado de finos sai pela descarga dos finos. O ar limpo retorna por meio das pás para ajudar na classificação.

5. AJUSTES OPERACIONAIS

Os ajustes variam de acordo as características do material a ser separado: peso ou densidade, granulometria desejada no produto final, teor de umidade, percentual de finos na alimentação, método de alimentação entre outras.

O controle da granulometria no produto final deve ser realizado por meio de ajustes mecânicos nos seguintes dispositivos do equipamento:

- (i) válvulas de controle montadas na superfície interna do aparelho;
- (ii) número de lâminas de seleção montadas na placa de distribuição superior;
- (iii) velocidade de rotação do aparelho, bem como do ventilador principal.

As válvulas de controle são reguladas manualmente por meio de hastes ou parafusos, uma a uma. Cada válvula deve ser movida de maneira idêntica, de forma que a abertura abaixo do ventilador principal seja aproximadamente simétrica. O movimento da válvula para dentro, gera-se uma tendência à classificação mais fina, movendo-as para fora gera um produto mais grosso. Em termos de capacidade, quanto mais abertas estiverem as válvulas, maiores serão as vazões.

O número de lâminas de seleção utilizado varia conforme a natureza do material e a granulometria do produto final. Para classificação fina, usa-se o máximo de lâminas, ao passo que, separações grossas permitem a retirada de uma ou mais lâminas. Às vezes, é possível trabalhar sem as lâminas, atentando para o equilíbrio da placa em que as mesmas estão montadas. Se há

48 lâminas na placa, pode-se retirar a metade alternadamente, removendo cada terceira ou quarta lâmina. Há inúmeras combinações possíveis, sempre respeitando a placa de montagem de lâminas. A adição de lâminas segue os mesmos critérios.

As lâminas de seleção ainda podem ser reguladas para cima e para baixo, por meio de pinos de encaixe. O ajuste para produto mais fino é obtido com cada lâmina na posição mais elevada, de tal forma que a parte de cima da lâmina gire próximo à parte inferior da estrutura interna cônica do aparelho, quando a placa rotativa está em movimento. De forma geral, a ausência de lâminas na placa rotativa superior, implica em uma velocidade de rotação, mais levada, que resulta na obtenção de um produto mais grosso. No entanto, com o jogo completo de lâminas sobre a placa superior constituindo o ventilador de seleção, o uso de maiores velocidades de rotação acarreta a obtenção de produto mais fino.

O fabricante sugere que só se recorra a mudanças na velocidade de rotação, mediante consulta ao representante ou ao próprio fabricante, sempre informando o objetivo da alteração.

O diâmetro do ventilador principal pode variar de acordo com a posição das lâminas, dependendo da maneira que estiverem ajustadas: para dentro ou para fora. Quando estiverem reguladas para fora, o ventilador aumenta sua área de abrangência e tem um maior poder de arraste, resultando um produto final mais grosso. Com as lâminas para dentro ou em número reduzido, a capacidade de produção do equipamento é reduzida, gerando um produto mais fino.

Um teste inicial deve ser feito com as válvulas do ventilador para fora e lâminas de seleção bem abertas. Se o produto sair fino demais, reduz-se o número de lâminas de seleção. Por outro lado, se o produto estiver muito grosso, deve fechar um pouco as válvulas de controle e mudar suas posições até se conseguir a granulometria fina desejada. Só a prática dirá qual a posição ideal das válvulas e número de lâminas necessário para se obter o produto na granulometria desejada.

A maior capacidade de produção é obtida com as lâminas do ventilador principal para fora e as válvulas totalmente abertas. Fechando-se levemente as

válvulas pode-se alcançar o resultado esperado. Há casos em que poucas lâminas de seleção bastam com as válvulas um pouco fechadas, mas para classificação na faixa granulométrica fina, o normal é trabalhar com todo o jogo de lâminas.

Sempre que se for usar o equipamento é bom deixá-lo girar algum tempo sem nada controlar, para limpar a máquina do material de ensaios anteriores.

6. CUIDADOS ESPECIAIS

A taxa de alimentação do aparelho deve ser constante e deve haver um certo controle na alimentação, mantendo inalterado o conteúdo de finos, de modo a não ocorrerem erros após os ajustes. É recomendável um conteúdo de finos entre 70 e 80% na alimentação e uma carga circulante de 200%. Isto, porém, não é regra geral e pode variar com o tipo de alimentação, com o tipo de moagem e com as características do produto final.

Rendimentos aceitáveis da classificação somente serão obtidos com o material seco e bem desagregado, isto é, a umidade torna-se uma variável de maior importância.

Para retirada dos finos do separador, é desejável uma calha bem aberta ou um transportador tipo parafuso sem-fim. Um tubo de exaustão também pode ser acoplado à saída do produto para coletar ar contaminado de finos, terminando em um filtro de mangas.

7. CÁLCULOS PARA O AEROCLASSIFICADOR STURTEVANT

Várias fórmulas empíricas podem ser utilizadas para calcular a capacidade de produção, a eficiência da classificação, a proporção de produto, grossos e a carga circulante. As variáveis utilizadas são: a percentagem de finos na alimentação do separador (A), a percentagem de finos contida nos grossos do processo (B) e a percentagem de finos contida no produto final (C). Além desses valores, devem ser conhecidas: a produção de finos por unidade de tempo (D), a eficiência do aparelho (E) e a taxa de alimentação na unidade de tempo (F).

Fórmulas para o Cálculo da Capacidade de Produção

$$A = B + D \times (C - B)/F$$

$$D = F \times (A - B)/C - B$$

$$B = \{ (A \times F) - (D \times C) \} / (F - D)$$

$$F = D \times (C - B)/A - B$$

$$C = B + F \times (A - B)/D$$

Fórmulas para Cálculo da Eficiência

$$E = 100 \times C \times (A - B)/A \times (C - B)$$

$$A = (100 \times B \times C) / 100 \times C - E \times (C - B)$$

$$B = A \times C \times (100 - E) / (100 \times C) - (A \times E)$$

$$C = A \times B \times E / A \times E - 100 \times (A - B)$$

Partição entre Produto e Rejeito em Relação à Alimentação

$$100 \times (A - B) / (C - B) = \% \text{ da alimentação no produto}$$

$$100 \times (C - A) / (C - B) = \% \text{ da alimentação no rejeito}$$

Percentagem da Carga Circulante (%C)

$$(\%C) = 100 \times (C - A) / (A - B)$$

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Cunha, E.R.; Almeida, S.L.M. de; Tavares, L. M.M. Desempenho do Classificador Pneumático Sturtevant na Produção de Areia Artificial. In: Anais do XX ENTMME, Florianópolis, Brasil, 2004.

Operating Instructions Sturtevant™ Air Separator, Boston, Massachusetts, 1984.



PARTE III MOAGEM



CAPÍTULO 9 – ENSAIOS DE MOAGEM EM LABORATÓRIO

João Alves Sampaio

Engenheiro de Minas/UFPE, Mestre e Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Tecnologista Sênior do CETEM/MCT

Carla Napoli Barbato

Engenheira Química - Universidade Federal Fluminense, Mestre em Engenharia de Materiais e Metalúrgica/COPPE-UFRJ
Doutoranda em Engenharia Química/EQ-UFRJ

1. INTRODUÇÃO

Na etapa de preparação de amostra, há necessidade da britagem e moagem a uma determinada granulometria, sendo o tempo de moagem obtido com base em uma série de ensaios devidamente programados. Esses ensaios têm por finalidade a redução granulométrica das amostras para estudos de laboratório e não correspondem a ensaios adicionais para medida de consumo de energia na moagem.

Neste trabalho, os ensaios foram conduzidos com moinhos de barras e de bolas, em escala de laboratório, utilizando amostra de minério de feldspato da região Borborema-Seridó, Rio Grande do Norte. O moinho de bolas é indicado na preparação de amostras, quando se deseja moer uma maior quantidade de minério ou quando se pretende moer a amostra a uma granulometria mais fina. Em outras situações é preferível usar o moinho de barras, em decorrência da baixa produção de finos e da praticidade operacional (Barrat e Sherman, 2002).

2. METODOLOGIA DOS ENSAIOS

A primeira etapa dos trabalhos consiste na coleta de fragmentos de rochas para confecção de lâminas delgadas ou seções polidas, visando estudos petrográficos e mineralógicos úteis aos estudos de liberação. Esse procedimento só é possível quando o minério não está alterado, isto é, quando se trata de rocha fresca. Além disso, é indicado para estudos de determinação do grau de liberação (Herbst *et al.*, 2003).

Na segunda etapa procede-se a britagem da amostra, conduzida com cuidado, para evitar contaminação. No início, o operador deve remover a graxa ou óleo por ventura existente no britador ou em outro equipamento de fragmentação. Igualmente, remover os resíduos de outras amostras, previamente, utilizadas nos equipamentos.

Nos testes de laboratório, os equipamentos indicados para britagem primária são britadores de mandíbulas, nos quais a amostra é reduzida a uma granulometria abaixo de 6,0 mm. Na segunda etapa, britagem secundária, utilizam-se britadores de rolos para reduzir a granulometria da amostra a

valores menores que 1,5 ou 0,8 mm, dependendo do tipo de minério e/ou finalidade do estudo. Este procedimento permite a redução granulométrica da amostra, com pouca produção de finos, razão pela qual não se recomenda o uso dos moinhos de discos. Na Figura 1, pode-se observar o diagrama de fluxo de etapas de preparação da amostra.

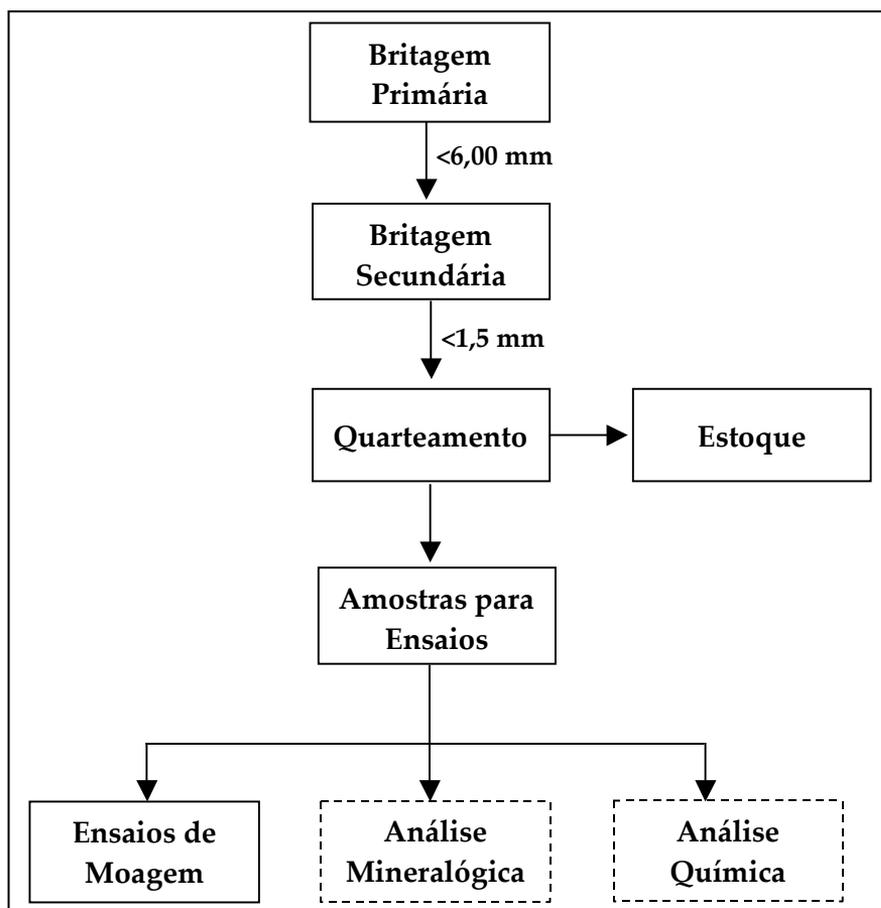


Figura 1 – Procedimentos da etapa de preparação da amostra

Após a britagem, a amostra é homogeneizada e quarteada em alíquotas que variam entre 500 e 2.000 g, de acordo com o planejamento do estudo feito pelo pesquisador responsável pelos trabalhos de pesquisa. A obtenção dessas amostras obedece aos métodos de amostragem e preparação já conhecidos pelo operador. Em seguida, as amostras são estocadas para utilização na etapa

de moagem. Durante o período de estocagem, deve ser evitada a contaminação e/ou alteração da amostra.

Devido à ineficiência dos moinhos pequenos usados em laboratório, não se recomenda a moagem de amostras com granulometria mais grossa que 1,5 mm. Os moinhos mais recomendados são de barras, bolas ou porcelana, este para o caso das amostras, em que a contaminação com ferro é prejudicial às etapas de beneficiamento subseqüentes. Na moagem a úmido, é usual a operação com percentagem de sólidos na faixa de 50 a 65% (Mosher e Bigg, 2002).

Na elaboração destas instruções foram utilizados os seguintes equipamentos:

- (i) uma unidade motora com velocidade controlada;
- (ii) um moinho de barras com diâmetro de 150 mm e comprimento de 300 mm, fabricado em aço inoxidável (Figura 2);
- (iii) dez barras com diâmetro de 21 mm e comprimento 293 mm, fabricadas também em aço inoxidável (Figura 2);
- (iv) um conjunto de peneiras de laboratório série Tyler e um peneirador vibratório (Figura 2);
- (v) um cronômetro para controle do tempo de moagem;
- (vi) baldes para coleta de amostras.

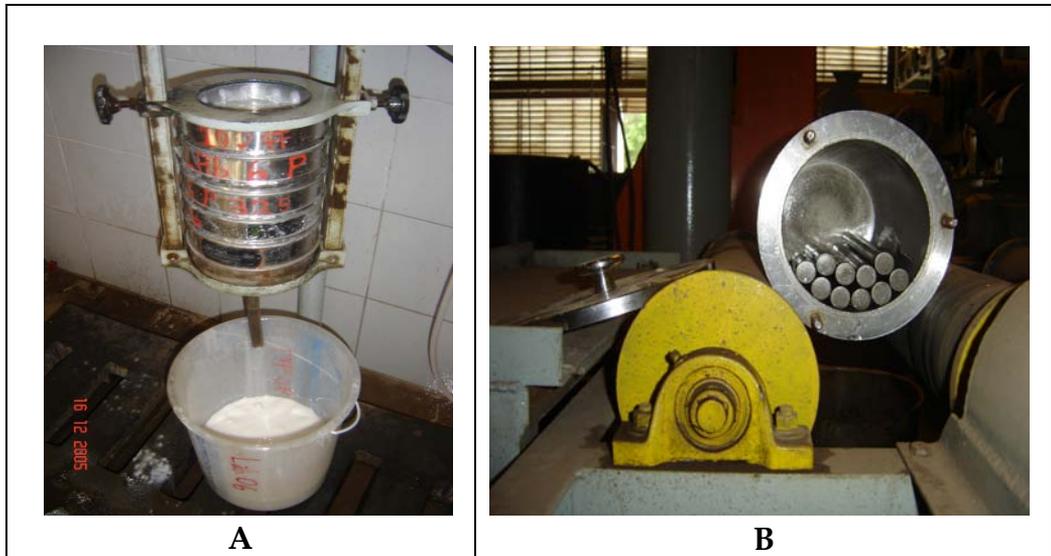


Figura 2 – Equipamentos existentes no CETEM e utilizados nos ensaios de moagem. Em A, conjunto de peneiras e um peneirador vibratório, em B, a unidade motora com moinho de barras utilizada nos testes.

O moinho de barras opera com velocidade de rotação da ordem de 65% da sua velocidade crítica (Equação 1) (Figueira *et al.*, 2004). Esta velocidade, constante para todos os ensaios, deve ser monitorada pelo operador. Para tanto, o mesmo deve utilizar o sistema mecânico de redução de velocidades, além de um inversor de frequência, para controle da velocidade (rpm) do motor. A medida da velocidade de rotação do moinho é feita com auxílio de um medidor estroboscópico ou outro equipamento devidamente calibrado. Dessa forma, conseguem-se valores confiáveis da velocidade de rotação do moinho.

$$n_c = \frac{42,3}{\sqrt{2 r}} \quad [1]$$

onde:

n_c = velocidade crítica do moinho (rpm)

r = raio do moinho (m)

O tempo de moagem para cada ensaio depende da natureza do minério e é estabelecido previamente pelo pesquisador. Em geral, os tempos de moagem variam em intervalos de 5 min. Sugere-se a realização de ensaios com os seguintes tempos de moagem: 5; 10; 15; 20; 25; 30 min, ou mais, dependendo, sobretudo, da resposta do minério a essas condições de moagem.

Após a moagem transfere-se a amostra do moinho para um recipiente, com o devido cuidado, para evitar perdas durante o manuseio. Na etapa seguinte, realiza-se o teste de peneiramento, conforme instruções contidas no Capítulo 3.

Os resultados da análise granulométrica são expostos na forma ilustrada na Tabela 1, sendo o valor 0 (zero) para o tempo de moagem corresponde à distribuição granulométrica do minério na alimentação do moinho, ou seja, antes da sua moagem. Na Figura 3, no eixo das ordenadas, estão os tempos de moagem e, nas abscissas, as percentagens passantes relativas a cada teste de moagem. O traçado deste gráfico pode ser obtido por meio de aplicativos existentes na maioria dos PCs.

Tabela 1 – Resultados obtidos nos testes de moagem com moinho de barras, utilizando minério de feldspato da região Borborema-Seridó, RN.

Malhas	Abertura (mm)	% Passantes						
		t ₀	t ₁	t ₂	t ₃	t ₄	t ₅	t ₆
14	1,168	54,41	98,43	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
20	0,833	41,47	89,40	99,62	100,00	100,00	100,00	100,00
28	0,589	29,59	68,10	92,40	99,71	98,08	100,00	100,00
35	0,417	22,46	52,29	72,95	95,69	97,65	99,90	99,94
48	0,295	17,60	38,61	52,44	76,54	91,12	97,28	99,16
65	0,208	13,02	29,83	39,62	57,12	75,89	88,70	94,40
100	0,147	11,03	22,43	28,69	41,12	54,34	68,79	81,97
150	0,104	7,20	16,43	23,15	30,72	39,64	48,13	61,94
200	0,074	5,44	12,83	17,69	23,46	29,68	34,49	44,14
325	0,053	3,49	8,29	11,69	14,99	19,35	20,60	27,61
400	0,037	2,64	6,36	9,67	12,17	14,92	17,99	21,36

t = tempo moagem (min). t₀= 0; t₁= 5; t₂= 10; t₃= 15; t₄= 20; t₅= 25; t₆= 30.

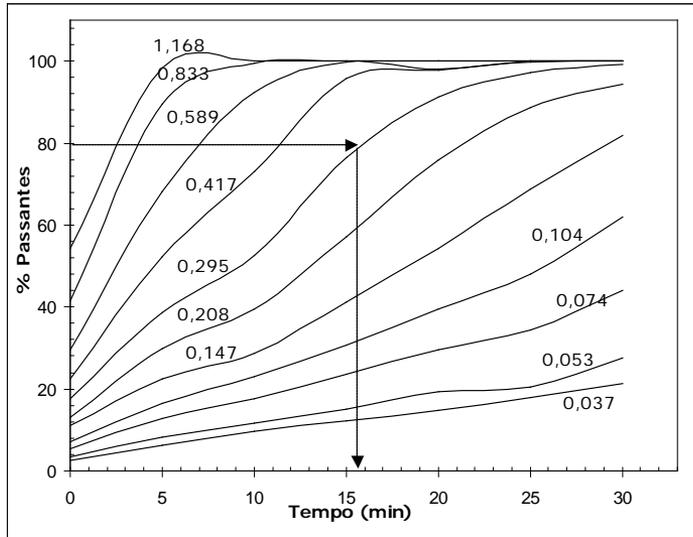


Figura 3 – Curva de moagem do minério de feldspato pegmatítico da região Borborema-Seridó. As aberturas das peneiras estão expressas em mm.

Na Figura 3, é possível determinar o tempo de moagem necessário à redução granulométrica de uma amostra do feldspato, desde que as mesmas condições operacionais do ensaio sejam mantidas. No presente exemplo foi determinado o tempo de moagem para se moer uma amostra deste minério, com 80% passante na peneira com abertura de 0,295 mm.

3. ENSAIOS COM MOINHO DE BOLAS

Os ensaios foram realizados em um moinho de bolas com dimensões de 185x160 mm (diâmetro *versus* comprimento), sendo a velocidade de rotação do moinho equivalente a 65% da velocidade crítica. Na Tabela 2, constam os dados da carga de bolas utilizadas, bem como os resultados obtidos nos testes de moagem, nos quais foi utilizada a mesma amostra de minério de feldspato da região Borborema-Seridó, RN.

Os ensaios foram realizados de modo análogo àqueles feitos com o moinho de barras. No presente exemplo, o tempo de moagem para moer uma amostra de 1,0 kg de feldspato encontra-se no gráfico da Figura 3.

Tabela 2 – Quantidade, diâmetro e volume das bolas utilizadas nos testes de moagem e os resultados dos mesmos, na qual utilizou-se o minério de feldspato da região Borborema-Seridó, RN.

Características da carga de bolas utilizadas no teste								
Nº Bolas	Diâmetro (cm)	Peso (g)		Volume (cm ³)				
33	1,5	191		58,41				
132	2,7	2.680		1.359,6				
8	3,2	868		6.444,0				
Total	-	3.738		8.362,01				
Resultados obtidos nos testes de moagem com moinho de bolas								
Malhas	Abertura (mm)	% Passantes						
		t ₀	t ₁	t ₂	t ₃	t ₄	t ₅	t ₆
14	1,168	54,41	66,77	70,47	73,79	77,48	78,60	79,83
20	0,833	41,47	53,89	58,56	63,07	68,83	70,02	72,30
28	0,589	29,59	42,00	46,95	52,67	58,66	60,59	64,40
35	0,417	22,46	32,54	37,61	43,62	50,39	52,87	57,05
48	0,295	17,60	26,55	29,66	36,14	42,70	45,37	50,02
65	0,208	13,02	19,23	22,70	27,55	33,96	36,36	40,42
100	0,147	11,03	14,16	16,75	21,42	26,65	29,03	32,19
150	0,104	7,20	10,67	11,92	16,24	20,22	21,95	24,53
200	0,074	5,44	8,12	8,84	12,58	15,86	17,66	18,91
325	0,053	3,49	5,12	5,46	8,55	10,66	12,57	12,39
400	0,037	2,64	3,80	4,07	6,52	8,28	9,81	9,46
t = tempo moagem (min). t ₀ = 0; t ₁ = 5; t ₂ = 10; t ₃ = 15; t ₄ = 20; t ₅ = 25; t ₆ = 30.								

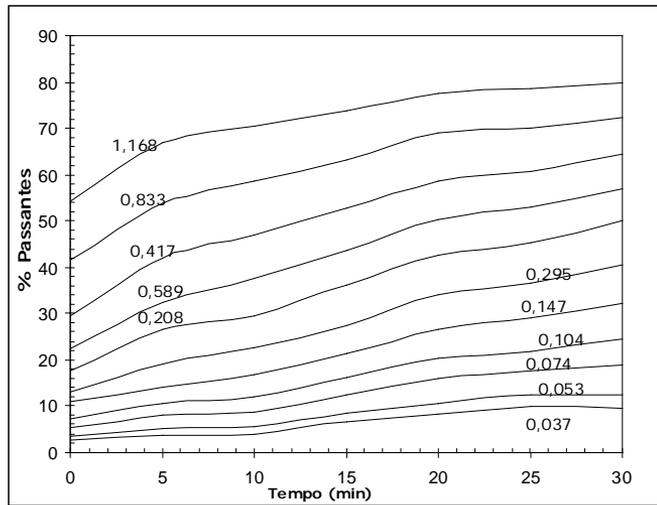


Figura 4 – Curva de moagem em moinho de bolas com minério de feldspato pegmatítico da região Borborema-Seridó (abertura das peneiras em mm).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Barrat, D. e Sherman, M. Factors which influence the selection of comminution circuit. In: Mullar, A. L.; Halbe, D. N. e Barratt, D. J. (Ed.). Mineral processing plant design, practice and control. vol.1. SME, 2002, p.539-565.
- Figueira, H. V. O.; Almeida, S. L. M. e Luz, A. B. Cominuição. In: Luz, A. B., Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). Tratamento de Minérios, 4ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p.113-182.
- Herbst, J. A.; Lo, Y. C. e Flintoff, B. Size liberation. In: Fuerstenau, M. C. E Han, K. N. (Ed.). Principles of mineral processing. SME, 2003, p.61-118.
- Mosher, J. e Bigg, T. Bench-scale and pilot plant tests for comminution circuit design. In: Mullar, A. L.; Halbe, D. N. e Barratt, D. J. (Ed.). Mineral processing plant design, practice and control. vol.1. SME, 2002, p.123-135.

CAPÍTULO 10 – DETERMINAÇÃO EXPERIMENTAL DO ÍNDICE DE TRABALHO (WI)

Carla Napoli Barbato

Engenheira Química - Universidade Federal Fluminense, Mestre
em Engenharia de Materiais e Metalúrgica/COPPE-UFRJ
Doutoranda em Engenharia Química/EQ-UFRJ

João Alves Sampaio

Engenheiro de Minas/UFPE, Mestre e Doutor em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Tecnologista Sênior do CETEM/MCT

1. INTRODUÇÃO

Este capítulo tem o objetivo de descrever os procedimentos para se determinar o índice de trabalho (WI) para minérios ou materiais sujeitos a processos de moagem em moinhos de bolas, segundo a terceira lei da cominuição, formulada por Bond.

O índice de trabalho (WI) corresponde, numericamente, à energia total, expressa em kWh por tonelada curta (907 kg), necessária para reduzir o minério, desde um tamanho teoricamente infinito até 80% passante em 106 μm (Figueira *et al.*, 2004). O WI corresponde à resistência do minério à moagem e, com esse parâmetro, torna-se possível calcular a energia (kWh/t) necessária para moer o minério a uma determinada granulometria, além de ser um parâmetro importante para o dimensionamento de moinhos de bolas (Herbst *et al.*, 2003).

A lei de Bond estabelece que a energia necessária para fragmentar uma massa unitária de um minério homogêneo é inversamente proporcional à raiz quadrada do diâmetro das partículas (Barrat e Sherman, 2002). A Equação 1 é a expressão matemática da lei de Bond.

$$W = 10 \text{ WI} \left(\frac{1}{\sqrt{P}} - \frac{1}{\sqrt{F}} \right) \quad [1]$$

onde:

W energia em kWh para moer uma tonelada curta do minério;

WI índice de trabalho (*work index*);

P abertura da peneira, em micrômetros (μm), através da qual passam 80% da massa do produto;

F abertura da peneira, em micrômetros (μm), através da qual passam 80% da massa da alimentação.

Os ensaios para determinar o WI, em laboratório, são conduzidos em um moinho padrão, usado para essa finalidade, cujo desenho esquemático, bem como o diagrama do circuito fechado encontra-se na Figura 1 (ABNT – NBR 11376). O moinho possui diâmetro e comprimento iguais a 12 polegadas e opera com 70 rpm. A sua carga moedora consiste de 285 bolas de aço, pesando 20,125 kg e massa específica de 7,83 g/cm³, conforme distribuição da Tabela 1. A moagem é conduzida, a seco, em circuito fechado, com a carga circulante de 250%, quando a operação atinge o seu estado de equilíbrio.

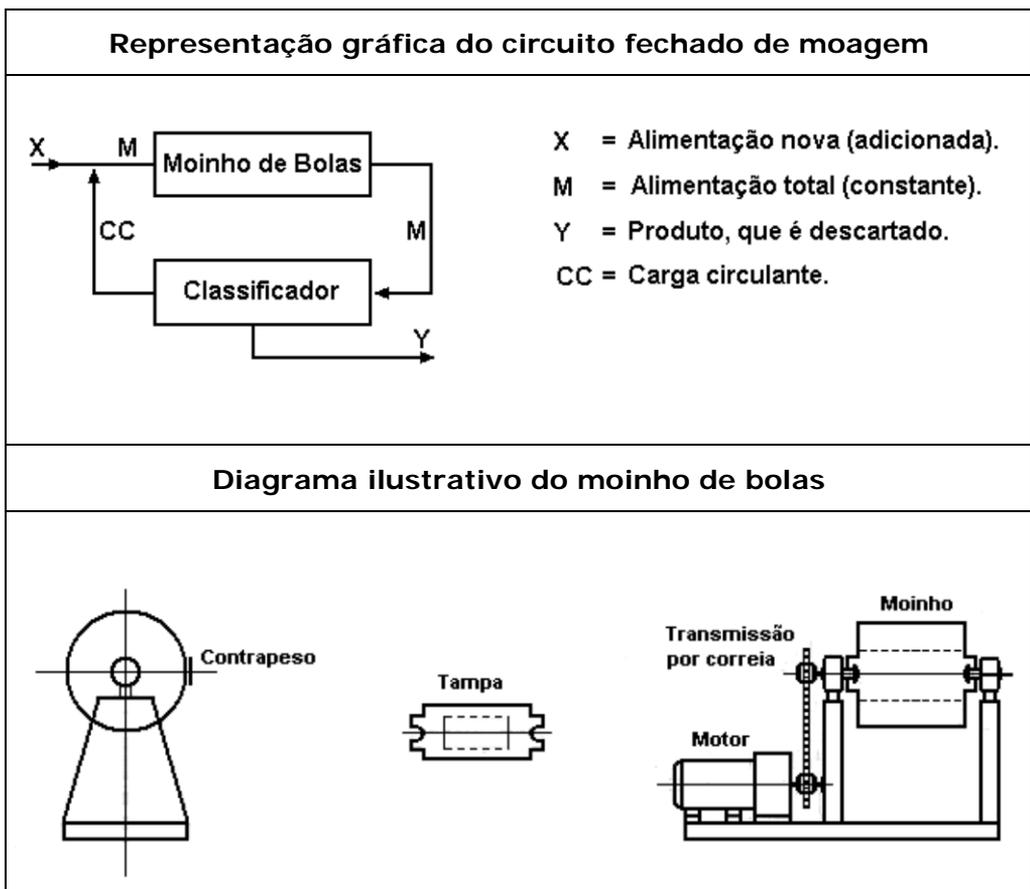


Figura 1 – Representação gráfica do moinho de bolas usado nos testes e diagrama esquemático do circuito fechado de moagem.

Tabela 1 – Distribuição dos diâmetros das bolas da carga moedora, utilizadas no teste de moabilidade.

Número de bolas	Diâmetro (mm)
43	36,5
67	30,2
10	25,4
71	19,1
94	15,9

Quando o circuito atinge o estado de equilíbrio, isto é, a carga circulante torna-se constante e igual a 250%, pode-se escrever as relações abaixo, com base no diagrama esquemático da Figura 1.

$$M = X + CC \quad [2]$$

$$M = Y + CC \quad [3]$$

No regime, tem-se: $X = Y$

Como a carga circulante é de 250%, tem-se: $CC/X = 2,5 \rightarrow CC = 2,5X$

Substituindo o valor de CC em (3):

$$M = Y + 2,5X, \text{ como: } X = Y, \text{ quando o circuito entra em regime} \quad [4]$$

$$\text{Vem: } M = 2,5Y + Y \text{ ou } Y = M/3,5 \quad [5]$$

O valor de Y é a massa que deve ser adicionada ao sistema (AAR), a cada ciclo, durante a realização do teste.

A determinação do WI pode ser feita pelo método direto ou comparativo. O método direto é utilizado para minério *in natura* e com a granulometria entre 3,327 mm e a malha teste, seguindo as normas estabelecidas por Bond. O método comparativo é utilizado para determinar o

WI de minérios ou pré-concentrados que devem ser remoídos. Esse método se baseia no WI de um minério conhecido, denominado material de referência (Mosher e Bigg, 2002). Neste capítulo, será descrito apenas o procedimento experimental para o método direto.

2. PROCEDIMENTO DO ENSAIO

Para realização do teste de moabilidade, sempre feito em duplicata, precisa-se de 15 a 30 kg do minério a ser estudado. No caso de minérios com elevada percentagem de finos, isto é, a fração granulométrica abaixo da malha do teste, há necessidade de uma amostra entre 25 a 30 kg ou mais. Em resumo, os minérios friáveis e compactos exigem maior e menor quantidade de amostra, respectivamente.

No CETEM os ensaios são realizados segundo o procedimento descrito neste capítulo de acordo com a norma (ABNT-NBR 11376).

Para uma melhor compreensão do procedimento do ensaio é necessário o uso da Tabela 2, cujo preenchimento é feito ao longo de todo ensaio, de acordo com os passos a seguir.

Passo 1

Britar, aproximadamente, de 15 a 30 kg de minério, em circuito fechado, com peneira de 3,327 mm, para minimizar a produção de finos. Homogeneizar a amostra global em pilha prismática, da qual serão retiradas alíquotas para serem realizados os ensaios.

Passo 2

Retirar da pilha de homogeneização uma quantidade suficiente de minério e colocar na proveta graduada de 1 L. Compactar levemente o material, batendo o fundo da proveta em uma superfície revestida de borracha, repetindo a operação com adição de minério até completar o volume de 700 mL e, em seguida, pesar esse volume do minério. Repetir a operação por três vezes. Considerar o peso médio das amostras como o peso da alimentação (M).

Passo 3

Proceder à análise granulométrica da alimentação segundo a série Tyler $\sqrt{2}$, com o material britado abaixo de 3,327 mm, até a malha teste, 104 μm (0,104 mm). Na Tabela 3 constam os resultados da análise granulométrica relativa à alimentação do ensaio de moabilidade para a amostra original do pegmatito da região Borborema-Seridó. Plotar, em gráfico log-log, a porcentagem passante no eixo das ordenadas e as aberturas (μm) das peneiras no eixo das abscissas. Determinar, nesse gráfico, a abertura da peneira (μm) pela qual passa 80% da massa da alimentação, Figura 2.

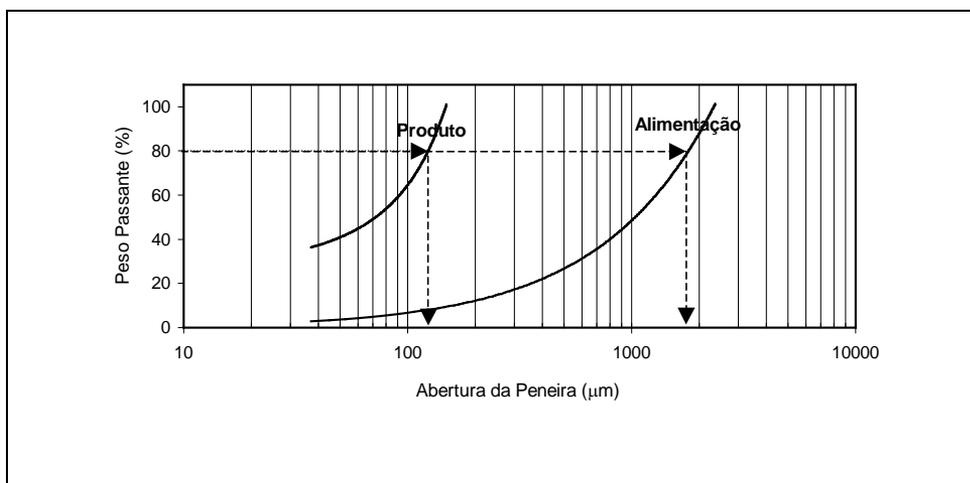


Figura 2 – Curva de distribuição granulométrica da alimentação e do produto final resultante da moagem em moinho Bond, para determinação do WI, utilizando os resultados da Tabela 3.

Passo 4

Determinar, por peneiramento, a massa passante em A_m , ou seja, abertura da malha de classificação que, no presente exemplo, é 74 μm . Este é o passante do primeiro ciclo, denominado de MA_1 (coluna 3), que corresponde à fração com granulometria abaixo da malha teste, contida na alimentação.

Passo 5

Carregar o moinho com a carga de bolas descrita na Tabela 1 e com a quantidade de minério calculado no **Passo 2**. No primeiro ciclo, moer por um número definido de rotações, por exemplo, 100 ou 200, dependendo das características do minério quanto à moagem.

Passo 6

Descarregar o moinho (minério e bolas) no recipiente apropriado. Em seguida procede-se ao peneiramento do minério moído para determinar a massa retida na malha do teste $(MAP)_i$ (coluna 4), a massa passante $(MAP)_i$ (coluna 5), bem como, a massa líquida de passante $(MAL)_i$ (coluna 6). Para tanto, recomenda-se o uso de peneiras de alívio e a leitura do Capítulo 3 deste livro sobre peneiramento. A massa de minério passante $(MAP)_i$ pode ser calculada por diferença entre a alimentação e o retido ou pesando-a diretamente. A massa líquida passante $(MAL)_i$ é obtida pela diferença entre os valores contidos nas colunas 4 e 5. A alimentação nova corresponde, em peso, à fração passante (Am) , porém é retirada da pilha de homogeneização e adicionada ao moinho com a fração retida na peneira do teste, $(MAR)_i$ para o próximo ciclo da moagem (coluna 5). Cabe lembrar que a fração passante na malha do teste é descartada do circuito e, quando ela for igual a alimentação nova, o sistema está em equilíbrio.

Passo 7

Para obter o passante líquido gerado no ciclo i (coluna 6) subtraia MA_i (coluna 3) de $(MAP)_i$ (coluna 5), ou seja, $(MAL)_i = (MA)_i - (MAP)_i$.

Passo 8

Recompôr a alimentação para o ciclo seguinte adicionando à massa retida uma massa igual a $(MAP)_i$ (coluna 5).

Passo 9

Calcular a massa passante em Am , contida na alimentação nova, com base na análise granulométrica, determinada no terceiro passo. Este é o valor de $(MA)_{i+1}$ (coluna 3).

Passo 10

Calcular o valor de AAR, usando a expressão da Equação 6, isto é, $Y = M/3$. No presente caso:

$$\text{AAR} = \frac{\text{Alimentação Inicial}}{1 + \text{Carga Circulante}} = \frac{\text{Alimentação Inicial}}{3,5} \quad [6]$$

Passo 11

Para obter o valor do desvio (coluna 7) correspondente ao ciclo i , deve ser calculada a diferença entre o valor de $(\text{MAP})_i$ (coluna 5) e valor de AAR.

Passo 12

A moabilidade (coluna 8) é obtida pela divisão do valor do passante líquido, gerado no ciclo correspondente (coluna 6), pelo respectivo número de rotações em cada ciclo (coluna 2), ou seja, $\text{Mob} = (\text{MAL})_i \div (\text{NR})$.

Passo 13

Carregar novamente o moinho e calcular o número de rotações (NR) para o ciclo seguinte (coluna 2), com base na Equação 7, e realizar a moagem com este número de rotações calculado.

$$N_R = \frac{\text{AAR} - (\text{MA})_{i+1}}{\text{Mob}} \quad [7]$$

Passo 14

Repetir as operações descritas nos passos 6 a 13 até que os valores de moabilidade (coluna 8) atinjam o equilíbrio ou invertam a tendência de crescimento ou decréscimo, em três ciclos. A verificação do equilíbrio é realizada por meio do cálculo da média aritmética dos três últimos valores do Mob. A diferença entre o maior e o menor valor do Mob não poderá superar 5% em relação ao valor médio (ABNT – NBR 11376).

Passo 15

Realizar a análise granulométrica da fração passante em Am do último ciclo, quando o equilíbrio for alcançado.

Na Tabela 3 constam os resultados da análise granulométrica relativa ao produto do ensaio de moabilidade para a amostra original do pegmatito da região Borborema-Seridó.

Plotar, num gráfico log-log, conforme Figura 3, os valores das porcentagens passantes no eixo das ordenadas e a abertura (μm) das peneiras no eixo das abscissas. Determinar a abertura da peneira pela qual passa 80% da massa do produto.

Passo 16

Calcular o valor de WI com base na Equação 8

$$WI = \frac{44,5}{Am^{0,23} \times Mob^{0,82} \times \left(\frac{10}{\sqrt{P}} - \frac{10}{\sqrt{F}} \right)} \times 1,1 \quad [8]$$

onde:

- Am abertura da malha de classificação do ensaio (μm);
- WI índice de trabalho para moagem (kWh/t);
- P abertura da peneira pela qual passam 80% da massa dos produtos em μm ;
- F abertura da peneira pela qual passam 80% da massa da alimentação em μm ;
- Mob média dos três últimos valores do índice de moabilidade no estado de equilíbrio, 2,17 no presente caso;
- 1,1 fator de conversão de tonelada curta para tonelada métrica.

No caso da amostra original do pegmatito da região Borborema-Seridó foi obtido o seguinte valor de WI, segundo os cálculos a seguir:

$$WI = \frac{44,5}{147^{0,23} \times 2,17^{0,82} \times 10 \times [125^{-0,5} \times 1875^{-0,5}]} \times 1,1$$

$$WI = 12,41 \text{ kWh / t}$$

Tabela 2 – Ensaio de moabilidade de uma amostra de feldspato pegmatítico da região Borborema-Seridó (RN).

MA _i = 1156,58 g							
AAR = 330,45 g							
1	2	3	4	5	6	7	8
Ciclos	NR	MA _i (g)	Produtos			Desvio (g)	Mob (g/rot)
			MAR _i (g)	MAP _i (g)	MAL _i (g)		
1	200	101,16	742,75	413,83	312,67	83,38	1,56
2	188	36,20	750,13	406,45	370,25	76,00	1,97
3	150	35,55	802,64	353,94	318,39	23,49	2,12
4	141	30,96	819,23	337,35	306,39	6,90	2,17
5	139	29,51	827,05	329,53	300,02	-0,92	2,17
6	139	28,82	826,19	330,39	301,57	-0,06	2,17
M = massa da alimentação inicial. (MA) _i = massa da alimentação passante no início do ciclo i. (MAP) _i = massa do produto passante em Am. NR = número de rotações.				AAR = massa a ser adicionada no sistema. (MAR) _i = massa do produto retida em Am. (MAL) _i = massa líquido do produto passante gerado em cada ciclo i. Mob = moabilidade.			
O valor de M é obtido por meio da média de três medidas da massa de minério contido no volume de 700 mL (passo 2). (MA) _i é calculada com base na análise granulométrica da alimentação do moinho de bolas (passo 3). (MAR) _i e (MP) _i são determinados por meio da análise granulométrica do minério do após o processo de moagem em moinho de bolas (passo 6). (MAL) _i é obtida pela diferença entre os valores contidos na colunas 3 e 5 (passo 6). AAR é calculada com base na Equação 5 (passo 10). O desvio é calculado com base na diferença entre os valores contidos na coluna 5 e AAR (passo 11). Moabilidade é calculado com base na razão entre os valores contidos nas colunas 6 e 2 (passo 12). NR é calculado com base na Equação 6 (passo 13).							

Tabela 3 – Resultados da análise granulométrica da alimentação e do produto final resultante da moagem em moinho Bond para determinação do WI.

Alimentação			
Fração (μm)	(%)		
	Retido	Acumulado	Passante
2362	2,91	2,91	97,09
1651	22,05	24,96	75,04
1168	20,63	45,59	54,41
833	12,94	58,53	41,47
589	11,88	70,41	29,59
417	7,13	77,54	22,46
295	4,86	82,40	17,60
208	4,58	86,98	13,02
147	1,99	88,97	11,03
104	3,83	92,80	7,20
74	1,77	94,56	5,44
53	1,95	96,51	3,49
43	0,20	96,71	3,29
+37	0,64	97,36	2,64
-37	2,64	100	0
	100	-	-
Produto Final			
Fração (μm)	(%)		
	Retido	Acumulado	Passante
105	35,44	35,44	66,56
74	16,39	41,97	58,03
53	17,45	59,42	40,58
44	1,38	60,80	39,20
37	4,59	65,39	34,61

Recomenda-se, no mínimo, duas determinações do WI, ou seja, os testes devem ser feitos em duplicatas.

Passo 17

Calcular a energia necessária para moer 1 t de material, aplicando-se a expressão da Equação 9.

$$E = 10 \text{ WI} \left[(P)^{-0,5} - (F)^{-0,5} \right] \quad [9]$$

A Equação 8 é válida para moagem a úmido, em circuito fechado, com diâmetro interno de 2,44 m, com descarga por transbordo. Em outras condições, devem ser aplicados os fatores de correção específicos.

No caso da amostra original do pegmatito da região Borborema-Seridó a energia necessária para moer 1 t do minério na granulometria 80% abaixo de 104 µm, foi realizado o seguinte cálculo:

$$E = 10 \times 12,41 \times \left[(125)^{-0,5} - (1875)^{-0,5} \right]$$

$$E = 8.24 \text{ kWh/t}$$

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Associação Brasileira de Normas Técnicas. Moinho de bolas, determinação do índice de trabalho: NBR 11376. Rio de Janeiro, 1990.
- Barrat, D. e Sherman, M. Factors which influence the selection of comminution circuit. In: Mular, A. L.; Halbe, D. N. e Barratt, D. J. (Ed.). Mineral processing plant design, practice and control. vol.1. SME, 2002, p.539-565.
- Figueira, H. V. O.; Almeida, S. L. M. e Luz, A. B. Cominuição. In: Luz, A. B., Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). Tratamento de Minérios. 4ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p.113-182.
- Herbst, J. A.; Lo, Y. C. e Flintoff, B. Size liberation. In: Fuerstenau, M. C. E Han, K. N. (Ed.). Principles of mineral processing. SME, 2003, p.61-118.
- Mosher, J. e Bigg, T. Bench-scale and pilot plant tests for comminution circuit design. In: Mular, A. L.; Halbe, D. N. e Barratt, D. J. (Ed.). Mineral processing plant design, practice and control. vol.1. SME, 2002, p.123-135.

CAPÍTULO 11 – MOAGEM AUTÓGENA: UM ESTUDO EM ESCALA PILOTO

João Alves Sampaio

Engenheiro de Minas/UFPE, Mestre e Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Tecnologista Sênior do CETEM/MCT

Homero Delboni Junior

Engenheiro de Minas/EPUSP, Mestre em Engenharia Mineral/EPUSP e Ph.D. University of Queensland, Austrália
Professor do Departamento de Engenharia de Minas/EPUSP

Antônio Odilon da Silva

Técnico Químico/AFE - Associação Fluminense de Educação
Técnico Químico do CETEM/MCT

1. INTRODUÇÃO

Desenvolver o melhor circuito de cominuição para um determinado minério não é uma tarefa simples e, em muitos casos, gera discussões intermináveis (Mular, 1982a). As descobertas de novos jazimentos, com minérios cada vez mais complexos, têm motivado a busca de circuitos de cominuição alternativos, descartando, em muitos casos, as opções convencionais. Nesse contexto, quando surge um novo projeto de mineração ou expansões de outros já existentes, a moagem autógena tem sido a alternativa mais procurada e discutida. Tal preferência dada às moagens autógena e semi-autógena em relação à convencional está ligada, entre outras, às seguintes vantagens:

- (i) menor custo operacional e de capital;
- (ii) menor consumo de energia por unidade de minério bruto tratado;
- (iii) maior capacidade de produção e menor consumo específico de meio moedor em g/t de minério moído;
- (iv) maior flexibilidade operacional, principalmente para moagem dos minérios com elevado conteúdo de umidade;
- (v) existência de um fluxograma mais simplificado, resultante da eliminação das etapas de britagem secundária e terciária, além da redução no manuseio de material nessas etapas.

Estas razões justificam as constantes indagações por parte daqueles que buscam o CETEM com interesses dirigidos ao processo de moagem, conforme anunciadas a seguir:

Qual a extensão das investigações para os processos de moagem autógena e semi-autógena?

Qual a quantidade de material necessária aos ensaios em escala piloto?

Qual a alternativa mais adequada, processo autógeno ou semi-autógeno?

Qual o custo dos trabalhos de pesquisa?

Qual delas insere o menor custo?

Obviamente as respostas a essas indagações estão relacionadas às investigações, em escala piloto, para cada tipo de minério em particular. Estas investigações têm como principal objetivo obter avaliações cuidadosas das variáveis, além de gerar dados consistentes para o projeto de engenharia. Assim, só os testes em unidade piloto poderão viabilizar a utilização da moagem autógena ou semi-autógena para um determinado minério, estabelecendo a capacidade do moinho para obtenção de um produto específico, sob determinadas condições.

Os estudos em unidade piloto permitem trabalhar com menor quantidade de material, obtendo-se dados confiáveis para o *scale up*, a baixos custos. A prática tem mostrado que resultados confiáveis somente poderão ser obtidos com estudos em escala piloto utilizando moinhos com diâmetros não menores que 1,5 m. Tais equipamentos reproduzem as condições de moagem que ocorrem nos moinhos industriais.

Alguns testes, utilizando pequenas quantidades de material são feitos para avaliar as características de moabilidade do minério e completar sua caracterização. Dentre eles, destacam-se: teste de competência; pêndulo; de queda e de moabilidade autógena. Esses ensaios não encerram a confiabilidade normalmente exigida para o *scale up* e são utilizados, em alguns casos, nos estudos de caracterização ou como complemento dos ensaios em unidade piloto (Weiss, 1985).

Neste Capítulo é discutida uma metodologia de testes de moagem autógena em escala piloto, a qual resultou, em parte, da experiência adquirida pelo CETEM nesta área. Aqui não se propõe esgotar o assunto, mas pretende-se que este trabalho seja uma ferramenta útil ao operador de unidade piloto, proporcionando-lhe a obtenção de resultados confiáveis, necessários aos projetos de engenharia das unidades industriais. Adicionalmente, pretende-se que a metodologia do CETEM contribua com a racionalização de ensaios, minimizando a quantidade de amostras, o número de ensaios e o tempo de duração dos mesmos. Além disso, espera-se maior reprodutibilidade dos resultados e, principalmente, sucesso nas operações em escalas piloto e industrial.

2. AMOSTRAGEM E CARACTERIZAÇÃO DO MINÉRIO

O tipo de minério afeta o processo de moagem autógena, alterando, entre outros, a escala de produção e a granulometria do produto moído. Em certos casos, as atenções apontam para os efeitos da moagem autógena no tratamento subsequente do produto moído. Noutros, as atenções direcionam-se para os consumos de energia e de revestimentos dos equipamentos de cominuição, bem como para a capacidade de produção.

A amostragem e caracterização das amostras ou tipos de minérios para moagens autógena e semi-autógena não são triviais. Elas estão relacionadas à ampla faixa granulométrica da alimentação e à diversidade dos mecanismos de quebra. Além disso, refletem na performance dos processos de moagem, pois estes são afetados pelas características do minério, em termos da distribuição granulométrica, moabilidade e densidade. Variações nestes fatores podem afetar prontamente as condições operacionais dos circuitos tanto piloto como industrial (McPhesson e Turner, 1980).

Podem ser mencionados outros fatores dos minérios que afetam a sua moagem pelo processo autógeno ou semi-autógeno: as características petrográficas, moabilidade, densidade, composição mineralógica, abrasividade, umidade, granulometria de liberação, etc. Quando se trata de um minério complexo, deve-se considerar essas diferenças dentro do mesmo jazimento. Tais considerações permitem fazer uma avaliação do comportamento do minério, quando submetido ao processo de moagem. Dessa forma, os estudos em unidade piloto devem ser conduzidos com material representativo daquele a ser tratado na unidade industrial, levando em consideração todas as variações que lhe são peculiares, sempre em consonância com o plano de lavra da mina.

Para tanto, devem ser levados em consideração os dados geológicos da jazida, os quais fornecem informações úteis acerca dos constituintes mineralógicos do minério, a quantidade e índice de disseminação dos mesmos, número de zonas distintas do minério e as suas principais características (Wakeman, 1982). A quantidade de amostras utilizadas nos estudos em escala piloto depende do circuito de moagem a ser estudado, do tipo de minério e da mineralização do mesmo, bem como do nível de

informações que se deseja obter. Quando se trata de um minério homogêneo, isto é, com poucas variações mineralógicas, são necessários pelo menos 500 t representativas do minério bruto, para estudos em unidade piloto, usando moinho com 1,5 m de diâmetro.

Para um minério complexo com variações significativas na composição mineralógica, densidade, etc., é aconselhável estudar, em separado, cada tipo de minério, desde que ele retrate, pelo menos, 15% do total do jazimento, mas sempre obedecendo às diretrizes estabelecidas no plano de lavra da mina. A granulometria do minério para os ensaios em unidade piloto deverá corresponder a mesma que irá alimentar a unidade industrial. Quando há a necessidade de realizarem estudos detalhados, com minérios complexos, é sempre aconselhável deslocar a unidade piloto até o local da mina. Dessa forma, cria-se a oportunidade de utilizar maior quantidade de amostra e, ainda, investigar, em separado, os diferentes tipos de minérios da jazida, bem como as prováveis combinações dos tipos de minérios para compor a alimentação, se for o caso. Tais composições são importantes e permitem avaliar a necessidade de se fazer um sistema de homogeneização do minério englobando mais de um tipo. Isso permite viabilizar o processo de moagem para os tipos de minério refratários ao processo de cominuição (Mosher, 2002).

Antes do início dos ensaios, em escala piloto, devem ser tomadas alíquotas das amostras a serem investigadas, para que sejam realizadas análises químicas e mineralógicas, determinações do índice de trabalho (*work index*), umidade, etc. Também, nessa oportunidade, devem ser considerados o índice de friabilidade do minério, a quantidade de material grosso que constitui o meio moedor e, principalmente, suas características de moabilidade.

O índice de trabalho permite uma avaliação inicial da energia necessária para moagem convencional com bolas ou barras. É sempre aconselhável determinar esse parâmetro para todos os tipos de minérios testados na unidade piloto, pois é um dado útil para avaliações econômicas do projeto. O índice de trabalho não pode ser usado para determinar o consumo de energia na moagem autógena. Por outro lado, também não são aceitas as correlações feitas entre o índice de trabalho obtido com base em dados

operacionais em escala piloto ou industrial de moagem autógena, e aquele índice cuidadosamente determinado em laboratório. Os chamados índices operacionais incluem valores maiores do que aqueles padronizados por Bond.

Dados industriais indicam que as variações na capacidade do moinho são mais significativas quando varia a competência do minério, isto é, sua maior ou menor tendência à moagem autógena, do que quando varia o índice de moabilidade propriamente dito. Dessa forma, constata-se maior capacidade do moinho quando se trata de minério com elevado índice de competência, pois o meio moedor do próprio minério possui maior sobrevivência dentro do ambiente de moagem no interior do moinho. O contrário ocorre com minérios de baixo índice de moabilidade, pois o seu meio moedor possui baixa eficiência, ou seja, não há fragmentos de rocha maiores para moer os menores. Nesta classe de minérios estão incluídos os friáveis (Herbst, 2003).

O índice de abrasão pode ser utilizado para avaliar o desgaste dos revestimentos dos equipamentos nos circuitos de britagem e moagem.

3. MEDIDAS DO CONSUMO DE ENERGIA

Vários são os equipamentos e/ou sistemas utilizados na medida do consumo de energia nas unidades piloto de moagem autógena. Assim, são realizadas medidas da energia usada para mover o sistema, isto é, a energia total (E_t) fornecida ao sistema, que inclui todas as perdas. Essa energia é medida na alimentação do motor do moinho.

A energia bruta E_b é aquela determinada no eixo de saída do redutor, Figura 1. A sua determinação é feita com auxílio do freio de Prony, aplicado no eixo de saída do redutor, para uma dada velocidade, ou seja, para uma dada combinação de polias (motor/redutor). Esse método permite medir a energia bruta com base na energia total e elimina as perdas ocorridas no motor, transmissões e redutor. Recomenda-se efetuar essas determinações antes dos testes, e os valores são plotados em um gráfico, energia total *versus* energia bruta, os quais têm uma correlação linear, conforme ilustrado na Figura 2. Em geral, as medidas realizadas com o freio de Prony são feitas apenas uma vez, pois não há variações significativas dos valores para a mesma combinação de polias, resultando numa dada velocidade do moinho (Wyslouzil, 1978).

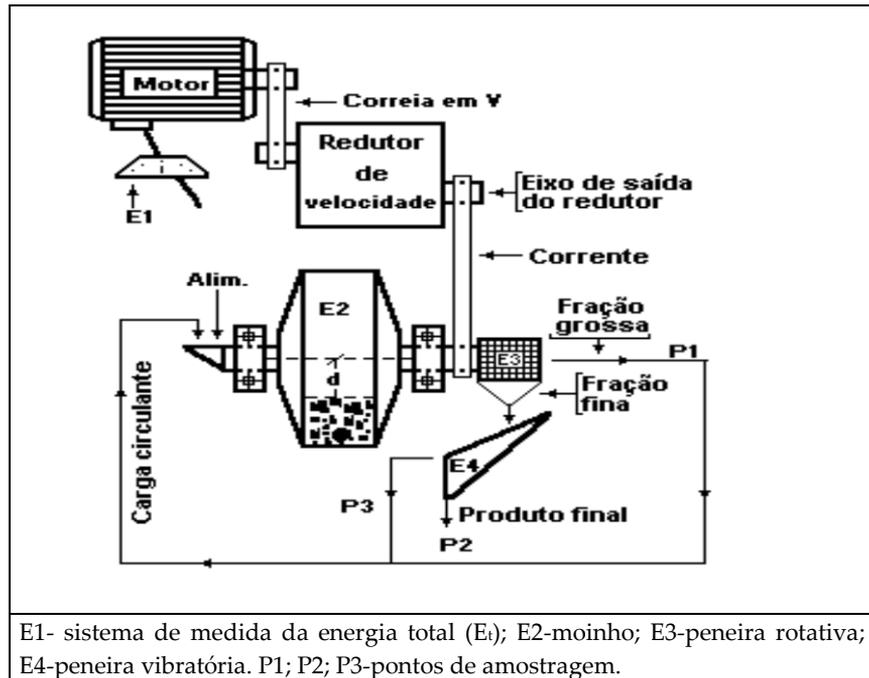


Figura 1 – Representação esquemática do circuito de moagem autógena utilizada nos estudos piloto do CETEM.

A energia vazia (E_v) é medida quando o moinho está operando vazio, ou seja, sem carga contida. Aliás, as medidas de E_v devem ser feitas ao final de cada teste, após a carga, no interior ser retirada para análise. Na prática, as determinações dos valores correspondentes de E_b e E_v , ambas no eixo de saída do redutor, são feitas com auxílio do gráfico da Figura 2. O procedimento gráfico consiste em plotar no eixo das abscissas os valores de E_t , lendo-se no eixo das ordenadas o valor correspondente de E_b ou usar uma equação similar à reta do gráfico da Figura 2. Por exemplo, para um valor de E_t igual a 13,99 kWh, o valor correspondente de E_b será 12,72 kWh, lido no eixo das ordenadas, conforme ilustrado na Figura 2. Procedimento análogo é feito para os valores de E_v (Sampaio *et al.*, 1995).

$$\text{Exemplo: } E_b = 0,991 \times 13,99 - 1,143$$

$$E_b = 12,72 \text{ kWh}$$

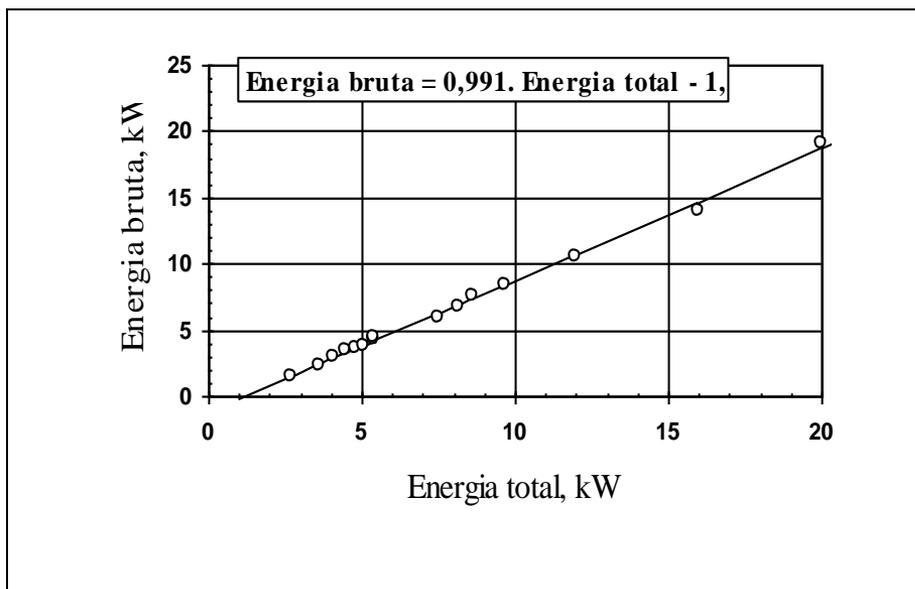


Figura 2 – Representação gráfica da energia total (E_t) em função da energia bruta (E_b). Relação obtida por meio de testes com o freio de Prony.

A energia líquida (E_l), em kWh, obtida no eixo de saída do redutor corresponde à energia bruta menos a energia vazia. Dessa forma, tem-se:

$$E_l = E_b - E_v \quad [1]$$

A energia líquida (E), em kWh/t, corresponde a E_l , calculada em [1], dividida pela vazão de alimentação do moinho (Q_A), em t/h, e no estado de equilíbrio da operação (Weiss, 1985), ou seja:

$$E = \frac{E_b - E_v}{Q_A} \quad [2]$$

No caso do exemplo ilustrado na Tabela 1, os valores calculados de E_l e (E_v), foram 12,72 e 5,84 kWh, respectivamente. Logo, o valor da energia líquida em kWh/t é:

$$E = \frac{12,72 - 5,84}{0,70} = 9,84 \text{ kWh/t}$$

Na Tabela 1 constam os resultados de um ensaio de moagem autógena para 6 h de operação. Este exemplo pode ser utilizado pelo operador como guia prático nas futuras investigações de moagem autógena em escala piloto. Adicionalmente, devem ser consideradas as informações contidas na Tabela 1 e, entre outras, as que estão a seguir relacionadas:

- (i) data, início e término do ensaio;
- (ii) distribuição granulométrica da alimentação (mm);
- (iii) abertura da grelha de descarga do moinho (mm);
- (iv) vazão da alimentação (kg/h);
- (v) malha da peneira vibratória que fecha o circuito ou as dimensões e condições operacionais do hidrociclone, se for o caso;
- (vi) volumes inicial e final da carga interna do moinho, em percentagem do seu volume interno;
- (vii) quantidade, diâmetros, etc das bolas adicionadas, no caso de moagem semi-autógena (kg e mm).

Tabela 1 – Principais dados obtidos num ensaio de moagem autógena durante 6 h de operação, na unidade piloto do CETEM, para uma alimentação de 700 kg/h, cujo valor de E_v , descontando as perdas, foi de 5,84 kWh.

Hora	CC	DM	PM	Energia (kWh/t)		
				Total	Bruta	Líquida
	%	%sol.	kg/h			
09:00	-	-	-	-	-	-
09:30	-	-	-	13,25	11,98	8,78
10:00	-	-	-	13,59	12,32	9,26
10:30	14	65,9	728	13,54	12,28	9,20
11:00	15	67,7	791	13,70	12,44	9,42
11:30	14	69,3	850	13,64	12,37	9,33
12:00	15	64,3	679	13,60	12,33	9,28
12:30	14	72,1	974	13,66	12,40	9,37
13:00	12	60,5	576	13,72	12,45	9,45
13:30	12	65,2	706	13,73	12,46	9,46
14:00	14	70,2	888	13,66	12,39	9,36
14:30	13	68,1	805	13,66	12,39	9,36
15:00	13	74,4	1.095	13,99	12,72	9,84
CC-carga circulante; DM-descarga do moinho; PM-produto da moagem.						

4. PROCEDIMENTO DOS ENSAIOS

Os ensaios esclarecem dúvidas quanto ao processo de moagem, autógena ou semi-autógena, consumo de energia, destino do produto moído, etc. Os dados obtidos nas operações em unidade piloto devem ser cuidadosamente revisados sobre todos os aspectos e/ou fatores que possam afetar as operações industriais. O sucesso do projeto industrial depende, sobretudo, da precisão dos dados obtidos em escala piloto, os quais são

necessários ao *scale up* (Mosher, 2002). A realização dos testes obedece a um procedimento bem planejado que favorece a economia de tempo, de amostras e proporciona a obtenção de resultados e/ou dados confiáveis. Pretende-se, com o presente trabalho, não esgotar o assunto mas, sempre atento à obtenção de dados precisos, reduzir o trabalho experimental, facilitar a otimização do processo, simplificar a operação, tornando-a mais acessível aos operadores. Assim, eles poderão executar os trabalhos experimentais, em escala piloto, de forma mais confortável e gerar dados bem mais confiáveis.

Descrição do Equipamento

O moinho, tipo cascata, utilizado na unidade piloto do CETEM, é de fabricação Koppers, com dimensões de 1830x915 mm, sendo o diâmetro interno de 1730 mm. Ele está equipado com grelhas de descarga, cuja abertura ideal é objeto de estudo. O sistema de descarga da polpa fica localizado atrás da grelha e é constituído de vários içadores de polpa, em forma de um cabo de guarda-chuva, distribuídos em posições diametralmente opostas. O sistema suspende a polpa do fundo do moinho fazendo-a fluir através do munhão de descarga. O acionamento do moinho é feito por meio de um motor Búfalo de 25CV/440V/12,5A e um redutor de velocidade de fabricados pela Transmotécnica, com eixos paralelos e razão de redução de 40:1. A transmissão entre o motor e o redutor é feita segundo três correias em V, enquanto aquela entre o eixo de saída do redutor e o moinho é feita por um sistema de corrente com auxílio de coroas dentadas. No munhão da alimentação, está instalado o *chute feede*, que facilita o processo de alimentação e, na descarga, está instalada uma peneira rotativa, que opera normalmente com uma abertura de 6,0 mm, dependendo da situação em estudo. Este equipamento é utilizado para classificação do minério assim que este ser descarregado do moinho. A alimentação do moinho é feita com auxílio de uma correia transportadora de 20 m de comprimento e 0,30 m de largura, acionada com motor de 1,5HP/220V/4,5A. Outros equipamentos utilizados na unidade piloto podem ser observados na Figura 3. A complexidade do circuito irá determinar a quantidade de equipamentos a serem utilizados na unidade piloto.

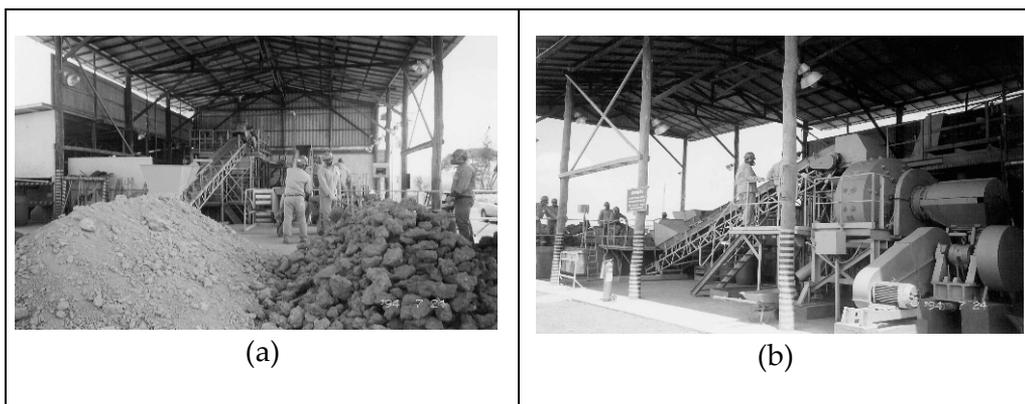


Figura 3 – Detalhes da instalação da unidade piloto de moagem autógena existente no CETEM. Em (a) pilhas de amostras para alimentação do moinho e, em (b), circuito de moagem.

Sistemas de Lubrificação da Corrente, do Redutor e dos Mancais

Inicialmente efetua-se a limpeza completa e lubrificação com graxa apropriada, dentro do prazo de validade, e da corrente de transmissão entre o eixo de saída do redutor e o moinho. Na etapa seguinte efetua-se a lubrificação do redutor de velocidade, isto é, adiciona-se óleo SAE 40 ou equivalente, dentro do prazo de validade. Sempre antes de qualquer trabalho deve-se trocar o óleo do redutor. Nunca se deve efetuar lubrificação com óleo estocado por longo período de tempo. Os mesmos cuidados devem ser tomados com a graxa lubrificante da corrente. Esse procedimento é feito apenas uma vez para cada programa de testes ou projetos.

A lubrificação dos mancais é feita por meio de óleo, seguindo um banho contínuo, sobre os mesmos. Isto é feito com auxílio de uma bomba e tanque de óleo instalados no piso inferior do moinho. Deve ser utilizado óleo MEROPA 200 ou equivalente. O sistema funciona continuamente com o bombeamento do óleo do tanque até o topo dos mancais, daí o mesmo flui por gravidade, retornando ao reservatório, conforme representação esquemática ilustrada na Figura 4.

O sistema de lubrificação deve estar ausente de poeiras ou outros tipos de contaminações que possam comprometer a qualidade do óleo utilizado. Os monitores que injetam o óleo nos mancais, não devem ficar colados aos mesmos, e a vazão de óleo nesse ponto deve ser da ordem de 1,0 L/min. Recomenda-se a utilização de óleo novo, ou seja, dentro da validade e especificações, ao iniciar um programa de testes ou projeto, garantindo assim, um bom desempenho do sistema de lubrificação e eliminando os riscos de superaquecimento dos mancais. A título de exemplo, um volume de 18 L de óleo é suficiente à execução de mais de 10 testes com duração de 10 h cada.

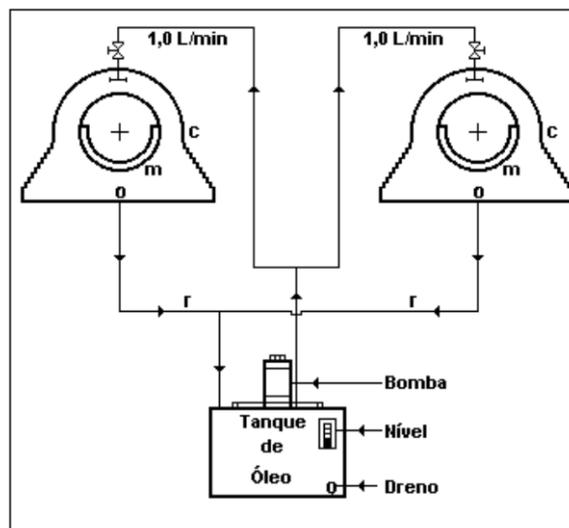


Figura 4 - Representação esquemática do circuito de lubrificação dos mancais do moinho autógeno, onde “r” retorno do óleo; “m” mancais; “c” capas dos mancais.

O operador deve tomar cuidados especiais antes do acionamento do moinho e, para isso, deve confirmar se:

- (i) não há pessoas próximas ao moinho que possam provocar algum tipo de acidente;
- (ii) a corrente de transmissão está devidamente lubrificada com graxa apropriada e se o protetor da mesma está instalado corretamente;

- (iii) todos os parafusos de sustentação do revestimento estão devidamente ajustados;
- (iv) há óleo no reservatório da bomba, sendo esta acionada, certificando-se de que o óleo flui desde os mancais até o tanque reservatório.

Após estas confirmações, o operador deve acionar cuidadosamente o moinho, tendo a certeza de que nenhum outro obstáculo pode interromper o acionamento da máquina, observando também se ela pode girar sem causar nenhum acidente. Deve ainda ser lembrado que o moinho não pode operar, em hipótese alguma, sem a devida lubrificação dos mancais. Durante os testes, o operador deve sempre verificar, em intervalos de tempo preestabelecidos, se o sistema de lubrificação está funcionando normalmente e qual a temperatura dos mancais, que deve permanecer em torno de 30°C, indicando a ausência de superaquecimento. Uma falha nesse sistema acarreta o superaquecimento dos mancais e a conseqüente danificação dos mesmos. Logo, a temperatura dos mesmos deve ser verificada de forma repetida e programada durante a operação. Também deve ser observado se há vazamento do óleo dos mancais, decorrente das imperfeições no encaixe entre os retentores e os mancais. Tal escape, normalmente não é tão significativo, no entanto, merece atenção por parte do operador. Por essa razão, deve-se completar o óleo se o remanescente no reservatório da bomba pode ainda ser utilizado ou se há necessidade da troca total do óleo.

5. CONTROLE OPERACIONAL

Alimentação do Moinho

A unidade piloto tem uma vazão de alimentação (kg/h) muito baixa, variando desde 500 até 2.500 kg/h ou mais. Como conseqüência, deve-se manter constantes as proporções de cada fração granulométrica do minério na alimentação do moinho. Este procedimento permite, ao longo de todo o ensaio, uma alimentação homogênea, isto é, com a mesma granulometria, densidade, características petrográficas, composição mineralógica, etc. Para assegurar isso, é prático no CETEM classificar o material em três frações granulométricas: +200/100; -100/50; -50 mm. Entretanto, outras alternativas

podem ser usadas em função das características do minério. Outro procedimento é utilizar a distribuição granulométrica do material após sua britagem primária. Tais dados são obtidos com auxílio de tabelas fornecidas pelos fabricantes de equipamentos (britadores). Indica-se este procedimento quando há previsão de britagem primária no projeto da unidade industrial (Dor, 1982).

Em escala piloto, a alimentação é feita por meio de uma correia transportadora, na qual cada fração do material é adicionada de acordo com a proporção que a mesma ocorre no minério bruto e com a vazão da alimentação. Geralmente são adicionados incrementos que variam de 50 a 100 kg e que reproduzem o minério bruto. Essas frações são alimentadas em intervalos de tempo preestabelecidos, de acordo com a taxa de alimentação; geralmente variam de 2 a 10 min. Exemplificando, para uma taxa de alimentação de 500 kg/h, o intervalo de tempo para adição das frações é maior que aquele correspondente a uma taxa de alimentação de 2.500 kg/h. O engenheiro responsável pela pesquisa e o operador podem modificar a metodologia de alimentação, com o propósito de atender as condições inerentes à situação em estudo (Kelly, 1982).

Carga Interna do Moinho

Ao iniciar a operação do moinho é sempre aconselhável carregá-lo com uma carga equivalente a 28% do seu volume interno. Este procedimento permite que a operação atinja o estado de equilíbrio em um intervalo de tempo menor, diminuindo o consumo da amostra disponível aos estudos.

A carga interna do moinho deve ser cuidadosamente controlada durante a operação, para evitar distúrbios operacionais. Operações com volumes de carga acima de 30% comprometem a confiabilidade dos resultados e podem favorecer o aumento desordenado da carga, causando distúrbios significativos à operação. Para minérios mais friáveis, o volume de carga tende a permanecer em torno de 30%. Este fato deve ser confirmado pelos estudos em escala piloto.

Quando o volume da carga varia, também varia o consumo de energia, porém a recíproca não é verdadeira. Há, contudo, uma regra operacional, quando ocorre uma variação no valor da energia total, algo de anormal

também ocorre no interior do moinho, ou seja, o sistema não mais se encontra no estado de equilíbrio.

Em escala piloto o controle do volume da carga pode ser feito segundo vários procedimentos. O primeiro consiste na utilização de células de carga que provem, em certa extensão, o controle do peso da carga no interior do moinho, podendo o operador observar simultaneamente a variação da mesma e do consumo de energia correspondente. Assim, ele controla de forma indireta, o volume da carga no interior do moinho (Sampaio *et al.*, 1988). A segunda opção é por meio do controle convencional, que consiste em interromper a operação, medindo-se em seguida a distância “d” entre a superfície da carga e o eixo do moinho, conforme mostra a Figura 1. Esse valor é levado ao gráfico da Figura 5, sendo então determinado o volume correspondente da carga. Essa interrupção deve ocorrer no menor intervalo de tempo possível, no máximo de 6 min.

Existem mecanismos eletrônicos que são instalados no moinho, permitindo o registro (digital ou em computador) do volume da carga interna, durante toda a operação. Esses sistemas são mais precisos e de fácil operacionalidade.

Ao final de cada teste, a carga remanescente no moinho deve ser retirada para proceder à medida do seu volume, à análise granulométrica e à investigação da fração crítica. Em alguns casos, é aconselhável fotografá-la para posteriores ilustrações dos relatórios, mostrando a forma dos seixos gerados no processo. Essa mesma carga deve ser retornada ao moinho para então iniciar o teste seguinte. Tal procedimento tem por objetivo fazer com que a operação atinja o estado de equilíbrio o mais rápido possível, minimizando o consumo de minério disponível na pilha de estoque.

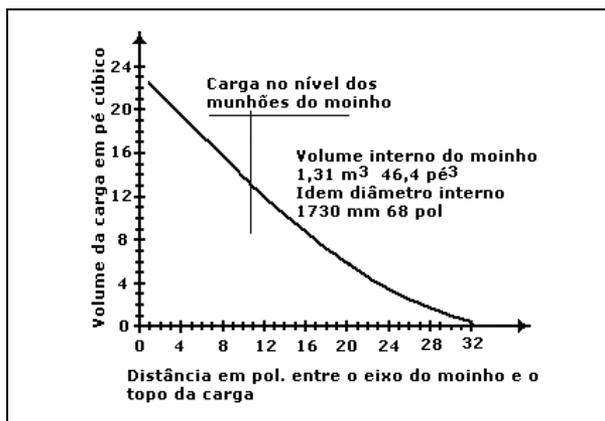


Figura 5 – Representação gráfica da relação entre o volume da carga do moinho, em pés cúbicos, e a distância, em polegadas, entre o eixo do moinho e o topo da carga.

A otimização do volume da carga no interior do moinho permite operá-lo com maior estabilidade, maximizando também o consumo total de energia requerido pelo sistema. O gráfico da Figura 6 mostra a variação (%) do volume da carga no interior do moinho e a energia total (kWh) solicitada pelo sistema (Weiss, 1985).

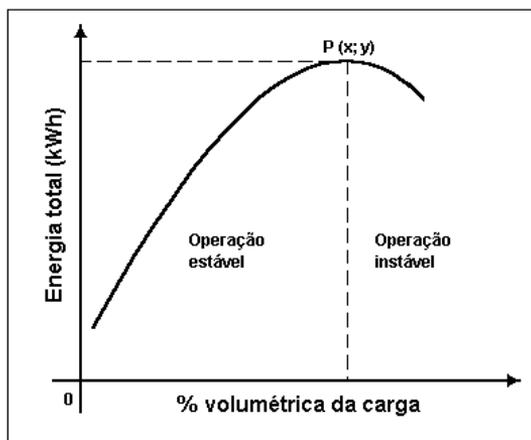


Figura 6 – Representação gráfica da relação entre o volume interno da carga no interior do moinho e do consumo total de energia (kWh) solicitada pelo sistema.

Quando a carga no interior do moinho atinge valores acima dos níveis normais, ou seja, quando o moinho enche, deve-se interromper a alimentação e continuar a operação até que a carga volte a ocupar os valores permitidos, isto é, uma fração do volume interno do moinho entre 25 e 30%. Na etapa seguinte deve-se continuar o teste com uma taxa de alimentação menor e, assim, sucessivamente até atingir o estado de equilíbrio. O processo inverso é mais aconselhável. Ele consiste em iniciar o trabalho com uma taxa de alimentação menor e depois aumentá-la gradativamente até atingir o equilíbrio, ponto P(x; y) da Figura 6.

Fração Crítica

No processo de moagem autógena ocorre, em alguns casos, a formação de uma fração de material na carga interna do moinho com uma granulometria bastante grossa para ser moída pelas rochas maiores contidas na carga e, ao mesmo tempo, bastante fina para moer a fração mais fina da carga. Essa fração do material é conhecida como fração crítica, cuja granulometria, dependendo do minério, situa-se na faixa de 25 a 75 mm. Como se observa, esse material possui efeitos importantes no processo de moagem. A formação da fração crítica causa distúrbios operacionais, aumentando o consumo de energia na moagem e a carga no interior do moinho, bem como diminuindo a sua produção e a carga circulante. A sua quantificação deve ser feita por testes em unidade piloto, nos quais se analisam entre outras, a quantidade, a sua distribuição granulométrica e a forma dos seixos gerados no processo. Assim, os testes em unidade piloto devem durar pelo menos 10 h. Entretanto, dependendo do tipo de minério e da experiência do operador, os ensaios podem ser feitos com tempo de duração de até 6 h.

Na prática, a variação no consumo de energia constitui a maneira mais usual de se perceber a formação da fração crítica. Entre outros, alguns fatores estão relacionados à formação da fração crítica, os quais podem ser:

- (i) diferenças elevadas nos índices de moabilidade dos diversos tipos de minério na alimentação, ou seja, minério com mais de um componente e diferentes resistências ao processo de moagem;
- (ii) pouco material grosso (rocha compacta) contido na alimentação;
- (iii) baixa sobrevivência das rochas no ambiente de moagem.

Das alternativas práticas usadas para evitar o inconveniente da formação da fração crítica, duas delas são mais usadas.

A primeira alternativa consiste na abertura de janelas (*pebble port*) na grelha de descarga do moinho, com dimensões adequadas à saída dos seixos, os quais são britados e retornados ao moinho, como carga circulante. O procedimento consiste em escolher uma seção da grelha original e proceder à abertura da janela. Caso haja necessidade de se abrir mais de uma janela, é recomendável a configuração das mesmas em posições diametralmente opostas na grelha. Quando se desejar descarregar os seixos mais grossos, as janelas não devem situar-se muito próximas ao fundo do moinho. No entanto, não se trata de uma regra geral, os ensaios em unidade piloto esclarecem melhor o assunto. A janela próxima ao fundo do moinho aumenta significativamente a carga circulante (Sampaio, 1995; Sampaio, 1988). Dependendo do circuito de moagem, os seixos assim retirados poderão ser aproveitados como meio moedor na moagem secundária, moagem com seixos (*pebble milling*). A segunda alternativa é a moagem semi-autógena.

Moagem Semi-autógena

Consiste na adição de bolas com diâmetros que podem variar entre 80 a 130 mm. Este procedimento transforma a moagem autógena em semi-autógena. A quantidade de bolas adicionada é calculada em função da percentagem do volume interno do moinho, assim, são adicionadas quantidades correspondentes de 2 a 12% desse volume. Os valores obtidos em escala piloto situam-se entre dois e quatro pontos percentuais abaixo dos valores utilizados em escala industrial, para um mesmo minério. Logo, cuidados especiais devem ser tomados com valores elevados, nos estudos em escala piloto.

A otimização da carga de bolas é objeto de estudo. Sugere-se a adição controlada, começando com pequenas quantidades, cujo aumento é feito de forma escalonada, ou seja, de dois em dois pontos percentuais até atingir o ponto de equilíbrio. A distribuição da carga de bolas também é objeto de estudo. Os minérios com elevados índices de moabilidades, normalmente, requerem bolas maiores, podendo chegar a diâmetros de 130 mm. O consumo de bolas deve ser medido durante os ensaios em escala piloto. Na prática, as

bolas são pesadas em balança de precisão antes e depois dos testes para, então, calcular o consumo em função da quantidade de minério moído ou do consumo de energia, ambos no mesmo intervalo.

O cálculo da quantidade de bolas a ser adicionadas é feito tomando-se como base a densidade média da carga de bolas, ou seja, 4.485,6 kg/m³. O espaço vazio entre as bolas é estimado em 42% em relação ao volume total ocupado pelas mesmas. Na Tabela 2 constam os valores das frações do volume interno do moinho, os volumes correspondentes das cargas de bolas e seus respectivos pesos.

Tabela 2 – Valores mais usados das frações do volume interno do moinho com os seus volumes correspondentes das cargas de bolas e respectivos pesos. O volume interno do moinho do CETEM é 1,31 m³, e a densidade média da carga de bolas é 4.485,6 kg/m³.

%V _i	CB (m ³)	CB (Kg)
2	0,0262	117,52
3	0,0393	176,28
4	0,0524	235,05
5	0,0655	293,81
6	0,0786	352,57
7	0,0917	411,33
8	0,1048	470,09
9	0,1179	528,85
10	0,1310	587,61
11	0,1441	646,37
12	0,1572	705,14
V _i - volume interno do moinho CB - carga de bolas		

Carga Circulante

A carga circulante na moagem autógena em escalas piloto e industrial é medida em função da percentagem da alimentação nova do moinho. No caso do circuito da Figura 1 significa a medida das frações grossas (P_1 e P_2) da peneira rotativa (tromel) e do classificador, que geralmente pode ser uma peneira vibratória ou um hidrociclone. A soma das massas de P_1 e P_2 dividida pela massa da alimentação nova multiplicada por 100 é o quociente a soma das massas de P_1 e P_2 . As medidas são feitas após a tomada de incrementos desses dois produtos em intervalos de tempo preestabelecidos, os quais são pesados e combinados para então calcular a carga circulante do sistema em relação à alimentação nova. A carga circulante dos valores operacionais mais recomendados estão compreendidos entre 50 e 80%. Existem, no entanto, operações com valores acima de 80%, mas sempre inferiores a 150%. Valores elevados da carga circulante, acima de 150%, não são recomendados. Há, contudo, indicação de instabilidade operacional do processo.

Percentagens de Sólidos na Polpa

Na moagem autógena é comum considerar a polpa de moagem em relação à fração granulométrica da carga interna abaixo de 6,0 mm e a água contida na mesma. Os valores da densidade da polpa nas operações piloto e industrial são os mesmos, variando na faixa de 60 a 70% de sólidos, sendo o valor médio usado com mais freqüência. A percentagem de sólidos pode variar em função da:

- (i) distribuição granulométrica e/ou da competência do minério na alimentação;
- (ii) temperatura da polpa e do produto moído.

Em escala industrial, mais importante do que o controle da percentagem de sólidos no interior do moinho é a otimização das técnicas de variação da mesma, objetivando maximizar a produção do moinho. A sua medida em escala industrial é, em alguns casos, trabalhosa devido à dificuldade de acesso à carga interna do moinho, necessitando de técnicas especiais. Em escala piloto o processo é mais simples e pode ser feito mediante a coleta de amostras

da polpa na descarga do moinho efetuando-se, em seguida, a medida da sua densidade.

Outro procedimento para medida da percentagem de sólidos, que pode ser utilizado em escala piloto, consiste em efetuar a recomposição da polpa no interior do moinho segundo a amostragem da carga circulante, considerando a fração com granulometria abaixo de 6,0 mm. Esta fração é somada àquela com a mesma granulometria contida na alimentação nova do moinho. Com esses dados e a quantidade de água adicionada ao moinho, é possível calcular a percentagem de sólidos no interior do mesmo.

Velocidade do Moinho

A velocidade do moinho é calculada em função da percentagem da velocidade crítica (V_c) do mesmo. É definida como sendo a velocidade na qual não ocorre mais evolução da carga no interior do mesmo, isto é, a força centrífuga é suficiente para causar a aderência da carga à carcaça do moinho. Essa velocidade é calculada pela expressão empírica:

$$V_c = \frac{42,306}{\sqrt{D}} \quad [3]$$

onde:

V_c velocidade crítica em rpm;

D diâmetro interno do moinho em metros.

Para o caso do moinho do CETEM, com diâmetro interno de 1,73 m, tem-se:

$$V_c = \frac{42,306}{\sqrt{1,73}} = 32,16 \text{ rpm.}$$

A velocidade do moinho é uma das variáveis operacionais e o seu controle em escala piloto é feito por meio de um sistema de polias e de um inversor de frequência do motor do moinho. Para tal, são usadas polias de diversos diâmetros, as quais são combinadas à polia do redutor, que tem um diâmetro de 250 mm. Na Tabela 3 constam os diâmetros das diversas polias do motor do moinho usadas nas investigações piloto do CETEM.

São especificados os números das polias, diâmetros em mm, velocidade do moinho para cada polia e a fração correspondente da velocidade crítica.

A otimização da velocidade do moinho permite a maximização da sua capacidade de produção. Normalmente os valores otimizados encontram-se na faixa de 70 a 80% da velocidade crítica. No entanto, é possível encontrar moinhos operando com velocidades que variam entre 60 e 90% da velocidade crítica (Dor, 1982).

Tabela 3 – Dados relativos às polias do motor do moinho, existente no CETEM, as quais são conectadas, por meio de correias em v, à polia do redutor com diâmetro de 250 mm, bem como as velocidades correspondentes.

Polias do Motor do Moinho		Velocidade do Moinho	
Nº	Diâmetro (mm)	rpm	%V _c
01	200	19,87	59,40
02	230	21,31	63,71
03	240	23,71	70,88
04	260	24,54	73,36
05	265	25,12	75,10
06	270	25,48	76,17
07	305	29,03	86,79
rpm – rotações por minuto		%V _c – percentagem da velocidade crítica	

Amostragem do Circuito

A definição dos pontos de amostragem para controle operacional dos ensaios de moagem depende da complexidade do circuito em estudo. Assim, para circuitos mais simples, como ilustrado na Figura 1, é aconselhável a amostragem dos pontos 1, 2 e 3. Nos experimentos realizados no CETEM, tem-se reservada atenção especial com a amostragem no ponto 2, produto final da moagem. Em geral esse ponto possui uma vazão de polpa mais

elevada devido à sua diluição. Nesse caso, foram obtidos bons resultados com tempo de amostragem da ordem de 1 min. Para valores elevados da vazão a amostragem foi mais precisa com intervalo de tempo acima de 1 min. Entretanto, o plano de amostragem depende, essencialmente, do circuito estudado e da habilidade do operador. Cabe ao pesquisador responsável pelas investigações elaborar um plano de amostragem que inclui as peculiaridades inerentes ao circuito em questão.

6. COMENTÁRIOS GERAIS

Os estudos de moagem autógena em unidade piloto devem ser criteriosos, pois a obtenção de dados imprecisos implica num sério risco ao projeto industrial, comprometendo, significativamente, a capacidade da futura unidade industrial. Deve-se, sempre que possível, eliminar os riscos com estudos bem planejados em escala piloto, permitindo estudar com detalhes todas as variações inerentes ao minério. Todos os tipos de minério da jazida devem ser investigados separadamente, desde que cada tipo corresponda pelo menos a 15% da reserva total. Estes minérios serão lavrados separadamente.

Os equipamentos eletrônicos para medida da carga interna do moinho favorecem o controle mais preciso dessa variável, economizando tempo e amostra, além de prover mais conforto ao operador.

O bom desempenho da moagem autógena depende muito da competência do minério. O operador deve ter habilidade de descobrir a maneira pela qual o minério mói a si próprio, pois cada minério possui o seu próprio comportamento no ambiente de moagem. É comum afirmar que, no processo de moagem autógena, o minério é quem fala “moa-me à minha maneira”.

A evolução das técnicas de controle operacional da moagem autógena no qual tomam parte a automação, a utilização de grandes equipamentos e as técnicas especiais de homogeneização dos diferentes tipos de minérios de um mesmo jazimento, possibilitou o emprego da moagem autógena ou semi-autógena, como processo de cominuição, à maioria dos minérios. Atualmente o processo é empregado, sem dificuldades, nos novos projetos de mineração.

Isso também justifica o uso deste processo em substituição ao convencional, mesmo considerando-se os elevados investimentos.

As vantagens já discutidas da moagem autógena em relação à convencional têm posicionado esse processo na linha de frente dos novos projetos de mineração. Desse modo, constatam-se mais aplicações dos processos autógeno e semi-autógeno em novos projetos de mineração no Brasil.

Finalmente, deve-se sempre ter na memória que cada minério é um novo desafio, cujo processo deve ser estudado. Nunca se deve por em prática a cópia de um processo já desenvolvido para um dado tipo de minério. Não existe um processo único de cominuição para todos os tipos de minérios. Cada caso, ou novo desafio, deve ser estudado criteriosamente.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Barratt, D. J. e Sochocky, M. A. Wakeman, J. S. Factors which influence selection of comminution circuits. In: Mullar, A. L. e Jergensen, II; G. V. (Ed.). Design and installation of comminution circuits. SME, 1982, p.1-26.
- Dor, A. A.; Bassarear Primary grinding mills: selection, sizing and current practices. In: Mular, A. L. and Jergensen, G.V. (Ed.). Design and installation of comminution circuits. SME/AIME, 1982, p.439-473.
- Herbst, J. A.; Lo, Y. C. E Flintoff, B. Size reduction and liberation. In: Fuerstenau, M. C. E Han, K. N. (Ed.). Principles of mineral processing. SME, 2003, p.61-118.
- Kelly, E. G. e Spottiswood, D. J. Introduction to mineral processing. New York: John Wiley & Sons, 1982, p.127-168.
- Mac Pherson, A.R. e Turner, R.R. "Autogenous Grinding from tests work to purchase of a commercial unit". In: Mineral Processing Plant Desing. Ed. Mullar. A.L.; Bhappu, R.B.; 3rd Ed. New York: SME, 1980, p.279-305.
- Mosher, J. e Bigg, T. Bench-scale and pilot plant tests for comminution circuit design. In: Mular, A. L.; Halbe, D. N. e Barratt, D. J. (Ed.). Mineral processing plant design, practice and control. vol.1. SME, 2002, p.123-135.

- Sampaio, J. A.; Braga, P. F. A. e Clark, J. Y. Um estudo de moagem autógena em escala piloto com o minério sulfetado de níquel de Fortaleza de Minas. In: XVI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Hidrometalurgia. Anais, vol. I. Rio de Janeiro, 1995, p.148-162.
- Sampaio, J. A.; Ramos, L. T. e Constantim, M.C. Moagem Autógena de Minério de Cobre de Carajás. In:XIII Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Hidrometalurgia. Anais, vol. II, São Paulo, 1988, p.809-818.
- Wakeman, J. S. Ore sampling for equipment and flowsheet section. In: Mular, A. L. e Jergensen, II; G. V. (Ed.). Design and installation of comminution circuits. SME, 1982, p.43-47.
- Weiss, N.L. Wet semi-autogenous mills. Jergensen, G.V and Pena, R.F. SME mineral processing handbook. New York: Society of Mining Engineers, (section 3C - chapter 4), 1985.
- Wyslouzil, D. M. Testing methods and measurements. In: Autogenous Grinding Seminar, 26, 1978, Trondheim, Norway.

CAPÍTULO 12 – OPERAÇÃO DE MOINHO VIBRATÓRIO PALLA 20U

Paulo Fernando Almeida Braga

Engenheiro Químico/UFRRJ, Mestre em

Engenharia Mineral/EPUSP

Pesquisador do CETEM/MCT

1. INTRODUÇÃO

Na mineração como em outras áreas, existe uma tendência de se obter produtos cada vez mais finos e de diferenciar cada vez mais os produtos moídos, a fim de atender à demanda de mercado. Para tanto, é necessário um moinho com facilidade operacional adequado à moagem do minério nas suas adversidades e, ainda, que seja econômico, mesmo na moagem de superfinos. O moinho vibratório surge como alternativa viável para a solução de várias questões operacionais, técnicas e econômicas, entre outras.

Os moinhos vibratórios (Figura 1) são utilizados em regimes contínuos ou não e são capazes de moer materiais a granulometria muito fina, operando a seco ou a úmido. São constituídos de dois tubos de moagem sobrepostos (Figura 2) que estão rigidamente interligados por meio de travessas e braçadeiras. A amplitude de vibração do moinho é provocada pela rotação dos excêntricos, localizados no interior das travessas.

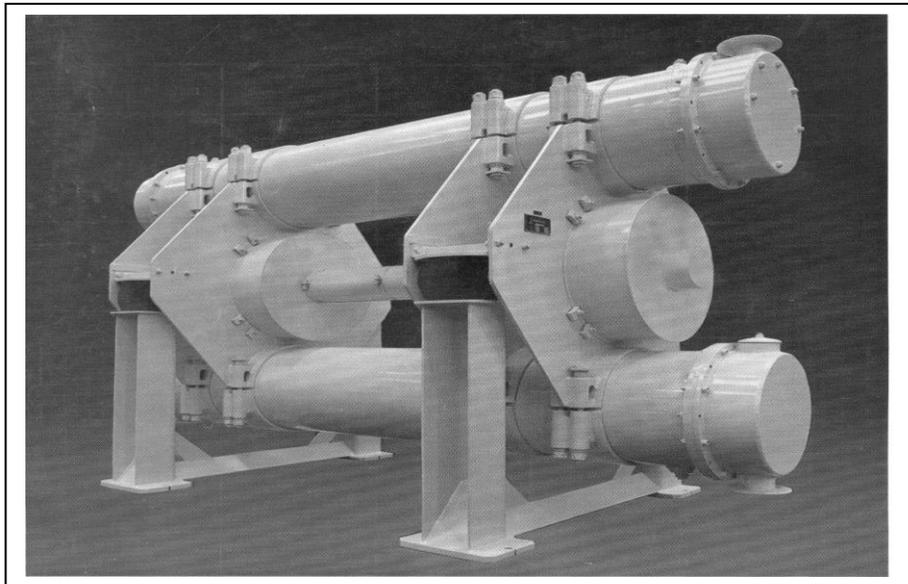


Figura 1 – Moinho vibratório Palla (tecnologia KHD/Humbolt).

O acionamento do moinho PALLA é feito por um motor elétrico, mediante um eixo cardã conectado aos excêntricos. A rotação dos excêntricos

provoca vibração nos cilindros onde ocorre a moagem. Os cilindros encontram-se apoiados sobre coxins de borracha, produzindo uma oscilação circular de poucos milímetros. Os coxins têm como função isolar as vibrações e reduzir a transmissão de esforços vibratórios à estrutura e/ou base.

Os cilindros de moagem são 60-70% (Figura 2) ocupados com meio moedor, geralmente bolas de aço de 10 a 50 mm. Também são utilizados *cylpebs* ou bola de aço como meio moedor. O material que está sendo moído passa longitudinalmente através do cilindro como um fluido numa hélice de *spin* (momento angular) complexo, assim, levando o meio moedor a fragmentá-lo por atrição. O equipamento, indicado para moagem fina, pode operar na faixa granulométrica entre 30 mm e 10 μ m.

Neste Capítulo são discutidos os procedimentos operacionais para os ensaios de moagem no moinho vibratório PALLA 20 U.

2. APLICAÇÕES DO MOINHO VIBRATÓRIO

A moagem em moinhos vibratórios é aplicada em diversos setores da indústria e em diversos tipos de materiais. No quadro 1, mostra-se as principais aplicações dos moinhos vibratórios.

Quadro 1 – Principais aplicações dos moinhos vibratórios.

INDÚSTRIA	Rocha, argilas e cimento	Química, carvão e coque	Cerâmica e refratários	Abrasivos	Minérios, vidro e metalurgia
A P L I C A Ç Õ E S	Anidrita	Massas de eletrodos	Bauxita	Óxido de alumínio	Ferrita de bário
	Cal calcinada	Carbeto de cálcio	Feldspato	Carbeto silício	Fluorita
	Diabásio	Carvão vegetal	Caulim	Córindon	Escórias
	Dolomita	Carvão mineral	Magnesita	Magnesita	Sulfato de cobalto
	Gipsita	Pigmentos	Massas cerâmicas	Alumina	Criolita
	Calcáreo	Resinas trocadoras	Silimanita		Pirolusita
	Cimento	Aubos			Cromita
	Areia quartzosa				

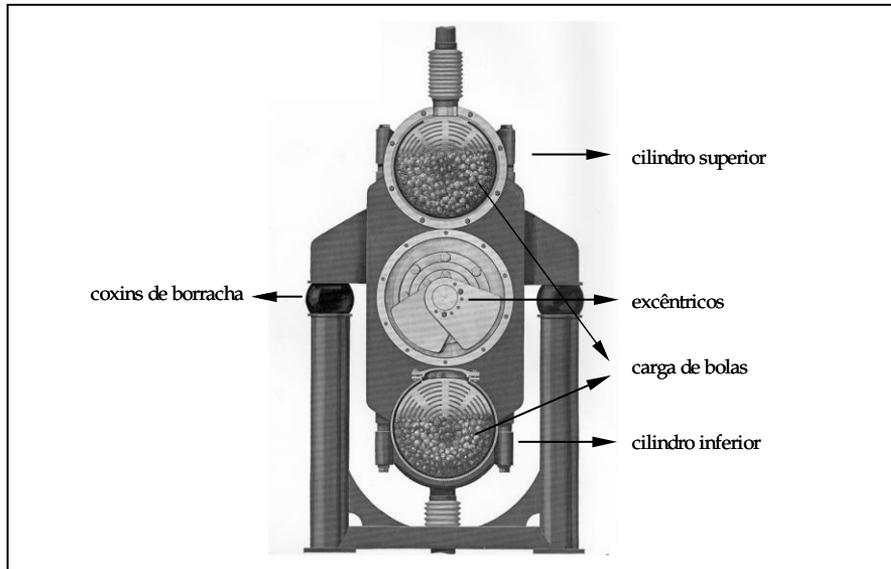


Figura 2 – Seção transversal do moinho vibratório tipo PALLA 20 U.

3. PRINCÍPIO DE MOAGEM

Os cilindros de moagem, que são postos em movimento quase circular, em virtude da vibração por desequilíbrio, encontram-se com o meio moedor, que ocupa uma fração do volume interno do cilindro de até 65%. Estes corpos moedores recebem impulsos pelas paredes dos cilindros, o que provoca a trituração do material no interior do moinho. No moinho vibratório, o mecanismo de quebra dominante é o impacto seguido do atrito. A relação entre estes mecanismos pode ser influenciada pela correspondente escolha dos corpos de moagem, número de rotações e círculo de vibração.

O material a ser moído percorre o cilindro de moagem num trajeto helicoidal, baseando-se o transporte, predominantemente, no princípio de deslocamento por arraste.

Por meio do efeito das vibrações, o produto a ser moído é conduzido à descarga, mesmo quando se encerra o fluxo da alimentação. Sem o material de alimentação em fluxo é possível o funcionamento até o esvaziamento total do

moinho. O revolvimento constante do material no interior dos cilindros moedores causa mistura e homogeneização praticamente perfeitas.

4. MOINHO VIBRATÓRIO PALLA 20 U

Na Tabela 1 constam as principais especificações do moinho vibratório PALLA 20 U, existente nas instalações piloto do CETEM.

Tabela 1 – Especificações do moinho vibratório PALLA 20 U.

Cilindro de moagem: diâmetro livre	200 mm
Cilindro de moagem: comprimento	1.300 mm
Potência instalada do motor	4 kW
Capacidade do moinho	até 0,05 t/h*
Peso dos corpos moedores (a 65% da carga)	220 kg
Peso do moinho (sem corpos moedores)	380 kg
Amplitude de vibração	1.000 rpm 10 a 12 mm 1.500 rpm 5 a 6 mm
*com material de moabilidade média, granulometria de alimentação de 5 mm e produto final menor que 0,2 mm.	

Sistema de Moagem

Os cilindros do moinho são fabricados em aço especial. Possuem a relação diâmetro/comprimento apropriados para se proceder, com economia, às moagens mais finas e sem a necessidade de classificação.

Nas extremidades dos cilindros estão localizados os pontos da alimentação e da descarga do material. O aproveitamento ótimo da câmara de moagem é possível por meio de dispositivos de retenção ajustáveis nos flanges de descarga. Entre os flanges de alimentação e de descarga de cada cilindro encontra-se fixada uma placa de separação **fendida**, que detém os corpos moedores e deixa passar o material.

Elementos de fechamento flexíveis (foles) e de impermeabilidade ao ar ligam o moinho aos mecanismos de dosagem e transporte, situados antes e depois deste, a fim de evitar poeira.

A câmara de moagem é protegida por revestimentos altamente resistentes ao desgaste e de fácil substituição. No caso de moagem de materiais não ferrosos, emprega-se um revestimento com cerâmica ou matérias plásticas. Conseguem-se vidas úteis longas devido ao reduzido desgaste que ocorre nos revestimentos.

Fixação do Cilindro de Moagem

Os cilindros de moagem do moinho vibratório PALLA 20 U são fixados por meio de braçadeiras e parafusos de dilatação. Com esta solução construtiva, garante-se, por um lado, a fixação segura dos tambores de moagem e, por outro, a possibilidade de uma substituição fácil.

Sistema de Vibração

No centro de cada alma existe um eixo apoiado em rolamentos de rolos, que possuem um par de discos em desequilíbrio, de cada lado.

Os discos em desequilíbrio são facilmente acessíveis e podem ser regulados entre si, numa graduação muito estreita. Por isso, é simples conseguir uma relação ótima entre o diâmetro do círculo de vibração e, de certa forma, melhor eficiência no processo de moagem.

Para a moagem do material mais resistente e granulometria de alimentação mais grossa, são reguláveis acelerações de 7 g e superiores. No caso de se proceder a uma moagem seletiva, bastam acelerações menores. Os rolamentos de rolos para cargas elevadas encontram-se fixados de forma tal nas almas, que o sistema completo de acionamento por desequilíbrio pode ser facilmente desmontado no caso de inspeções ou reparações. O motor com rotor em curto circuito, que aciona o moinho em caso normal, encontra-se numa base na parte da frente do conjunto. O sistema de acionamento foi concebido de tal forma que nenhuma das forças axiais atuam sobre os mancais do motor. É possível uma montagem do motor em ambos os lados.

5. LIGAÇÃO DOS TAMBORES DE MOAGEM

Vários são os arranjos nas ligações entre os tambores de moagem que proporcionam maior flexibilidade operacional ao equipamento. Isso está associado ao número de acionamentos por desequilíbrio adequado: à moagem

do material, ao diâmetro do círculo de vibração, à escolha dos corpos moedores apropriados. Tal procedimento é levado a efeito por meio da substituição dos flanges, na alimentação e descarga, por placas separadoras (retentoras do corpo moedor) e interconexão dos cilindros de moagem.

Ligação em Série

A conexão em série é a mais empregada. O material percorre ambos os cilindros, favorecendo a moagem em tempos mais longos, bem como o tempo de retenção do material. Assim, o material é intensamente processado (Figura 3).

A ligação em série é utilizada na moagem de materiais com elevada resistência e com granulometria grossa ou quando se deseja um produto final superfino. Também é utilizada em processos de difícil homogeneização.

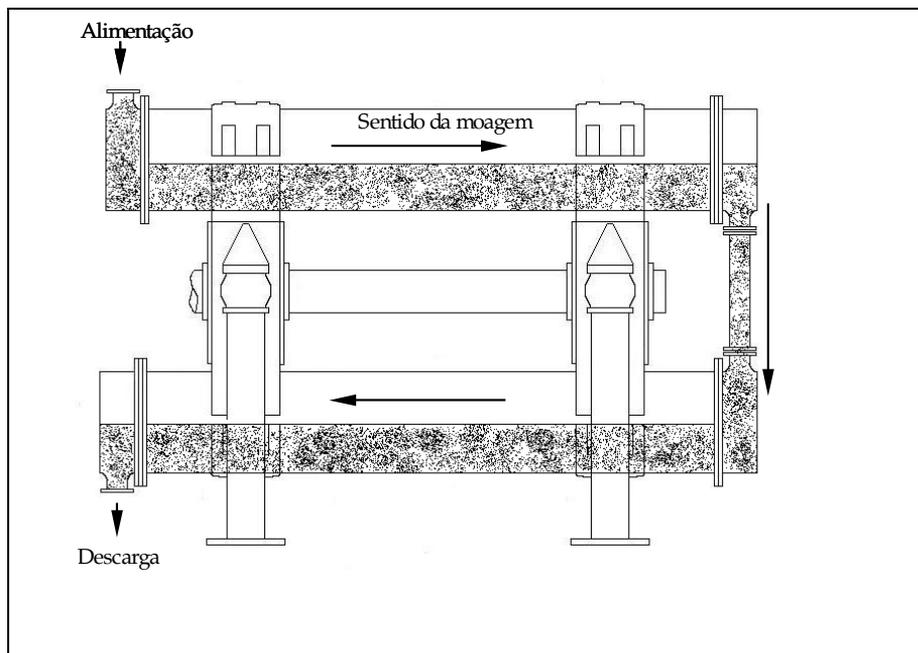


Figura 3 – Exemplo ilustrativo de uma conexão em série do moinho.

Ligação em Paralelo

Na conexão em paralelo, o tempo de passagem e de retenção é reduzido à metade, em decorrência de os tambores trabalharem independentemente. Neste caso, o processamento do material é menos intensivo e, portanto, a capacidade do moinho é maior. Uma característica deste arranjo é que, nos cilindros de moagem, pode ser processado o mesmo material ou dois tipos diferentes, ou seja, em cada cilindro, obtém-se um produto final.

Esta configuração é indicada para materiais de fácil moagem, para materiais finos, em homogeneização de produtos grossos e para processos rápidos, como desagregação.

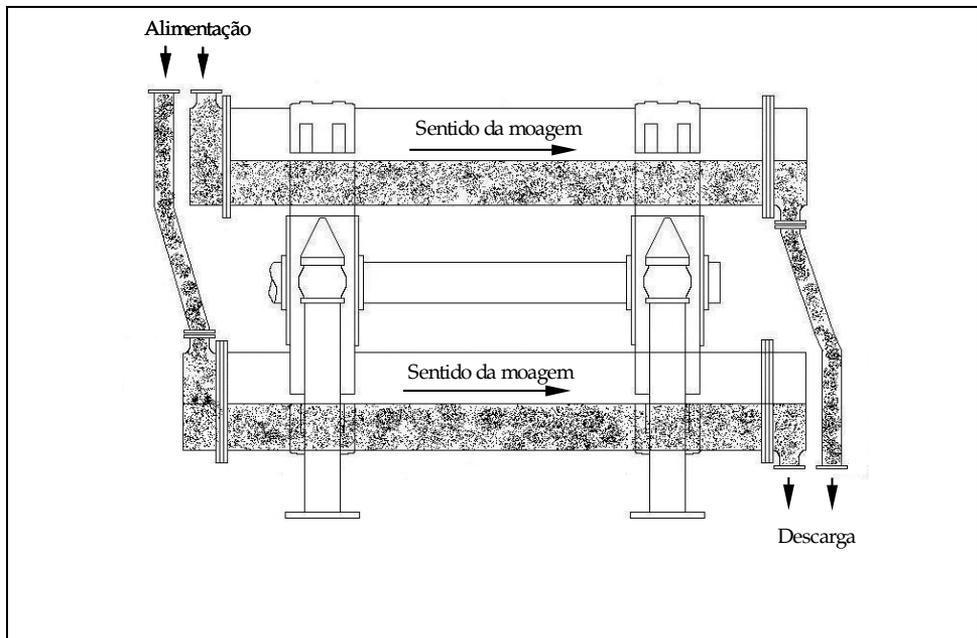


Figura 4 – Conexão ou configuração em paralelo do moinho.

Alimentação Central

Na alimentação central (Figura 5), o material flui do centro dos cilindros de moagem para as descargas nas duas extremidades, limitando, assim, o tempo de moagem à metade. É o arranjo com menor tempo de residência e com a maior produção, pois o produto final é descarregado em quatro pontos,

simultaneamente. Por outro lado, é o arranjo com a menor intensidade de moagem, logo, baixa produção de finos.

Este arranjo é utilizado para materiais com baixa resistência ao processo de moagem. Um exemplo típico é a desagregação de materiais aglomerados isentos de umidade.

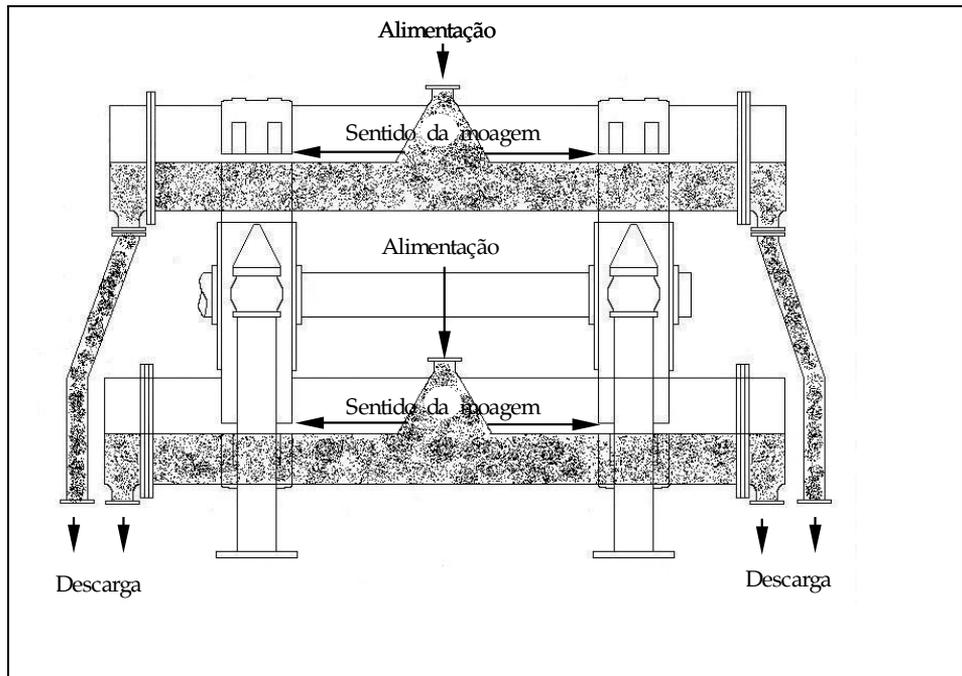


Figura 5 – Arranjo para alimentação central do moinho.

6. OPERAÇÃO DO MOINHO VIBRATÓRIO

Antes de iniciar a operação o operador deve verificar o moinho e os acessórios. Para tanto deve:

- (i) testar todos os parafusos do moinho vibratório e dos acessórios quanto ao posicionamento e apertos corretos;
- (ii) verificar se o moinho se movimenta livremente, não atingindo outras partes ou equipamentos acessórios durante a desaceleração;

- (iii) verificar se todos os acessórios, equipamentos para alimentação e descarga do moinho, estão em condições operacionais;
- (iv) verificar se os foles (juntas elásticas) estão montados corretamente (comprimento, posição e vedação).

Para determinar a capacidade do moinho, estabelece-se uma curva com base na vazão de alimentação, cujas medidas são aferidas na descarga do moinho. O dispositivo de alimentação deve acusar uma variação máxima de $\pm 5\%$, uma vez que oscilações maiores afetam sensivelmente a granulometria do produto final. Podem ocorrer erros na curva devido ao fluxo pulsante de gases no sistema de moagem fechado.

Regulagem dos Excêntricos do Acionamento

Na regulagem dos excêntricos é necessária a retirada das capas protetoras. Observa-se, na Figura 6, a regulagem dos excêntricos externos (posição B). Retiram-se os parafusos (posição C) e goram-se os excêntricos das posições B e A em sentidos contrários entre si. Os discos frontais estão soltos, enquanto os de trás permanecem fixos nos eixos de acionamento. A excentricidade é máxima (100%) quando todos os pares de excêntricos A e B estão sobrepostos.

Todos os pares de excêntricos devem ser regulados igualmente, de forma a não ultrapassar uma amplitude de vibração de 10 mm. Isso merece atenção especial do operador.

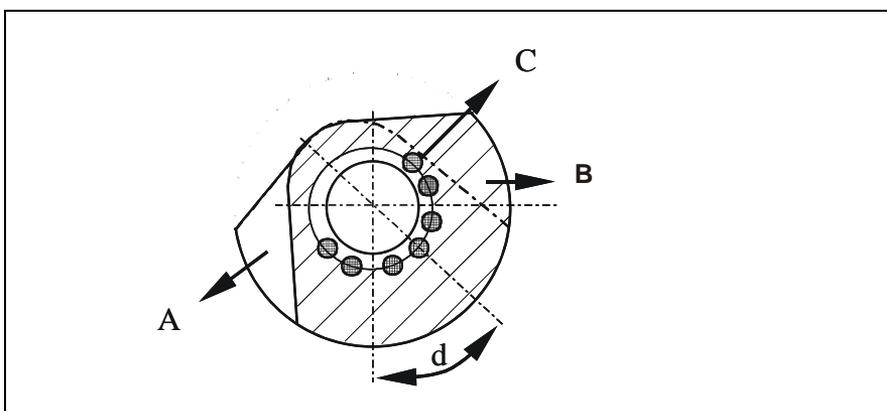


Figura 6 – Esquema ilustrativo dos excêntricos do moinho.

É importante que todos os excêntricos móveis indiquem a mesma direção (ângulos iguais) em relação aos excêntricos fixos (ângulo D, Figura 6), que estão posicionados verticalmente. Os parafusos devem ser apertados na posição em que os furos dos excêntricos fixos superpõem os furos dos excêntricos móveis. Após a regulagem dos excêntricos, deve-se recolocar as capas protetoras.

Regulagem do Sistema de Descarga

O sistema de descarga (Figura 7) tem a função de reter o material no interior do tubo de moagem, de forma a aumentar o tempo de residência. Primeiro remove-se a tampa do cabeçote de descarga (posição A), soltando-se, em seguida o parafuso (posição B).

Depois, deve-se posicionar o tubo de descarga externo (posição C) diante do tubo de descarga interno (posição D), de tal modo que as fendas nestes tubos se sobreponham. Aperta-se cuidadosamente o parafuso da posição B, fechando-se, em seguida, com a tampa (posição A).

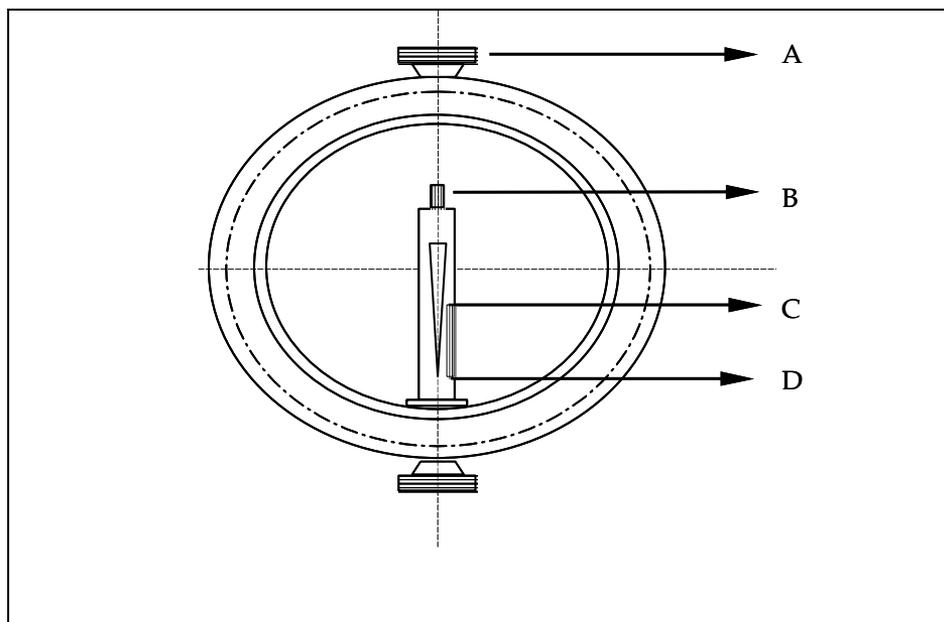


Figura 7 – Sistema de descarga do moinho vibratório.

Carga e Tipo do Meio Moedor

Inicialmente os cilindros de moagem são carregados (esferas de aço ou porcelana, *cylpebs* ou barras) com 80% das quantidades contidas na Tabela 1. A diferença entre o peso dos corpos moedores do cilindro inferior e superior não deve exceder 2%.

Após 3 minutos de funcionamento, mede-se a altura livre sobre a carga moedora, registrando-se os resultados. Essas medidas comparativas serão importantes para determinação do consumo da carga moedora. Quando necessário, complementar a carga prevista na Tabela 1. A operação do moinho vibratório é feita em duas etapas, inicialmente sem material e, na segunda etapa, com material.

Operação do Moinho Vibratório sem Material

Na primeira operação, o moinho vibratório deve funcionar sem material durante, aproximadamente, 15 min com esferas *cylpebs* ou 3 min com barras. Este procedimento visa eliminar eventuais impurezas na câmara de moagem.

A fim de evitar entupimentos, a partida do moinho deve ser feita por etapas, na seguinte ordem: inicialmente entram em operação o sistema de descarga, em seguida, o moinho e, finalmente, o sistema de alimentação. Para desligar, este procedimento se repete, só que na ordem inversa.

Para execução deste procedimento, marca-se um ponto na parte frontal do cabeçote de alimentação ou descarga, que descreverá uma circunferência durante o funcionamento do moinho. A medida da amplitude pode ser feita com auxílio de uma escala externa.

O equipamento deve ser desligado imediatamente, caso a amplitude de vibração ultrapasse 10 mm. O funcionamento do equipamento deve ser interrompido após 15 min de operação, para verificar o aperto de todos os parafusos.

Operação do Moinho Vibratório com Material

O sistema de alimentação, após aferição, deve ser regulado para permitir a vazão de 70% de sua capacidade, acionando-se, em seguida, o equipamento. É muito importante utilizar um amperímetro nas primeiras horas de

funcionamento, para controlar a demanda de corrente do motor elétrico de acionamento. Entupimentos eventuais são perceptíveis ao se verificar elevação na demanda de corrente elétrica. Com o moinho entupido, a demanda de corrente torna-se inferior à corrente nominal do motor.

O primeiro produto de moagem pode, freqüentemente estar contaminado com impurezas que se formam durante a operação sem material e deve ser descartado.

Para obter a granulometria e produções ideais, deve-se observar a granulometria do produto. Quando muito fina, deve-se aumentar a vazão na alimentação e/ou abrir mais o dispositivo de descarga.

Para os ensaios descontínuos, deve-se variar o tempo de residência.

Quando a granulometria do produto é grossa, deve-se diminuir a vazão na alimentação e/ou bloquear mais o dispositivo de descarga.

Deve-se observar também o volume da carga interna do moinho. Ficou comprovado que a eficiência máxima do equipamento ocorre quando o material ocupa 80 a 90% do espaço livre deixado pelo meio moedor.

A otimização da operação ocorre após algum tempo, uma vez que as características do material, a granulometria do produto final e a capacidade são determinantes na etapa de otimização. Isso ocorre na moagem de materiais úmidos ou em processos nos quais ocorrem reações químicas.

A seguir são ilustrados alguns lembretes úteis a operação do moinho vibratório.

Produto com Granulometria muito Grossa

Causas prováveis

Vazão de alimentação muito grande.

Corpos moedores muito desgastados e de quantidade reduzida.

Material alimentado com granulometria grossa.

Variação das características de moagem do material.

Regulagem incorreta da descarga.

Produto de Granulometria muito Fina

Causas prováveis

Vazão de alimentação muito pequena.

Corpos moedores de tamanho grande.

Material alimentado é de granulometria muito fina.

Variação das características de moagem do material.

Regulagem incorreta da descarga.

Amplitude muito Reduzida e Moinho Entupido.

Causas possíveis

Excesso na vazão de alimentação.

A capacidade de transporte para a descarga é muito reduzida.

Presença de um corpo estranho na câmara de moagem.

Regulagem incorreta da descarga.

Umidade alta no material para moagem a seco.

Polpa muito densa para moagem úmida.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Manual de Operação do Moinho Vibratório Palla U – OTTO DEUTZ S.A.,
Divisão Humbolt-Wedag.

Luz, A. B. *et al.*, Tratamento de Minérios, 4ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT,
2004.



PARTE IV CONCENTRAÇÃO



CAPÍTULO 13 – ENSAIOS DE FLOTAÇÃO

João Alves Sampaio

Engenheiro de Minas/UFPE, Mestre e Doutor em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Tecnologista Sênior do CETEM/MCT

Carlos Adolpho Magalhães Baltar

Engenheiro de Minas/UFPE, Mestre e Doutor em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Professor do Departamento de Engenharia de Minas/UFPE

1. INTRODUÇÃO

O interesse industrial pela técnica de flotação teve início por volta de 1920. Após alguns desenvolvimentos importantes, o uso dessa técnica intensificou-se e consolidou-se, sendo hoje predominante na área de concentração de minérios (Fuerstenau, 2007; Lynch, 2007). Afora sua aplicação na indústria mineral, a flotação tem sido utilizada em outras áreas como:

- (i) remoção de poluentes diversos (óleo, gorduras, metais pesados, etc.);
- (ii) reciclagem (plásticos e papel, entre outros);
- (iii) recuperação de água para uso doméstico.

Considerando-se que cada minério tem as suas peculiaridades, torna-se essencial que a aplicação industrial da flotação seja antecedida de um estudo em laboratório, para definir a influência das diversas variáveis no processo (Fuerstenau, 2003). Este Capítulo descreve a metodologia para condução dos trabalhos de investigação em laboratório, com o objetivo de proporcionar a obtenção de resultados confiáveis e minimizar os erros experimentais. Neste trabalho são descritos os procedimentos para um estudo de flotação em escala de bancada utilizando célula convencional.

O operador deve ter uma caderneta de laboratório para registrar todas as informações obtidas na execução dos ensaios: condições experimentais, aspecto da espuma, entre outras.

2. DESCRIÇÃO DO EQUIPAMENTO CONVENCIONAL

Os testes são realizados em equipamentos simples, conhecidos como célula (ou máquina) de flotação (Figura 1), que consistem em um sistema dotado de agitação e aeração, o qual utiliza um recipiente (cuba), em geral de vidro, alumínio ou acrílico, com formato e volume variados.

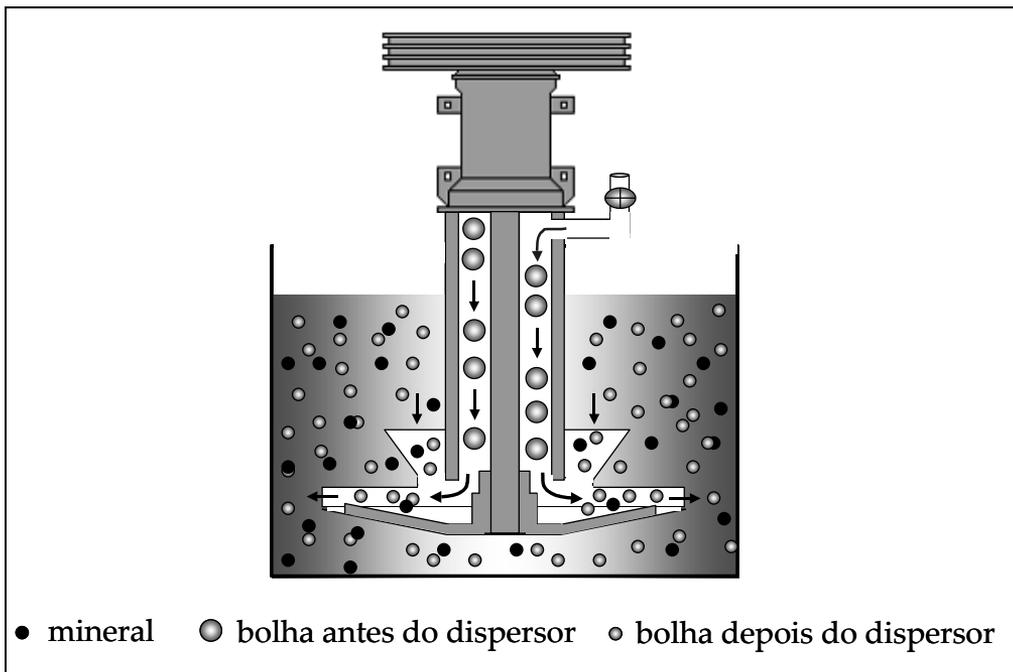


Figura 1 – Desenho ilustrativo de uma célula convencional para flotação de minério.

O sistema de agitação é constituído por um motor que aciona, por meio de correias, um tubo vertical oco que termina com uma hélice (impulsor). As células de flotação possuem uma grande variedade de modelos de hélices possibilitando a geração de diferentes sistemas hidrodinâmicos. Esses equipamentos são projetados de modo a operar em regime turbulento na região inferior, no qual devem ocorrer os choques bolha-partícula e, em regime laminar, na parte superior, na qual não deve haver perturbações que possam ameaçar a integridade das bolhas.

A agitação tem a função de manter as partículas em suspensão e promover o contato bolha-mineral. A intensidade da agitação deve ser controlada com cuidado para evitar perdas. Uma agitação baixa provoca a sedimentação de partículas, por outro lado, uma agitação excessiva provoca a quebra de bolhas antes de atingirem a superfície da célula, em consequência, diminui a eficiência do processo.

A aeração no interior da célula é obtida pela introdução de um fluxo de ar na parte superior do sistema. O fluxo de ar passa internamente pelo tubo vertical oco que está ligado ao sistema de agitação, saindo em aberturas situadas próximas a um dispersor, cuja função é promover a geração de bolhas pequenas.

Há duas formas de promover a aeração: por ar comprimido ou pela pressão negativa gerada na parte inferior do impulsor. Com auxílio de ar comprimido, no caso das células que usam essa forma de aeração, torna-se possível o controle da quantidade de ar injetado na célula. Em outras células, o vácuo formado pelo impulsor, na parte inferior do sistema de agitação, gera uma pressão negativa que proporciona a entrada de ar atmosférico através de uma válvula na parte superior do rotor. As células que usam esse sistema de aeração dispensam a instalação do compressor de ar, no entanto não permitem que se tenha o controle eficiente da aeração (Kelly, 1982).

A aeração tem a função de abastecer a polpa com bolhas que são responsáveis pelo transporte das partículas hidrofóbicas. Quanto maior a superfície específica das bolhas, maior a probabilidade de contato com as partículas e, conseqüentemente, maior a eficiência do processo de flotação.

Alguns modelos de células de flotação possuem um sistema de adição de água que permite manter constante o nível da polpa.

3. PROCEDIMENTO DOS TESTES

Representatividade da Amostra

Da mesma forma que ocorre com outros ensaios de laboratório, todas as amostras utilizadas nos testes de flotação devem ser representativas da amostra global do minério, da amostra do depósito mineral em estudo ou de parte selecionada do mesmo.

A obtenção de uma amostra representativa de um depósito mineral não é uma tarefa trivial. A dificuldade está na pequena quantidade da amostra em relação ao volume de minério que deve representar. A amostra usada em laboratório pode ser cerca de 100.000 vezes menor ou mais, em relação àquela usada na unidade industrial. Diante dessas peculiaridades, pode-se recorrer a

dados da geologia e/ou lavra do corpo mineralizado, para se atingir a representatividade desejada. Além disso, a metodologia de amostragem deve ser cuidadosamente estudada. Recomenda-se a leitura do Capítulo 1 deste livro para o e/ou pesquisador se familiarizar com o processo de amostragem.

O Uso da Água

A composição química da água utilizada pode ter um efeito significativo nos resultados da flotação, já que as diferentes espécies iônicas da suspensão aquosa podem interferir na ação dos reagentes ou modificar a carga elétrica das partículas, de modo a dificultar o controle do processo.

Nos estudos de laboratório deve-se conhecer as características químicas e físicas da água usada. Recomenda-se realizar os ensaios, sempre que possível, com água da própria mina, desde que não esteja envelhecida. Esse procedimento pode evitar futuros transtornos nas operações industriais. Há também, a possibilidade de simular uma composição da água próxima àquela da mina. Torna-se obrigatório que as características físico-químicas da água utilizada sejam mantidas constantes em todos os testes.

Em muitos casos, o efeito da água no processo de flotação é objeto de estudo, podendo-se investigar a influência da água de reciclagem, o comportamento de espécies iônicas existentes ou a influência da sazonalidade, entre outros.

Preparação da Amostra

A distribuição granulométrica da amostra usada na flotação de laboratório deve ser o mais similar possível à da amostra de alimentação da planta industrial. A presença de finos tem diversas conseqüências nos resultados, como: maior consumo de reagentes, maior contaminação do concentrado, menor velocidade de flotação, etc. Isso significa que uma distribuição granulométrica diferente pode acarretar distorção nos resultados.

A granulometria de moagem está relacionada ao grau de liberação do mineral útil e ao teor que deve ter o concentrado. Nas operações industriais, a flotação, geralmente, é aplicada na faixa granulométrica desde 0,6 mm até pouco menos de 20 μm , dependendo da densidade e complexidade do

minério. A eficiência do processo torna-se menor quando o mesmo é aplicado às faixas granulométricas mais finas.

O estoque prolongado de amostras moídas pode causar a oxidação superficial das partícula, de modo a alterar o seu comportamento na flotação. Esse fato é comum na flotação de minérios sulfetados, para os quais se recomenda que a flotação seja realizada logo após a moagem da amostra.

O tempo de moagem necessário para produzir uma amostra com uma determinada distribuição granulométrica deve ser obtido segundo o procedimento padrão descrito no Capítulo 9 deste livro, no qual se encontram as instruções detalhadas dos procedimentos de moagem para amostras destinadas aos ensaios de flotação.

Preparação dos Reagentes

O sistema de reagentes e a quantidade usada na flotação são sempre objeto de estudo. Além de ser um fator determinante na eficiência do processo, corresponde à maior parcela do custo operacional das unidades industriais de flotação. A escolha inicial do sistema de reagentes é função de experiências anteriores do pesquisador e/ou de referências citadas em publicações especializadas.

Deve ser lembrado que, na prática industrial, o sistema de reagentes sofre alterações contínuas em decorrência da própria modificação na composição mineralógica do minério e da necessidade de otimização do processo.

Na preparação dos reagentes, o estado de conservação deve ser observado. As características químicas do reagente podem ser alteradas em decorrência das condições inadequadas ou do longo período de estoque. O uso de reagentes alterados, naturalmente, vai afetar a credibilidade dos resultados (Klimpel, 1980).

Os reagentes são fornecidos pelos fabricantes na forma: sólida ou líquida. Reagentes gasosos são usados em casos especiais. Esses produtos podem ser adicionados na célula de flotação, na forma natural ou sob a forma de soluções. Em alguns casos os reagentes não são miscíveis em água, por isso prefere-se sua adição direta na célula ou a sua emulsão em líquidos

apropriados. O espumante costuma ser adicionado em gotas, cujos pesos são conhecidos (Nagara, 2007).

A pesagem do reagente deve ser feita de forma criteriosa, já que um pequeno erro poderá ter reflexos importantes no resultado final do teste. Na prática, a adição dos reagentes de flotação é calculada em termos de concentração molar ou da relação reagente (gramas)/ minério seco (tonelada).

A quantidade, forma e ponto de adição dos reagentes, inclusive outros controles do teste, devem ser registrados na caderneta de laboratório do operador, com o devido cuidado e clareza. Esses dados fazem parte essencial do estudo.

Condicionamento

A etapa de condicionamento tem a função de promover o contato dos reagentes com as superfícies dos minerais. A adsorção pode ser monitorada pela variação do potencial zeta das partículas ou pela determinação da variação da concentração do reagente na polpa.

Em laboratório, o condicionamento costuma ser feito na própria célula, mantendo-se fechada a entrada de ar. A adição de cada reagente é seguida de um período de agitação próprio, em função do condicionamento programado. Em cada caso, deve-se estudar a conveniência da adição isolada ou da adição conjunta de dois ou mais reagentes.

É prática comum utilizar, no condicionamento, uma concentração de sólidos na polpa acima daquela usada na flotação (podendo ser da ordem de 50% de sólidos ou mais). O fato de os reagentes serem mais efetivos em soluções concentradas justifica esse procedimento (Chaves e Filho, 2004).

A agitação da célula também pode ser mais intensa do que aquela usada na flotação, a fim de possibilitar melhores condições de contato partículas-reagentes. A busca do melhor tempo de condicionamento para cada reagente é objeto da pesquisa, e o valor otimizado deve ser registrado na caderneta do operador.

Na indústria, em geral, o contato do minério com os reagentes é feito em tanques agitadores conhecidos como condicionadores. No entanto, há sempre

a opção de adição em outros pontos do circuito, como no moinho, nas tubulações que conduzem o minério à célula ou na própria célula, de modo a possibilitar um maior ou menor contato do reagente com o minério. O ponto ideal de adição do reagente deve ser objeto de investigação.

Diluição da Polpa

Entende-se por diluição a relação entre a massa de minério e de água, expressa sobre a forma de percentagem de sólidos na polpa.

A diluição é determinada em função do tipo de minério, de sua granulometria e da tolerância em termos de contaminantes no concentrado. Nos casos de minérios grossos e/ou de maior tolerância com relação à seletividade, é possível o uso de percentagens de sólidos mais elevadas. Por outro lado, quanto maior for o conteúdo de finos e de materiais argilosos do minério e/ou as exigências com relação ao teor do concentrado, deve-se usar polpas cada vez mais diluídas. Isso decorre do fato de as partículas finas serem suscetíveis ao arraste hidrodinâmico e, conseqüentemente à contaminação do concentrado (Barbery *et al.*, 1986).

Sob o aspecto econômico, sempre que possível, deve-se conduzir a flotação com elevada percentagem de sólidos na polpa. Esse procedimento possibilita uma maior produção com o volume de células disponível. Entretanto, a contaminação do concentrado aumenta com a percentagem de sólidos da polpa, isso explica porque as operações de limpezas são sempre conduzidas com baixa percentagem de sólidos.

Durante os testes de laboratório, a percentagem de sólidos varia continuamente à medida que os sólidos são removidos na espuma e que se adiciona água para manutenção do nível da polpa na célula. Essa variação contínua das condições operacionais modifica as concentrações dos reagentes, provocando o desequilíbrio eletroquímico do sistema. Esse fenômeno pode ser percebido na mudança das características da espuma. No caso de sistema de adsorção reversível, para se evitar a dessorção de moléculas do coletor, que provocaria a “desmineralização” da espuma, recomenda-se repor o nível da polpa com a solução do coletor, de modo a se tentar manter o mais próximo possível da concentração inicial do mesmo.

A maioria das operações industriais é conduzida com percentagens de sólidos na polpa entre 25 e 40%. Esses mesmos valores são recomendados para as operações em laboratório. A percentagem de sólidos na polpa de flotação é objeto de investigação. Ela deve ser otimizada durante os estudos de laboratório e os seus resultados devem ser registrados com atenção pelo operador. Recomenda-se a leitura do Capítulo 2 deste livro para melhor entendimento do assunto.

Adição de Reagentes

Os reagentes são usados em pequenas quantidades, tornando-se necessária a sua diluição para facilitar o controle preciso da quantidade adicionada, que pode ser medida em pipetas ou béquer graduados.

Para adição dos reagentes solúveis em água não há dificuldades. No entanto, os reagentes insolúveis ou parcialmente solúveis em água, exigem técnica especial de adição. Os reagentes na forma líquida podem ser adicionados na forma de gotas, cujo peso médio é previamente determinado com base em 20 ou 30 gotas pesadas em uma balança de precisão. Uma alternativa consiste em adicionar esses reagentes dissolvidos em líquidos orgânicos, como etanol. Contudo, como o efeito desse líquido orgânico pode ser prejudicial ao processo, esse método é evitado. Outro procedimento consiste na adição do reagente, segundo suas emulsões em água, que deve ser preparada por meio de forte agitação (Jameson, 2007; Pugh, 2007).

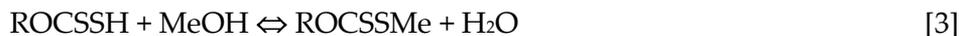
O coletor costuma ser utilizado na forma de sal. A saponificação ou neutralização de um ácido-graxo ocorre da sua reação com uma base inorgânica. Geralmente, usa-se o hidróxido de sódio ou de potássio, conforme ilustrado na reação da Equação [1].



As aminas são utilizadas sob a forma de sais solúveis. O ácido acético e o ácido clorídrico são os mais usados para neutralizar a base orgânica. Uma das razões da preferência é a atividade praticamente nula dos ânions liberados, o que é importante para o controle do processo. No caso da neutralização com ácido clorídrico, a seguinte reação é observada:



O mesmo ocorre com os coletores sulfidrílicos. O ácido ditiocarbônico costuma ser usado na forma de sal, conhecido como xantato, resultado da reação do ácido xântico com um hidróxido de sódio ou de potássio, como se observa na Equação [3].



Sendo, Me = Na ou K

A adição é feita de forma escalonada, considerando-se o tempo de condicionamento necessário a cada reagente. Inicialmente, adicionam-se os modificadores (regulador de pH, dispersante, depressor, ativador, etc.), em seguida, o coletor e, por último, o espumante. Em alguns casos, mais de um modificador pode ser adicionado ao mesmo tempo.

A ordem de adição deve ser objeto do planejamento do teste. Essa organização no procedimento não só evita atraso à alimentação, na célula, de cada reagente, como assegura uma adição correta.

Controle do pH

O pH da polpa pode influenciar a:

- (i) carga elétrica superficial das partículas (as espécies OH^- e H^+ são determinantes de potencial para a maioria dos minerais);
- (ii) ação dos reagentes e o estado de dispersão da polpa;
- (iii) ação das espécies químicas presentes na água de processo.

Portanto, o pH pode ter uma influência fundamental, tornando-se mais evidente nos sistemas que utilizam coletores que se adsorvem fisicamente, como as aminas (Ralston, 2007).

Para o controle do pH, utilizam-se os reguladores (ácidos e bases), devendo-se usar medidores de pH precisos e calibrados para garantir a consistência dos resultados.

Nos testes de laboratório, em geral, primeiro se ajusta o pH da polpa e, em seguida, adicionam-se os demais reagentes. A quantidade a ser adicionada varia com a natureza do minério e o pH desejado. Nos circuitos industriais de flotação, os reguladores de pH são adicionados:

- (i) nas etapas de moagem;
- (ii) no condicionamento antes da adição dos coletores;
- (iii) em alguns casos nas etapas *rougher* e *cleaners*.

Quantidades excessivas de reguladores para obter um determinado valor do pH, indicam a existência de sais solúveis na polpa.

Tempo de Flotação

Considera-se como “tempo de flotação” o período em que o minério permanece na célula sob ação da agitação e da aeração. Nas células de laboratório, o controle do tempo de flotação é absolutamente preciso já que todas as partículas não flotadas permanecem na célula até o momento em que a mesma é desligada. Nos circuitos industriais, no entanto, o tempo de flotação está relacionado ao volume útil do banco (conjunto de células). Na verdade, obtém-se um tempo médio de permanência, com algumas partículas podendo passar rapidamente pelo circuito e outras permanecendo por longo período. O tempo de flotação tem grande influência tanto no teor como na recuperação do mineral de interesse (Thompson, 2002).

A velocidade com que uma partícula flota depende da proporção da área superficial que se encontra hidrofobizada. Como consequência, as partículas liberadas têm uma maior cinética de flotação devido ao fato de estarem com um maior percentual da superfície coberta com o coletor. Isso explica porque a cinética de flotação das partículas mistas diminui, à medida que aumenta a proporção de minerais de ganga na superfície. Por sua vez, a água contida na espuma arrasta continuamente partículas hidrofílicas. Os dois fatores contribuem para que o teor do concentrado, retirado na espuma, diminua à medida que a flotação prossegue. Por outro lado, é intuitivo que a recuperação aumente com o tempo de flotação.

Portanto, deve-se dedicar um cuidado especial à padronização do tempo de flotação para todos os testes. De outra forma, não se pode comparar os resultados e avaliar, com precisão, o efeito da variável estudada. Na prática de laboratório é comum que a flotação seja interrompida antes do tempo programado. Essa ocorrência deve ser devidamente anotada na caderneta de laboratório.

A determinação do tempo ótimo de flotação deve ser objeto de estudo em laboratório. O método usual consiste na coleta da espuma em incrementos, seguidos de secagem, pesagem e análises químicas das amostras, para que se possa monitorar a variação do teor e da recuperação.

O tempo de flotação obtido em laboratório e a percentagem de sólidos na polpa são usados para o cálculo do volume do banco de células dos circuitos piloto e industrial. Considerando-se que, nas células de laboratório, o sistema hidrodinâmico é mais eficiente, no dimensionamento dos bancos de células, costuma-se adotar um fator de segurança para o tempo de flotação.

Aeração da Polpa e Remoção da Espuma

Os principais mecanismos de aeração em células de laboratório são realizados por meio de:

- (i) ar comprimido;
- (ii) sucção de ar pela ação do impulsor e a entrada do ar na polpa através de uma válvula existente na haste do rotor.

Na situação (i), o operador deve estar atento para não injetar ar contaminado, em particular, com óleo e/ou graxa.

O sucesso da etapa de aeração está relacionado à mistura ar/polpa. A situação ideal é aquela em que as bolhas geradas tenham pequeno tamanho. O aumento da superfície específica disponível amplia as possibilidades de contato bolha/partícula. A distribuição homogênea do fluxo de ar, na polpa, depende do sistema hidrodinâmico e do desenho da célula. Recomenda-se que o operador introduza o ar na polpa, de forma lenta e gradual, evitando abrir a válvula bruscamente.

Em laboratório, a retirada de espuma da célula deve ser feita de forma cadenciada, segundo um procedimento regular de coleta (recomenda-se uma “raspagem” a cada 15 segundos), simulando a operação contínua em unidade piloto e/ou industrial. Esse procedimento possibilita a reprodutibilidade dos resultados. O volume de água removido, em cada teste, deve ser determinado e devidamente registrado na caderneta de laboratório. A importância desse procedimento está relacionado ao fato de que, como a “água flotada” transporta partículas hidrofílicas, não se pode comparar, por exemplo, teores obtidos em testes realizados, com grande variação de volume de “água flotada”. Há um modelo de raspador em célula de laboratório que permite a remoção da espuma na área posterior ao rotor e evita que o operador varie a profundidade de coleta.

Registro e Avaliação dos Dados Obtidos nos Testes de Flotação

O registro dos dados e/ou resultados é feito em caderneta especial de laboratório, na qual o operador aponta, de forma clara e objetiva, os resultados das análises químicas e pesos dos produtos, isto é, os dados essenciais aos cálculos dos balanços de massa e metalúrgicos. O exemplo da Tabela 1 ilustra o registro de alguns dos resultados básicos obtidos nos ensaios de flotação.

As anotações devem ser feitas de forma cuidadosa, devendo constar informações como:

- (i) o tipo de célula e volume das cubas usadas em cada estágio;
- (ii) a velocidade de rotação da célula nas etapas de condicionamento e de flotação;
- (iii) os tempos de condicionamento e flotação;
- (iv) as percentagem de sólidos na polpa de condicionamento e de flotação;
- (v) tipo do medidor de pH, bem como o valor do pH medido no condicionamento, e em cada estágio, *rougher, scavenger, cleaner*;
- (vi) dosagem e forma de adição dos reagentes;
- (vii) aspecto da espuma, quanto ao volume, cor, mineralização, consistência, entre outras.

Tabela 1 – Registro dos resultados de diversos ensaios de flotação em bancada, com seus respectivos balanço de massa e metalúrgico.

Teste 1								
	PRODUTOS	Peso (%)	Al ₂ O ₃ (%)		SiO ₂ (%)		Fe ₂ O ₃ (%)	
			Teor	Dist	Teor	Dist	Teor	Dist
Rougher	Conc.	2,70	25,74	92,25	70,45	1,94	0,29	16,70
	Rej.	97,30	0,06	7,75	99,60	98,06	0,00	83,30
	Alim.	100	0,75	100	99,05	100	0,01	100
Teste 2								
	PRODUTOS	Peso (%)	Al ₂ O ₃ (%)		SiO ₂ (%)		Fe ₂ O ₃ (%)	
			Teor	Dist	Teor	Dist	Teor	Dist
Rougher	Conc.	2,48	24,72	88,71	63,61	1,60	3,09	66,26
	Rej.	97,52	0,08	11,29	99,55	98,40	0,04	33,74
	Alim.	100	0,69	100	98,90	100	0,12	100
Teste 3								
	PRODUTOS	Peso (%)	Al ₂ O ₃ (%)		SiO ₂ (%)		Fe ₂ O ₃ (%)	
			Dist	Teor	Dist	Dist	Teor	Dist
Rougher	Conc.	2,31	9,81	67,82	85,09	1,98	0,51	28,71
	Rej.	97,69	0,11	32,18	99,55	98,02	0,03	71,29
	Alim.	100	0,33	100	99,5	100	0,041	100
Teste 4								
	PRODUTOS	Peso (%)	Al ₂ O ₃ (%)		SiO ₂ (%)		Fe ₂ O ₃ (%)	
			Dist	Teor	Dist	Dist	Teor	Dist
Rougher	Conc.	1,38	13,59	73,10	73,81	1,02	1,42	49,87
	Rej.	98,62	0,07	26,90	99,60	98,98	0,02	50,13
	Alim.	100	0,26	100	99,50	100	0,039	100
	Rej.	99,021	0,05	22,35	99,59	99,33	0,02	30,94
	Alim.	100	0,31	100	99,52	100	0,032	100

Conc. Concentrado; Rej. Rejeito; Alim. Alimentação; Dist. Distribuição.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Barbery, G.; Baurassa, M. e Maachar, A. Laboratory testing for flotation circuit design. In: Mular, A. e Bhappu, R.B. e Anderson, A. (Ed.). Design and installation of concentration and dewatering circuits. SME, 1986, p.419-432.
- Chaves, A. P. e Filho, L. S. L. Flotação. In: Luz, A. B., Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). Tratamento de minérios. 4ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p.411-458.
- Fuerstenau, D. R. A century of developments in the chemistry of flotation processing. In: Fuerstenau, M. C.; Jamenson G. e Roe-Hoan Yoon. Froth flotation a century of innovation. SME, 2007, p.63-64.
- Fuerstenau, M. C. e Somasundaran, P. Flotation. In: Fuerstenau, M. C. E. Han, K. N. (Ed.). Principles of mineral processing. SME, 2003, p.245-306.
- Jameson, G. J.; Nguyen, A. V. E. Ata, S. The flotation of fine and coarse particles. In: Fuerstenau, M. C.; Jamenson G. and Roe-Hoan Yoon. Froth flotation a century of innovation. SME, 2007, p.339-372.
- Kelly, E. G. e Spottiswood, D. J. Introduction to mineral processing. New York: John Wiley & Sons, 1982, p.301-326.
- Klimpel, R. R. Selection of chemical reagents for flotation. In: Mular, A. e Baphpu, R. B. (Ed.). Mineral processing plant design. AIME, 1980, p.907-934.
- Lynch, A J.; Watt, J. A.; Finch, J. A. e Harbot, G. E. History of flotation Technology . In: Fuerstenau, M. C.; Jamenson G. and Roe-Hoan Yoon. Froth flotation a century of innovation. SME, 2007, p.65-91.
- Nagaraj, D. R. e Ravishankar, S. A. The flotation reagents – a critical overview from an industry perspective. In: Fuerstenau, M. C.; Jamenson G. and Roe-Hoan Yoon. Froth flotation a century of innovation. SME, 2007, p.324-375.
- Pugh, R. J. The physical and chemistry of frothers. In: Fuerstenau, M. C.; Jamenson G. and Roe-Hoan Yoon. Froth flotation a century of innovation. SME, 2007, p.259-282.

Ralston, J.; Fornasiero, D. e Grano, S. Pulp and solution chemistry. In: Fuerstenau, M. C.; Jamenson G. and Roe-Hoan Yoon. Froth flotation a century of innovation. SME, 2007, p.227-258.

Thompson, P. The selection of flotation reagents via bench flotation tests. In: Mullar, A. L.; Halbe, D. N. e Barratt, D. J. (Ed.). Mineral processing plant design, practice and control. vol.1. SME, 2002, p.136-144.

CAPÍTULO 14 – ENSAIOS EM MESAS OSCILATÓRIAS

João Alves Sampaio

Engenheiro de Minas/UFPE, Mestre e Doutor em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Tecnologista Sênior do CETEM/MCT

Salvador Luiz Matos de Almeida

Engenheiro Metalurgista/UFRJ, Mestre e Doutor em
Engenharia Mineral/EPUSP
Pesquisador do CETEM/MCT

Antônio Odilon da Silva

Técnico Químico/AFE - Associação Fluminense de Educação
Técnico Químico do CETEM/MCT

1. INTRODUÇÃO

A concentração gravítica é um dos processos mais antigos de concentração de minérios utilizada pelo homem e permanece ainda como um importante método de concentração física.

O conhecimento dos fundamentos da separação gravítica não é suficiente para projetar corretamente um fluxograma de processo. Para tal, é necessária a realização de estudos detalhados em escalas de laboratório e piloto para determinação dos parâmetros necessários ao dimensionamento do circuito industrial. Esses estudos devem ser feitos de forma criteriosa, para assegurar o êxito de ambos, projeto e processo. Ademais, os resultados obtidos devem ser os mesmos, ou próximos àqueles a serem obtidos no processo industrial, finalidade maior dos estudos em escala piloto, que focam, com mais detalhes, os balanços de massa e metalúrgico, de água e estudos de bombeamento dos fluxos.

São raras as investigações, em escala piloto, incluindo o estudo do circuito de bombeamento. Isso somente é possível nos casos de estudos detalhados, nos quais são utilizados equipamentos maiores que proporcionam vazões capazes de alimentarem o circuito de bombeamento, portanto, são estudos que demandam maiores quantidades de minérios e, em especial, recursos financeiros. Aí está a questão básica dos estudos, em escala piloto, para separação gravítica, até que ponto os resultados obtidos justificam os recursos alocados (Mills, 1980 e Aubrey, 1986).

Os resultados oriundos de operações unitárias atendem parcialmente à exigência do projeto industrial. Tal lacuna nas investigações resulta em dificuldades constantes para o dimensionamento dos circuitos industriais, cuja solução deriva dos cálculos teóricos, com base em informações e/ou dados preexistentes.

Entretanto, as dificuldades mencionadas podem ser parcialmente superadas com a realização de testes unitários, aos quais são conferidos cuidados especiais, cujos resultados obtidos estão próximos daqueles resultantes dos estudos em circuitos contínuos. Para isso, uma equipe com disponibilidade de infra-estrutura e equipamentos adequados, além de experiência comprovada na área, podem obter resultados confiáveis necessários a um projeto industrial de concentração gravítica.

2. PRINCÍPIO DE SEPARAÇÃO DA MESA OSCILATÓRIA

A separação torna-se mais eficiente quando os minerais leves e pesados possuem um critério de concentração maior que 2,0. Esse critério é definido como a razão entre as densidades dos minerais pesados e leves que se deseja separar, ambas diminuídas de 1,0. Entretanto, há casos em que minérios aparentemente inadequados à separação em mesa oscilatória, segundo esse critério, na prática, são ainda processados com sucesso nestes equipamentos. Isso decorre da forma e propriedades de superfície das partículas dos mesmos (Sampaio e Tavares, 2005).

Partículas com forma placosa, como mica, embora leves, não deslizam com facilidade e transversalmente ao tablado da mesa, por ação da corrente de água naquela direção. Tais partículas aderem-se parcialmente à superfície do tablado e dirigem-se para a área de coleta do concentrado ou da fração de pesados. Analogamente, partículas esféricas e densas podem mover-se na lâmina de água em direção à área de coleta dos minerais leves (Lins *et al.*, 2004 e Aplan, 2003).

3. DESCRIÇÃO DO EQUIPAMENTO

Há muito tempo, várias modificações foram introduzidas na mesa oscilatória, especificamente no tablado, nos sistemas de taliscas (*riffles*), com o objetivo de promover o melhor desempenho do equipamento, conforme ilustram as Figuras 1 e 2. Entretanto, os princípios básicos da operação permanecem inalterados. Outro avanço significativo foi a construção de mesas com deques múltiplos, isto é, deques sobrepostos na forma de pilha. Esses equipamentos possuem maior capacidade em virtude da elevada razão área/capacidade, todavia perdem, parcialmente, a sua flexibilidade de controle (Kelly, 1982 e Burt, 1984).

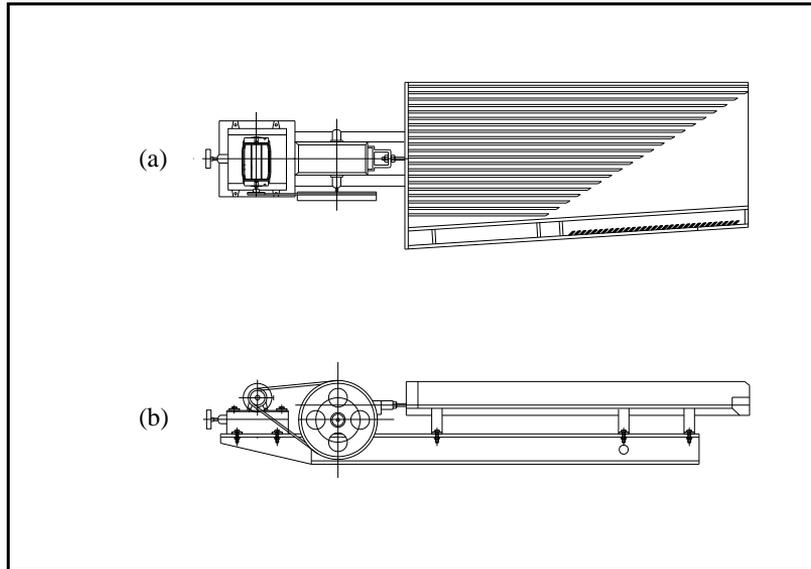


Figura 1 – Desenho ilustrativo do tablado da mesa oscilatória e sistema de acionamento na extremidade esquerda do diagrama.

O tamanho dos equipamentos varia muito, porém dados confiáveis de separação podem ser obtidos com equipamentos pequenos (45x100 cm) utilizados em laboratórios. No entanto, para dimensionamento de circuitos industriais, recomenda-se a geração de dados em circuito contínuo de escala piloto, com equipamentos maiores.

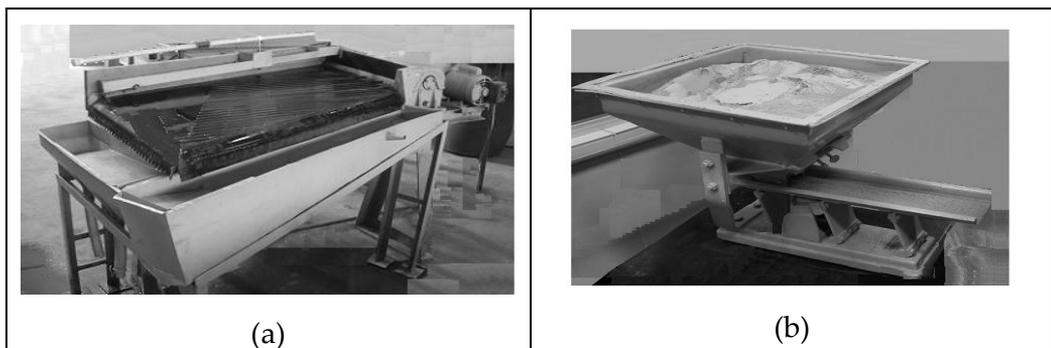


Figura 2 – Em (a), foto ilustrativa de uma mesa oscilatória e, em (b), foto do alimentador vibratório, ambos usados nos ensaios de mesagem do CETEM.

No mercado são disponibilizados dois modelos de mesas oscilatórias, o pneumático e o hidráulico, que é o mais usado. Neste trabalho encontram-se as instruções necessárias para realização de teste piloto e unitário em mesa oscilatória a úmido.

A amplitude da pulsação varia entre 10 a 25 mm ou mais e a velocidade varia entre 240 a 325 pulsações/min.

A profundidade das taliscas decresce desde a área de alimentação até a descarga dos pesados. Isso favorece a remoção das partículas leves do minério, além de dividir a ação do fluxo transversal de água sobre a superfície do tablado. O espaçamento entre as taliscas é função da granulometria do minério e do teor que se deseja obter no rejeito. Por essas e outras razões, há um certo grau de liberdade nas dimensões e distribuição das taliscas sobre o tablado das mesas oscilatórias. Quando a mesa é utilizada no processamento de minério grosso, se utiliza um sistema de taliscas mais extensivo, ou seja, que recobre maior área do tablado, sendo as taliscas mais altas. No caso da mesa utilizada para o processamento de minério fino, usa-se um sistema de taliscas mais baixas, com a finalidade de evitar distúrbios no leito das partículas finas, favorecendo a remoção das partículas leves do minério. Em geral, o sistema de taliscas da mesa tem por finalidade:

- (i) assegurar a estratificação das partículas sobre a superfície do tablado;
- (ii) agrupar as partículas pesadas para ação do movimento da mesa;
- (iii) favorecer maior ação da água de lavagem após a estratificação.

4. QUANTIDADE E GRANULOMETRIA DO MINÉRIO

Para realização de ensaio unitário em escala piloto são necessários, pelo menos, 50 kg de uma amostra representativa do minério. Isso é válido quando se trata de um minério complexo, e o circuito de concentração não exige etapas de moagem, deslamagem, limpeza, entre outras.

A granulometria da amostra deve estar compreendida na faixa de 2,0 mm até 37 μ m. Minérios com elevada quantidade de finos provocam uma perda parcial na eficiência do processo de mesagem, por isso, é aconselhável o

descarte da fração abaixo de 37 μm . Em termos quantitativos deve-se eliminar a fração fina, quando esta atinge valores superiores a 5% da alimentação. O excesso da fração fina provoca aumento na viscosidade da polpa, reduzindo, de forma significativa, a recuperação do processo. Conclui-se que há necessidade de remover os finos, porém esse procedimento não deve comprometer a recuperação do mineral útil. A produção de finos, quando há etapa de moagem, não só aumenta o consumo de energia na cominuição e no bombeamento como também diminui a eficiência da separação.

5. PREPARAÇÃO DA AMOSTRA

O teste unitário em escala piloto inicia-se com a secagem da amostra, seguida da britagem em dois estágios para evitar a produção de finos. Para tanto, recomenda-se a utilização de britadores de mandíbulas no primeiro estágio e o uso de britador de rolos no segundo, seguindo-se a remoção da fração fina, se existente. Reserva-se este procedimento aos minérios compactos. No caso de minério com granulometria de liberação até 37 μm , recomenda-se cuidados especiais na etapa de cominuição para evitar a sobremoagem. Desse modo, minimiza-se, de forma considerável, a quantidade da fração abaixo dessa granulometria.

Na etapa seguinte procede-se à homogeneização da mostra em pilha, para coleta de alíquotas representativas da amostra global, necessárias à execução dos testes. Recomenda-se a leitura do Capítulo 1 deste livro, bem como Goes *et al.*, 2004.

No caso de minérios com lamas, sua remoção deve ser feita após a cominuição da amostra. Essa etapa, dependendo da complexidade do minério, pode ser feita com peneiras, caso mais simples com pequenas quantidades de amostras, ou com auxílio de hidrociclones. Em algumas situações, várias etapas, como cominuição, classificação por hidrociclones ou outros classificadores e mesagem, fazem parte de um circuito piloto, com o objetivo de estudar o processo, evitando os efeitos causados pelas operações unitárias. Nesses estudos deve ser considerados a recirculação da água, cuja lama residual pode crescer no circuito e prejudicar a separação.

6. CONTROLE OPERACIONAL DA MESA OSCILATÓRIA

O controle operacional do processo de mesagem, associado aos tipos de equipamentos e/ou circuito, responde, de modo significativo, pela capacidade do equipamento (kg/h) e pela eficiência do processo. No caso de teste unitário em unidade piloto, o controle inicia-se com a preparação da amostra, escolha do tipo de mesa em harmonia com o objetivo do estudo e da natureza do minério.

Neste trabalho são descritos os procedimentos para obter o controle operacional de todo o teste, além de resultados consistentes oriundos da sua operação. Assim, o ajuste adequado das variáveis necessárias ao controle de uma operação eficiente é necessário à obtenção de resultados consistentes. O sucesso desse controle depende da experiência e habilidade do operador, já que se trata de algo empírico. Mesmo assim, as recomendações a seguir podem auxiliar nos procedimentos práticos dos testes de mesagem.

A alimentação ideal seria aquela em que há formação de uma monocamada na superfície da mesa. Entretanto, a prática revela a formação de um leito estratificado de partículas sobre a superfície da mesa, conferindo ao equipamento maior capacidade sem perda da sua eficiência. A otimização da taxa (kg/h) de alimentação é realizada durante o teste e depende, entre outros fatores, da habilidade e experiência do operador.

A razão sólido/líquido da polpa deve permanecer constante, e a água de lavagem deve favorecer a formação de uma lâmina de água sem turbulência sobre a superfície da mesa, bem como manter constante o balanço entre as correntes mesa abaixo e aquela transversal ao equipamento. O consumo de água no processo de mesagem depende da granulometria do minério na alimentação e do tipo de circuito, isto é, se há operações de *rougher* e limpeza. Nas operações *rougher*, o consumo varia entre 2.500 a 3.800 L/t de minério tratado, enquanto, nas operações de limpeza exige-se um consumo em torno de 2.800 L/t. No caso de minérios com lama, o consumo varia entre 2.200 a 2.800 L/t. Uma quantidade adicional de água, cerca de 25% do total da água usada na mesa, chamada de água de lavagem, é adicionada à mesa, com a finalidade de assegurar o transporte do minério sobre a superfície da mesa.

A amplitude e a velocidade de pulsação ou frequência são variáveis interdependentes. Quando se alimenta minério com granulometria grossa, exige-se maior amplitude na pulsação com menor velocidade; a situação oposta é utilizada para minérios com granulometria fina. Quando há pouca diferença de densidade, entre os minerais pesados e leves, em torno de 1 ou menos, recomenda-se a operação com menor amplitude. Os equipamentos mais avançados permitem a operação com maior velocidade, resultando em maior mobilidade das partículas sobre a mesa, maior capacidade (kg/h) e aumento da eficiência da separação.

A inclinação do deque deve ser ajustada pelo operador, de modo a obter boa distribuição do minério sobre a mesa. Entretanto, o seu aumento excessivo provoca maior descarga de minério na área de coleta do rejeito, bem como baixa a eficiência do processo. Somente os ensaios práticos e a habilidade do operador são capazes de determinar a inclinação ótima da mesa. No entanto, cada situação possui suas singularidades.

7. PROCEDIMENTO PARA EXECUÇÃO DE UM TESTE DE MENSAGEM

A operação da mesa oscilatória é um processo empírico e depende da natureza do minério e da complexidade do circuito. Portanto, a experiência e habilidade do operador são fundamentais para o êxito do processo. Mesmo assim, há procedimentos práticos que auxiliam, em muito, a operação desse equipamento e que favorecem a obtenção de resultados consistentes.

Na operação da mesa oscilatória com dimensões piloto, o operador deve conferir se todos os equipamentos estão disponíveis e em perfeito funcionamento. No Quadro 1 constam os materiais e equipamentos básicos à realização do teste piloto e unitário de mensagem.

Quadro 1 – Materiais e equipamentos essenciais à realização de um teste piloto e de mensagem.

<p>Limpeza da área</p> <p>Proceder à limpeza de toda a área de trabalho, bem como dos equipamentos a serem utilizados nos testes. Ao final de cada teste, deixá-los todos limpos e em perfeitas condições operacionais.</p>
<p>Suprimento de água</p> <p>Verifica-se a água adicionada na mesa é adequada ao processo e se molha por completo a superfície da mesa, assim como, se não há turbulência na lâmina de água, pois são condições fundamentais para o sucesso da separação. Além disso, verificar se a água é limpa o suficiente para o teste. É indispensável a instalação de rotômetros para medidas dos fluxos de água.</p>
<p>Amostra</p> <p>Verificar se a quantidade da amostra é suficiente para o teste, bem como se a sua granulometria está adequada ao teste.</p>
<p>Cronômetro</p> <p>O operador precisa cronometrar, entre outros, os tempos de amostragens e de duração do teste.</p>
<p>Detergentes</p> <p>Em geral, usa-se reagente para lavagem do tablado da mesa que deve estar limpo, a fim de que a água molhe por completo o mesmo. A finalidade dessa lavagem é remover da superfície do tablado algum produto que possa torná-la hidrofóbica.</p>
<p>Mesa oscilatória</p> <p>Disponibilidade de um equipamento, conforme ilustrada na Figura 1, com todos os compartimentos para coleta dos produtos e circuito hidráulico. O operador deve ligar a mesa só com água e verificar se o tablado está completamente molhado, caso contrário, recomenda-se nova lavagem do mesmo. Verificar se a pulsação e inclinação da mesa estão adequadas ao teste.</p>
<p>Alimentador vibratório</p> <p>O equipamento mais adequado é aquele com vibrador eletromagnético, conforme ilustrado na Figura 2. Na ausência desse equipamento, utiliza-se o método manual de alimentação, alternativa pouco recomendada, em decorrência da sua imprecisão.</p>
<p>Materiais e equipamentos acessórios</p> <p>São necessários baldes graduados para coleta de amostras e tonéis para coleta dos fluxos finais do concentrado, do misto e do rejeito. Assim, torna-se possível não só o cálculo dos balanços de massa e metalúrgico, bem como a repetição do ensaio, quando há escassez de amostra para o teste. Certificar se todos os equipamentos e acessórios estão nos seus devidos lugares e em condições de uso.</p>

Normalmente, a amostra seca é adicionada no alimentador vibratório e, em seguida, alimenta-se a mesa. O minério também pode ser alimentado sob a forma de polpa com percentagem de sólidos da ordem de 50%. A alimentação da amostra seca é preferida, diante da flexibilidade operacional. A taxa de alimentação é uma variável do processo e sua otimização faz parte do estudo a ser feito pelo pesquisador responsável pela pesquisa e, na prática, quantificada pelo operador. Nessa situação a mesa deve operar com sua capacidade máxima. Para isso, a taxa de alimentação (kg/h) e a percentagem de sólidos, devem ser maximizadas. Esses são exemplos de fatores básicos que favorecem a viabilidade econômica do processo, tornando-se possível atingir a produção desejada no circuito industrial, com o menor número possível de equipamentos.

Antes de iniciar os trabalhos de execução do teste, o operador deve conferir se há disponibilidade de todos os materiais e equipamentos listados no Quadro 1 e se os equipamentos estão funcionando corretamente. Verificar se o tablado e o sistema de taliscas da mesa não se encontram danificados, bem como limpos, isto é, sem graxa, óleo, ou outro produto que venha causar obstáculo à operação.

Ao conferir essas condições, o operador deve ligar o alimentador vibratório, cuja intensidade de vibração controla a taxa de alimentação, e o seu valor máximo determina a capacidade da mesa, objeto da etapa de otimização do ensaio. Ao adicionar o minério à mesa, há formação da polpa, que deve se espalhar por completo sobre a superfície do equipamento.

O ajuste das vazões do minério e da água é visual e depende muito da experiência e habilidade do operador. Este deve medir essas vazões com o devido cuidado, por certo, são dados importantes do processo. Na prática, as mesas trabalham com polpas diluídas, isto é, com 20-25% de sólidos. Valores mais elevados são usados no processamento de carvão. Quando a mesa entra em regime, coletam-se amostras dos produtos usualmente conhecidos como: pesados (em geral o concentrado), mistos e leves (usualmente o rejeito).

A quantidade de amostra de cada produto depende da natureza do minério, da complexidade do circuito, das análises químicas, dentre outros fatores. Para o caso dos mistos estes variam de 5 a 15% em peso da alimentação.

Quando os mistos coletados estão liberados, recomenda-se a sua recirculação. Caso contrário, procede-se a sua remoagem seguida do reprocessamento, ainda na mesa, desde que os limites granulométricos de operação da mesa permitam. Desse modo, fica assegurada maior recuperação ao processo de separação.

8. AMOSTRAGEM DO CIRCUITO

O processo de amostragem, no teste de mensagem, deve ser feito após a sua otimização, ou seja, quando a mesa opera na sua capacidade máxima e nas condições de equilíbrio, com todos os fluxos constantes. A finalidade da amostragem é obter informações para cálculos dos balanços de massa e metalúrgico, análises químicas dos produtos, entre outras. A amostragem compreende as seguintes etapas.

A coleta de alíquotas simultâneas das vazões: de água (L/h), alimentação (kg/h), bem como dos produtos: concentrado, misto e rejeito todos em kg/h. Esses dados são essenciais para o cálculo da relação sólido/líquido, análises químicas, bem como dos balanços de massa e metalúrgico, dentre outros.

Após a amostragem, todos os produtos devem ser secados e pesados para os cálculos dos balanços de massa e metalúrgico. Também serão tomadas alíquotas representativas dos mesmos para análises químicas e mineralógicas. O bom procedimento do teste recomenda a execução do mesmo com o menor número possível de produtos. Esse procedimento só é viável quando a natureza do minério e a complexidade do circuito permitem. Dessa forma, facilita-se a execução de ensaio sob o aspecto de sua amostragem e da sua simplicidade operacional. Aconselha-se a coleta, sempre que possível, de todos os produtos do teste, principalmente, quando se trata de amostra muito pequena. Assim, é possível a repetição do teste quando a amostra tratada é muito reduzida.

9. COMENTÁRIOS

Aconselham-se cuidados especiais com os equipamentos, em particular com o tablado e o sistema de taliscas. O revestimento do tablado não deve ser danificado e a sua superfície deve sempre estar ausente de graxas, gorduras ou outros produtos químicos que a tornem a superfície da mesa hidrofóbica. A altura das taliscas deve permanecer constante, a modificação das mesmas é objeto de estudos, em geral, para atender casos especiais. Para tanto, as mesas devem sempre ser bem guardadas, com o propósito de mantê-las conservadas. Esta é a tarefa de um operador cuidadoso, caracterizado, mais ainda, pela execução espontânea dessas tarefas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Aplan, F. F. The Gravity concentration. In: Fuerstenau, M. C. E Han, K. N. (Ed.) Principles of Mineral Processing. SME, 2003, p.185-219.
- Aubrey Jr, W. M. e Stone, R. L. Laboratory testing for gravity concentration circuit design. In: Mular, A. e Baphpu e Anderson, A. (Ed.). Design and installation of concentration and dewatering circuits. SME, 1986, p.433-453.
- Burt, R. O. Gravity concentration technology. Amsterdam: Elsevier, 1984, p.184-220.
- Goes, M. A. C.; Luz, A. B. e Possa, M. V. Amostragem. In: Luz, A. B., Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). Tratamento de minérios.4ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p.19-54.
- Kelly, E. G. e Spottiswood, D. J. Introduction to mineral processing. New York: John Wiley & Sons, 1982, p.250-273.
- Lins, F. A. F. Concentração gravítica. In: Luz, A. B., Sampaio, J. S. e Almeida, S. L. M. (Ed.) Tratamento de Minérios.4ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p.241-270.
- Mills, C. Process design, scale up, and plant design for gravity concentration. In: Mular, A. e Bhappu, R. B. (Ed.) Mineral processing plant design. AIME, 1980, p.404-436.
- Sampaio, C. H. e Tavares, L. M. M. Beneficiamento gravimétrico. Porto Alegre: UFRGS Editora, 2005, p.411-458.

CAPÍTULO 15 – ENSAIOS DE JIGUES

João Alves Sampaio

Engenheiro de Minas/UFPE, Mestre e Doutor em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Tecnologista Sênior do CETEM/MCT

Silvia Cristina Alves França

Engenheira Química/UFS, Mestre e Doutora em
Engenharia Química/COPPE-UFRJ
Tecnologista III CETEM/MCT

Antônio Odilon da Silva

Técnico Químico/AFE - Associação Fluminense de Educação
Técnico Químico do CETEM/MCT

1. INTRODUÇÃO

Nos primórdios da mineração, o minério moído misturado com água sob agitação em recipientes rudimentares já revelava que as partículas mais pesadas concentravam-se no fundo desses recipientes. Posteriormente, descobriu-se que o recipiente com fundo poroso, dotado de pulsação ascendente e descendente, produziria uma separação mais eficiente e rápida. Nascia, então, a era da jigagem na sua forma primitiva. Esse método de concentração de minérios teve o seu apogeu durante todo o século XX, no entanto, ainda hoje, é utilizado com sucesso nos casos em que a escala de produção, a granulometria e a diferença de densidade dos minerais permitem a sua aplicação.

Na jigagem, os minerais de minério mais densos, quando liberados, repousam sobre uma superfície perfurada, chamada de tela, formando um leito com profundidade algumas vezes maior que o diâmetro da maior partícula do minério. Esse leito, submerso em água, é submetido a um movimento pulsante (ascendente e descendente), com o propósito de causar o movimento das partículas mais densas para o fundo da célula do jig. As partículas mais leves do minério concentram-se no topo do leito. Outros fluidos podem ser utilizados, entretanto, é a água universalmente utilizada nesse processo (Kelly, 1982; Lins *et al.*, 2004; Aplan, 2003; Sampaio e Tavares, 2005).

Hoje, o jigage é utilizado com sucesso na pré-concentração de minérios, dentro dos seus limites granulométricos. O equipamento possui construção barata, além de operação e manutenção relativamente simples. Mesmo assim, para o sucesso da operação, exige-se um operador treinado e hábil. Os equipamentos modernos possuem dispositivos especiais que facilitam, de forma significativa, o trabalho do operador, todavia a jigagem continua a ser uma arte.

Na prática, a distribuição granulométrica e a densidade das partículas do minério são os elementos básicos para a otimização do processo. Não obstante, há que se otimizar a velocidade de pulsação e a amplitude do equipamento, dentre outros. Em todas as circunstâncias, tornam-se indispensáveis estudos em laboratórios e unidade piloto (Burt, 1984).

Neste capítulo encontram-se os procedimentos básicos para realização de ensaios unitários de jigagem em escala piloto.

2. AMOSTRAGEM E PREPARAÇÃO

A quantidade de amostra utilizada nos testes deve ser representativa do jazimento e, na prática, quanto maior a amostra, mais confiável é o resultado obtido. A quantidade da amostra depende da capacidade de processamento do equipamento utilizado e da finalidade dos estudos. Na realização de testes preliminares em escala piloto numa operação unitária, uma amostra de 50 kg de minério é suficiente.

A preparação da amostra depende da aplicação do teste. Em casos particulares são usadas amostras com a granulometria abaixo de 75 mm, entretanto, o mais usual é o emprego de amostra com granulometria abaixo de 25 mm ou mais fina.

Em princípio, a amostra deve ser fragmentada, com a finalidade de produzir uma alimentação com granulometria abaixo de 25 mm, desde que esteja assegurada a liberação do mineral útil, para não haver perda na fração com granulometria acima de 25 mm. A deslamagem é necessária quando há argila no minério. A quantidade excessiva de argila pode aumentar a densidade da suspensão água/argila, bem como a viscosidade, prejudiciais à separação. A classificação do minério depende da aplicação, seleção do equipamento e da diferença de densidade entre os minerais a serem separados e aqueles que compõem a ganga.

3. EQUIPAMENTO

Há no mercado uma variedade em tamanho e formas de jigues que são usados nos estudos de concentração de minérios. São encontrados equipamentos, cujas células possuem as dimensões de 100X150 mm. Esses equipamentos são usados em testes preliminares de laboratório, cujos resultados são apenas qualitativos.

As investigações tornam-se mais confiáveis quando se utilizam equipamentos maiores, isto é, aqueles empregados em operações piloto, por meio dos quais são determinados parâmetros necessários ao dimensionamento de equipamentos industriais, bem como a elaboração de fluxogramas de concentração.

4. PROCEDIMENTO OPERACIONAL

O desafio das investigações fundamenta-se na identificação dos fluxogramas de concentração aplicáveis ao processamento do minério, bem como no estudo de suas variações. Portanto, uma campanha de testes de jigagem, muitas vezes em escala contínua, torna-se indispensável para prover, de forma confiável, entre outras, as informações:

- (i) distribuição granulométrica do minério adequada ao processo;
- (ii) vazão de alimentação (kg/h);
- (iii) velocidade de pulsação (pulsações/min);
- (iv) tempo de residência do minério (min);
- (v) balanços de água, massa e metalúrgico.

O sucesso das investigações depende da habilidade e experiência do operador, bem como da infra-estrutura básica para realização dos testes. Logo, antes de iniciar a operação de jigagem, o operador deve conferir se todos os equipamentos e materiais relacionados no Quadro 1, estão disponíveis para uso durante os procedimentos experimentais. Além disso, deve verificar se todos estão em perfeito funcionamento, bem como disponíveis à execução dos testes.

Quadro 1 – Procedimentos, materiais e equipamentos utilizados nos testes de jigagem.

Itens	Discriminação
1	Providenciar a limpeza completa de todos os equipamentos a serem usados na realização dos experimentos.
2	Verificar se o alimentador vibratório e o jigue estão funcionando, isto é, todas as suas partes, inclusive a lubrificação dos mesmos.
3	Conferir se há disponibilidade de água com qualidade e sem turbidez ao longo da execução dos experimentos.
4	O minério, ou toda a amostra, deve estar lavado, isto é, sem lama e na granulometria adequada para o teste.
5	A quantidade de bolas deve ser suficiente para formação do leito, inclusive em várias granulometrias, além de atender as necessidades de todos os experimentos.
6	Averiguar se há disponibilidade de diferentes tipos de telas em bom estado de conservação e se as mesmas encaixam no compartimento do jigue, além da massa para calafetá-la.
7	Examinar o funcionamento de todas as válvulas e se as tubulações de entradas e saídas dos fluxos estão livres, isto é, sem entupimento.
8	Em cada tubulação de água que alimenta o jigue deve haver um rotâmetro para medida da vazão (L/h) de água.

Alimentação

A alimentação do jigue deve ser feita de maneira que a polpa seja distribuída igualmente em toda a seção da célula onde ocorre a alimentação. A velocidade de alimentação não deve ser elevada e depende do equipamento e do tipo de minério tratado. A sua otimização, posta em ação pelo operador, faz parte das investigações conferidas ao engenheiro responsável pela pesquisa. O primeiro ensaio tem por finalidade o ajuste do circuito e a formação do leito do jigue, etapas consideradas preparatórias aos ensaios subsequentes.

Amostragem

Como se faz a amostragem em jigue, visando balanço de massa e metalúrgico?

Os produtos dos testes são secados, pesados e quarteados para tomada de alíquotas destinadas às análises mineralógica, química, balanços de água, massa e metalúrgico, dentre outros. O leito do jigue deve ser inspecionado, para avaliar se há alguma irregularidade na formação do mesmo. A amostragem não deve remover grande parte da alimentação. Testes adicionais podem ser realizados, usando uma alimentação recomposta com base nos produtos da jigagem: concentrado, misto e rejeito, principalmente, quando se trata de amostras pequenas, cujos estudos são apenas qualitativos (Mills, 1980).

5. VARIÁVEIS OPERACIONAIS

Otimizar a operação de jigagem é uma tarefa devotada ao operador e ao pesquisador responsável pela pesquisa. Ao pesquisador cabe, ainda, a responsabilidade de conhecer, com profundidade, os fundamentos teóricos e as técnicas que o assunto exige. Na prática, trata-se de uma arte e, como todas, requer dedicação e perseverança; por essas e outras razões é recomendada uma revisão da literatura (Aubrey, 1986; Burt, 1984; Sampaio e Tavares, 2005; Kelly, 1982).

Diluição da Polpa

A quantidade de água (L/h) adicionada ao processo varia, principalmente, com o tipo de minério e dos minerais de ganga. A quantificação dessa variável inicia-se com a realização de testes unitários. As informações abaixo servem como guia ao operador.

Se há excesso de concentrado removido da célula e o mesmo contém demasiada quantidade de minerais de ganga, é provável que a vazão de água (L/h) seja insuficiente. Assim, deve-se proceder ao aumento gradativo dessa vazão.

Se há pouca quantidade de concentrado removido da célula, provavelmente há excesso de água, que força parcialmente as partículas pesadas a saírem com as leves no rejeito; portanto, aconselha-se reduzir a vazão de água (L/h). A quantidade de concentrado removido, ou de pesados, depende do conteúdo ou teor do mesmo na alimentação.

Se há redução repentina da vazão do concentrado (kg/h) e, ao diminuir a vazão de água (L/h), não se reverte a situação, é possível que a tela ou o leito do jigge estejam obstruídos. Neste caso, cabe ao operador desviar a alimentação, remover o leito do jigge e limpar a tela, além de retomar a operação normal.

Se isso ocorre com frequência, aconselha-se ao operador aumentar a vazão de água (L/h) vagarosamente.

Se há, no minério, partículas que obstruem facilmente a tela em uso, torna-se oportuna a substituição da mesma.

No caso de minério de ouro grosso, ou outro mineral pesado (scheelita, cassiterita, etc.), o leito do jigge deve ser bem lavado para não acumular mineral que se deseja concentrar no leito.

Tela do Jigge

A tela do jigge é projetada para ajustar-se ao compartimento que lhe é apropriado (Figura 1) e deve ser removível para as eventuais trocas durante as investigações. A sua vedação junto às paredes da célula do jigge deve ser feita com massa de calafeto, a qual pode ser usada mesmo com o jigge em operação.

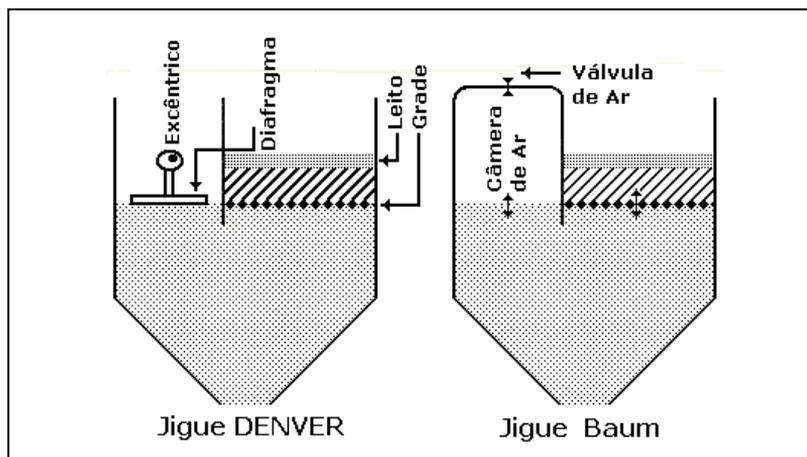


Figura 1 – Desenho esquemático dos jigues DENVER e BAUM com detalhes do leito e da tela ou grade.

A função da tela é evitar a passagem das bolas que compõem o leito para a célula do jigue. A sua abertura varia com o diâmetro das bolas que forma esse leito e, também, com o tamanho das partículas que compõem o minério tratado. Como referência, a **abertura da tela pode variar de duas a três vezes o tamanho máximo das partículas do minério.**

Vários materiais são empregados na composição do leito, tais como: martita, magnetita, galena, alumínio, esfalerita, chumbo, bronze, entretanto são mais utilizadas bolas de aço.

A distribuição granulométrica do leito depende do tamanho das partículas a serem recuperadas. Este tamanho é próximo ao diâmetro dos interstícios entre as bolas que compõem o leito. A espessura do leito varia com a granulometria do minério, com a pureza do concentrado e deve ser otimizada na prática. Uma vez conhecida, recomenda-se mantê-la até o final das investigações.

Em alguns casos, o material do leito desloca-se para o centro do compartimento, deixando a tela com um leito fino na extremidade de entrada. Isso pode ocorrer em decorrência da existência de minerais pesados na carga circulante. Para evitar esse contratempo, aconselha-se a instalação de taliscas de madeira no leito, transversalmente ao fluxo, cuja altura deve ser igual ou menor ao do leito do jigue.

Velocidade

A operação dos jigues com velocidade de pulsação varia entre 200 e 325 pulsações por minuto (p/min), no entanto a velocidade de 300 p/min é a mais utilizada na prática. Recomenda-se a operação com velocidade elevada para minérios com granulometria fina, enquanto para aqueles com granulometria grossa são indicadas operações com velocidades baixas. A variação repetitiva da velocidade não traz nenhuma vantagem significativa ao processo.

Amplitude da Pulsação

A pulsação, de algum modo, varia com a velocidade e tamanho das partículas do minério. Com velocidade mais elevada, no caso dos minérios finos, utiliza-se pulsação mais curta. Com baixa velocidade, no caso de minério grosso, opera-se o jigue com pulsação mais longa. A amplitude exata da pulsação somente pode ser otimizada por meio de testes. Os valores usuais dessa variável situam-se entre 6 e 12 mm.

Para facilitar a formação do leito do jigue, é usual iniciar a operação com uma pulsação mais curta e com vazão de água mais elevada, em comparação àquela que irá operar no estado de equilíbrio do processo. Após algum tempo de operação, o pulso deverá ser ampliado e a água reduzida vagarosamente. Esse ajuste demanda pouco tempo para os operadores experientes. Sempre há necessidade de paradas para remoção do leito e da tela para o ritual de limpeza, inclusive da célula do jigue. Ao retomar os trabalhos, o operador deve, novamente, fazer todos os ajustes necessários.

6. COMENTÁRIOS

Os jigues possuem baixo custo operacional, mais requerem considerável habilidade do operador, se a diferença de densidade dos minerais a serem separados não for tão significativa. Além disso, os jigues são de fácil acesso para inspeção. Esses equipamentos, como a maioria em tratamento de minérios, possuem limitações na concentração de minérios com granulometrias finas, isto é, eles não conferem uma solução para o aproveitamento global dos minérios. Os jigues possuem um consumo de água muito elevado, todavia o reúso da água, nesse processo, é levado a efeito com facilidade.

Os jigues são pouco empregados na concentração de minérios sulfetados, em que a flotação atua com maior eficiência, essencialmente, nas faixas granulométricas finas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Aplan, F. F. The Gravity concentration. In: Fuerstenau, M. C. E Han, K. N. (Ed.). Principles of Mineral Processing. SME, 2003, p.185-219.
- Aubrey Jr, W. M. e Stone, R. L. Laboratory testing for gravity concentration circuit design. In: Mular, A. e Bhappu e Anderson, M. A. (Ed.). Design and installation of concentration and dewatering circuits. SME, 1986, p.433-453.
- Burt, R. O. Gravity concentration technology. Amsterdam: Elsevier, 1984, p.184-220.
- Kelly, E. G. e Spottiswood, D. J. Introduction to mineral processing. New York: John Wiley & Sons, 1982, p.250-273.
- Lins, F. A. F. Concentração gravítica. In: Luz, A. B., Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). Tratamento de Minérios.4ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p.241-270.
- Mills, C. Process design, scale up, and plant design for gravity concentration. In: Mular, A. e Bhappu, R. B. (Ed.). Mineral processing plant design. AIME, 1980, p.404-436.
- Sampaio, C. H. e Tavares, L. M. M. Beneficiamento gravimétrico. Porto Alegre, UFRGS Editora, 2005, p.271-338.

CAPÍTULO 16 – ENSAIOS EM ESPIRAIS CONCENTRADORAS

João Alves Sampaio

Engenheiro de Minas/UFPE, Mestre e Doutor em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Tecnologista Sênior do CETEM/MCT

Paulo Fernando Almeida Braga

Engenheiro Químico/UFRRJ, Mestre em
Engenharia Mineral/EPUSP
Pesquisador do CETEM/MCT

1. INTRODUÇÃO

A espiral concentradora foi inventada por Ira Boyd Humphreys, em 1941, nos Estados Unidos da América e ficou conhecida como espiral de Humphreys. Na sua primeira versão, construída com anéis de pneus velhos, foram feitos os primeiros testes de concentração. Ainda naquela época, os modelos industriais foram construídos em ferro fundido, e cada espira pesava cerca de uma tonelada (Sampaio e Tavares, 2005). O equipamento sofreu aperfeiçoamentos, em termos de perfil e material de construção, para se chegar aos modelos modernos. Esses avanços resultaram num equipamento mais versátil, com um perfil que lhe associou uma eficiência mais elevada, quando usado na concentração de minérios.

No processamento mineral, a espiral concentradora é utilizada com sucesso, na concentração de minérios. Contudo, para a utilização deste equipamento, algumas propriedades físicas dos minerais devem ser consideradas, sobretudo a densidade, o tamanho e o formato dos grãos minerais (Aplan, 2003; Sampaio e Tavares, 2005).

A energia potencial contida na polpa, associada à força centrífuga decorrente do movimento circular da polpa, respondem pela eficiência no processo de separação. Isso decorre da forma helicoidal de sua calha semicircular, que propicia a esse equipamento uma eficiência de separação imbatível na faixa granulométrica de sua aplicação. Entretanto, para que ocorra a separação como processo de concentração, é necessário que a diferença entre as densidades do mineral valioso e da ganga seja igual ou superior a 1,0. Valores inferiores a 1,0 dificultam bastante a separação em espirais concentradoras, como por exemplo, a separação dos minerais calcita e fluorita (Burt, 1984; Kelly, 1982; Lins, 2004).

Nos dias atuais, a espiral concentradora substitui, com sucesso, a mesa oscilatória na maior parte das aplicações industriais. A razão disso está ligada aos seguintes fatores:

- (i) a espiral não possui partes móveis, entretanto, baixos custos de capital e manutenção;
- (ii) a sua construção, com materiais leves e duráveis, facilita o manejo do equipamento e demanda pequenos espaços para instalações.

Essas e outras vantagens fazem da espiral concentradora um equipamento competitivo e utilizado, com sucesso, em usinas de pequeno e grande porte. No processamento mineral, a espiral é empregada no beneficiamento de cromita, scheelita, cassiterita, minério de ferro, ouro, platina, diamante, fosfato, zirconita-rutilo-zircão e outros. No Brasil é utilizada na concentração de minério de ferro, cromita, cassiterita, bem como minerais pesados, como ilmenita, zirconita, rutilo e monazita.

Neste capítulo são discutidos os procedimentos operacionais para os ensaios unitários, em escala piloto, com espirais concentradoras, porque não há espiral em escala de laboratório.

2. MECANISMO DE FUNCIONAMENTO E DESCRIÇÃO DA ESPIRAL

A polpa flui na espiral, isto é, num canal com seção semicircular modificada, onde cada partícula do minério é submetida a uma força centrífuga que, tende a arrastar a partícula na direção da periferia da calha, chegando às posições mais elevadas. Esta força centrífuga acumula a polpa com as partículas leves na borda externa da calha, até a corrente atingir um equilíbrio entre a força centrífuga e força gravitacional, que tende a mover as partículas baixas e na faixa interna da calha mais próxima da coluna central (Kelly, 1982; Burt, 1984; Sampaio e Tavares, 2005).

A velocidade da polpa na calha decresce com a profundidade, desde um máximo exatamente abaixo da superfície da polpa até o valor próximo de zero em contato com a superfície do canal. Esse movimento responde, em parte, pelo acúmulo das partículas grossas e pesadas (Mills, 1980).

O tanque está conectado a uma bomba horizontal GALIGER, modelo D-1S-VR-A-100, com 1½" x 1½", diâmetros de entrada e saída, acionada por um motor WEG de 5 hp e 1725 rpm. Um inversor de frequência instalado no circuito permite regular a velocidade da bomba com melhor precisão e conforto operacional.

O equipamento utilizado nos ensaios deste trabalho foi a espiral modelo 24-A-MRL, fabricada pela *Humphreys Engineering Company*, instalada na usina-piloto do CETEM. Esse equipamento, com 120° de inclinação da sua calha, está equipado com uma caixa de alimentação da polpa de minério acoplada à primeira seção da espiral, isto é, no topo do equipamento. A função principal dessa caixa é prover uma alimentação para a espiral, de forma contínua e sem turbulência.

Assim como a polpa, a água de lavagem é adicionada no topo da espiral, em um canal paralelo àquele interno à calha, pelo qual escoa a polpa. Esse canal possui rasgos que desviam a água de lavagem para o interior da calha, em uma operação de lavagem da polpa, daí o nome água de lavagem, conforme ilustrado na Figura 1.

Cada segmento da calha possui uma abertura próxima à borda interna da mesma com cerca de 5,0 cm de diâmetro. Nessas aberturas estão acoplados os desviadores de fluxo, com a função de conduzir, por meio de mangueiras, o material desviado até a tubulação central da espiral (Figuras 1 e 2).

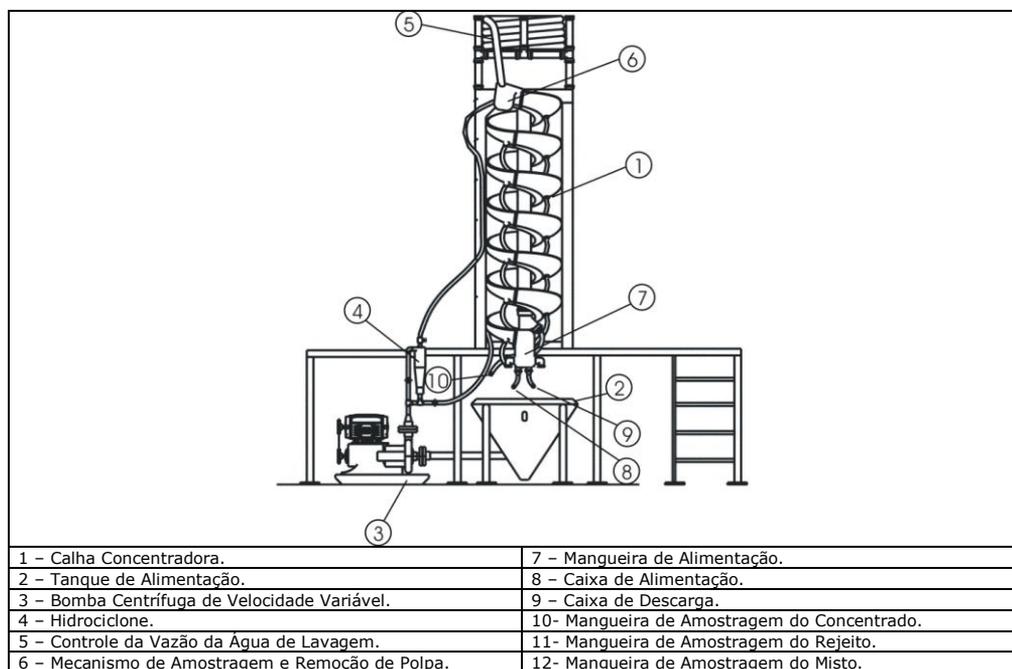


Figura 1 – Desenho esquemático do circuito para ensaios unitários, em espiral concentradora.

Na extremidade inferior da espiral, encontram-se as mangueiras de conexão dos produtos com o tanque de alimentação e assim pode-se coletar:

- (i) o concentrado, desviado da tubulação central para o tanque de alimentação;
- (ii) o rejeito, fluxo da calha que não foi desviado para a tubulação central da espiral;
- (iii) os mistos, parte do fluxo da calha que é recolhido separado em alguns modelos de espiral.



Figura 2 – Vista panorâmica das espirais concentradoras existentes na unidade piloto do CETEM.

3. PROCEDIMENTO DOS TESTES

Os testes com espiral devem ser feitos, segundo o circuito das Figuras 1 e 2. Trata-se de um circuito fechado que utiliza uma quantidade de material da ordem de 10 kg (base seca) e uma percentagem de sólidos (%S) que varia com a natureza e granulometria do minério. As variáveis operacionais mais significativas do processo são a taxa de alimentação e a percentagem de sólidos na polpa de alimentação, dentre outras (Aubrey, 1986).

Taxa de Alimentação

A taxa de alimentação é a principal variável do processo. O seu controle e otimização respondem, em particular, pelo desempenho do equipamento, em termos de produção e eficiência. A operação possui uma taxa ótima de alimentação específica para cada tipo de minério. Quando se atingem valores acima daqueles otimizados, isto é, quando o circuito opera com sobretaxa, ocorre um aumento na velocidade do fluxo na calha da espiral. Em decorrência, as partículas finas dos minerais pesados e as mistas são dirigidas ao fluxo das leves. Dependendo da vazão, pode ocorrer turbulência no leito de escoamento. Na prática são recomendadas vazões de polpa na faixa de 50 a 100 L/min e para a água de lavagem, os valores estão na faixa de 15 a 50 L/min. Diante disso, observa-se que as vazões da polpa e da água de lavagem variam segundo faixas muito amplas. Há, portanto, necessidade de otimização, mediante a execução de testes programados, o que, constitui o objeto da pesquisa, tarefa conferida ao responsável direto pela pesquisa. Nos estudos em escala piloto, a espiral deve trabalhar sempre com sua capacidade máxima e no estado de equilíbrio para então se registrar os dados necessários ao *scale up*. Do contrário, os dados serão irrealis.

Percentagem de Sólidos (%S) na Polpa de Alimentação

A percentagem de sólidos na alimentação responde pelo desempenho do equipamento e eficiência da separação. Seus valores são dependentes da densidade e da granulometria do minério. Na prática, é comum o uso de percentagens de sólidos na faixa de 20 e 30%. Para minérios com granulometria grossa, esses valores podem chegar até 50%. Para aqueles com granulometria fina é usual trabalhar com polpas diluídas, em especial, com os minerais pesados. A percentagem de sólidos na polpa constitui um dos propósitos de estudo, cujo encargo compete ao pesquisador responsável pelas investigações.

Granulometria e Forma dos Grãos do Minério

As espirais concentradoras trabalham com minérios, cuja faixa varia desde 3,0 mm até 37 μ m. A densidade do mineral pesado que se deseja recuperar responde, de forma significativa, pela amplitude dessa faixa granulométrica. Os melhores resultados são obtidos na faixa granulométrica

entre 1,0 mm e 74 μm . Entretanto, para faixa muito ampla recomenda-se a operação em duas faixas, uma grossa e outra fina, cuja definição é também objeto de estudo. No circuito fechado de unidade piloto, recomenda-se a utilização de amostras com granulometria abaixo de 3,0 mm, para facilitar a operação de bombeamento da polpa.

A forma dos grãos do minério influi no processo de separação. Assim, a força centrífuga, que atua nas partículas lamelares durante o seu movimento na calha da espiral, possui um efeito mais significativo sobre essas partículas, em comparação àquelas de forma regular. Como conseqüência, elas são deslocadas para a faixa das partículas leves, na parte externa da calha, e saem no rejeito, mesmo que a diferença de densidade seja pequena. Um exemplo típico desta situação é a separação da mica ou vermiculita de gangas, como quartzo, calcita, epidoto ou horniblenda. Os minerais de ganga possuem densidades próximas, todavia a forma lamelar da mica favorece o seu deslocamento à zona de velocidade mais elevada da polpa, ao contrário dos grãos de quartzo, feldspato etc. No Brasil, um exemplo prático desta situação ocorre na remoção da mica do concentrado de cromita, na operação de purificação do mesmo, ambos obtidos na mesma usina. Isso ocorre no circuito da mina de Ipueira, da FERBASA, no município de Andorinhas, BA.

Capacidade do Equipamento e Vazão da Polpa

A quantidade (kg/h) ótima de sólidos na espiral é objeto de estudo, entretanto, é comum a operação até 2,5 t/h por espiral. Os melhores resultados são obtidos com valores em torno de 1,5 t/h por espiral. Na prática, o melhor desempenho do equipamento é alcançado quando o equipamento opera na sua capacidade máxima (Aubrey, 1986).

O fluxo ótimo (L/h) de polpa na espiral depende das características do minério tratado, dos equipamentos utilizados e da complexidade do circuito. Para minérios finos, as operações são levadas a efeito com fluxos de polpa na faixa de 3.400 a 4.000 L/h. No caso dos minérios com granulometria grossa, é comum a operação na faixa de 4.500 a 5.500 L/h.

Nas duas condições, os estudos de otimização têm como foco a operação da espiral com capacidade máxima e constitui essas variáveis uma das primeiras etapas da investigação, especialmente em unidade piloto.

Preparação da Amostra e Operação do Circuito

A quantidade de amostra usada para os estudos de concentração com espiral depende, entre outros fatores, da:

- (i) finalidade dos testes, isto é, do nível de informações que se deseja obter para dimensionamento do circuito industrial;
- (ii) com disponibilidade da amostra e um estudo feito com detalhes exige, pelo menos, 200 kg de amostra.

No caso de uma faixa muito ampla, caso dos minérios de ferro, é aconselhável classificar o minério em duas ou mais faixas granulométricas. Este procedimento melhora, significativamente, o desempenho do equipamento. De modo análogo, aconselha-se a remoção da fração argilosa, quando essa ocorre no minério.

A primeira etapa dos trabalhos inicia-se com a moagem da amostra a uma granulometria, de acordo com a faixa granulométrica de operação do equipamento e o grau de liberação do minério. Em seguida prepara-se uma pilha de homogeneização e procede-se o quarteamento da amostra em subamostras de 5,0 kg.

Na segunda etapa toma-se uma quantidade de amostra moída e seca (cerca de 10 kg) para preparação da polpa com percentagem de sólidos preestabelecida, trabalho conferido ao pesquisador responsável pela investigação. Primeiro adiciona-se a água no tanque cônico de alimentação (capacidade máxima de 90 L), em quantidade suficiente para a polpa atingir a percentagem de sólidos desejada.

Na terceira etapa liga-se a bomba para circulação da água e adiciona-se, lentamente, a amostra ao tanque de alimentação da bomba. Assim, a polpa vai se formando de forma homogênea, sem a sua sedimentação. O *overflow* do hidrociclone ligado à descarga da bomba, é utilizado como água de lavagem. Na prática, essa água possui a função de deslocar, até a borda externa da calha, as partículas leves localizadas no topo do leito das partículas pesadas. No caso das operações com minério grosso, há maior demanda de água de lavagem que os minérios finos. O excesso da água de lavagem provoca

turbulência no fluxo de polpa. Além disso, conduz as partículas pesadas com granulometria fina à borda externa da calha, onde escoam o rejeito do processo.

Nas operações industriais, esse procedimento é feito com água nova. Não é possível o uso desse procedimento nos circuitos pilotos. Assim, a água nova adicionada seria acumulada no circuito e diminuiria, de forma contínua, a percentagem de sólidos na polpa de alimentação, o que inviabilizaria a operação.

A fração grossa do hidrociclone (polpa de minério) segue para a caixa de alimentação da espiral, retornando ao tanque de alimentação, por meio da calha da espiral, onde são coletados, na tubulação central, os minerais pesados (concentrado). Essa etapa é feita com auxílio dos desviadores de fluxo existentes ao longo da calha. A quantidade de material desviado varia de 5 a 95% e depende do tipo de minério e do circuito, ou seja, é objeto de estudo para cada situação. O fluxo remanescente (rejeito) retorna ao tanque de alimentação pela calha da espiral.

No final da espiral, o concentrado, o rejeito e os mistos juntam-se no tanque de alimentação e retornam à alimentação da espiral, mediante o bombeamento. Desse modo, completa-se o circuito da polpa na operação da unidade piloto, em circuito fechado.

Exemplo 1

Num ensaio com espiral concentradora, em unidade piloto, o operador precisa preparar uma polpa ($v = 90$ L com e 30% sólidos) com um minério de densidade $2,7 \text{ g/cm}^3$. Quanto de minério e água ele deve misturar para preparar essa polpa?

De acordo como a Equação 5, Capítulo 2 tem-se:

$$(\%S) = 100 \frac{d_s(d_p - 1000)}{d_p(d_s - 1000)}$$

$$(30) = 100 \frac{2700(d_p - 1000)}{d_p(2700 - 1000)} \quad \text{ou} \quad d_p = 1.230 \text{ kg/m}^3 = 1,23 \text{ g/cm}^3$$

De acordo com a Equação 4 do Capítulo 2, pode calcular a massa da popa (m_p), desde que, se conhece o volume de polpa $v_p = 90 \text{ L} = 0,09 \text{ m}^3$.

$$(d_p) = \frac{m_p}{v_p} \quad \text{ou} \quad (m_p) = (d_p)(v_p)$$

$$(m_p) = (d_p)(v_p) = (1.230)(0,09) = 110,7 \text{ kg ou } 110,7 \text{ L}$$

Se a percentagem de sólidos na polpa é 30% tem-se

100 kg/polpa 30 kg de minério ou sólidos

110,7 x = 33,21 kg de minério.

A diferença entre as massas de polpa e sólidos corresponde a massa de água, isto é:

$$110,7 - 33,21 = 77,49 \text{ kg ou } 77,49 \text{ L de água.}$$

Logo o operador deve realizar as seguintes etapas:

- (i) pesar 33,21 kg do minério e reservar, em um recipiente, 77,49 L de água;
- (ii) adicionar os 77,49 L de água no tanque de alimentação da espiral, em seguida, ligar a bomba para circular a água;
- (iii) com a bomba ligada o operador deve adicionar, vagarosamente, os 33,21 kg de minério ao tanque de alimentação da espiral e esperar a bomba circular a polpa até o sistema atingir o estado de equilíbrio.

4. CONTROLE E AMOSTRAGEM DO CIRCUITO

As informações que devem ser obtidas nos testes unitários são: taxa de alimentação (kg/h), percentagem de sólidos da polpa, fluxos de massa do concentrado, rejeito e mistos (kg/h). Os efeitos das variações do teor e do conteúdo de lama sobre o teor do produto final e sobre a recuperação do processo devem ser determinados, bem como outros julgados necessários.

Quando o circuito está em equilíbrio, procede-se à amostragem do concentrado, rejeito e mistos. A quantidade de material retirado pode ser calculada, e uma quantidade equivalente é adicionada ao tanque de

alimentação. Repete-se este procedimento até que a quantidade de amostra retirada do circuito seja igual à quantidade reposta ao mesmo.

Também facilita, sobremodo, o controle operacional dos ensaios, a existência, no circuito, de um inversor de frequência, para controle de velocidade do motor da bomba, bem como o manômetro na entrada do hidrociclone. O inversor de frequência mantém constantes a velocidade e a pressão do sistema, motor e bomba. Desse modo, o fluxo de alimentação também permanece constante, pois a rotação da bomba e a pressão na entrada do hidrociclone permanecem fixas, analogamente, os fluxos das frações grossa e fina no hidrociclone. Vale lembrar que o fluxo da água de lavagem é também controlado com auxílio de um dispositivo regulador (rotâmetro), situado no topo da espiral. Essa regulagem depende das condições operacionais de cada teste, algo percebido pela habilidade do operador. Este é o mesmo que deve ainda ficar atento à monitoração dessas vazões, por serem essenciais à obtenção de resultados consistentes.

Na primeira etapa, o operador certifica-se de que os fluxos de polpa e de água de lavagem estão constantes e o circuito opera no seu estado de equilíbrio, segundo uma amostragem dessas vazões no topo da espiral. Em seguida, o operador deve coletar uma amostra da polpa desses fluxos com volume conhecido e tempo cronometrado.

A segunda etapa do controle operacional consiste no posicionamento dos desviadores de fluxo. Isto depende da experiência do operador e das condições utilizadas na realização do ensaio.

Finalmente, realiza-se a amostragem do concentrado e do rejeito, na parte inferior da espiral. Para manter o circuito sem distúrbios operacionais, o tempo de amostragens desses fluxos nunca deve ser superior a 10 s. Na coleta de amostras, o operador deve utilizar recipientes graduados para medidas dos fluxos de polpa e de sólidos; cujo tempo de amostragem deve ser devidamente cronometrado.

A amostragem do circuito sempre deve ser inicializada no sentido contrário ao da alimentação, de forma a minimizar o efeito de algum distúrbio que possa ocorrer no circuito.

Ao final do teste, compete ao operador limpar todo o circuito, removendo a água e o minério remanescentes nos equipamentos. Assim, ele prorroga a vida útil dos equipamentos, além de garantir a reprodutibilidade dos testes futuros. Tal procedimento reserva ao mesmo operador o compromisso com a manutenção dos equipamentos.

5. LEMBRETES ÚTEIS PARA UMA BOA OPERAÇÃO DA ESPIRAL

As seguintes sugestões são válidas para uma alimentação com fluxo constante, bem como a água de lavagem.

Quando há um persistente areiamento (formação de bancos de areia na calha)

Verifique se há aberturas entupidas ou bloqueadas e providencie a limpeza da superfície do canal da espiral.

Aumente o ajuste do desviador de fluxo para acima da área congestionada.

Aumente a diluição de polpa na alimentação, entretanto não ultrapasse 130 L/min por espiral.

Aumente o volume da água de lavagem, se estiver abaixo de 40 L/min, todavia fique atento para não ultrapassar o limite, em torno de 45 L/min.

Verifique o passo de cada espiral, em um ponto médio entre os membros estruturais de aço da armação.

Verifique o prumo da espiral, usando uma régua adequada, posicionada contra os frisos externos de cinco espirais entre os suportes de aço. A espiral deverá estar no prumo com um máximo desvio de 6,0 mm. Nenhuma espiral pode estar mais de 3,0 mm fora de posição. A situação ideal é aquela na qual a espiral encontra-se na posição vertical.

Se o concentrado apresentar uma classificação inconsistente

Verifique se há aberturas entupidas e aspereza nas superfícies da espiral.

Use água de lavagem suficiente para manter uma banda de concentrado consistente nas duas últimas espiras da espiral.

Aumente o volume da alimentação (L/h) e reduza o número de desviadores de fluxo, seguido do ajuste dos mesmos.

Se a classificação do concentrado for consistentemente pobre

Aumente o volume da água de lavagem, se estiver abaixo de 45 L/min.

Aumente a taxa de alimentação, se estiver inferior a 0,5-1,0 t/h por espiral, reduzindo-a sempre que o valor for superior a 2 t/h por espiral.

Reduza o número de aberturas em uso e ajuste, adequadamente, os desviadores de fluxos.

Se há quantidade elevada de rejeito

Verifique se há aberturas entupidadas.

Limpe as superfícies das espirais e verifique se todas aberturas dos desviadores de fluxo estão desobstruídas.

Reduza a água de lavagem.

Diminua a quantidade de mistos recolhidos, se for de baixo teor, com pouco mineral pesado e grosso ou partículas médias ricas.

Use menos aberturas, particularmente, se o concentrado estiver com baixo teor, para levar mais minerais de ganga ao rejeito.

Aumente a taxa de alimentação na espiral, se estiver abaixo de 1,5 t/h por espiral, e aumente, quando este valor for superior a 2,0 t/h por espiral.

Se o concentrado transborda para o canal de água de lavagem

Aumente o volume da polpa na alimentação e use mais água de lavagem, se o volume estiver inferior a 40 L/min.

Use mais desviadores de fluxo e ajuste-os adequadamente.

Limpe as acumulações de detritos, *oversize*, ferrugem, limo ou outros depósitos, das superfícies de passagem da lama e do canal da água de lavagem.

Diminua a carga de minerais pesados das espirais.

6. COMENTÁRIOS

O desempenho das espirais decresce de forma significativa nas operações com minérios de granulometria finas, especialmente, abaixo de 37 μm . Nestes casos recomenda-se cuidado especial nos circuitos de moagem do minério para não ocorrer sobremoagem.

Quando há uma fração de partículas mistas no minério, remenda-se a sua recirculação ou remoagem para liberação do mineral útil e posterior concentração. Isso é comum nos minérios com liberação em várias faixas granulométricas. É aconselhável que a taxa de circulação não exceda os 10% da alimentação nova.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Aplan, F. F. The Gravity concentration. In: Fuerstenau, M. C. E Han, K. N. (Ed.). Principles of Mineral Processing. SME, 2003, p.185-219.
- Aubrey Jr, W. M. e Stone, R. L. Laboratory testing for gravity concentration circuit design. In: Mular, A. e Bhappu e Anderson, A. (Ed.). Design and installation of concentration and dewatering circuits. SME, 1986, p.433-453.
- Burt, R. O. Gravity concentration technology. Amsterdam: Elsevier, 1984, p.261-287.
- Kelly, E. G. e Spottiswood, D. J. Introduction to mineral processing. New York: John Wiley & Sons, 1982, p.250-273.
- Lins, F. A. F. Concentração gravítica. In: Luz, A. B., Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). Tratamento de Minérios. 4ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p.241-270.
- Mills, C. Process design, scale up, and plant design for gravity concentration. In: Mular, A. e Bhappu, R. B. (Ed.). Mineral processing plant design. AIME, 1980, p.404-436.
- Sampaio, C. H. e Tavares, L. M. M. Beneficiamento gravimétrico. Porto Alegre, UFRGS Editora, 2005, p.271-410.

CAPÍTULO 17 – ENSAIOS EM MEIO DENSO

José Aury de Aquino

Engenheiro Químico/UFC, Mestre em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Doutor em Engenharia Química/UNICAMP
Pesquisador Titular do CDTN/CNEN/MCT

Maria Lúcia M. de Oliveira

Engenheira Mecânica/CEFET-MG, Mestre em
Engenharia de Minas e Metalurgia/UFMG
Doutora em Engenharia Química/UNICAMP
Consultora da MCE Consultoria e Engenharia Ltda.

Paulo Fernando Almeida Braga

Engenheiro Químico/UFRRJ, Mestre em
Engenharia Mineral/USP
Pesquisador do CETEM/MCT

1. INTRODUÇÃO

O processo de separação em meio denso (*heavy media separation*) possui elevada eficiência, mesmo considerando a sua limitada faixa granulométrica de aplicação. A principal aplicação deste processo consiste na eliminação de parte da ganga após britagem, realizando uma pré-concentração com o objetivo de reduzir os custos do tratamento posterior. Além disso, esses processos são também aplicados na obtenção de concentrado final, adequado ao tratamento metalúrgico (minerais metálicos) ou diretamente para consumo (carvão).

A concentração em meio denso consiste na separação dos minerais de diferentes densidades contidos em um dado minério, através de um meio com densidade intermediária à dos minerais, de forma que os minerais com densidade inferior ao meio flutuem e aqueles com densidade superior afundem. O princípio é, portanto, muito simples e pode ser ilustrado com o seguinte exemplo: uma mistura de galena ($d = 7,5 \text{ g/cm}^3$), fluorita ($d = 3,18 \text{ g/cm}^3$), calcita ($d = 2,72 \text{ g/cm}^3$) e quartzo ($d = 2,65 \text{ g/cm}^3$) colocada em um meio com densidade $2,9 \text{ g/cm}^3$ nos fornecerá uma fração flutuada constituída de calcita e quartzo e outra afundada contendo galena e fluorita.

Os primeiros estudos de meio denso datam de 1858, quando Bessemer patenteou o uso de líquidos densos constituídos de soluções de cloretos metálicos. Em 1911, a Du Pont desenvolveu e patenteou um método de separação usando hidrocarbonetos clorados para purificação de carvão. No entanto, o primeiro avanço significativo data de 1917, quando foi patenteado o processo Chance, que não pode ser considerado como uma separação em meio denso no sentido estrito da palavra, uma vez que o meio era constituído de um leito de areia hidraulicamente dilatado. Em 1928 Lessing desenvolveu o uso de soluções de cloreto de cálcio para purificar carvão. Esse método foi abandonado devido aos problemas de corrosão e ao alto custo para recuperação do meio denso. Em virtude dos problemas anteriormente mencionados e do elevado custo dos líquidos densos, procurou-se substituí-los por suspensões de alguns minerais em água. Em 1931 começou-se a usar suspensões de argilas, gesso e pirita e, em 1932, Vöoys empregou uma suspensão de barita e argilas para lavagem de carvão. com

esses materiais tornou-se possível obter suspensões com densidade máxima de 1,6 g/cm³. Como estas suspensões não possibilitam a separação dos minerais metálicos de sua ganga, devido a sua baixa densidade, foi investigada a possibilidade de usar galena como meio denso. Após a sua aplicação comprovada em unidade piloto, o método foi usado industrialmente, em 1939, para concentração de zinco e chumbo. No entanto, devido ao excesso de finos produzidos na operação de moagem da galena e, portanto, acarretando, baixa eficiência de recuperação desse mineral no processo de flotação, foram usados magnetita e ferro-silício como alternativas (Campos *et al.*, 2004).

Outro fator limitante na separação em meio denso sempre foi a granulometria, pois os primeiros equipamentos conhecidos e utilizados (cone e tambor) só permitiam tratar minérios com tamanho superior a 6,0 mm. Nesta granulometria, geralmente o grau de liberação é baixo e, portanto, a operação é ineficiente. Hoje, o uso do dynawhirpool, um tipo de ciclone, permite a separação de minerais com granulometria até 0,30 mm ou 48 malhas (Kelly, 1982).

2. TIPOS DE MEIO DENSO

Para separação dos minerais podem ser utilizados os seguintes tipos de meio denso:

- (i) soluções aquosas de sais inorgânicos;
- (ii) líquidos orgânicos;
- (iii) suspensões de sólidos em água.

Soluções Aquosas de Sais Inorgânicos

As primeiras aplicações dos processos de separação em meio denso foram realizadas com soluções aquosas de sais inorgânicos, para purificação de carvão, tais como os Processos Lessing, Bertrand e Belknap. Os principais sais inorgânicos utilizados foram: cloreto de cálcio (CaCl₂) e cloreto de zinco (ZnCl₂). Estes sais, embora sejam mais baratos em comparação aos líquidos orgânicos e possibilitem o tratamento de amostras úmidas, não permitem a obtenção de soluções com densidade superior a 1,95 g/cm³ (Burt, 1984).

Líquidos Orgânicos

Os líquidos orgânicos são comumente utilizados em laboratório, para estudos preliminares de concentração e determinação do grau de liberação dos minerais que compõem um minério. Esses líquidos são tóxicos, corrosivos, possuem baixa pressão de vapor e, conseqüentemente, provocam grandes perdas por volatilização e, por isso, não são usados industrialmente. Os principais líquidos orgânicos utilizados na separação dos minerais estão ilustrados na Tabela 1.

Tabela 1 – Líquidos orgânicos utilizados na separação dos minerais, densidade expressa em g/cm³ a 20^o C.

Líquido	Fórmula	Densidade
Tricloroetano	CCl ₃ CH ₃	1,330
Triclorobromometano	CCl ₃ Br	2,001
Brometo de Metileno	CH ₂ Br ₂	2,484
Tribromofluormetano	CBr ₃ F	2,748
Bromofórmio	CHBr ₃	2,890
Tetrabromoetano	CHBr ₂ CHBr ₂	2,964
Iodeto de Metileno	CH ₂ I ₂	3,325
Solução Cléricsi	CH ₂ (COOTI) ₂ -HCOOTI	4,280

O **Bromofórmio** pode ser misturado com tetracloreto de carbono para produzir líquidos com densidades entre 1,58 e 2,86 g/cm³. O **Tetrabromoetano** é um dos líquidos mais amplamente utilizados. O **Iodeto de Metileno** não deve ser aquecido nem exposto à luz forte, pois se decompõe vagarosamente liberando iodo. Isto é percebido pela mudança da sua coloração da cor palha amarelada para vermelho. Dentre todos os líquido densos, a **Solução de Cléricsi** possui a maior densidade sendo, portanto, utilizada na separação de minerais com densidades entre 3,0 e 5,0 g/cm³, ou seja, de todos os minerais metálicos de suas gangas. É usualmente utilizada em temperatura levemente acima da temperatura ambiente e quando se necessita de uma elevada densidade de separação, são utilizadas soluções saturadas a quente.

Essa solução é extremamente venenosa, sendo rapidamente absorvida pela pele, podendo causar danos ao sistema nervoso, respiratório e digestivo. Para sua utilização, é recomendado o uso de máscaras de gás, roupas, luvas, óculos e outros equipamentos de proteção (Sampaio e Tavares, 2005).

As densidades intermediárias às dos líquidos densos, mencionados na Tabela 1, são obtidas segundo sua mistura com diluentes, tais como: acetona ($d = 0,788 \text{ g/cm}^3$), benzeno ($d = 0,879 \text{ g/cm}^3$), álcool etílico ($d = 0,89 \text{ g/cm}^3$), di-n-butil ftalato ($d = 1,047 \text{ g/cm}^3$) e tetracloreto de carbono ($d = 1,50 \text{ g/cm}^3$). Os diluentes devem ser totalmente miscíveis com os líquidos densos e são utilizados para obtenção de meios com densidades intermediárias e para lavagem dos produtos obtidos em uma separação. Esses líquidos devem possuir baixa pressão de vapor e ponto de ebulição superior a 50°C , de modo a manter estável a densidade da mistura.

Para determinação da densidade de um meio obtido com base na mistura de dois líquidos densos ou de um líquido denso e um diluente, é usualmente utilizada a seguinte equação:

$$V_2 = V_1 \cdot \frac{d_1 - d}{d - d_2} \quad [1]$$

onde:

V_2 = volume de líquido de densidade d_2 (mL);

V_1 = volume de líquido de densidade d_1 (mL);

d = densidade da mistura desejada; d_2 = densidade do líquido 2;

d_1 = densidade do líquido 1. Obs. densidades em g/cm^3

Uma propriedade importante dos líquidos densos e diluentes é a pressão de vapor, que está associada a sua estabilidade. Quanto menor for a pressão de vapor destes líquidos e a diferença entre a dos líquidos misturados (líquido denso e diluente), mais estável será a densidade da mistura líquida. Ressalta-se que a densidade do meio deve ser periodicamente conferida, principalmente no caso de misturas com diluentes, devido à instabilidade que essas misturas apresentam, principalmente em relação à temperatura e evaporação (Aplan, 2003).

Os líquidos orgânicos possuem as seguintes vantagens com relação às suspensões sólidas: baixa viscosidade, alta estabilidade e baixa ação corrosiva. Entretanto, o alto custo e a toxidez inviabilizam o seu uso em escala industrial.

Suspensões de Sólidos em Água

Os meios densos utilizados industrialmente são preparados segundo uma suspensão aquosa de sólidos finamente moídos que têm as seguintes propriedades:

densidade relativamente alta – a fim de obter uma polpa com densidade suficiente à separação dos minerais mais pesados;

friabilidade – o suficiente para moagem dos sólidos a uma granulometria fina e, portanto, permaneçam em suspensão;

resistência à abrasão – para minimizar a geração de partículas coloidais e, portanto, de difícil recuperação no circuito;

fácil recuperação dos finos de minério retidos na polpa de meio denso – estes finos prejudicam a separação dos minerais pelo aumento da viscosidade da polpa de meio denso.

Os sólidos que preenchem todos ou a maioria dos requisitos mencionados e, portanto, os mais usados industrialmente são: magnetita, ferro-silício e galena.

Atualmente, a galena tem a sua aplicação restrita a poucas instalações industriais, em decorrência da sua recuperação por flotação ser baixa, devido ao excesso de finos produzido na moagem. Isto resulta em perda do meio denso (galena) e, conseqüentemente, variação na densidade da polpa. Em função dessas dificuldades a galena, foi substituída pela magnetita e ferro-silício, como meio denso.

O principal avanço na aplicação dos meios densos ferrosos foi a possibilidade de sua separação dos finos do minério, por meio do processo de separação magnética. Considerando que a magnetita tem uma densidade de 5,0 a 5,2 g/cm³, permitindo a obtenção de uma polpa com densidade máxima de 2,5 g/cm³, sua utilização como meio denso fica restrita apenas à separação

de minerais de baixa densidade, tais como: grafita, gipsita e, principalmente, carvão (Aplan, 1985).

O ferro-silício é uma liga composta basicamente de silício ($\approx 15\%$) e ferro ($\approx 85\%$) com densidade de $6,9 \text{ g/cm}^3$, que permite a obtenção de polpas com densidade máxima de $3,4 \text{ g/cm}^3$. Esta densidade é suficiente à separação da maioria dos minerais metálicos de sua ganga, tornando-o, com isto, o meio denso mais utilizado industrialmente. O teor de silício na liga não deve ser inferior a 15% e superior a 22% , em virtude de sua oxidação e baixa suscetibilidade magnética, respectivamente.

3. APLICAÇÃO DO PROCESSO DE MEIO DENSO

Embora o princípio de separação por meio denso seja bastante simples, sua aplicação em escala industrial depende de uma série de fatores de ordem tecnológica e econômica. Os principais fatores tecnológicos dependem principalmente das características mineralógicas do minério, como a seguir.

Diferença de Densidade

De uma maneira geral, pode-se dizer que, quanto maior a diferença entre as densidades dos minerais útil e de ganga, melhor é a separação. No entanto, é possível a separação de minerais que tenham uma diferença de densidade de apenas 0,2 unidades. Esta diferença é inferior à necessária para separação em operações de concentração gravítica, como a jigagem, permitindo a concentração de maneira mais eficiente, por meio denso, de todos os minerais que possam ser separados por jigsawes.

Granulometria de Liberação

Para a concentração em meio denso, os minerais úteis devem estar liberados dos minerais da ganga em uma granulometria acima de $(0,3 \text{ mm})$ 48 malhas, tamanho limite para obtenção de um bom desempenho na separação por este processo. Em função disso, pode-se afirmar que a separação em meio denso somente é possível quando os minerais úteis não estão disseminados na rocha.

Densidade do Meio

As suspensões de meio denso atualmente utilizadas na concentração de minerais abrangem uma faixa de densidade entre 1,25 e 3,40 g/cm³. Esta faixa de densidade pode ser obtida utilizando suspensões de magnetita, mistura de magnetita com ferro-silício e ferro-silício puro. A magnetita é utilizada para suspensões com densidade máxima de 2,2 g/cm³, a mistura de magnetita com ferro-silício para a faixa de densidade de 2,2 a 2,9 g/cm³ e ferro-silício puro para suspensões com densidade de 2,9 a 3,4 g/cm³.

A densidade de uma suspensão é função da densidade do sólido utilizado e da quantidade de sólido adicionado ao meio. Essa densidade pode ser calculada segundo a Equação [2].

$$d_p = \frac{100}{\frac{(\% S)}{d_s} + (100 - (\% S))} = 100 \frac{d_s}{(\% S) + d_s (100 - (\% S))} \quad [2]$$

onde:

d_p – densidade da suspensão ou polpa;

d_s – densidade dos sólidos;

(%S) – percentagem em peso dos sólidos na suspensão.

À medida que aumenta a concentração de sólidos, aumenta a densidade da suspensão. O limite da concentração de sólidos das suspensões encontra-se entre 70 e 86% em peso.

4. PRINCIPAIS ETAPAS DO PROCESSO DE MEIO DENSO

As principais etapas do processo de meio denso estão ilustradas no diagrama da Figura 1. Observa-se que o minério preparado é alimentado em equipamentos específicos, nos quais é misturado a uma polpa de meio denso com densidade ajustada e, posteriormente, separado em dois produtos denominados flutuado e afundado. Esses produtos são descarregados em peneiras para separação por drenagem da maior parte do meio denso, que retorna ao circuito. As frações flutuada e afundada, contendo ainda meio

denso retido na superfície das partículas, são lavadas. O meio denso diluído é recuperado e, em seguida, a sua densidade é ajustada para recircular na alimentação do circuito. A seguir serão discutidas as principais etapas dos processos de separação em meio denso.

Preparação da Alimentação

Para concentração de um dado minério, segundo a técnica de separação em meio denso, o material deverá ser cominuído a uma granulometria adequada e, em seguida, deslamado. Os separadores estáticos, cone e tambor, são utilizados para concentração de minérios na faixa granulométrica mais grossa ($- 8 + \frac{1}{4}''$) e os separadores dinâmicos, ciclone e *dynawhirpool* para uma granulometria mais fina ($-1 \frac{1}{2}'' + 28 \#$).

A etapa de deslamagem é necessária para evitar a redução da densidade e o aumento da viscosidade do meio denso, acarretado pela presença de finos de minério na suspensão.

Separação do Minério em dois Produtos

O minério classificado e deslamado são alimentados em um separador estático ou dinâmico. O separador contendo uma polpa de meio denso, a uma densidade pré-determinada, separa o minério em dois produtos: flutuado e afundado. As partículas minerais do flutuado e afundado possuem densidade inferior e superior à densidade da polpa de meio denso, respectivamente.

Descarga dos Produtos, Separação e Recuperação do Meio Denso

A descarga dos produtos da concentração (flutuado e afundado), obtidos na operação dos separadores estáticos, é realizada por meio de dispositivos mecânicos. Nos separadores dinâmicos, o próprio fluxo sob pressão é o responsável pelo descarregamento dos produtos. A maior parte do meio denso que é descarregado dos equipamentos com as frações flutuada e afundada é recuperada em uma peneira e recirculada na alimentação do circuito. O Fe/Si, aderido às partículas minerais, é removido por uso de jatos de água sobre o material que passa pela superfície de uma peneira vibratória e, então, recuperado na fração fina do peneiramento.

Recuperação do Meio Denso

A recuperação do meio denso e sua recirculação no circuito em forma de uma suspensão limpa e de densidade adequada constitui uma operação importante, tanto por razões técnicas como econômicas, visto que a perda de meio denso significa um maior custo operacional, e as impurezas (material fino, argilas etc.) contidas no meio afetam a separação, devido ao aumento de viscosidade da polpa. Conforme o diagrama da Figura 1, o meio denso recuperado da superfície mineral alimenta o circuito de recuperação, constituído das etapas de: limpeza, adensamento e recirculação (Campos *et al.*, 2004).

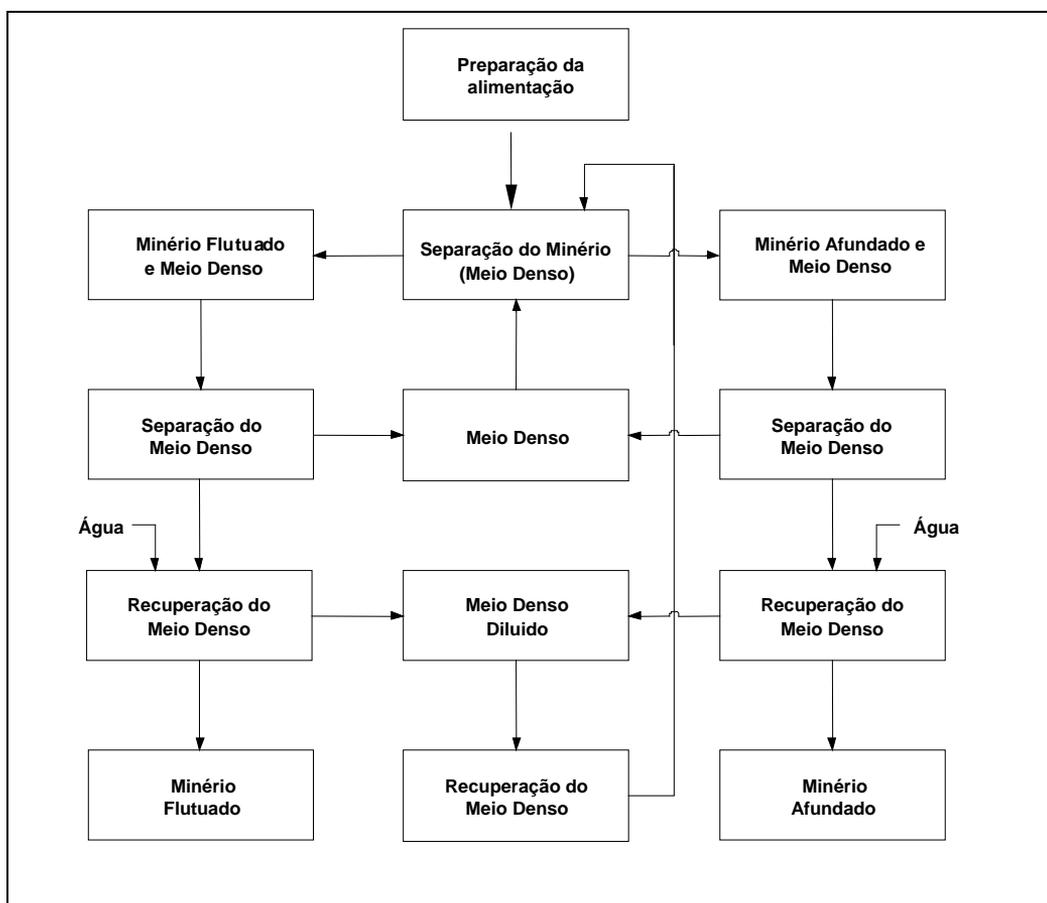


Figura 1 – Etapas da separação em meio denso.

Na Tabela 2 constam alguns tipos de meios densos com seus respectivos processos de limpeza.

Tabela 2 – Processos de limpezas de alguns meios densos.

Tipo de meio denso	Processo de limpeza
Areia	Classificação
Soluções de sais (CaCl ₂ ; ZnCl ₂)	Evaporação
Galena	Flotação
Magnetita e Ferro-Silício	Separação Magnética

5. PRINCÍPIO DE SEPARAÇÃO EM MEIO DENSO

A separação em meio denso pode ser estática ou dinâmica. A separação estática é realizada utilizando os equipamentos cone e tambor, enquanto a dinâmica utiliza ciclone e *dynawhirpool*. Na separação estática somente a força da gravidade é utilizada, enquanto na separação dinâmica, além da força da gravidade, atua, também, a força centrífuga.

Para o meio estático, a separação dos minerais baseia-se na Equação [3]:

$$F_g = M_p \cdot g - M_f \cdot g = (M_p - M_f) \cdot g \quad [3]$$

onde:

F_g - força gravitacional; M_f - massa da polpa de meio denso;
 M_p - massa da partícula; g - aceleração da gravidade.

A força gravitacional (F_g) poderá ser positiva ou negativa. Ela será positiva quando o peso da partícula ($M_p \cdot g$) for maior do que o peso da polpa de meio denso ($M_f \cdot g$) deslocada pela própria partícula, ou seja, a força de empuxo. Neste caso, a partícula afundará. Quando a força gravitacional for negativa, o peso da partícula ($M_p \cdot g$) será menor do que o peso da polpa de meio denso deslocada ($M_f \cdot g$) e, portanto, a partícula flutuará.

Em meio dinâmico, a aceleração da gravidade é substituída pela aceleração centrífuga. Portanto, tem-se a Equação [4] para a separação dinâmica.

$$F_c = (M_p - M_f) \cdot \left(\frac{V^2}{r} \right) \quad [4]$$

onde:

F_c - força centrífuga;

V - velocidade tangencial;

r - raio do ciclone ou *dynawhirlpool*

Uma análise das equações 2 e 3 permite observar que a força responsável pela separação em meio estático é proporcional à aceleração da gravidade (g), enquanto no meio dinâmico ela é proporcional ao quadrado da velocidade tangencial (V^2).

A superioridade da velocidade tangencial em relação à gravidade, ou seja, da força centrífuga com relação à gravitacional, permite maior capacidade aos ciclones e *dynawhirlpool*, bem como à separação do minério com granulometria mais fina.

6. EQUIPAMENTOS DE SEPARAÇÃO

Considerando a diversidade de aplicações do processo de separação por meio denso, foi desenvolvido um grande número de equipamentos por diferentes fabricantes. A seguir estão descritos os principais equipamentos utilizados na indústria mineral.

Tambor

Existem vários tipos de tambor de meio denso, tais como: WEMCO, HARDINGE, DREWBOY e HEBERADSCHEIDER. No entanto, o princípio de separação desses tambores é semelhante, por isso será analisado apenas o tambor do tipo WEMCO.

Conforme consta na Figura 2, este tipo de separador é constituído de um tambor, no qual o minério e a polpa de meio denso são alimentados separadamente. As partículas de minério de densidade superior à da polpa de meio denso afundam e são transportadas pelo movimento giratório do tambor, da parte inferior para a superior, através de placas inclinadas e perfuradas, fixadas na superfície interna do tambor. Ao atingir a parte superior do tambor, este material desprende-se e cai sobre uma calha, que

descarrega, com ajuda de um fluxo de meio denso, a fração de material afundado. Por outro lado, as partículas dos minerais leves, com densidade inferior à do meio denso, flutuam e são arrastadas do tambor pelo próprio meio.

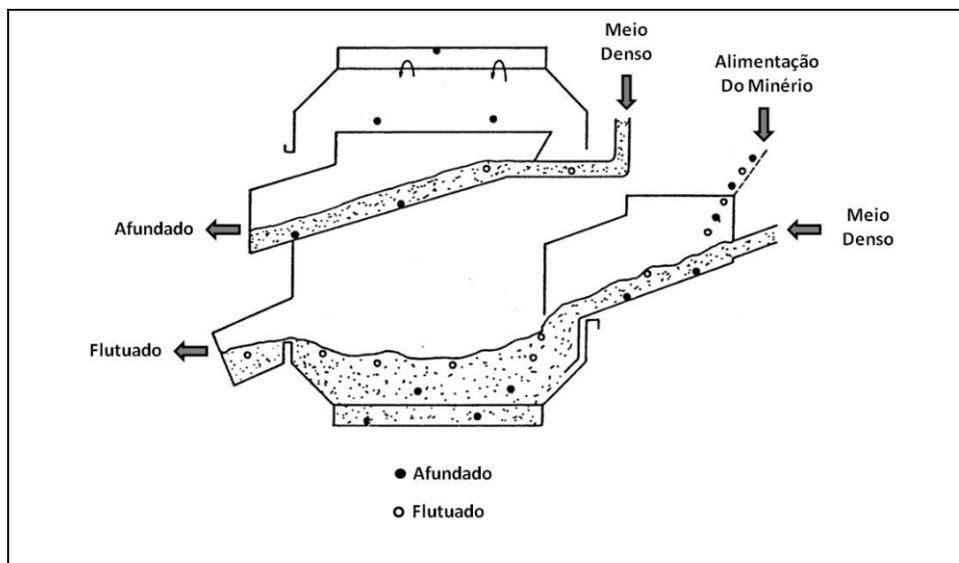


Figura 2 – Tambor de meio denso de fabricação WEMCO.

Na Tabela 3 tem-se a faixa granulométrica do minério na alimentação, a capacidade e a carga do meio denso para os tambores de fabricação WEMCO.

Tabela 3 – Dimensões e capacidades dos tambores de meio denso WEMCO.

Dimensões (pés)	Granulometria Alimentação (pol)	Capacidade de Processamento (t/h)	Quantidade de meio denso (t)	
			Magnetita	Ferro-Silício
6 x 6	1 - 3/16	5 - 25	2,8 - 4,7	4,0 - 5,5
6 x 6	4 - 3/16	15 - 35	5,3 - 8,0	4,5 - 8,0
6 x 6	6 - 3/16	35 - 75	5,6 - 8,4	6,6 - 9,7
8 x 8	8 - 3/16	75 - 90	6,0 - 9,0	9,0 - 15,0
8 x 8	8 - 3/16	90 - 150	29,0 - 35,0	38,0 - 46,0
10 x 10	8 - 3/16	150 - 200	29,0 - 35,0	38,0 - 46,0

Na Figura 3 tem-se o fluxograma de uma instalação utilizando tambor de meio denso. O minério, previamente deslamado e classificado em determinada faixa granulométrica, é alimentado em um tambor contendo a polpa de meio denso, no qual é separado nas frações flutuada (leve) e afundada (pesada). Esses produtos passam por peneiras para separar o meio denso dos minerais. O meio denso removido retorna diretamente ao tambor, enquanto a fração de Fe/Si diluída e recuperada, retorna ao tambor após separação magnética, densificação e desmagnetização.

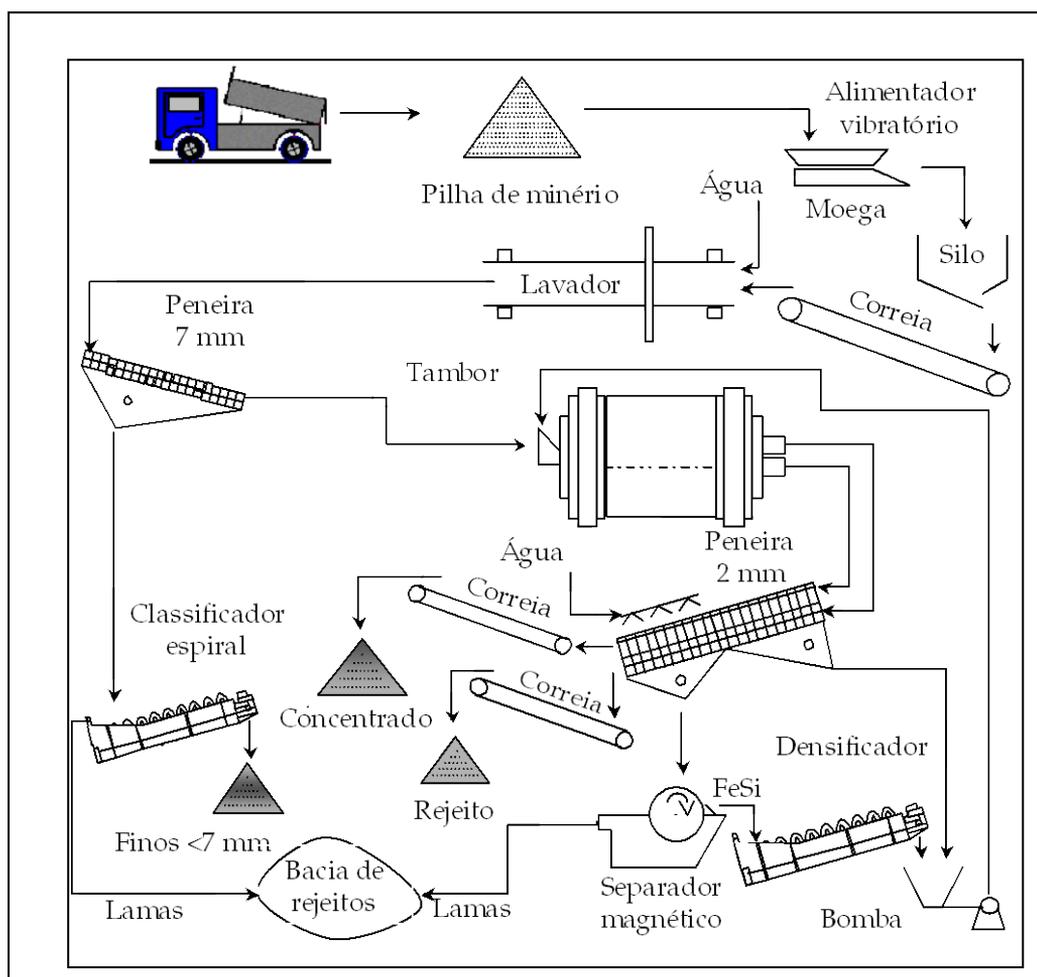


Figura 3 – Fluxograma de uma instalação com tambor de meio denso.

Ciclone de Meio Denso

O ciclone de meio denso, conforme a Figura 4, é idêntico a um hidrociclone e, portanto, constituído de uma parte cilíndrica e outra cônica. Esses equipamentos são fabricados com diâmetros de 350 a 750 mm, e sua capacidade de processamento varia de 50 a 200 t/h, podendo alcançar até 800 t/h com a utilização de módulos múltiplos. Operam com pressões de 6,0 a 20,0 lb/pol², sendo a faixa mais adequada entre 14 e 15 lb/pol². O minério pode ser alimentado na faixa granulométrica compreendida entre 50,0 e 0,5 mm. Entretanto, a faixa de tamanho mais adequada é de 20,0 a 0,5 mm.

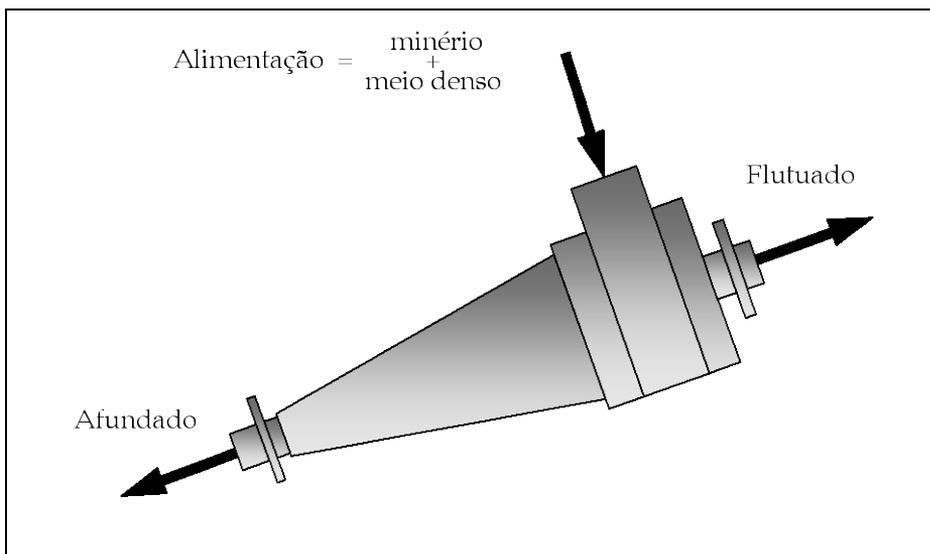


Figura 4 – Ciclone de meio denso.

Para separação das partículas minerais, a mistura de meio denso e minério é alimentada tangencialmente na seção cilíndrica. As partículas leves, flutuadas, movem-se em direção ao eixo longitudinal do ciclone e são arrastadas pelo vórtice formado em seu centro para o orifício de saída na extremidade superior (*overflow*). As partículas pesadas, afundadas, movem-se num vórtice formado ao longo da parede cônica até o orifício de saída na sua extremidade inferior (*underflow*).

A dinâmica do ciclone de meio denso é complexa e diversas variáveis afetam a separação, tais como:

- (i) pressão de alimentação;
- (ii) densidade da polpa de meio denso;
- (iii) granulometria do meio denso;
- (iv) constituição do minério, isto é, forma das partículas, distribuição granulométrica e composição das partículas leves e pesadas etc.;
- (v) ângulo da seção cônica do ciclone.

Todas essas variáveis afetam o desempenho da separação, todavia a granulometria, a densidade do meio denso e o ângulo do ciclone, possuem um efeito marcante.

Diante do exposto, pode-se dizer que, para aplicação do ciclone de meio denso, é necessário um estudo detalhado com todas as variáveis citadas para cada minério, em escala piloto.

Dynawhirlpool

O equipamento, conforme mostrado na Figura 5, consiste essencialmente de um cilindro de comprimento e diâmetro definidos, aberto nas extremidades e com dois tubos laterais. O DWP é usualmente instalado com uma inclinação do cilindro da ordem de 25° na separação de minérios e de 15° para carvão.

O minério é alimentado na parte superior do aparelho (1) com um pouco do meio denso desviada da tubulação principal para facilitar o escoamento do material. A maior parte do meio denso é alimentada, sob pressão, tangencialmente ao cilindro pela abertura (2). O movimento ascendente do meio denso produz um vórtice ao longo do cilindro, criando um gradiente de densidade na direção da descarga do material afundado e da parede do cilindro. A separação do material ocorre ao longo da face interna do vórtice. As partículas de minério flutuadas deslizam para baixo pela face interna do vórtice e são descarregadas numa câmara de expansão acoplada na abertura (3). Por outro lado, as partículas de minério afundadas são levadas pela força centrífuga para a face externa do vórtice e transportadas em direção à parte superior do cilindro, na qual são descarregadas com o meio denso (4). A densidade do meio denso do afundado é maior que a do flutuado.

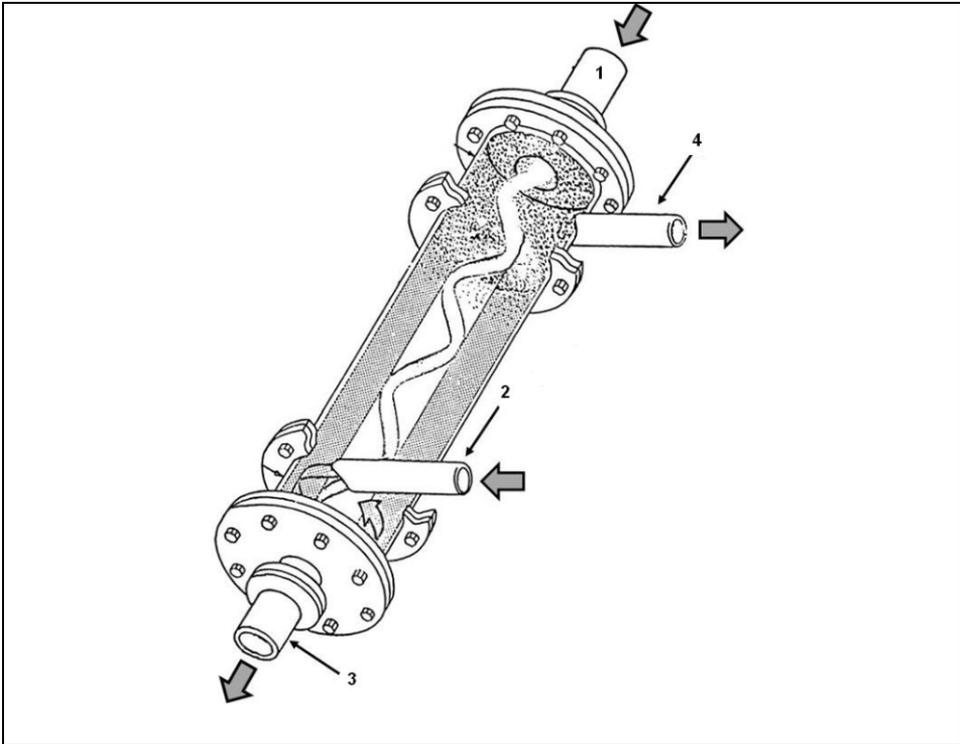


Figura 5 – Unidade de *dynawhirlpool* – DWP.

A separação no DWP baseia-se na criação e controle de um vórtice, cuja forma e estabilidade são afetadas pelas variáveis e os parâmetros do equipamento.

Parâmetros do DWP

Comprimento do cilindro e diâmetro de saída do afundado.

Diâmetro e extensão, dentro do cilindro, dos tubos de alimentação do minério e de saída do flutuado.

Variáveis Operacionais

Pressões de alimentação do meio denso e de descarga do afundado.

Ressalta-se que a extensão do tubo de alimentação dentro do cilindro é uma variável crítica, uma vez que, está próxima à zona de separação do equipamento.

O meio denso é alimentado a uma pressão variável, conforme a sua densidade. Na Tabela 4 estão ilustrados alguns valores para a pressão operacional, os quais são recomendados para a faixa de densidade 2,0 a 3,5 g/cm³.

Tabela 4 – Valores de pressão de alimentação e de descarga do meio denso.

Densidade da polpa de meio denso (g/cm ³)	Pressão de alimentação de meio denso (lb/pol ²)	Pressão de descarga do afundado (lb/pol ²)
2,0	10,00 – 11,25	2 - 3
2,5	11,25 – 12,50	3 - 4
3,0	12,50 – 13,75	4 - 5
3,5	13,75 – 15,00	5 - 6

A granulometria do minério que alimenta o *dynawhirpool* varia com o diâmetro do cilindro, conforme mostrado na Tabela 5, o limite superior da granulometria varia de ½" (diâmetro do cilindro = 6") a 1 ½" (diâmetro do cilindro = 18 ½"). Embora a granulometria de 65 malhas seja considerada muito fina para a separação no *dynawhirpool*, o limite inferior é o mesmo (65 malhas) para todos os diâmetros. Normalmente, o limite inferior é determinado pelas dificuldades operacionais de separação do meio denso do minério. Quando trabalhamos com densidades elevadas, a viscosidade do meio torna difícil o uso de peneiras muito finas, limitando a alimentação a granulometria mais grossas. Desta maneira, a maioria das instalações usa o minério com uma granulometria inferior, ou seja, de 20 a 28 malhas (0,833 a 0,589 mm).

Outro fator importante é a umidade do minério de alimentação, que não deve ser superior a 10%, pois acarreta uma variação na densidade do meio.

Tabela 5 – Dimensões e capacidades do *Dynawhirlpool*

Diâmetro Interno (pol)	Comprimento (ft)	Faixa Granulométrica	Capacidade (t/h)	
			Mínima	Máxima
6	3,7	- ½" + 65 #	Piloto	
9 ½	5,1	- ¾" + 65 #	10	20
12 ½	5,9	- 1" + 65 #	20	40
15 ½	6,4	- 1 ¼" + 65 #	40	60
18 ½	6,8	- 1 ½" + 65 #	60	80

Na Figura 6 está ilustrado o fluxograma de uma instalação de concentração em meio denso por de *dynawhirlpool*, com a etapa de recuperação do meio denso. O minério é alimentado no DWP por gravidade na parte superior do equipamento (1). Para facilitar o escoamento do material, do meio denso (< 10%) é desviado da tubulação principal e injetado com o minério. O meio denso é alimentado (9) pela entrada tangencial inferior, com o controle da pressão, por ser esta uma das variáveis operacionais. O flutuado desliza pela face interna do vórtice e é descarregado com parte do meio denso na extremidade inferior do cilindro (4) através da câmara de expansão. A fração afundada penetra na coluna ascendente de meio denso, é carregada pela parte externa do vórtice e descarregada através do mangote ligado ao tubo de saída do afundado (3). Este mangote deve descrever um arco, com altura determinada experimentalmente. Esta altura é importante, pois influi na pressão de saída, por ser uma das variáveis operacionais. O ponto de descarga do mangote deve estar acima da saída do afundado para evitar a sifonagem do material. Os materiais flutuado e afundado são descarregados sobre peneiras (5), e o meio denso escoar retornando ao tanque de meio denso que alimenta o DWP (12). As frações flutuada e afundada alimentam outras peneiras para lavagem das partículas minerais e remoção do Fe/Si aderido às superfícies das mesmas (6). O meio denso diluído alimenta um separador magnético (8) para eliminar as partículas de minério que contaminam o meio denso e, posteriormente, é alimentado em um densificador (7), a fim de retirar o excesso de água. A polpa de meio denso, após atingir a densidade adequada, é desmagnetizada (11) e retorna ao tanque de alimentação (12).

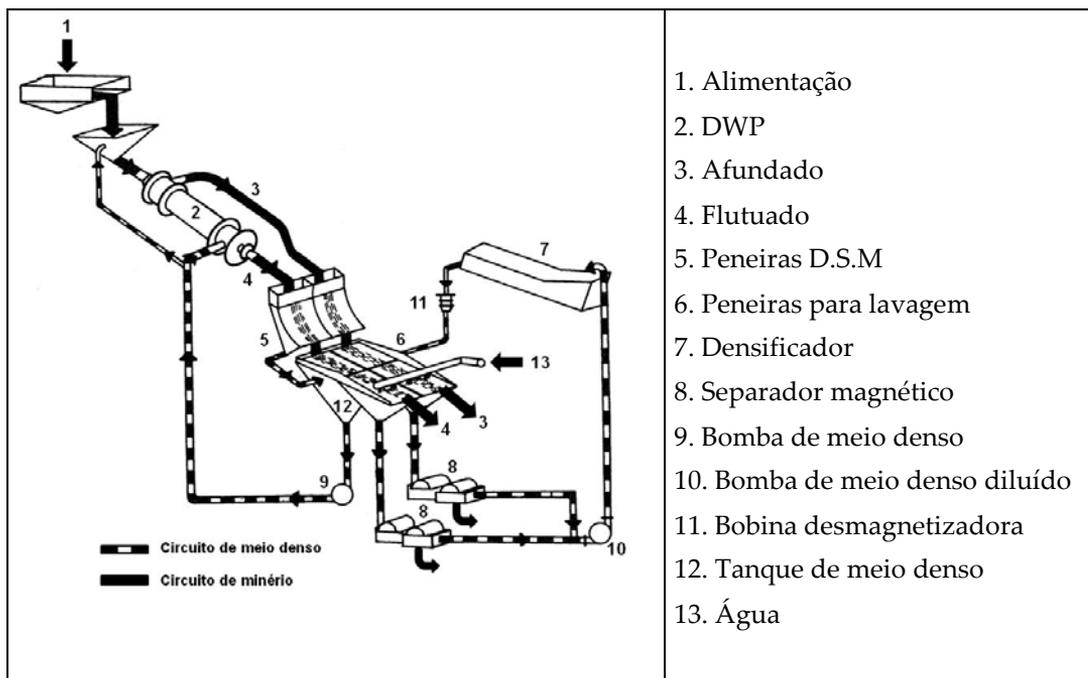


Figura 6 – Fluxograma de concentração em meio denso por meio do *dynawhirlpool*

Afunda-Flutua (*Sink and Float*) – Teste de Laboratório

O afunda flutua possui a flexibilidade para se trabalhar com quantidades de minério que variam entre 1 e 2 kg. Isso facilita muito a operação, além de proporcionar resultados confiáveis para uso no planejamento dos estudos em circuito contínuo de escala piloto em tambor de meio denso.

O equipamento (Figura 7) é de fabricação da *Denver Laboratory Company* e compõe-se de uma bomba centrífuga de $\frac{3}{4}$ de hp, tubulações, cestos com tela, funis, drenos, etc. O peso do conjunto é de aproximadamente 160 kg (vazio) e tem capacidade para armazenar e circular 25 L de polpa de meio denso.

Os ensaios são simples e de baixo custo, além de úteis na avaliação do processo de separação em meio denso, utilizando pequenas quantidades de amostras. Os testes de laboratório não são recomendados para

dimensionamento de equipamentos industriais. Todavia, as informações (balanços de massa e metalúrgico) obtidas são proveitosas à realização de ensaios piloto com tambores de meio denso. Os tambores proporcionam a realização de testes em circuitos contínuos e em escalas maiores, cujos dados gerados, são ideais para o dimensionamento dos equipamentos industriais.

O *Sink & Float* da Denver Laboratory Company é o equipamento utilizado pra testes descontínuo com pequenas quantidades (1 a 2 kg) de minério e serve para avaliar a aplicação do processo de afunda-flutua em operações de laboratório. A operação do equipamento é simples e consiste em encher o sistema (Figura 7) com um meio denso (Fe/Si) e circulá-lo por meio de uma bomba.

Nos procedimentos dos ensaios em laboratório com o afunda-flutua, a amostra de minério é alimentada no cesto (Figura 7) superior, ou seja, o funil superior com tela. A ganga mais leve flutuará e transbordará, ficando retida no cesto mais baixo (funil inferior com tela). A fração mineral pesada permanecerá afundada ficando retida no cesto superior. O fluxo de meio denso é feito por transbordamento do funil superior para o funil inferior com auxílio da bomba de circulação. A corrente superior é baixa o suficiente para contrabalançar a tendência do meio denso se equilibrar. Os cestos dos funis são removíveis e possuem telas de 1,0 mm.

Os ensaios piloto de separação em meio denso, devem ser executados em faixas granulométricas predeterminadas e isenta de finos (lamas) de forma a não alterar a densidade do meio durante a execução do ensaio. A preparação do meio denso deve ser realizada de acordo com os procedimentos descritos no Item 3 deste Capítulo, APLICAÇÃO DO MEIO DENSO – Densidade do meio. As medidas de densidades do meio denso devem ser aferidas e controladas com a utilização de uma balança Marcy ou com auxílio de uma proveta de volume conhecido.

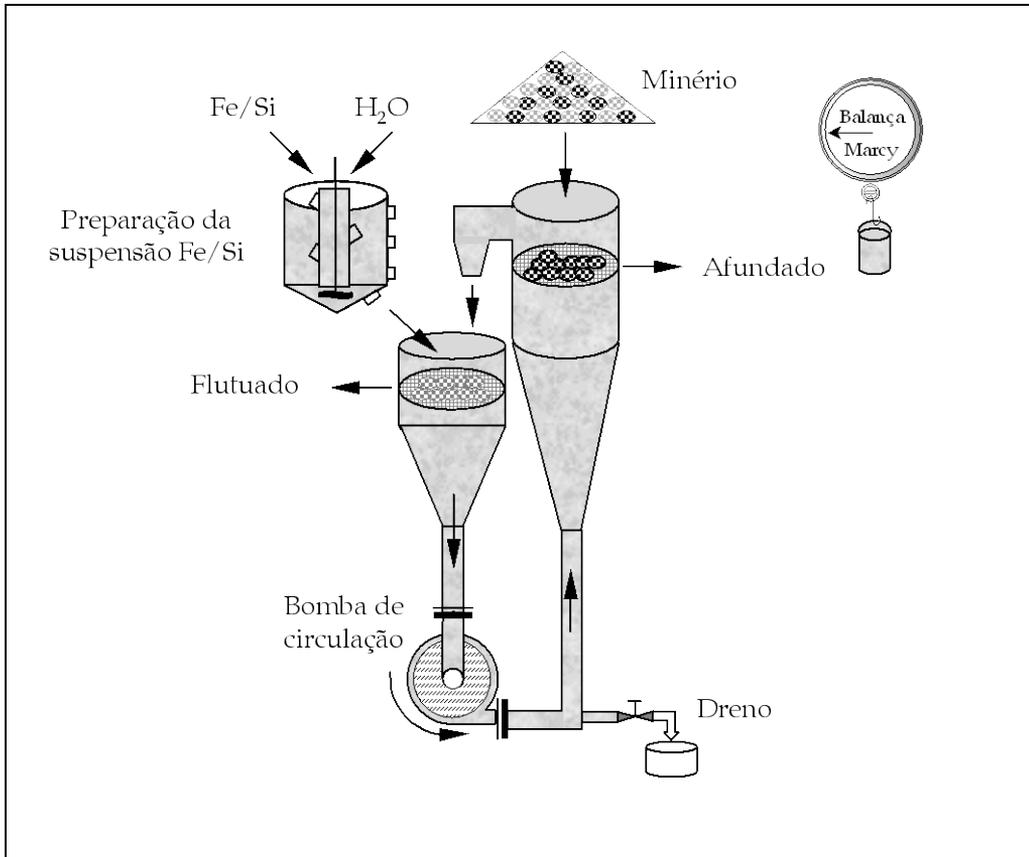


Figura 7 – Desenho ilustrativo do equipamento afunda-flutua da *Denver Laboratory Company*, existente no CETEM.

Exemplo 1

Calcular as quantidades de ferro-silício ($d_s = 6,8 \text{ g/cm}^3$) e de água necessárias à preparação de 25 L de uma polpa de meio denso com densidade de polpa $2,8 \text{ g/cm}^3$.

$$v_p = 25 \text{ L} = 0,025 \text{ m}^3 \quad d_p = 2.800 \text{ kg/ m}^3 \quad d_s = 6.800 \text{ kg/ m}^3$$

A massa de polpa (m_p) é dada pela Equação [4] Capítulo 2.

$$m_p = (d_p)(v_p) = (2.800)(0,025) = 70 \text{ kg}$$

A percentagem de sólidos (%S) na polpa é dada pela Equação [5] do Capítulo 2.

$$(\%S) = 100 \frac{d_s(d_p - 1.000)}{d_p(d_s - 1.000)} = 100 \frac{6.800(2.800 - 1.000)}{2.800(6.800 - 1.000)} = 75,37\%$$

A massa de sólidos, ou Fe/Si, na polpa é dada por:

$$\text{massa de sólidos} = (m_p)(\%S) = (70)(0,7537) = 52,76 \text{ kg de Fe/Si}$$

A massa de água é obtida pela diferença entre a massa da polpa e a massa de sólidos, isto é:

$$\text{Massa de água} = 70 - 52,76 = 17,24 \text{ kg ou } 17,24 \text{ L}$$

Logo, o operador deve pesar 52,7 kg de Fe/Si e adicionar em um recipiente 17,24 L de água.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Aplan, F. F. Heavy media separation. In: Weiss, N. L. (Ed.). New York: SME mineral processing handbook. vol. 1. 1985, p.4-3/4-26.
- Aplan, F. F. Gravity concentration. In: Fuerstenau, M. C. e Han, K. N. (Ed.). Principles of mineral processing. New York: SME. 2003, p.185-220.
- Burt, R. O. Gravity concentration technology. Amsterdam: Elsevier, 1984, p.139-183.
- Campos, A. R.; Luz, A. B. e Carvalho, E. A. Separação em meio denso. In: Luz, A. B., Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). Tratamento de minérios. 4ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p.271-301.
- Kelly, E. G. e Spottiswood, D. J. Introduction to mineral processing. New York: John Wiley & Sons, 1982, p.243-249.
- Sampaio, C. H. e Tavares, L. M. M. Beneficiamento gravimétrico. Porto Alegre, UFRGS Editora, 2005, p.173-270.

CAPÍTULO 18 – ENSAIOS DE SEPARAÇÃO MAGNÉTICA E ELETROSTÁTICA

João Alves Sampaio

Engenheiro de Minas/UFPE, Mestre e Doutor em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Tecnologista Sênior do CETEM/MCT

Silvia Cristina Alves França

Engenheira Química/UFS, Mestre e Doutora em
Engenharia Química/COPPE-UFRJ
Tecnologista III do CETEM/MCT

Adão Benvindo da Luz

Engenheiro de Minas/UFPE, Mestre e Doutor em
Engenharia Mineradora/EPUSP
Pesquisador Titular do CETEM/MCT

1. INTRODUÇÃO

Os estudos sobre separação magnética e eletrostática datam de pelo menos 600 anos a.C. e chegaram ao conhecimento da humanidade por meio da divulgação dos estudos e experimentos do filósofo grego, Thales de Mileto, conhecedor de algumas propriedades magnéticas dos minerais. Ainda o mesmo filósofo descobriu, ao esfregar âmbar em pele de animal, que a carga eletrostática produzida por esta atrição poderia atrair fracamente partículas minerais não condutoras (Venkatraman *et al.*,2006).

A aplicação da separação magnética ao processamento mineral depende da susceptibilidade magnética dos minerais a serem processados, enquanto o método eletrostático de beneficiamento de minérios considera a condutividade elétrica dos minerais, como a propriedade básica de separação (Sampaio e Luz, 2004).

O uso da separação magnética no beneficiamento de minérios consiste, não só na remoção dos minerais de ferro considerados contaminantes, como também na concentração de minérios, como exemplo, na concentração de hematita contida em itabirito.

Os avanços obtidos na ciência dos materiais e na tecnologia de fabricação dos novos equipamentos de separação magnética permitiram o desenvolvimento de campos magnéticos de elevadas intensidades, inclusive gradientes de campos mais elevados. Esses avanços permitiram o uso mais diversificado da separação magnética na área de tratamento de minérios. Desta feita, surgiram novos mercados com o emprego dos separadores de ímãs permanentes de terras-raras e os separadores com a tecnologia dos supercondutores.

No entanto, a separação eletrostática ainda é o processo indicado no beneficiamento de minérios, como: areia monazítica, minerais pesados, ilmenita, rutilo, zircônio, além de granada, dentre outros. Ademais, o controle ambiental, cada vez mais exigente, proporciona o emprego desse processo na separação de metais e plásticos, na reciclagem de materiais.

O uso da separação magnética e eletrostática na área mineral aconteceu por meio do desenvolvimento de processos e equipamentos, com o

conseqüente surgimento de patentes. Em 1792, o inglês, William Fularton, descreveu a concentração de minério de ferro, por meio de separação magnética. Em 1886, o americano, F. Carpenter, obteve a patente americana para a concentração eletrostática de minérios (Venkatraman *et al.*, 2006).

2. SEPARAÇÃO MAGNÉTICA

A separação magnética pode ser classificada em quatro categorias, dependendo do meio utilizado e da intensidade de campo. Assim, tem-se a separação magnética, a seco, de baixa e alta intensidade e, a úmido, de alta e baixa intensidade.

A aplicação desse método de separação no processamento mineral estende-se desde a remoção de sucatas metálicas, aos separadores criogênicos ou supercondutores. O atual desenvolvimento da ciência dos materiais e da tecnologia do magnetismo permitem a fabricação de separadores com gradientes e campos muito mais elevados que os convencionais. Desse modo, surgiram os separadores, com campos da ordem de 6 T (60.000 G), que empregam a tecnologia dos supercondutores. Nesta linha incluem-se também os separadores com ímãs permanentes, fabricados com base em elementos de terras-raras. Registra-se aí um marco significativo nos avanços técnicos e científicos relacionados à separação magnética aplicada à área de beneficiamento de minérios.

A atração magnética de um mineral, quando submetido a um campo magnético, varia com a sua composição química, isto é, com o seu índice de impurezas, as quais dependem da sua forma de ocorrência nos jazimentos minerais.

A propriedade de um material que determina a sua resposta a um campo magnético é a **susceptibilidade magnética**. Com base nessa propriedade, os minerais ou materiais são classificados em duas categorias: aqueles que são atraídos pelo campo magnético e os que são repelidos por esse campo. Os detalhes sobre cada tipo de material são discutidos a seguir:

- (i) minerais **ferromagnéticos** compreendem aqueles que são fortemente atraídos pelo ímã comum. O exemplo mais conhecido é a magnetita (Fe_3O_4);
- (ii) os minerais **paramagnéticos** são fracamente atraídos pelo ímã comum e o exemplo clássico é a hematita (Fe_2O_3). Esses minerais possuem permeabilidade magnética mais elevada que a do meio circundante, usualmente, água ou ar. Além disso, concentram um elevado número de linhas de indução provenientes do campo externo;
- (iii) finalmente, os minerais **diamagnéticos** possuem susceptibilidade magnética negativa e, portanto, são repelidos quando submetidos a um campo magnético. Nesse caso, além do quartzo, destacam-se: a cerussita, magnesita, calcita, barita, fluorita, esfalerita, dentre outros. Esses minerais possuem permeabilidade magnética mais baixa que a do meio circundante (usualmente água ou ar). Esse efeito diamagnético é geralmente menor que o correspondente efeito de atração dos minerais paramagnéticos.

Quando se descreve um campo magnético é comum referir-se a duas grandezas: a densidade de fluxo magnético (B) e a intensidade de campo (H) ambas são medidas em Tesla (T), como definidas a seguir:

- (i) \vec{B} refere-se ao número de linhas de indução que passam através da partícula do mineral;
- (ii) \vec{H} é a força de magnetização que induz a passagem das linhas de indução através da partícula.

Tais grandezas são vetoriais e, portanto, possuem módulo, direção e estão relacionadas na Equação [1]:

$$\vec{B} = \mu \vec{H} \quad [1]$$

onde:

μ é a permeabilidade magnética do meio.

→ No vácuo, μ pode ser igual a μ_0 e, nestas condições, as grandezas \vec{B} e \vec{H} diferem, somente, pelo fator de proporcionalidade (μ). Assim, elas podem ser chamadas, indistintamente, de campo magnético.

Na prática, ao se colocar uma partícula mineral fracamente magnética em determinado campo \vec{H} de uma dada região do espaço, o fluxo magnético \vec{B} é acrescido do valor Ψ , tal que:

$$\vec{B} = \vec{H} + \vec{\Psi} \quad [2]$$

onde:

$\vec{\Psi}$ indução magnética do material.

O seu valor no ar é muito pequeno e, dessa forma, pode-se igualar os valores das grandezas \vec{B} e \vec{H} .

Na prática, é muito comum referir-se apenas a magnetização \vec{J} de um material, que é a ação de criar linhas de indução magnética ou um campo magnético, em uma substância ou em uma região determinada do espaço. A relação entre a indução magnética e a magnetização é dada por:

$$\vec{\Psi} = 4\pi \vec{J} \quad [3]$$

Conclui-se que a Equação [2] pode ser escrita da forma:

$$\vec{B} = \vec{H} + 4\pi \vec{J} \quad [4]$$

A taxa adimensional entre \vec{J} (magnetização) e \vec{H} (intensidade de campo) é chamada de susceptibilidade magnética k , ou seja:

$$k = \vec{J} / \vec{H} \quad [5]$$

Para materiais paramagnéticos, k é uma constante positiva e de baixo valor, não ultrapassando normalmente o valor de 10^{-3} . Para os materiais diamagnéticos, k é uma constante negativa, usualmente menor (em módulo) que 10^{-5} . A susceptibilidade magnética de um material ferromagnético é variável dependendo do campo de magnetização, da natureza e manuseio da amostra.

Os materiais ferromagnéticos são, na sua maioria, referenciados em termos da permeabilidade magnética μ e, de acordo com a Equação [1], tem-se:

$$\vec{\mu} = \vec{B} / \vec{H} \quad [6]$$

Das Equações [1], [2], [3] e [4] conclui-se que:

$$\mu = 1 + 4\pi k \quad [7]$$

Esta equação descreve a relação entre a permeabilidade e a susceptibilidade magnética, para o caso de minerais.

3. SEPARAÇÃO MAGNÉTICA A SECO

Os equipamentos mais utilizados na separação a seco são os separadores de ímãs permanentes, de correias cruzadas, de rolos induzidos e de discos. Neste Capítulo serão discutidos apenas os três primeiros tipos de equipamentos.

Separadores de Ímãs Permanentes

A história da separação magnética está ligada, de alguma forma, aos ímãs permanentes, usados para remover os minerais ferromagnéticos. Com o desenvolvimento dos eletroímãs, capazes de produzir campos magnéticos acima de 1 T, o interesse pelos ímãs permanentes aplicados ao beneficiamento de minério diminuiu de forma significativa. Associado a este fato registra-se, ainda, a escassez de minerais ferromagnéticos e a necessidade de equipamentos com capacidades mais elevadas. Há mais de uma década existe, no mercado, equipamentos construídos com ímãs permanentes, capazes de produzir campos com intensidade acima de 1 T, isto é, o surgimento dos ímãs de terras-raras.

Esses equipamentos com ímãs de terras-raras possuem vantagens significativas em relação aos modelos convencionais com eletroímãs, dentre elas destacam-se:

- (i) não há necessidade de corrente elétrica e nem dos dispositivos para resfriamento de bobinas;
- (ii) os campos magnéticos obtidos por meio desses equipamentos são estáveis e situam-se na faixa acima de 1 T;

- (iii) os equipamentos são compactos e de fácil operação;
- (iv) o consumo de energia é excessivamente baixo, comparado ao dos equipamentos com eletroímãs.

Por seu turno, o ímã permanente possui desvantagens, como a pouca flexibilidade para variar a intensidade de campo, além de esta ser sensível à variação da temperatura. A razão de variação é da ordem de 10^{-4} por grau centígrado.

Na Figura 1 consta um separador de ímã permanente usado em laboratório, fabricado pela INBRAS-ERIEZ, modelo RE-ROLL, cujos rolos consistem de anéis de ímã de terras-raras Erium-3000. Este é um separador de correia com 0,7 mm de espessura, 16 cm de largura, 30 cm de comprimento. O equipamento, com diâmetro do rolo igual a 8 cm, é indicado para operação a seco em laboratório. Possui intensidade de campo variável, cujo valor máximo (1,2 T) ocorre na situação em que o ímã está em contato com o pólo. Entretanto, o valor menor (0,5 T) ocorre no centro do ímã. A capacidade do separador depende da natureza do minério e da sua granulometria. O valor máximo da sua capacidade é da ordem de 250 kg/h.

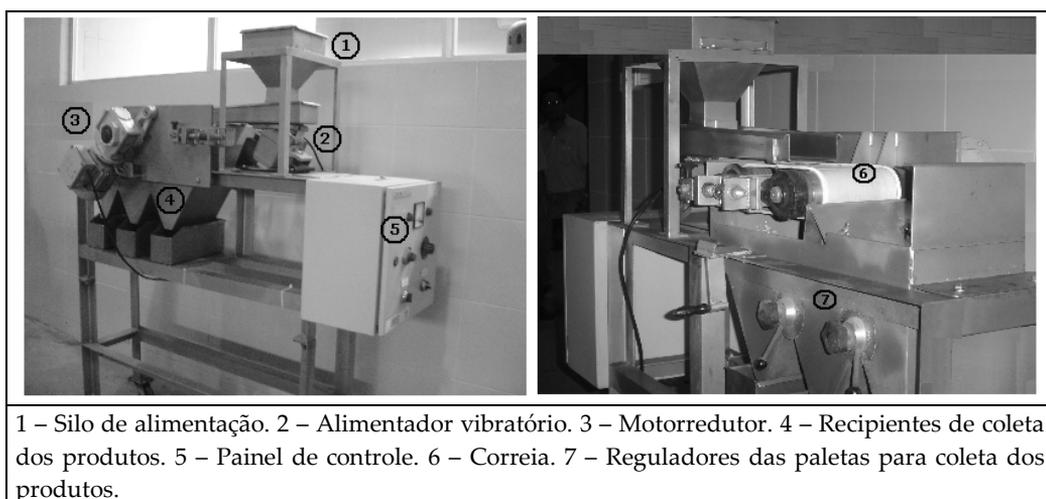


Figura 1 – Separador magnético de ímãs de terras-raras existente no CETEM.

A espessura das correias desses separadores varia com a granulometria e abrasividade do minério. Portanto, os equipamentos podem operar com correias de 0,25 mm de espessura, na maioria das aplicações dos processos industriais. Para minérios muito finos, podem ser utilizadas correias com até 0,12 mm. No caso dos minérios mais grossos e mais abrasivos, podem ser utilizadas correias com espessuras de até 1,0 mm.

A espessura ideal da correia, para um determinado processo, é objeto de estudo em laboratório, para definir:

- (i) a melhor espessura e vida útil da correia;
- (ii) maior eficiência do processo de separação.

Alimentação e Desempenho do Separador

O separador vibratório proporciona uma alimentação de modo a formar uma camada uniforme e bem distribuída de minério sobre a correia. Este procedimento favorece a eficiência da separação, a qual está ligada a vários fatores, dos quais, destacam-se:

- (i) a espessura da camada de minério, que é objeto de investigação durante a realização dos ensaios de laboratório;
- (ii) a granulometria e densidade do minério processado;
- (iii) o controle da velocidade de rotação do rotor, que mede a velocidade da correia, situada na faixa de 120 a 180 rpm.

O operador deve controlar e ficar atento a todos esses fatores, com a finalidade de otimizar o processo de separação.

A exemplo dos outros separadores, os de ímãs de terras-raras está configurado para operar em estágios de limpezas. Nesta configuração, a intensidade de campo varia, de estágio a estágio, na ordem crescente, desde o primeiro até o último estágio. Os equipamentos industriais são montados em módulos, arranjos de três ou mais módulos, formando um conjunto em cascata. Nas investigações em laboratório, o operador pode simular os estágios, retornando o concentrado magnético, se for o caso, com a devida variação na intensidade de campo, ou seja, na ordem crescente, desde o primeiro estágio, até o último.

Alguns dos procedimentos, materiais e equipamentos que o operador deve utilizar nos ensaios de laboratório estão discriminados no Quadro 1. O operador pode, ainda, adicionar outros procedimentos, materiais e equipamentos não listados aqui.

Quadro 1 – Procedimentos, materiais e equipamentos utilizados em testes no separador de ímãs de terras-raras.

ITEM	DISCRIMINAÇÃO
1	Proceder à limpeza de toda a área de trabalho, inclusive dos equipamentos a serem utilizados nos testes. Ao final de cada teste, deixá-los todos limpos e em perfeitas condições operacionais.
2	Verificar a disponibilidade da quantidade, da granulometria e da umidade da amostra, para o caso de testes com amostras secas.
3	Preparar a amostra para o teste. No caso de amostra seca, procede-se à secagem total, desagregação total e quarteamento da mesma em frações adequadas a cada teste.
4	Conferir se todos os equipamentos a serem utilizados estão em bom estado de conservação, inclusive aqueles com partes móveis, verificando se elas estão devidamente lubrificadas.
5	Verificar se a correia está limpa, não danificada e esticada o suficiente para o ensaio. O operador deve conferir se o esticador da correia está em condições de uso.
6	Confirmar o estado de funcionamento do alimentador vibratório. O operador deve ficar atento para a distribuição ajustável do material sobre a correia, o qual deve estar distribuído de forma homogênea sobre a correia. O alimentador responde também pela eficiência da separação.
7	Providenciar um cronômetro para medida dos intervalos de tempo de operação, amostragens e outros.
8	Disponibilizar recipientes devidamente limpos e adequados à coleta de amostras e outros.
9	Averiguar se todos os dispositivos de controle do equipamento estão funcionando adequadamente.
10	Verificar a posição das calhas coletoras para direcionar as frações magnéticas aos seus próprios recipientes, ou seja, separadamente.

Separadores de Correias Cruzadas

O separador, conforme ilustrado no desenho esquemático da Figura 2, consiste de um transportador de correia plana (correia principal), que passa

entre os pólos paralelos de dois eletroímãs, e outro transportador de correia plana, perpendicular à principal (correia secundária). A correia secundária passa sobre a superfície do pólo superior com a área menor em relação a do pólo inferior, proporcionando a convergência do campo. Entre as duas superfícies existe também um vão livre, separando as duas correias por uma distância da ordem de 10 mm, na região de maior intensidade de campo, por onde passa o material. O equipamento, que opera a seco com intensidade de campo até 1 T, possui um índice elevado de seletividade, e sua faixa granulométrica de aplicação está compreendida entre 1,65 mm e 104 μm .

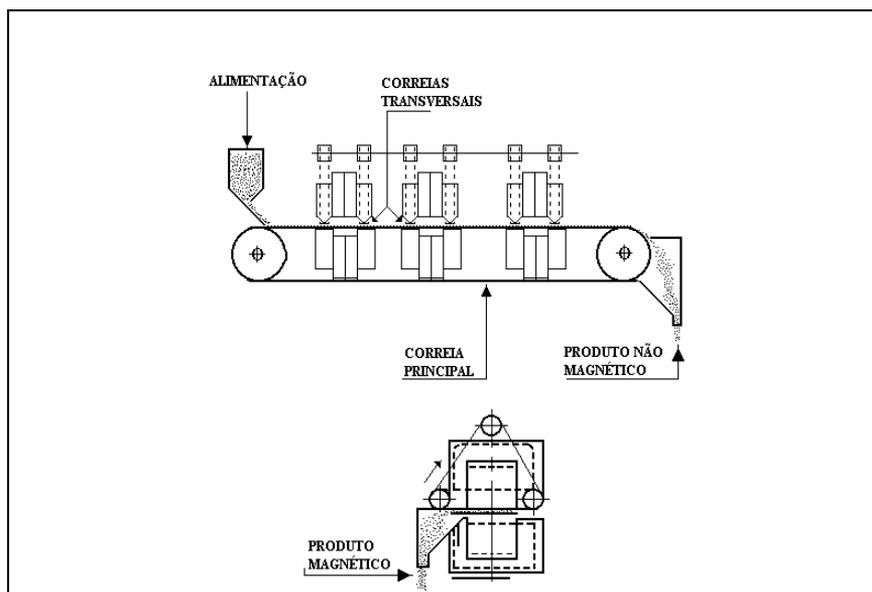


Figura 2 – Diagrama esquemático de um separador magnético de correias cruzadas de três estágios.

Os estágios são operados independentemente, com exceção da correia principal. Dessa forma, a abertura do vão livre e a velocidade da correia secundária são independentes.

Os equipamentos são disponibilizados em vários modelos, desde os simples, apenas com um estágio, até os equipamentos com estágios múltiplos, ou seja, que permitem vários estágios de separação em um mesmo equipamento (Figura 2).

A alimentação é feita sobre a correia principal de modo a formar, preferencialmente, uma monocamada sobre a mesma. A taxa de alimentação (kg/h) é uma variável importante do processo, associada à velocidade da correia. Ambas respondem pela seletividade do processo e devem ser otimizadas durante os estudos em laboratório e/ou escala piloto. Em geral, a rotação do rotor, que imprime a velocidade da correia, não deve ser superior a 150 rpm, faixa operacional que resulta em baixos valores para a recuperação.

O tamanho das partículas afeta a eficiência da separação. As partículas finas são desviadas do seu percurso normal por vibrações do equipamento e forças eletrostáticas, o que ocasiona perdas na recuperação mássica do processo. Esse fato ocorre com mais frequência nas operações com minérios, nas quais predomina a faixa granulométrica abaixo de 75 μm . Nesses casos, aconselha-se operar o equipamento com baixa velocidade do rotor.

Na prática, a abertura do vão livre determina a distância entre as correias que, em geral, deve ser 2,5 vezes maior que o tamanho da maior partícula.

A distância entre correias depende, entre outros fatores, da granulometria da alimentação e das características magnéticas do minério. Os separadores industriais operam na faixa granulométrica de 4 mm a 75 μm . Não são recomendadas operações com faixas granulométricas muito amplas.

O separador de correias cruzadas favorece a obtenção de vários produtos com aumento do campo magnético. Desta feita, o primeiro estágio gera um produto de minerais com maior susceptibilidade magnética, seguido de um gradiente decrescente, para os estágios seguintes.

Separadores de Rolos Induzidos

Os separadores de rolos induzidos são fabricados desde o modelo mais simples com um rotor, modelo preferido para uso em laboratórios, até os mais sofisticados com múltiplos rotores em série. A capacidade de alimentação varia caso a caso e é expressa em kg/h.m de largura do rotor, que, nas operações industriais, situa-se entre 2.000 a 3.000 kg/h.m.

Esses separadores são utilizados na remoção de impurezas contidas em concentrados do processamento mineral ou mesmo de outros produtos, como por exemplo, aquelas obtidas por processos químicos. Tais impurezas podem ser paramagnéticas ou magnéticas e, em geral, são removidas nos processos de purificação de concentrados de quartzo, feldspato, caulim, calcita, talco, entre outros. Os separadores podem prover um campo de até 2 T e gradiente elevado, quando o fluxo de linhas de indução converge na região compreendida entre os rolos e os pólos de indução. A Figura 3 ilustra um separador magnético de rolos induzidos, com seus componentes.

A seletividade do processo é obtida por meio dos ajustes da velocidade do rotor e do fluxo magnético na região de separação, além do posicionamento dos defletores de fluxo.

O fluxo de partículas, alimentado no topo do separador, deve ser bem centralizado por meio de um alimentador vibratório. As partículas passam pelo vão livre (*gap*), distância entre o eletroímã e o pólo, e são desviadas da sua rota normal pela ação do campo magnético. Obtém-se então uma fração magnética e outra não magnética. As partículas magnéticas são atraídas pelo rotor e coletadas como primeiro produto magnético. A fração não atraída pelo primeiro rotor segue para o segundo rotor do separador e assim sucessivamente para o rotor seguinte com maior intensidade de campo (Figura 3).

O vão livre entre os pólos e os rotores é ajustável, assim como os divisores de fluxos, os quais constituem mecanismos importantes na eficiência da separação. Valores típicos para a indução magnética sobre a superfície do rotor, em função do vão livre, são dados na Tabela 1.

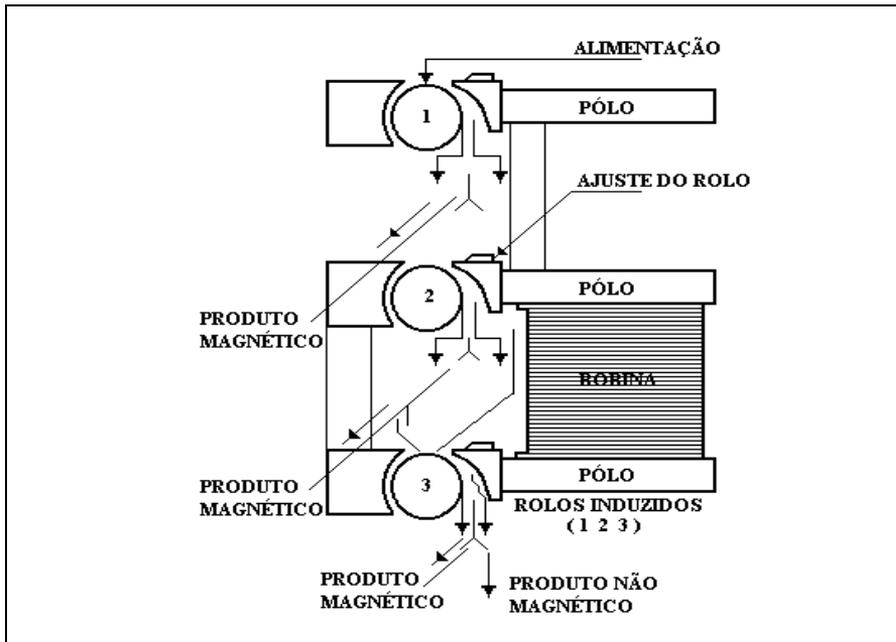
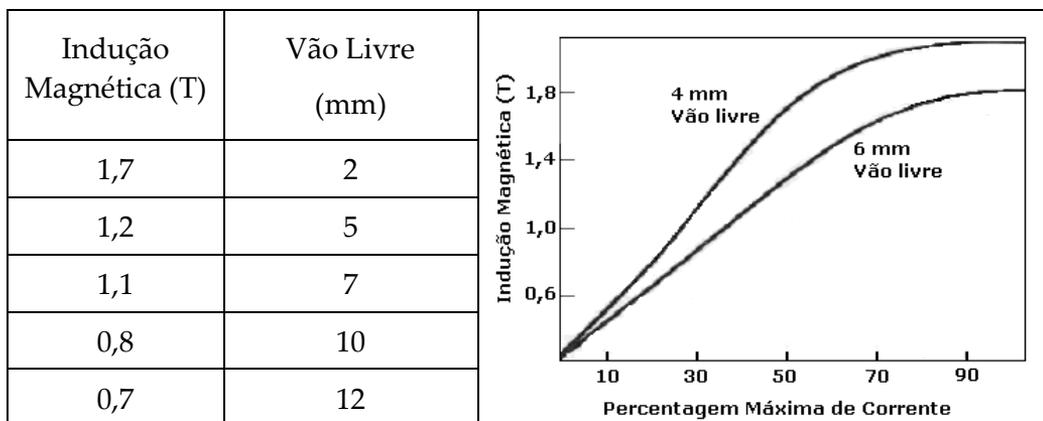


Figura 3 – Diagrama ilustrativo de um separador de rolos induzidos com três estágios de separação.

Tabela 1 – Relação entre a indução magnética, tamanho do vão livre e percentagem máxima de corrente.



É prática usual assegurar que cada rotor ou estágio da separação possua maior intensidade de campo magnético que o anterior. Isso pode ser feito por meio do ajuste adequado dos pólos, bem como pelo controle da corrente elétrica em cada bobina, a fim de que o menor vão livre (distância entre o pólo

e rotor) seja obtido de forma sucessiva para todos os estágios. Assim, o operador deve ajustá-lo, de tal forma que os valores maiores e menores correspondam, respectivamente, ao primeiro e último estágios da separação.

Em decorrência da distribuição granulométrica do minério na alimentação, torna-se difícil expressar a capacidade do equipamento em termos de massa (kg/h). O minério deve estar seco, liberado e a faixa granulométrica entre 2,0 mm e 100 μm , na qual se obtêm os melhores valores na eficiência da separação. Desse modo, recomenda-se o ajuste do vão livre em cerca de 1,5 vezes o tamanho médio das partículas.

A baixa capacidade por unidade e a estreita faixa granulométrica são as duas limitações técnicas para aplicações dos separadores de rolos induzidos. Tais limitações estão relacionadas à baixa flexibilidade de ajuste do vão livre para atender à necessidade da separação de um determinado fluxo de partículas. Entretanto, a abertura do vão livre deve ser suficiente para evitar a obstrução do mesmo pelas partículas maiores. Tal abertura reduz a indução magnética ou campo magnético e, portanto, limita a espessura da camada de partículas sobre o rotor. Finalmente, diminui, de forma significativa, a taxa de alimentação.

4. SEPARAÇÃO MAGNÉTICA A ÚMIDO

Emprega-se o processo a úmido em separadores de alta e baixa intensidades de campo, fabricados com ímãs permanentes ou eletroímãs. Aqueles fabricados com ímãs permanentes destacam-se na preferência dos usuários, em decorrência do menor custo de manutenção e/ou operação e são empregados na concentração de minerais ferromagnéticos. Os equipamentos com elevadas intensidades de campo são aplicados na separação de minerais paramagnéticos. Os dois tipos de separadores diferem, também, na forma de produção do campo e, principalmente, nas suas capacidades. Os equipamentos de baixa intensidade, em geral, possuem capacidades menores.

Separador de Tambor de Baixa Intensidade

Esses separadores são utilizados na separação de minerais ferromagnéticos, desde que as intensidades de campo desses equipamentos atinjam valores de até 0,2 T.

A operação consiste em introduzir a polpa de minério no tambor rotativo, por meio de um alimentador. As partículas magnéticas aderem ao tambor rotativo, no qual se encontra instalado o ímã, que pode ser permanente ou eletroímã. As partículas magnéticas são descartadas do circuito como produto magnético. As fotos da Figura 4 ilustram melhor a operação do equipamento.

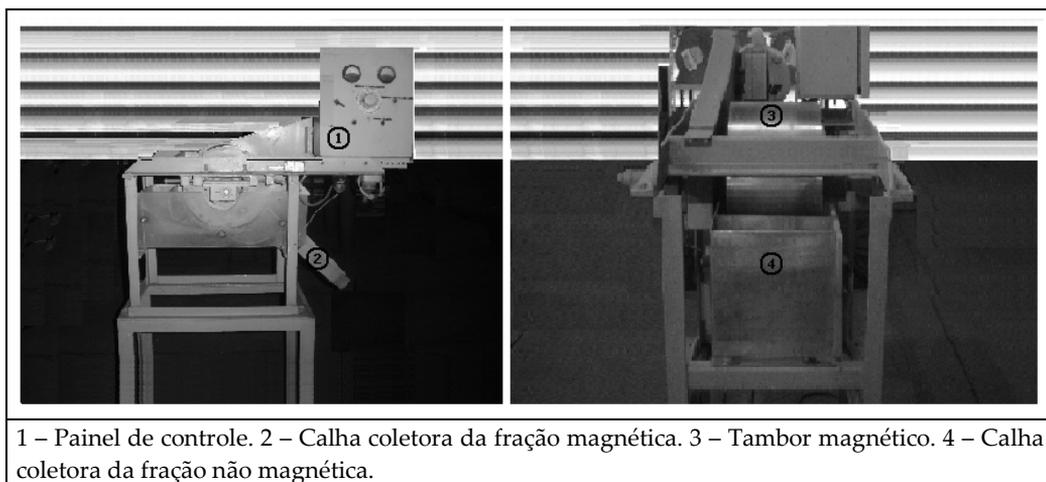


Figura 4 – Separador magnético de tambor de baixa intensidade existente no CETEM.

Separador Magnético a Úmido de Alta Intensidade para Laboratório

O uso da separação magnética, a úmido, de alta intensidade, eliminou a etapa de secagem da amostra, obrigatória no método de separação a seco, e ampliou a faixa granulométrica de aplicação da técnica para minérios com granulometria abaixo de 75 μm . Os estudos para aplicação deste método de separação podem ser feitos em laboratório, e em escala piloto. No último caso, os ensaios contínuos são conduzidos em um separador tipo Jones. Neste Capítulo são discutidos os ensaios com o separador tipo Jones, para laboratório.

O campo magnético do separador é produzido por eletroímãs, entre os quais situam-se as matrizes ferromagnéticas. Estas possuem, entre outras, a função de promover um elevado campo magnético por onde passa o minério,

cujas partículas paramagnéticas são capturadas nas próprias matrizes, por ação do campo magnético.

As matrizes são construída, em metal, com baixa magnetização e em várias formas. Para minério muito fino, como o caulim, utiliza-se lã de aço como matriz, cujas operações, em laboratório, proporcionam excelentes resultados. Devido ao sistema de matrizes e à grande eficiência da separação nas faixas granulométricas finas, o equipamento inclui vantagens significativas comparadas aos demais. A sua aplicação, devido à operação com alta intensidade, restringe-se, em geral, aos minerais paramagnéticos.

Quando se trata de minerais ferromagnéticos, o método encontra limitações. A remoção das partículas magnéticas captadas na matriz é dificultada em virtude da alta susceptibilidade magnética dos minerais, mesmo utilizando pressões de 40 a 50 psi, na água de lavagem (Sampaio e Luz, 2004).

Os separadores de laboratório tratam pequenas quantidades de material, em decorrência do tamanho da matriz. Contudo, são equipamentos práticos e versáteis, que proporcionam resultados qualitativos confiáveis a baixo custo. Tais resultados podem ser confirmados nos separadores contínuos em escala piloto. Assim, são obtidos os parâmetros e/ou variáveis necessários ao dimensionamento dos equipamentos industriais (Figura 5).

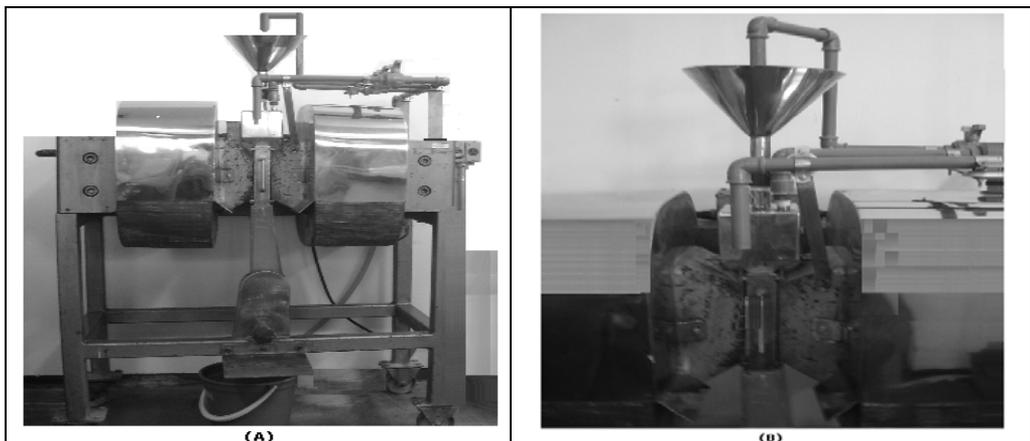


Figura 5 – Separador magnético a úmido de alta intensidade para uso em laboratório (CETEM/MCT).

Na Figura 6 consta o desenho esquemático de um separador magnético tipo Jones usado em operação de laboratório. Um elevado campo magnético é aplicado nas matrizes situadas na caixa 12. As matrizes são sulcadas com várias extremidades ou pontas, favorecendo a existência de um elevado gradiente de campo, entre as mesmas.

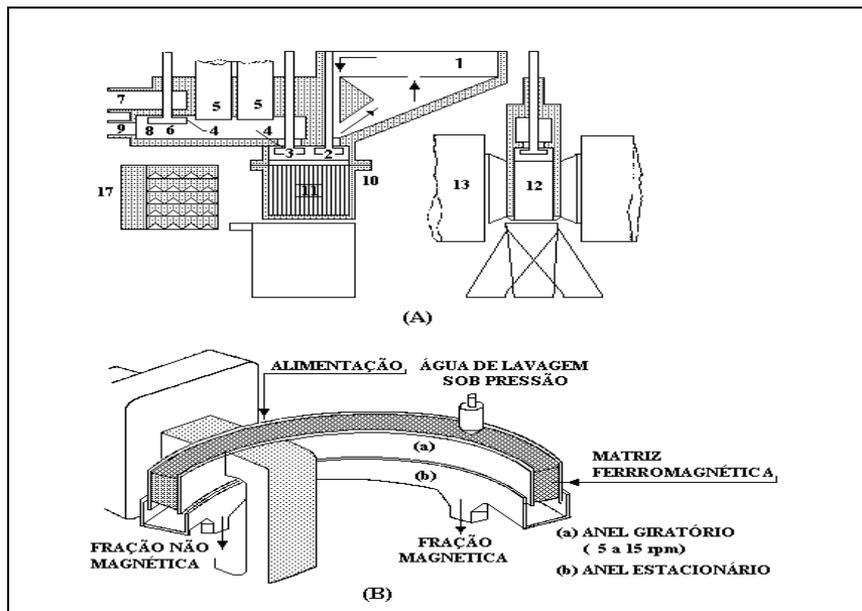


Figura 6 – Diagrama esquemático dos separadores a úmido de alta intensidade para laboratório (A) e de carrossel (B) para circuito contínuo.

A primeira etapa da operação consiste em escolher a matriz, ligar o equipamento e adicionar a amostra no tanque de alimentação (1). Em seguida, abre-se a válvula (2) com a polpa em agitação e, por gravidade, alimenta-se o separador exatamente na matriz ferromagnética (MF) até esvaziar o tanque de alimentação. A quantidade de amostra, não superior a 200 g, e a percentagem de sólidos na polpa são variáveis. Cabe ao operador otimizar o processo durante os ensaios.

Na segunda etapa da operação, as partículas capturadas na matriz são lavadas por um fluxo de água com baixa pressão, segundo o percurso 9 e 3. Durante a operação, os dois pistões hidráulicos (5) são acionados, um após o outro. O procedimento permite regular e otimizar o tempo e a pressão da água de lavagem, que são variáveis importantes no processo e estão ligadas a outros fatores, como a susceptibilidade magnética dos minerais. Nessa operação de lavagem coleta-se a fração magnética, que deve ser secada, pesada e enviada para realização de análise química, cujo resultado é essencial à realização dos balanços de massa e metalúrgico.

Na terceira e última fase da operação, o campo magnético é desligado e a matriz é deslocada para a posição de lavagem do concentrado. Utiliza-se um fluxo de água, segundo o percurso 6 e 3 da Figura 6. A pressão (psi) e a vazão (L/h) desse fluxo de água são variáveis de processo e, portanto, devem ser otimizadas e registradas pelo operador. A pressão utilizada situa-se na faixa de 40 a 50 psi, permitindo a coleta do concentrado magnético.

Na Tabela 2 constam as condições operacionais de testes em separadores Jones para laboratório e piloto, inclusive os resultados obtidos nos ensaios.

Tabela 2 – Condições operacionais e resultados obtidos nos ensaios com separadores de magnéticos BOXMAG RAPID e Separador Jones tipo carrossel.

Ensaio com Separador BOXMAG RAPID							
Condições Operacionais do Ensaio							
Quantidade de amostra	70 g						
Granulometria da amostra	- 0,8 mm e +53 µm						
Percentagem de sólidos na Alimentação	30%						
Dimensões matriz magnética	1,5 X 3,0 mm						
Água de lavagem dos mistos							
Registros do funil e da câmara	90°						
Tempo de lavagem dos mistos	15 s						
Amostra	CM (kGauss)	Corrente (A)	Magnéticos (%)			Misto	NM
			Peso	Fe	SiO ₂		
1	12	4,5	75,60	66,99	1,44	14,76	9,64
2	13	5,5	83,04	67,17	1,50	8,36	8,58
3	14	6,3	89,71	66,62	1,76	4,42	5,87
CM – Campo magnético; NM - Não magnético.							
Ensaio com Separador CF 5 Tipo Jones							
Condições Operacionais do Ensaio							
Granulometria da amostra	Abaixo de 0,8 mm						
Vazão da Alimentação	60,0 kg/h						
Percentagem de sólidos na alimentação do separado	30-40%						
Rotação do tambor do separador	1,5 rpm						
Intensidades de corrente	9; 10; e 11 A.						
Água de lavagem dos mistos	0,5 galão/min						
Pressão de entrada no ciclone	10 psi						
Pressão da água de lavagem do magnético	10 psi						
Produtos	Peso	Teor (%)		Distribuição (%)			
	(%)	Fe	SiO ₂	Fe	SiO ₂		
Magnético	55,13	67,73	2,84	58,10	28,20		
Misto	8,61	65,03	3,72	8,70	5,80		
Não magnético	31,96	59,54	10,40	29,60	59,90		
Overflow do hidrociclone	4,30	52,85	7,94	3,60	6,1		
Alimentação	100,00	63,26	4,48	-	-		

5. A SEPARAÇÃO ELETROSTÁTICA

O princípio da separação eletrostática baseia-se no fato de que os minerais de um determinado minério podem receber cargas superficiais, quando submetidos a um campo elétrico. Os minerais podem obter cargas positivas ou negativas, dependendo das condições de eletrização dos mesmos. Uma vez carregadas, as partículas minerais percorrem trajetórias distintas ao atravessarem uma determinada região do espaço, na qual há um campo elétrico. Este princípio é muito utilizado na separação de minerais.

Os equipamentos de separação são denominados, atualmente, de separadores eletrodinâmicos, entretanto o termo eletrostático ainda é comumente utilizado, pois os primeiros separadores eram de natureza puramente estática (Dutra, 2006). Os equipamentos modernos utilizam a energia elétrica em forma de fluxo iônico; por essas razões são denominados de eletrodinâmicos (Sampaio e Luz, 2004).

Todo mineral possui um determinado grau de condutividade. Dessa forma, um processo de separação eletrostática usará, como princípio, a diferença entre a condutividade elétrica ou cargas superficiais existentes nas diversas espécies mineralógicas a serem separadas (Venkatraman *et al.*, 2006).

Para que a separação ocorra, há a necessidade da existência de dois fatores elétricos:

- (i) a existência de carga elétrica superficial ou polarização induzida, para sofrer a influência do campo elétrico;
- (ii) um campo elétrico com intensidade suficiente para desviar uma partícula eletricamente carregada, quando se movimenta na região do espaço, na qual há um campo elétrico.

Quando partículas minerais estão sob a ação de um campo elétrico, elas podem acumular cargas elétricas. Isso dependerá diretamente da sua condutividade, densidade máxima de carga e área superficial (Venkatraman *et al.*, 2006). A partícula eletricamente carregada poderá ser separada, tanto por atração diferencial, quanto por repulsão ao campo elétrico. Dessa forma, é imprescindível que as mesmas sejam submetidas aos mecanismos de geração de cargas eletrostáticas e superficiais.

A eletrização por contato ou triboeletrização, indução condutiva e bombardeamento iônico são os mecanismos de eletrização mais utilizados no processamento mineral, cujos detalhes são encontrados em Sampaio e Luz (2004).

Uma vez carregadas, as partículas poderão ser submetidas ao processo eletrostático de separação, utilizando equipamentos das mais diversas configurações.

A separação eletrostática é aplicada na concentração de um pequeno grupo de minerais e, geralmente, é combinada com processos, como: separação gravítica e magnética. A separação gravítica é utilizada para remover contaminantes como sílica e produzir um concentrado de minerais. A separação magnética é utilizada para a separação dos diferentes minerais presentes no concentrado (Kelly e Spottiswood, 1982).

Alguns processos nos quais a separação eletrostática é tipicamente utilizada são citados a seguir (Lawver e Hopstock, 1985):

- (i) concentração de minerais, como ilmentita, rutilo, zircônio, apatita, asbestos, hematita, dentre outros;
- (ii) purificação de alimentos, especialmente na remoção de excrementos de grãos de cereais;
- (iii) recuperação de rejeitos reutilizáveis, como no caso da separação de fios de cobre do seu material isolante;
- (iv) classificação eletrostática por tamanho e forma das partículas.

Fatores de Influência no Processo de Separação Eletrostática

A energia eletrostática na superfície das partículas está relacionada à natureza das mesmas e às características do ambiente operacional. Dessa forma, as partículas devem possuir superfície livre de recobrimentos (lama, umidade e matéria orgânica), para que os fenômenos de superfície, pertinentes ao mecanismo de eletrização, possam ocorrer (Sampaio e Luz, 2004). O processo de separação eletrostática depende de vários fatores que influenciam diretamente na eficiência do mesmo, como alguns descritos a seguir:

Recobrimento das partículas – Estas deverão estar isentas de umidade, matéria orgânica e também de partículas muito finas (lama) na superfície. Algumas técnicas de limpeza são utilizadas, como a lavagem da superfície, atrição convencional e adição de produtos químicos. Um exemplo da importância do tratamento da superfície é o caso da hematita, com resistividade igual a $5 \times 10^{-8} \Omega\text{m}$ antes da deslamagem, que, após a remoção da lama, foi alterada para $2 \times 10^{-2} \Omega\text{m}$.

Temperatura da alimentação – Alguns minerais podem ter a sua condutividade elevada pelo aumento da temperatura. Desse modo, uma eficiência mais elevada no processo de separação é atingida nas operações realizadas a temperaturas elevadas. Um exemplo é o rutilo, cuja condutividade é mais elevada em temperaturas acima de 90°C .

Ambiente de separação – A superfície das partículas nem sempre é mantida livre de umidade. Não basta apenas secá-la antes da separação. É necessário manter as partículas em um ambiente isento de umidade, o que torna o processo operacionalmente complexo e oneroso. A umidade superficial reduz a eficiência de separação, com predominância nos separadores eletrostáticos comparados aos de alta tensão, sucede-se que estes últimos utilizam mecanismos de eletrização de partículas menos sensíveis a umidade.

Distribuição granulométrica da alimentação – Materiais com granulometria muito grossa não são recomendados na alimentação dos separadores eletrostáticos por diversas razões. Partículas grossas possuem menor superfície específica, conseqüentemente, menor carga superficial, o que proporciona a geração de uma força eletrostática menor do que o seu peso individual. Por essas e outros motivos são apropriadas ao processo em separadores eletrostáticos. Com isso, partículas grossas e condutoras são direcionadas à fração não condutora, reduzindo a eficiência do processo de separação.

Tipos de Separadores Eletrostáticos

Os mecanismos de eletrização das partículas respondem, de forma direta, pela natureza e configuração dos tipos de separadores. Entretanto, eles

mantêm em comum alguns componentes básicos, como sistema de alimentação e coleta dos produtos, campo elétrico externo, entre outros.

O campo elétrico ou potencial empregado varia com o tipo de equipamento, sendo mais usuais as faixas entre 10 e 100 kV para o potencial, e 4×10^4 e 3×10^6 V/m para o campo elétrico.

Aos mecanismos de eletrização das diferentes espécies mineralógicas contidas no minério, sucede-se à existência de dois tipos de separadores, ou seja:

- (i) os eletrodinâmicos, em que predomina ocorre o mecanismo de carregamento das partículas por meio de bombardeamento iônico;
- (ii) os eletrostáticos, que utilizam o mecanismo de atrito ou condução.

Os separadores eletrodinâmicos de alta tensão e os de placas condutoras são os mais utilizados na indústria e serão discutidos neste Capítulo.

Separadores Eletrodinâmicos

Conhecidos como separadores de alta tensão, esses equipamentos são constituídos de um tambor rotativo aterrado, eletrodos, escovas de limpeza e as diversas calhas de trajetórias diferenciadas das partículas.

Na Figura 7 consta uma representação esquemática do separador eletrodinâmico. A amostra contendo a mistura de minerais com diferentes condutividades elétricas é alimentada sobre a superfície do tambor (A) e logo recebe o bombardeamento iônico por meio do eletrodo de ionização (trecho B-C). O eletrodo funciona com corrente contínua, potencial na faixa de 50 kV e polarização negativa. As partículas minerais submetidas ao fluxo iônico são carregadas negativamente, devido ao intenso efeito corona (fenômeno luminoso que ocorre durante uma descarga elétrica), e permanecem aderidas à superfície do tambor até entrar no ambiente de ação do eletrodo estático (trecho C-D). Esse eletrodo estático tem a finalidade de reverter as cargas das partículas condutoras, por indução, fazendo com que estas se desprendam da superfície do tambor e modifiquem a sua trajetória inicial. Assim, são coletadas como material condutor.

A fração dielétrica, com carga negativa, permanece aderida à superfície do tambor e é removida com o auxílio da escova e do eletrodo de corrente alternada, que promove a eficiência do processo de limpeza.

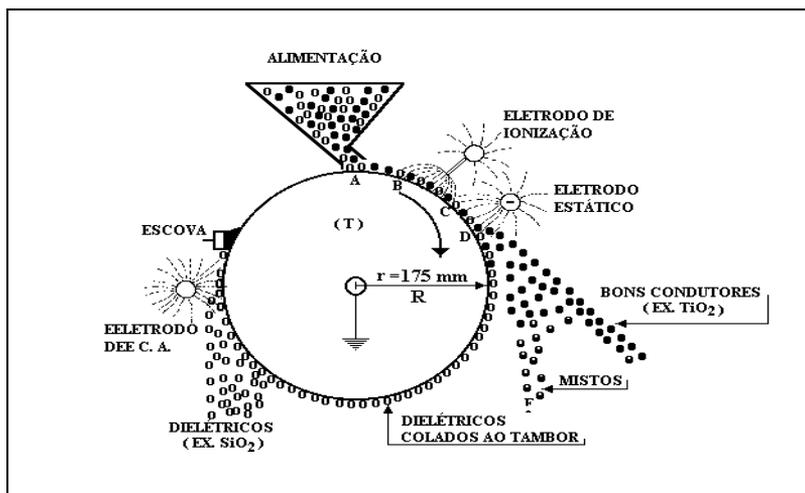


Figura 7 – Diagrama esquemático do separador eletrodinâmico de tambor ou de alta tensão.

Os separadores eletrodinâmicos são disponibilizados no mercado com diferentes diâmetros e comprimentos dos tambores. Dessa forma, são encontrados industrialmente equipamentos com diâmetros variando entre 150 e 240 mm e comprimento de até 3 m. A capacidade do separador é calculada em termos da alimentação que atravessa o tambor, por unidade de tempo e de comprimento deste, expressa em kg/h.m. Valores típicos de capacidade de separadores eletrodinâmicos são de 2.500 kg/h.m, para minério de ferro, e de 1.000 kg/h.m, para areia monazítica.

Separador de Placas Condutoras

A eletrização por contato é o mecanismo de carregamento de superfície utilizado com maior frequência na separação de duas espécies dielétricas. Exemplos de aplicação desse processo são a separação de feldspato-quartzo, quartzo-apatita e também halita-silvita, utilizando equipamentos que consistem de duas placas paralelas carregadas, uma com carga negativa e outra positiva, além de um elevado gradiente de campo elétrico entre elas.

Os separadores de placas condutoras operam com forças eletrostáticas de baixa intensidade, limitando a sua utilização a minérios com granulometria mais grossa (entre 200 e 2.000 μm). Deve-se atentar para a relação entre o diâmetro das partículas e a sua densidade, pois, à medida que a densidade da partícula aumenta, a ação do campo elétrico sobre esta partícula torna-se menor devido ao aumento da sua velocidade de queda. Quando as partículas são muito finas e tendem a aglomerar-se, a eficiência do processo de separação também é reduzida (Lawver *et al.*, 1986).

A Figura 8 ilustra um separador eletrostático de placas condutoras. O equipamento é constituído por duas placas, uma condutora (que pode ser uma tela) e outra que é um grande eletrodo. A alimentação, composta por uma mistura de minerais, é feita entre as placas, entre as quais fluem por gravidade as partículas dos minerais. Por essa razão, estes equipamentos são também conhecidos como separadores de queda livre. A eletrização das partículas se dá por indução, sobre a placa condutora, pela ação do campo elétrico, devido ao eletrodo. Assim, ocorre a transferência de elétrons dos minerais condutores através da placa (ou tela) tornando-os positivos. As partículas condutoras são atraídas pelo eletrodo, modificando a sua trajetória.

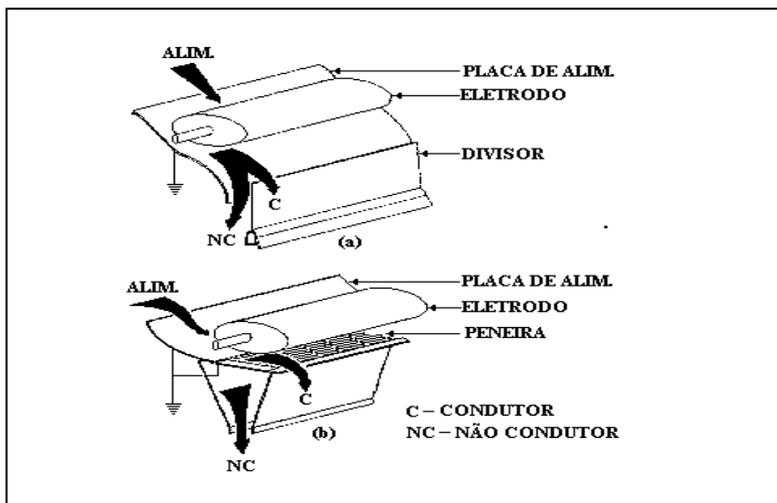


Figura 8 – Diagrama representativo dos separadores de placas condutoras.

A densidade máxima de carga elétrica que se pode ter no ar é de 27×10^{-6} C/m² (Lawver e Hopstock, 1985). Entretanto, os processos de carregamento da superfície ocorrem apenas na área exposta ao contato. Além da grande irregularidade na forma das partículas minerais, o valor efetivo de carregamento é, em média, de $1,4 \times 10^{-6}$ C/m².

Atualmente esses equipamentos são pouco utilizados, devido à maior capacidade e eficiência dos separadores eletrodinâmicos e do emprego, cada vez maior, do processo de flotação (Kelley e Spotswood, 1982; Sampaio e Luz, 2004).

Operação dos Separadores Eletrostáticos

A condução de ensaios de separação eletrostática, em laboratório, inicia-se com a necessidade do conhecimento das características granulométricas, químicas e mineralógicas do minério a ser tratado. Assim, destacam-se:

- (i) composição química e mineralógica do minério a ser tratado, inclusive a sua granulometria de liberação e propriedades elétricas das partículas;
- (ii) características superficiais das partículas, como existência de matéria orgânica, lama, que requerem pré-tratamentos para limpeza dessas superfícies;
- (iii) distribuição granulométrica e densidade da amostra, que indicarão o tipo mais adequado de separador a ser utilizado.

Essas informações poderão indicar o mecanismo de carregamento ou eletrização mais adequado à separação dos minerais da amostra, inclusive a seleção do separador eletrostático a ser utilizado.

Para a execução de um ensaio em separador eletrostático tipo tambor, de alta tensão, o operador deverá seguir algumas etapas experimentais, que serão explicitadas a seguir (Lawver *et al.*, 1986).

Escolha do tamanho do tambor – é função da granulometria do material a ser processado. Para materiais com granulometria grossa, acima de 6,35 mm (1/4”), aconselha-se o uso do tambor com diâmetro de 356 mm; materiais com

granulometria mais fina, na faixa de 0,07 a 1,0 mm, são melhor separados em tambores de 254 mm (10").

Velocidade de rotação do tambor – os valores mais usuais situam-se na faixa entre 80 a 200 rpm. Entretanto, para minérios muito finos indicam-se operações do equipamento com velocidades mais elevadas. Entretanto, a rotação ideal é objeto dos estudos em laboratório. Neste caso são estudados os efeitos de adesão das partículas ao tambor e da força centrípeta, no caso de minérios com granulometria grossa.

Alimentação do separador – o minério deve sempre ser alimentado no separador, de forma constante, com auxílio de um alimentador vibratório ou com parafuso sem fim. A taxa de alimentação depende do tipo de material e varia na faixa de 900 a 1800 kg/h.m. Portanto, a taxa de alimentação é objeto de estudo em laboratório, e aconselha-se, ao operador, iniciar as investigações com alimentações (kg/h) menores e, em seguida, proceder ao aumento da mesma, até atingir o valor ideal da vazão.

Tipo de eletrodo para eletrização das partículas – o eletrodo de feixe é utilizado para carregar todas as partículas da amostra e fazer com que as não condutoras permaneçam aderidas ao tambor. O eletrodo estático irá atrair as partículas condutoras, provocando o seu desprendimento da superfície do tambor. Dessa forma, a utilização de apenas um tipo de eletrodo ou da combinação dos dois dependerá da granulometria das partículas condutoras e não condutoras contidas no minério, conforme ilustrado no Quadro 2.

Quadro 2 – Tipo de eletrodo de eletrização em função do tamanho de partículas (Lawver *et al.*, 1996).

Tamanho de partícula		Tipo e quantidade de eletrodo
condutoras	Não condutoras	
Grossas	Grossas	2 – feixe
Grossas	Finas	1 – feixe
Finas	Grossas	1 – feixe 1 – estático
Finas	Finas	1 – feixe 1 – estático

O operador poderá variar a voltagem e a distância entre o eletrodo e a superfície do tambor, para otimizar a recuperação do concentrado.

No Quadro 3 estão os principais procedimentos, materiais e equipamentos que podem ser utilizados nos ensaios de laboratório. O operador poderá ampliá-los, de acordo com as necessidades pertinentes a cada caso.

Quadro 3 – Procedimentos, materiais e equipamentos utilizados nos testes de separação eletrostática em laboratório.

Itens	Discriminação
1	Providenciar a limpeza completa de todos os equipamentos a serem usados na realização dos experimentos.
2	Verificar se o alimentador vibratório e o separador eletrostático estão funcionando devidamente, isto é, todas as suas partes, inclusive a lubrificação dos mesmos.
3	Certificar-se de que a amostra está devidamente seca e as partículas livres de impurezas na superfície.
4	Iniciar o ensaio com baixos valores de taxa de alimentação da amostra; lembrar que estes valores deverão ser calculados em função do comprimento do tambor utilizado.
5	Verificar se o separador encontra-se em estado ideal de funcionamento.
6	Verificar se o ambiente encontra-se com umidade ideal para o ensaio, isto é, com baixas taxas de umidade.
7	Se necessário, regular a posição dos eletrodos em relação à superfície do tambor, para obtenção de melhores valores de recuperação do concentrado.
8	Ao término da alimentação, permanecer com o equipamento ligado até que todas as partículas não condutoras sejam removidas da superfície do tambor pela escova.
9	Desligar o equipamento e proceder à limpeza do mesmo para o próximo ensaio ou operador.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Dutra, R. Beneficiamento de minerais industriais. Anais do II Encontro de Engenharia e Tecnologia dos Campos Gerais, www.pg.cefetpr.br/ppgep/anais, 2006, 10p.
- Kelly, E. G. e Spottiswood, D. J. Introduction to mineral processing. New York: John Wiley & Sons, 1982, p.291-300.
- Lawver, J.E. e Hopstock, D.M. Electrostatic and Magnetic Separation. In: L.S. Weiss (Ed). SME Mineral Processing Handbook, vol 1., cap 6, 1985, p.1-48.
- Lawver, J. E.; Taylor, J.B. e Knoll, F.S. Laboratory testing for electrostatic concentration circuit design. In: Mular, A. and Anderson, M. A. (Ed.). Design and installation of concentration and dewatering circuits. SME, 1986, p.454-477.
- Sampaio, J. A. e Luz, A. B. Separação magnética e eletrostática. In: Luz, A. B.; Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). Tratamento de Minérios. 4ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p. 303-335.
- Venkatraman, P.; Knoll, F. S. e Lawver, J.E. Magnetic and electrostatic separation. In: Principles of Mineral Processing, Eds. Fursteneau, SME Editors, 2006, p. 221-244.
- Almeida, S. L. M. e Luz, A. B. Concentração magnética do minério de ferro de Lafaiete: ensaios em escala piloto. Relatório técnico do CTEM. Rio de Janeiro, 1980.

CAPÍTULO 19 – ENSAIOS EM CONCENTRADOR CENTRÍFUGO KNELSON 3”

Paulo Fernando Almeida Braga

Engenheiro Químico/UFRRJ, Mestre em

Engenharia Mineral/EPUSP

Pesquisador do CETEM/MCT

1. INTRODUÇÃO

A recuperação de minerais densos (ouro, prata, scheelita, cassiterita e outros) com granulometria abaixo de 75 μm , sempre foi um desafio para os tecnólogos da área mineral.

O surgimento dos concentradores centrífugos nos anos 80, utilizados na recuperação de ouro aluvionar, resultou para o setor mineral o início de uma nova fronteira tecnológica, dado ao alcance nunca antes atingido em termos de recuperação de minérios com granulometria fina por concentração gravítica. A Figura 1 mostra a faixa operacional usual dos equipamentos de concentração gravimétrica (Burt, 1984; Lins *et al.*, 1992).

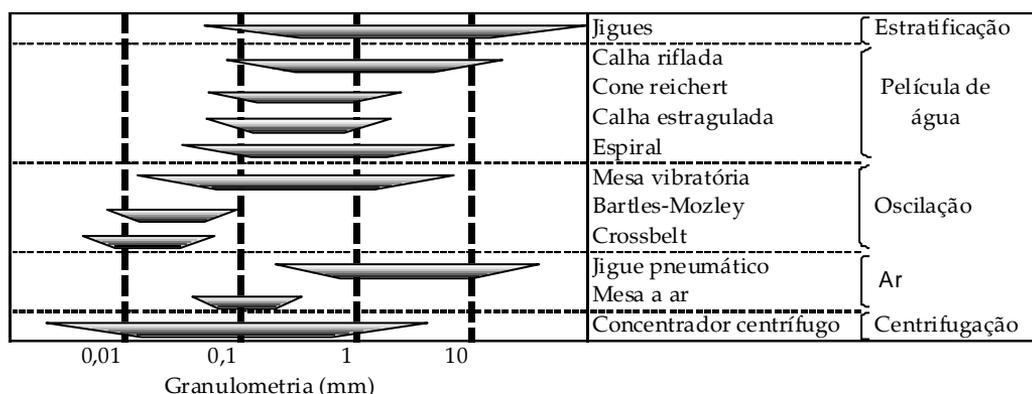


Figura 1 – Faixa operacional dos equipamentos de concentração gravítica.

Os concentradores centrífugos destacam-se dos outros equipamentos utilizados na concentração de minérios de granulometria fina por efetuarem uma separação com alta eficiência. Possuem elevada capacidade unitária de processamento, além de custos de operação e manutenção relativamente baixos. A elevada eficiência e as razões de enriquecimento obtidas com os concentradores centrífugos avançados permitem a redução do número de estágios de separação necessários e a simplificação do circuito de concentração (Sampaio e Tavares, 2005).

Neste Capítulo são discutidos os procedimentos básicos para os ensaios em escala piloto com o concentrador Knelson de 3".

2. CONCENTRADOR CENTRÍFUGO KNELSON 3"

O concentrador centrífugo Knelson (Figura 2) foi desenvolvido por Byron Knelson em British Columbia, Canadá, para separação de minerais densos. Em pouco tempo teve uma grande aceitação na indústria mineral, mais precisamente, na recuperação de ouro fino.



Figura 2 – Concentrador centrífugo Knelson 3" do CETEM.

O equipamento é uma centrífuga que gira em alta velocidade. Esta centrífuga é composta internamente por uma cesta perfurada, em forma de tronco de cone, com inclinação de 30° (Figura 3).

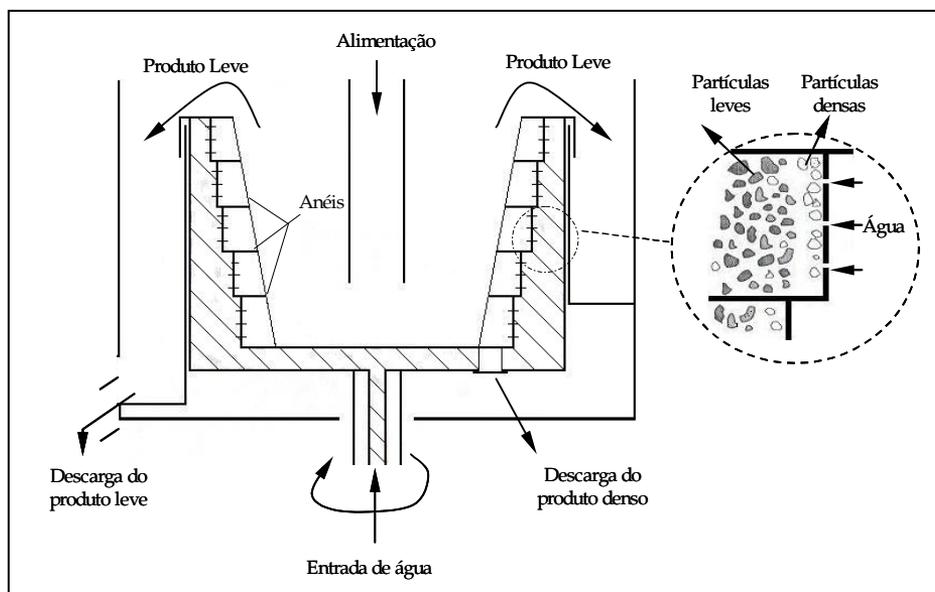


Figura 3 – Seção transversal do cone do concentrador centrífugo.

A alimentação é feita com a amostra sob forma de polpa (20 a 30% de sólidos) por um duto localizado na parte central da base do cesto. As partículas, ao atingirem a base do cone, são impulsionadas para as paredes laterais pela ação da força centrífuga gerada pela rotação de cone. Forma-se um leito de volume constante nos anéis, os quais retêm as partículas mais pesadas, à medida que as partículas mais leves são expulsas do leito e arrastadas por cima dos anéis para a área de descarga de rejeitos no topo do cone (Lins, *et al.*).

Especificação do Equipamento

Potência	1/6 HP
Peso	20 kg
Dimensões	50 x 40 x 60 cm
Capacidade de alimentação	65 kg/h
Granulometria de alimentação	< 2 mm
Polpa de alimentação	2 L/min
Água de contrapressão ou fluidização	13 L/min
Capacidade de concentrado	vol.: 62 mL; peso: 113 g

3. PROCEDIMENTO OPERACIONAL

Alimentação

A amostra deve estar previamente classificada em uma granulometria abaixo de 2 mm para alimentar o equipamento. Isto é feito com o auxílio de uma peneira (Figura 4) que acompanha o conjunto. Uma polpa com 30% de sólidos deve ser preparada para iniciar os testes de concentração centrífuga em concentrador Knelson 3".

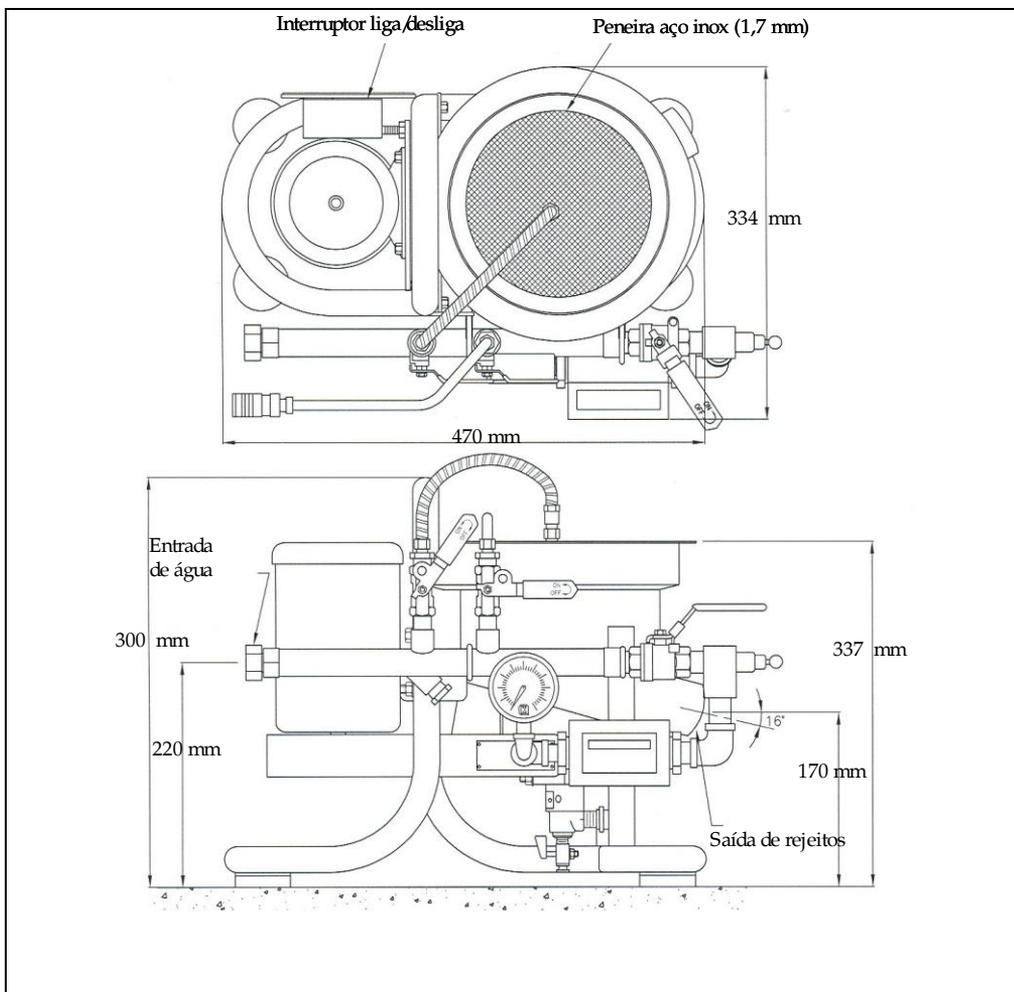


Figura 4 – Esquema do Concentrador Centrífugo Knelson: vistas superior e lateral.

Etapas Operacionais.

- (i) Abrir a água de contrapressão (fluidização) a uma pressão de aproximadamente 8 psi.
- (ii) Ligar o motor elétrico do equipamento.
- (iii) Iniciar a alimentação do concentrador Knelson 3".
- (iv) Depois de alimentar alguns quilogramas de material, parar a alimentação e verificar se houve aumento na pressão inicial. Caso não ocorra nenhum aumento na pressão inicial, significa que o volume de água injetado está excessivo e "soprando" o material para fora dos anéis. Neste caso, os próximos passos consistem inicialmente em reduzir a pressão para 1 psi e repetir os passos (iii) e (iv).
- (v) Continuar o procedimento do item (iv) até se atingir uma pressão ajustada, promovendo um incremento na mesma, depois da alimentação de alguns quilogramas de material. Quando isso ocorrer, o equipamento começará a armazenar concentrado, acumulando os mesmos nos anéis do cesto concentrador e criando alguma resistência para o fluxo de água. Essas condições operacionais situam-se próximas à pressão ótima de operação. Pode-se ajustar a pressão em 0,5 psi acima ou abaixo, de forma a encontrar o ajuste à operação. Na Tabela 1 resumem-se os dados necessários ao ajuste da pressão.

Tabela 1 – Ajuste da pressão de operação do concentrador centrífugo.

Granulometria (μm)	Pressão de Operação (psi)
74	1 - 2
300 - 74	2 - 4
1700 - 300	4 - 5

Nota: A densidade da ganga tem influência sobre a pressão da água de fluidização, isto é, quanto maior a densidade da ganga maior será o volume de água requerido para fluidização. Raramente se requer pressões superiores a 5 psi.

Procedimento de Parada

- (i) Reduzir a pressão à metade da pressão de operação e desligar o motor elétrico.
- (ii) Assim que o motor começar a perder velocidade, o operador deve iniciar o fechamento da válvula da água de fluidização. O fechamento total dessa válvula deverá coincidir com a parada do motor do equipamento. O operador deve estar atento para não permitir a entrada de água de fluidização após a parada do equipamento, pois poderá ocorrer perda de concentrado.
- (iii) Retirar a tampa de alimentação e travar o equipamento.
- (iv) Remover o anel de trava do cesto da centrífuga girando no sentido horário. Retirar o cesto com o concentrado.
- (v) Retirar o concentrado por meio de lavagem do cesto, em seguida, lavar e secar o concentrado.

Principais Causas das Perdas do Concentrado

Pressão muito baixa - o concentrado ficará compactado dentro dos anéis e ocorrerá queda de pressão e perda do mineral pesado no rejeito.

Pressão muito alta - o concentrado será ejetado para fora dos anéis do cesto, saindo no rejeito.

Correia deslizando - a força centrífuga não ocorrerá e o material será ejetado para fora dos anéis do cesto.

Material com granulometria superior a 1,6 mm (retido) – essa fração do material ficará retida na peneira do equipamento.

Material com granulometria inferior a 75 μm (passante) - o concentrador Knelson recuperará os minerais densos valiosos com granulometria fina, todavia a recuperação poderá diminuir para minérios com granulometria abaixo 74 μm .

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Sampaio, C. H. e Tavares, L. M. M. Beneficiamento Gravimétrico. Editora da UFRGS, 2005.

Burt, R. O. Gravity Concentration Methods. New York: Elsevier. Chap. 3 and 7. 1984.

Lins, F. F. et al. Concentrador Centrífugo: Revisão e aplicações potenciais. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 1982, (Série Tecnologia Mineral, vol.55).

KNELSON INTERNATIONAL SALES INC. Operating guidelines for the 3' Knelson concentrator, S.n.t.

CAPÍTULO 20 – ENSAIOS DE AMALGAMAÇÃO EM TAMBOR ROTATIVO

Paulo Fernando Almeida Braga

Engenheiro Químico/UFRRJ, Mestre em
Engenharia Mineral/EPUSP
Pesquisador do CETEM/MCT

Ramón Veras Veloso de Araújo (*in memoriam*)

Engenheiro de Minas/UFBA, Mestre em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ

1. INTRODUÇÃO

A amalgamação é um processo de concentração aplicado a minérios que contêm metais preciosos, como ouro e prata. O processo baseia-se na aderência preferencial desses metais com o mercúrio, quando em contato com água, ar e outros minerais, com a conseqüente formação de um composto intermetálico. Tal composto é conhecido como amálgama e sua formação está condicionada à limpeza da superfície do metal, consistência das gotas de mercúrio (evitar a dispersão) e efetividade do contato metal-mercúrio. Na prática, a formação desse amálgama em processos minerais contém de 30 a 50% de ouro e ponto de fusão superior a 360°C (Lins *et al.*, 1992).

O método de amalgamação é geralmente empregado em concentrados gravíticos provenientes de aluviões ou de minérios primários nos quais o ouro se encontra livre. Em áreas de garimpo, onde o ouro ocorre com granulometria em torno de 74 µm, o processo de amalgamação com mercúrio é um eficiente agente aglutinador do ouro liberado.

Neste Capítulo são discutidos os procedimentos básicos para os ensaios de amalgamação de ouro em tambor rotativo.

2. TAMBOR AMALGAMADOR

O tambor amalgamador é, normalmente, confeccionado em aço carbono, possuindo uma capacidade total de 150 L. O sistema é acionado por um motor elétrico de 2 hp e gira com velocidade em torno de 30 rpm (Figura 1) (Veiga, 1991).



Figura 1 – Tambor amalgamador, existente no CETEM, para amalgamação de ouro.

A principal vantagem desse equipamento em relação aos demais, tais como, placa amalgamadora, pote (*jack-pot*) e bateia, é que o concentrado aurífero e o mercúrio são colocados em um sistema fechado (reator), reduzindo as perdas de mercúrio a valores mínimos (Lins e Silva, 1987).

A operação de amalgamação é realizada em dois estágios. O primeiro é a amalgamação do material propriamente dito, feita no tambor amalgamador. O segundo é o descarregamento do tambor (despescagem), realizado numa calha riflada, conforme o desenho ilustrativo da Figura 2.

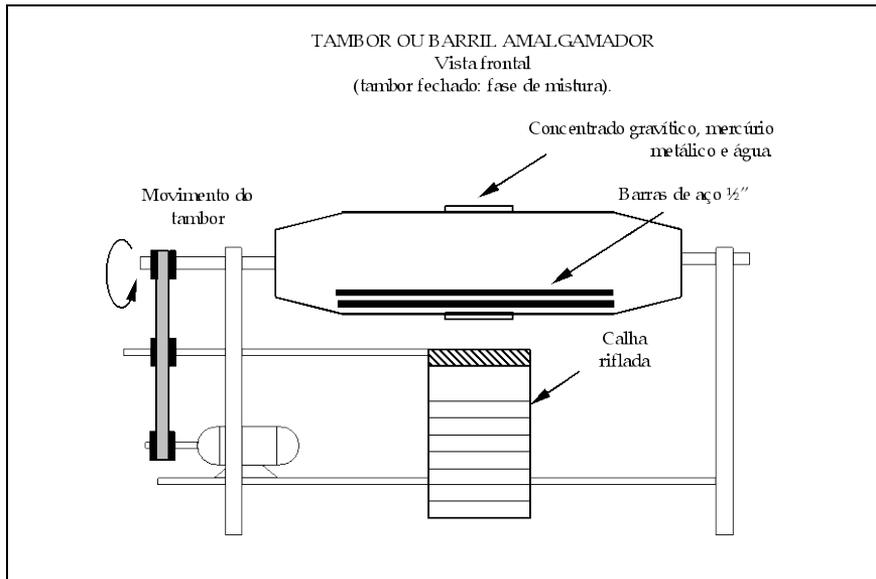


Figura 2 – Desenho ilustrativo do tambor amalgamador.

3. PROCEDIMENTOS OPERACIONAIS DE AMALGAMAÇÃO

O esquema operacional da amalgamação em tambor (barril) está ilustrado na Figura 3.

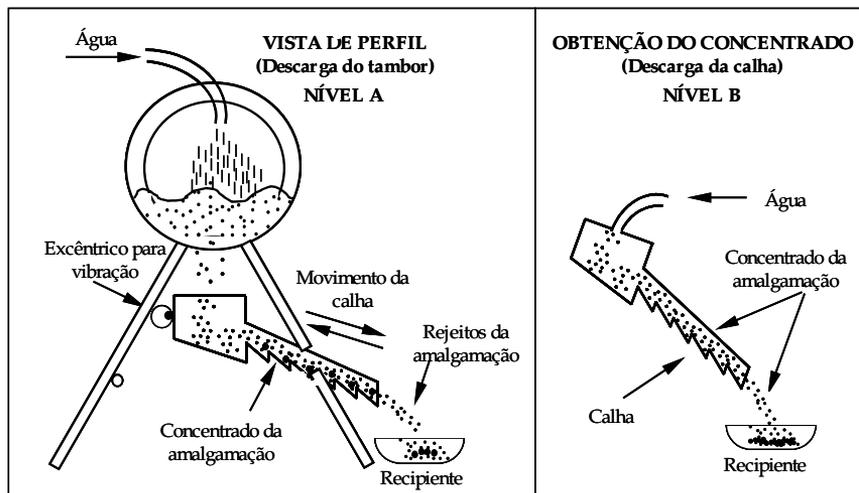


Figura 3 – Detalhes da operação de amalgamação em tambor rotativo.

Primeiro, deve-se ligar o motor do tambor amalgamador a uma rede elétrica de 220 V (trifásica), ou a um gerador elétrico de 220 V (trifásico) com cerca de 10 kVA. Em seguida, procedem-se as etapas descritas abaixo (Braga e Araújo, 1995).

- (i) Carregar o tambor amalgamador através do funil de carga, com 60 kg de concentrado (1/4 de um tambor de 200 L). Juntar a mesma quantidade de água (60 L), ou seja, manter sempre a mesma relação de concentrado e água.
- (ii) Para cada 30 kg de concentrado, adicionar 1 kg de mercúrio metálico. Colocar duas barras de aço com 12 mm de diâmetro, para desagregar o ouro contido, favorecendo a amalgamação.
- (iii) Adicionar um pouco de detergente ou soda cáustica para limpeza do concentrado.
- (iv) Fechar o tambor amalgamador e desconectar o acionamento da calha vibratória. A seguir, conectar o acionamento do tambor.
- (v) Ligar o tambor amalgamador por 2 h, tempo médio necessário à amalgamação. Esse tempo poderá ser modificado em função do teor do concentrado. Cabe ao pesquisador avaliar e implantar as alterações.
- (vi) Após 2 h desligar o motor elétrico e desconectar o acionamento do mesmo.
- (vii) Conectar o acionamento da calha vibratória de descarga e ligar o motor elétrico.
- (viii) Girar manualmente o tambor até a posição de descarga e verter lentamente o concentrado amalgamado sobre a calha riflada. O ouro amalgamado ficará retido nas taliscas da calha riflada, nível "A", e o rejeito de amalgamação será carregado para a caixa de limpeza (Figura 3).
- (ix) Com o auxílio de um jato d'água descarregar o material remanescente no tambor.

- (x) Baixar a calha vibratória para o nível “B” e descarregar o amálgama retido nos rifles, com jato d’água, para a bateia (Figura 4b).
- (xi) Batear o amálgama (ouro/mercúrio) na caixa de limpeza, para a retirada de partículas grossas (Figura 4).
- (xii) Filtrar o excesso de mercúrio por prensagem em seringa ou pano, como meio filtrante, recolhendo o mercúrio para posterior utilização (Figura 5).
- (xiii) Tratar o amálgama obtido, no item anterior, com fermento, (bicarbonato de sódio - NaHCO_3) para purificação do ouro contido, eliminando sais voláteis de arsênio, antimônio e bismuto. Tal tratamento só é necessário para ouro obtido de filões. Em ouro de aluviões, sempre de maior pureza, esse tratamento não é necessário.
- (xiv) Acondicionar o amálgama para a etapa de retortagem.

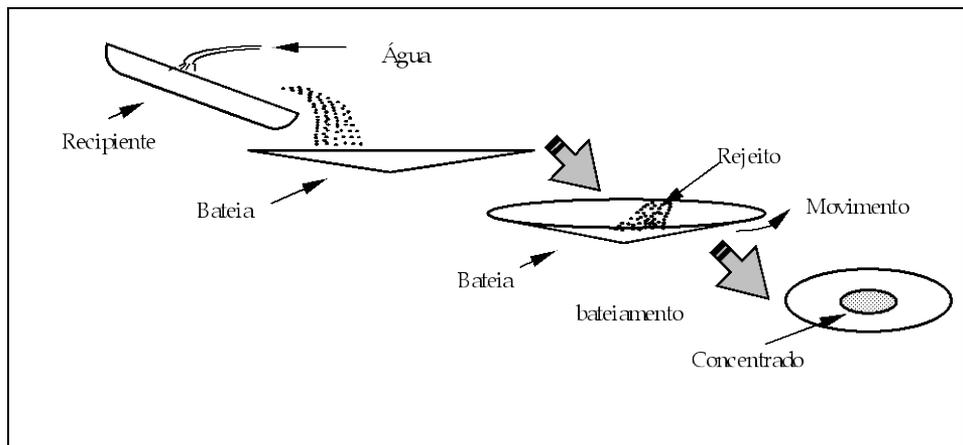


Figura 4 – Operações de limpeza do concentrado amalgamado.

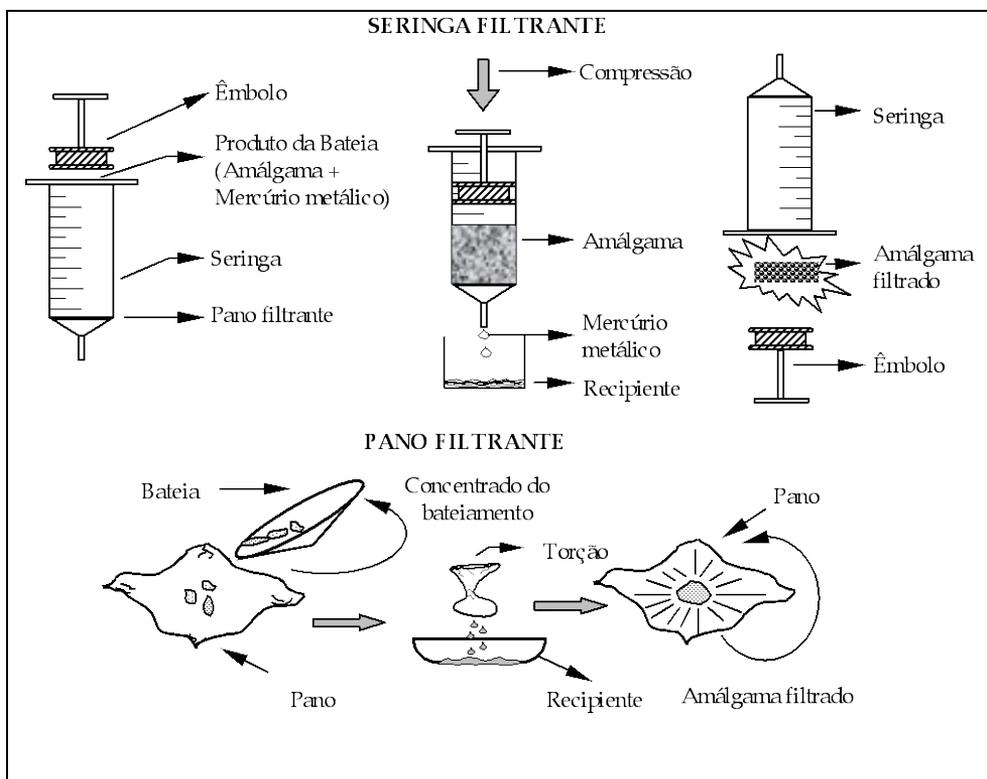


Figura 5 – Operações de limpeza do amálgama no processo de amalgamação e recuperação do mercúrio.

4. FATORES QUE INFLUENCIAM NA AMALGAMAÇÃO

O processo de amalgamação provê melhor recuperação das partículas de ouro com granulometria acima de 74 μm . Isto é, o ouro liberado nessa granulometria tem um contato mais efetivo com o mercúrio.

Substâncias insolúveis, como alguns sulfetos minerais, óleos e outros contaminantes orgânicos, que podem recobrir as partículas de ouro e as gotas de mercúrio, comprometem o processo de amalgamação de forma significativa. O uso de um pouco de soda cáustica ou detergente contornam essas dificuldades com bastante eficiência (Souza e Lins, 1989).

A falta de liberação das partículas de ouro também dificulta a amalgamação, devido à moagem insuficiente do minério, que resulta em partículas de ouro inclusas em outros minerais ou parcialmente liberadas.

Argilas, talco ou grafita, que aderem à superfície das gotas de mercúrio, promovem a baixa eficiência do processo. Essa dificuldade pode ser eliminada com a deslamagem ou lavagem do concentrado antes da adição do mercúrio.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Braga, P. F. A.; Araújo, R. V. V. Fase III: Amalgamação e Queima de Mercúrio; A&Q – DNPM, Série Difusão Tecnológica, nº 2, 1995.
- Lins, F. F. *et al.* Aspectos Diversos da Garimpagem de Ouro. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 1992 (Série Tecnologia Mineral, nº 55).
- Lins, F. F.; Silva, L. A. Aspectos do Beneficiamento de Ouro Aluvionar. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 1987. (Série Tecnologia Mineral, nº 41).
- Souza, V. P.; Lins, F. F. Recuperação do Ouro por Amalgamação e Cianetação: Problemas Ambientais e Possíveis Alternativas. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 1989. (Série Tecnologia Mineral nº 44).
- Veiga, M. M. *et al.* Poconé: um Campo de Estudos do Impacto Ambiental do Garimpo. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 1991. (Série Tecnologia Ambiental nº 01).

CAPÍTULO 21 – ENSAIOS DE RETORTAGEM – DESTILAÇÃO DE MERCÚRIO

Paulo Fernando Almeida Braga

Engenheiro Químico/UFRRJ, Mestre em
Engenharia Mineral/EPUSP
Pesquisador do CETEM/MCT

Ramón Veras Veloso de Araújo (*in memoriam*)

Engenheiro de Minas/UFBA, Mestre em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ

1. INTRODUÇÃO

O termo amálgama utilizado neste Capítulo reporta-se a uma liga sólida de ouro e mercúrio, sendo o teor de ouro normalmente de 30 a 50%. A retortagem do amálgama, ou pirólise do mercúrio, é a ação comumente empregada para separar o ouro do mercúrio, utilizando-se uma retorta para tal fim.

A maior parte do mercúrio que atinge a Região Amazônica é liberada durante a queima do amálgama Au/Hg. Estima-se que 55 a 65% do fluxo total do mercúrio seja oriundo do processo de pirólise do amálgama. Acredita-se que uma área garimpeira onde se queima mercúrio, ao ar livre, estará espalhando uma tonelada de mercúrio, para cada tonelada de ouro produzido.

A eficiência do processo de pirólise do mercúrio em amálgamas (Au/Hg) está diretamente ligada à qualidade da retorta utilizada. Retortas (Figura 1) com um bom sistema de vedação, boa refrigeração e um queimador intenso contribuem sobremaneira para o sucesso da operação.



Figura 1 – Retorta do CETEM (RETORCET) utilizada para retortagem de amálgama de ouro e mercúrio.

Uma observação importante sobre o processo de pirólise está ligada à intensidade da chama, que deverá ser moderada no início do processo e intensa no final. A destilação do mercúrio situa-se num período de tempo de 20 a 30 min.

Neste Capítulo são discutidos os procedimentos operacionais para os ensaios de retortagem ou destilação do mercúrio.

2. RETORTA CETEM – RETORCET

A retorta desenvolvida no CETEM (RETORCET) é um equipamento valioso para o pequeno minerador e também para testes de laboratório, pois proporciona uma recuperação total do ouro amalgamado e do mercúrio utilizado no processo. Dessa forma, evita-se a emissão do mercúrio volatilizado para a atmosfera e protege-se a saúde do garimpeiro ou do operador.

A RETORCET foi testada diversas vezes em laboratório e no campo, sendo sua eficiência na recuperação do mercúrio avaliada em 97%.

O estojo completo para utilização no campo, normalmente, é constituído das seguintes peças: retorta, maleta de madeira, bico queimador, frasco coletor, suporte, braçadeiras, mangueira e válvula. Na Figura 2 consta o desenho esquemático da retorta CETEM.

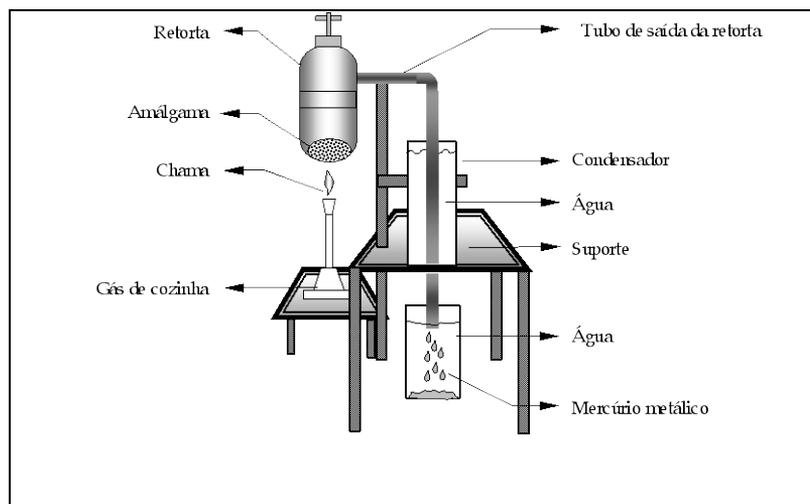


Figura 2 – Desenho ilustrativo da retorta do CETEM (RETORCET).

3. PROCEDIMENTO OPERACIONAL DE RETORTAGEM

A retortagem é uma operação muito simples, porém exige cuidado operacional especiais para que se obtenham os resultados desejados. Os passos seguintes orientam, de forma detalhada, a operação da RETORCET, com a finalidade de recuperar ambos, o ouro e o mercúrio, contidos no amálgama, conforme detalhes ilustrados na Figura 3.

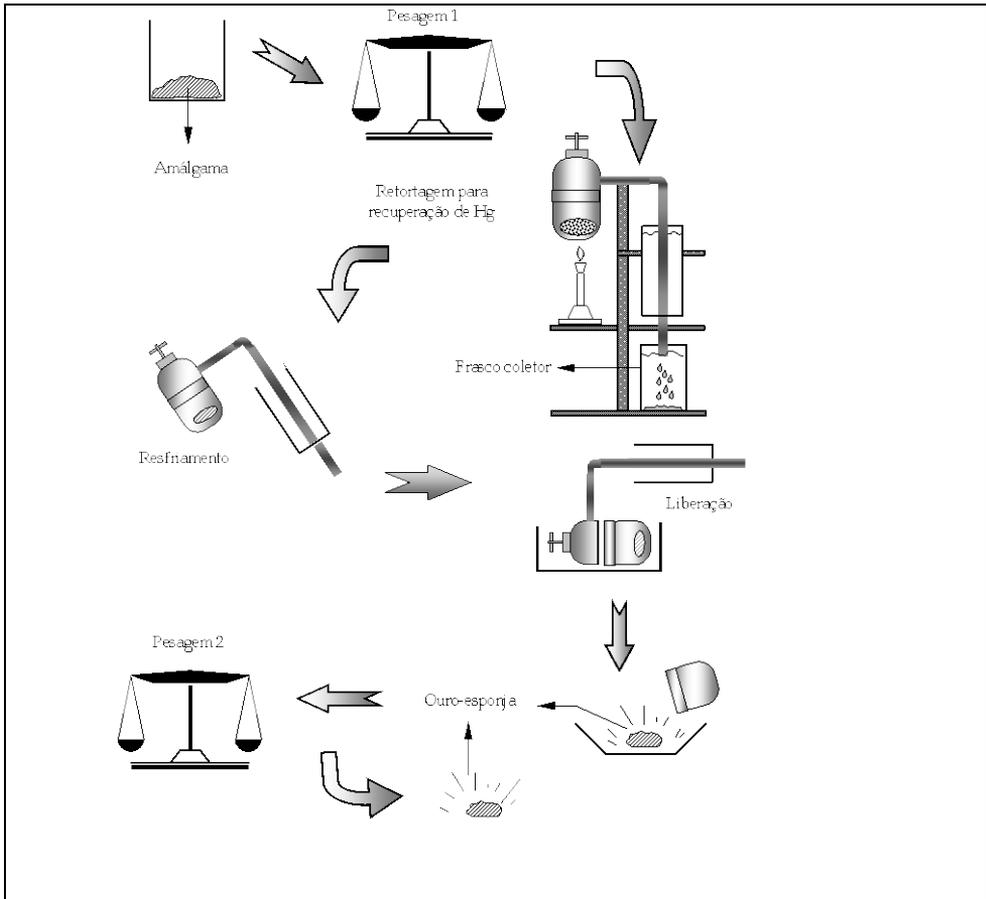


Figura 3 – Seqüência das operações de destilação de mercúrio em retortas.

- A limpeza da retorta é fundamental para o bom funcionamento do equipamento. Sempre antes do manuseio, deve-se lavar o seu interior com água e, em seguida, esfregar um pouco de areia fina e enxaguar o equipamento.

- (ii) Montar firmemente a base da retorta.
- (iii) Pesar o amálgama (pesagem 1) antes da retortagem.
- (iv) Colocar no fundo da retorta um pedaço de papel para evitar que o ouro, após a queima do amálgama, fique preso às paredes da retorta.
- (v) Fechar bem a retorta para que não haja vazamento, colocá-la em sua base e adicionar água ao condensador.
- (vi) Adicionar água no frasco coletor que irá recolher o mercúrio destilado através de tubo lateral da retorta. O nível de água deve cobrir a saída deste tubo, para que o mercúrio seja totalmente recuperado.
- (vii) Iniciar a queima com uma chama de intensidade moderada. Quando começar a gotejar o mercúrio destilado no copo, deve-se aumentar a chama gradativamente até que todo mercúrio seja recuperado.
- (viii) Desligar o aquecimento.
- (ix) O mercúrio recuperado deve ser guardado em frasco fechado sob pequena lâmina d'água, para reutilizá-lo posteriormente, na etapa de amalgamação. Esse processo de retortagem possui a vantagem do reuso do mercúrio.
- (x) Deixar a retorta resfriar naturalmente em local bem ventilado. Evitar o contato do equipamento com água, antes do seu resfriamento, para não danificar o equipamento em decorrência do choque térmico.
- (xi) Abrir a retorta e retirar o ouro esponja.
- (xii) Ao final do ensaio, lavar todos os equipamentos utilizados, deixando-os em condições de uso para os próximos ensaios.

4. CUIDADOS ESPECIAIS NO USO DO MERCÚRIO

Para que se evite a contaminação com o mercúrio, algumas recomendações devem ser seguidas, a saber:

- (i) nunca realizar a retortagem em equipamento rudimentar, sempre utilizar técnicas e retortas adequadas e em ambiente ventilado;
- (ii) guardar o mercúrio sob camada de água e em recipiente fechado;
- (iii) quando ocorrer derramamento de mercúrio, retirar todo o material e lavar a área com bastante água;
- (iv) usar EPI adequados ao manuseio de mercúrio;
- (v) lavar bem as mãos após a realização dos ensaios, bem como antes das refeições, as quais sempre devem ser realizadas em ambientes ausentes de mercúrio;
- (vi) não fumar em ambientes onde possa existir mercúrio metálico ou seus vapores;
- (vii) periodicamente, o operador deverá submeter-se a exames médicos e dentários, para avaliar o índice de mercúrio no seu organismo.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Braga, P. F. A.; Araújo, R. V. V., Fase III: Amalgamação e Queima de Mercúrio. A&Q – DNPM, 1995. (Série Difusão Tecnológica, nº 2).
- Lins, F. F.; Silva, L. A., Aspectos do Beneficiamento de Ouro Aluvionar. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 1987. (Série Tecnologia Mineral nº 41).
- Lins, F. F. *et al.* Aspectos Diversos da Garimpagem de Ouro. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 1992. (Série Tecnologia Mineral nº 54).
- Souza, V. P.; Lins, F. F. Recuperação do Ouro por Amalgamação e Cianetação: Problemas Ambientais e Possíveis Alternativas. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 1989. (Série Tecnologia Mineral nº 44).
- Veiga, M. M. *et al.* Poconé: Um Campo de Estudos do Impacto Ambiental do Garimpo. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 1991. (Série Tecnologia Mineral nº 01).

Agradecimento: Engenheiro Rui de Góes Casqueira pela revisão e digitalização do presente Capítulo.



PARTE V AGLOMERAÇÃO



CAPÍTULO 22 – ENSAIOS CONTÍNUOS DE BRIQUETAGEM EM BANCADA E PILOTO

João Alves Sampaio

Engenheiro de Minas/UFPE, Mestre e Doutor em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Tecnologista Sênior do CETEM/MCT

Lauro Santos Norbert Costa

Engenheiro Metalúrgico/PUC-Rio, Mestre em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Pesquisador do CETEM/MCT

Marcelo Corrêa de Andrade

Químico/UNIGRANRIO-Rio, Mestre em
Processos Químicos e Bioquímicos/Escola de Química-UFRJ
Técnico Químico do CETEM/MCT

1. INTRODUÇÃO

O processo de briquetagem teve início em 1848, nos EUA, quando foi concedida uma patente a William Easby intitulada “Um método de conversão de carvão moído”. Com esta primeira patente e a crescente necessidade de recuperar partículas finas oriundas de processos de beneficiamento ou de resíduos, foram desenvolvidas as tecnologias de aglomeração. Aglomeração é o termo geral empregado para designar algumas operações aplicadas a materiais de granulação fina para transformá-los em corpos, ou fragmentos coesos, por meio de mecanismos físicos e/ou químicos, conferindo-lhes tamanho e forma adequados a seu uso.

Nas áreas de mineração e metalúrgica, o termo aglomeração designa operações aplicadas aos minérios e/ou concentrados de operações unitárias prévias, de granulação fina, transformando-os em aglomerados.

O conceito de fração fina na indústria de processamento mineral depende do tipo de processo. Assim sendo, no beneficiamento convencional do carvão, as partículas com tamanho inferior a 0,6 mm são consideradas finas. Já no beneficiamento de minério de ferro, as frações finas são inferiores a 20 µm. Não se pode, portanto, generalizar o conceito de fração fina, sem considerar o processo de beneficiamento, a aplicação do produto final, dentre outros.

Os três principais processos de aglomeração de finos usados nos setores mineiro e metalúrgico são a pelotização, a sinterização e a briquetagem, cujos produtos são, respectivamente, a pelota, o *sínter* e o briquete. A pelotização é o processo indicado para aglomeração de finos de minério, em particular, concentrados de ferro. A sinterização é um processo de aglomeração mais utilizada nas usinas siderúrgicas integradas. Associada à briquetagem de finos de carvão mineral, estão as aplicações clássicas desses processos.

Neste Capítulo são discutidos os princípios básicos da briquetagem, em especial com aglomerante. É feita ainda uma descrição sucinta de um equipamento de briquetagem, inclusive os seus procedimentos operacionais desse equipamento.

2. PRINCÍPIOS DE OPERAÇÃO NA BRIQUETAGEM

A briquetagem consiste na aglomeração de partículas finas por meio de pressão, com auxílio ou não de aglomerante, permitindo a obtenção de um produto compacto. A redução do volume do material, em alguns casos, e as resistências mecânicas ao impacto permitem que materiais originalmente finos possam ser transportados e armazenados de forma mais econômica (Komarek, 1991).

A briquetagem é feita com aglutinantes quando o material a ser aglomerado não possui resistência à compressão e ao impacto, após ser compactado. As pressões empregadas são normalmente baixas para evitar uma nova fragmentação das partículas. Quando a briquetagem é feita sem aglutinante, seu sucesso depende da forma como a coesão ou deformação plástica das partículas finas ocorreu, no momento de sua geração. As forças responsáveis, nestes casos, pela coesão das partículas após a compactação devem apenas assegurar que a distância entre os cristais torne-se a menor possível. É comum, no entanto, a utilização de lubrificantes, como água, grafite e outros para reduzir atritos na operação (Carvalho; Brinck, 2004; Komarek, 1991).

A briquetagem a quente é utilizada quando os finos a serem aglomerados possuem resistência mecânica elevada. Para não aumentar muito a pressão na compactação, esta deve ocorrer no regime plástico do material. Finos de minério de ferro e cinzas de altos-fornos (*black ash*) são briquetados a 1.000°C. O limite superior da temperatura de briquetagem, a quente, é definido pela temperatura capaz de fundir as partículas em conjunto. Deve ser acrescentado que o sucesso da briquetagem, a quente, depende muito do tratamento térmico realizado após a compactação (Castelões; Correia, 1995).

3. BRIQUETAGEM COM AGLOMERANTES

Diversos materiais são briquetados com aglomerantes. Concentrados de minério de ferro, de cromita e de fluorita são briquetados com um aglomerante que consiste de cal e melaço ou com silicato de sódio. Cimento Portland é usado como um aglomerante para bauxita, e os aglomerantes de lignosulfonato, que são um resíduo da indústria papelreira, são usados para

minérios de cobre e para magnesita. Misturas de vidros, água e barrilha, feitas em batelada, formam um aglomerante para areia silicosa. Os aglomerantes são divididos, de acordo com sua função, em aglomerantes do tipo matriz, tipo película e aglomerantes químicos (Komarek, 1967). Alguns exemplos de cada aglomerante são listados no Quadro 1.

Quadro 1 - Tipos de aglomerantes utilizados na briquetagem de produtos de minérios.

Tipo Matriz	Tipo Película	Aglomerantes Químicos
Carvão	Breu	Água de alcatrão
Ca(OH) ₂ + Melaço	Asfalto de Petróleo	Silicato de sódio
Silicato de sódio + CO ₂	Cimento Portland	Lignosulfonatos

Fonte: Komarek, 1994

Aglomerantes do tipo matriz engastam as partículas em uma fase aglomerante substancialmente contínua. Portanto, as propriedades dos briquetes são determinadas, em grande parte, pelas propriedades do aglomerante.

Aglomerantes do tipo película, como colas, geralmente, dependem da evaporação da água ou de algum solvente para desenvolver sua resistência. Aglomerantes do tipo solvente são usados algumas vezes, ainda que o material possa ser briquetado somente com pressão, visto que podem ser utilizadas pressões menores, e briquetes com uma estrutura mais porosa podem ser fabricados deste modo.

Aglomerantes químicos podem ser tipo película ou matriz. Os aglomerantes químicos usados para areias de fundição são bons exemplos de aglomerantes do tipo película (Grandin, 1994; Komarek.; e Roman, 1989). As características dos briquetes são avaliadas por alguns testes padronizados, que são, principalmente: resistência à compressão, ao impacto, à abrasão e à penetração de água. Às vezes é ensaiada a temperatura de choque.

4. BRIQUETAGEM SEM AGLOMERANTES

Briquetes feitos sem aglomerantes são geralmente produzidos à baixa pressão. Quando os briquetes são feitos sem aglomerantes, no entanto, o sucesso do processo depende da moagem ou deformação plástica das partículas para aproximá-las ao máximo. Não surpreende que muitos componentes orgânicos cristalinos possam ser briquetados somente com pressão. As forças que aglomeram esses cristais não são fortes nem específicas, portanto, é necessário somente comprimir os cristais individuais em estreito contato.

5. ENSAIOS DE BRIQUETAGEM EM LABORATÓRIO

Os trabalhos de briquetagem, em unidade piloto, iniciam-se com ensaios exploratórios em escala de bancada, em que podem ser testados vários parâmetros importantes do processo de briquetagem, tais como a distribuição granulométrica do material a ser aglomerado, seu teor de umidade, o tipo, a quantidade e as propriedades dos agentes aglutinantes, a faixa ideal de temperatura do material ou mistura antes da prensagem e condições de briquetagem durante a prensagem, de modo a obter um produto consistente. Também podem ser determinados, dependendo da aplicação: a massa específica do material a ser processado, o poder calorífico e análise imediata, a porcentagem de betumes, as características de tratamento térmico, dentre outros.

Uma vez conhecidas as informações básicas dos materiais que se pretende aglomerar, o programa de testes preliminares deve ser iniciado e conduzido em etapas. Estes primeiros ensaios são denominados comparativos e são executados com pequena quantidade de material, da ordem de 1,0 kg. A otimização das condições de briquetagem é feita segundo uma série de ensaios, nos quais se estudam as variáveis do processo. Tais ensaios, em pequena escala, resultam em economia de tempo, material e oferecem dados operacionais mais importantes à operação em escala contínua. Com isso, é possível otimizar o processo em escala piloto, minimizando o número de ensaios e tempo operacional.

6. TIPOS DE EQUIPAMENTOS

Utilizam-se quatro tipos de equipamento, com variações, nas operações de briquetagem. Os produtos incluem-se as mais diversas formas, dependendo das matrizes utilizadas e da destinação dos mesmos.

- (i) briquetagem por extrusão contínua em máquinas tipo maromba;
- (ii) briquetagem em prensa de laboratório;
- (iii) briquetagem em prensas hidráulicas, em que os moldes são preenchidos de forma intermitente;
- (iv) briquetagem em prensas de rolos, em que o material flui continuamente entre dois rolos paralelos, com cavidades ou moldes dispostos em sua superfície de tamanho e forma adequados, girando com a mesma velocidade e em sentido contrário (Figura 1).



Figura 1 – Máquina contínua de briquetagem existente no CETEM.

Para os ensaios preliminares de briquetagem, são necessários misturadores para produtos finos, frios e quentes, em vários tamanhos, e prensa de pistão capaz de controlar as condições de pressão previamente definidas. O enchimento do molde e a manipulação da prensa devem ser feitos com cautela. Deve haver disponibilidade de equipamento para determinação da resistência ao rompimento das amostras e há a necessidade de um tambor cilíndrico para determinação da resistência à abrasão.

7. TIPOS DE BRIQUETE

Alguns formatos e tamanhos típicos de briquetes podem ser produzidos, com máquinas de dois rolos, com base em minérios, produtos químicos, plásticos, combustíveis sólidos e metais. A Figura 2 ilustra diferentes materiais briquetados em máquinas de rolos.



Figura 2 – Formatos de briquetes obtidos por meio de prensas de rolos.

- 1) Cromita com 2,25% de melaço e 2% de $\text{Ca}(\text{OH})_2$.
- 2) Coque com 8% de aglomerante de alcatrão de breu de carvão.
- 3) Pó de carvão comprimido somente com pressão.
- 4) Cloreto de sódio prensado com rolos lisos.
- 5) Sucata de polietileno prensada com rolos corrugados e no formato de xadrez.

- 6) Pelotas de cloreto de sódio prensadas a 100°C, somente com pressão.
- 7) Briquete de minério e coque composto.
- 8) Fluorita e cal comprimida somente com pressão.
- 9) Hematita com aglomerante de cal-melaço.
- 10) Carvão de menos 60 malhas comprimido somente com pressão.
- 11) Concentrado de minério de chumbo e areia com aglomerante de cal-melaço.
- 12) Mistura de batelada de vidro com 8% de água.
- 13) Óxido de magnésio comprimido somente com pressão.
- 14) Concentrado de minério de cromita com aglomerante de cal-melaço.
- 15) Pelotas reduzidas de Midrex com 1,5% de silicato de sódio e 1% de Ca(OH)_2 como aglomerante.
- 16) Lateritas de níquel com 10% de água.
- 17) Aparas de torneamento de latão desengraxadas a quente, comprimidas somente com pressão.
- 18) Limalha de furação de ferro fundido prensada a 650°C.
- 19) Pó metálico de níquel com 0,2% de aglomerante de Acrysol prensado em uma tira contínua.
- 20) Ferro reduzido prensado em uma tira contínua somente com pressão.

8. CONTROLE OPERACIONAL DOS EQUIPAMENTOS

A quantidade mínima de amostra utilizada nos ensaios de laboratório deve ser de aproximadamente 1,0 kg. A amostra global a ser utilizada deve ser homogeneizada em pilha ou segundo outra técnica, de modo a permitir a retirada de mais alíquotas representativas, caso haja necessidade de mais ensaios.

Procede-se, então, à britagem do material a uma granulometria adequada à briquetagem do minério com densidade elevada, em geral abaixo de 3,3 mm. Faz-se nova pilha alongada de homogeneização do material britado, a fim de retirar as amostras representativas para os ensaios de análise granulométrica e briquetagem em laboratório. Recomenda-se ao operador a leitura do Capítulo 1 deste livro, para melhor proceder as etapas de amostragem e preparação.

A briquetagem será feita, inicialmente, com o material original ou com a amostra britada a - 6 mm. Inicialmente, serão adicionadas à amostra quantidades variáveis do aglutinante, escolhido de acordo com o fim a que se destina o produto. Aglutinantes termoplásticos são utilizados quando há a necessidade de alta resistência à compressão e à temperatura. É o caso dos derivados de petróleo, como betume e alcatrão. Os percentuais em peso são muito variáveis (acima de 2%, chegando a mais de 10%, no caso de carvão e coque).

No laboratório, a mistura no material ligante, deve ser feita de modo a se obter um produto homogêneo. Em seguida, deve ser levada à prensa de pistão de laboratório e colocada no recipiente cilíndrico que está localizado no topo da prensa (Figura 3). A quantidade do material depende da sua densidade. O carvão, por exemplo, é testado com 6 g do mineral, ao passo que o concentrado de minério de ferro, mais denso, é testado com cerca de 10 g. Na seqüência fecha-se o êmbolo, na parte superior da prensa e começa-se a aplicar pressão por alavanca lateral. Aplica-se, por exemplo, 1.000 kgf e observa-se a consistência do aglomerado, podendo-se aumentar gradativamente a pressão até 4.000 kgf. Os briquetes produzidos são cilíndricos com 4,9 cm² de área.

Nos testes de laboratório são determinados os valores para as variáveis, como: granulometria, umidade, pressão, tipo e quantidade de aglutinante. Dependendo do aglutinante selecionado, pode-se fazer tratamento térmico dos briquetes em estufa, com o intuito de evitar a absorção de umidade pelo aglutinante. Os ensaios de laboratório são conduzidos em uma prensa de pistão tipo Struers, utilizada na execução dos ensaios em laboratórios do CETEM (Figura 3).



Figura 3 – Prensa de pistão, existente no CETEM, utilizada para ensaios descontínuos em laboratório.

Com os resultados obtidos em laboratório e estando os briquetes com as propriedades mecânicas desejadas, passa-se para a etapa piloto, na qual se utiliza um equipamento de rolos duplos.

A máquina de briquetagem do CETEM, de fabricação Bepex Corporation, KG Division, modelo 25MCS10, opera com materiais diversos, com velocidade de rolos variável de 5 a 20 rpm, pressão máxima de trabalho de 2.000 psi, ajuste de abertura entre os rolos de 0,025 cm. A alimentação é forçada, e o aparelho pode operar com material frio ou pré-aquecido. Os rolos têm 25 cm de diâmetro, e a máquina possui dois moldes, sendo o menor com dimensões 1" x 5/8" x 3/8" e o maior com 2" x 1/2" x 3/4".

A máquina de briquetagem possui um alimentador situado no topo do equipamento, sendo o mecanismo de alimentação feito por meio de um parafuso sem-fim. O sistema permite a alimentação do material sob pressão, o qual pode variar, dependendo das condições operacionais.

Inicia-se a operação ajustando a pressão a 1.200 psi. Aciona-se o giro dos rolos no nível desejado e o motor do alimentador no nível mais baixo. Após esta manobra e com o silo do alimentador cheio, aumenta-se a velocidade, ou seja, a rotação do alimentador.

Após o início do funcionamento do equipamento, eleva-se a pressão hidráulica vagarosamente até o valor de 1.800 psi. A cada nível intermediário da pressão, deve o equipamento operar durante um certo tempo, para garantir uma operação segura. Observa-se visualmente a qualidade do produto compactado. Se sua aparência for pouco consistente, reduz-se a velocidade de giro do alimentador ao mínimo e aumenta-se a pressão em algumas centenas de psi. Novamente, com o silo cheio, aumenta-se a velocidade da alimentação até se obter o produto desejado. O procedimento deve ser repetido até a obtenção do produto com a característica requerida; a pressão não pode exceder 2.000 psi.

A velocidade de giro dos rolos pode ser ajustada com o objetivo de variar o tempo de residência do material nos rolos da prensa. Assim, com velocidades menores tem-se maior tempo de residência do material nos rolos, ou seja, maior tempo de compactação. Nesse caso, os briquetes possuem maior peso específico, ideal para sua utilização em processos que deles exijam elevada resistência à compressão, tal como briquetes de finos de carvão mineral a serem usados em altos-fornos. Quando a velocidade dos rolos aumenta, o tempo de compactação diminui e os briquetes possuem menor peso específico.

A Figura 4 ilustra a visão frontal e os rolos da prensa, sendo evidenciado o formato do briquete obtido com tal rolo. Trata-se de um briquete típico sob forma de almofada, no caso da máquina do CETEM, com as dimensões 2" x 1/2" x 3/4".

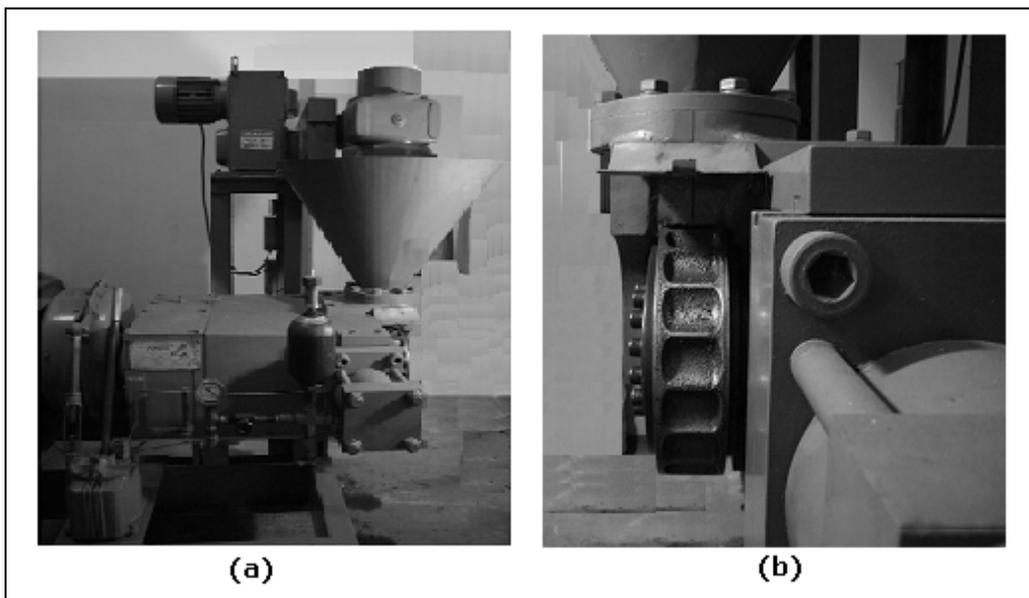


Figura 4 – Em (a), visão lateral da máquina de briquetagem e, em (b), detalhe da forma dos briquetes.

Agradecimentos

Os autores agradecem a colaboração da Eng^a. Regina Célia Monteiro Castelões pelo fornecimento da bibliografia especializada.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Carvalho, E.A., Brinck, V. Briquetagem em Tratamento de Minérios. In: Luz, A. B., Sampaio, J. A. , Almeida, S. L. M. (eds); Tratamento de Minérios. 4ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p.613-635.
- Castelões, R. C. M.; Correia, J. C. G. Briquetagem de Finos de Carvão Mineral da Mina de São Roque da Carbonífera Criciúma, SC. In: XVI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Hidrometalurgia. Rio de Janeiro, 1995, v.1, p. 80-87.
- Grandin, F. H. Compacting and Briquetting. In: Environmental Technology Applications- Power Handling and Processing, v. 6, nº 1, 1994.
- Komarek, R. K. Binderless Briquetting of Peat, Lignite, Sub-Bituminous and Bituminous Coals in Roll Press. (IBA Proceedings, vol. 22, 22nd Biennial Conference, San Antonio, TX, 1991.
- Komarek, R. K, Roman, T. Research for Wider Application of Roll Presses. IBA Proceedings, vol. 21, 21st. Biennial Conference, New Orleans, LA, 1989.
- Komarek, R. K. Roll-Press Briquetting Can Help Lime Producers Improve Materials Handling. Mining Engineering Magazine, dezembro, 1993.
- Komarek, R.K. Selecting Binders and Lubricants for Agglomeration Processes. Chemical Engineering Magazine, dezembro, 1967.
- Komarek, R. K. Selecting A Roll-Press Briquetter To Improve Material Handling. Powder and Bulk Engineering Magazine, fevereiro, 1994.
- Schinzel, W. The Briquetting of Coal. General information regarding. The possibilities and requirements , RI 61/81, CETEM, 1981.



PARTE VI DESAGUAMENTO



CAPÍTULO 23 – ENSAIOS DE SEDIMENTAÇÃO

Silvia Cristina Alves França

Engenheira Química/UFS, Mestre e Doutora em
Engenharia Química/COPPE-UFRJ
Tecnologista III do CETEM/MCT

Rui de Góes Casqueira

Engenheiro Químico/UFRRJ, Mestre em
Engenharia de Materiais/UFSCar e Doutor em
Engenharia Metalúrgica/PUC-Rio
Professor da UFRRJ

1. INTRODUÇÃO

A sedimentação é um dos processos de separação sólido-líquido baseado na força gravitacional. De baixo custo e simplicidade operacional, baseia-se na diferença entre as densidades dos constituintes sólidos ou em outras propriedades, como diâmetro de partículas, para promover a separação sequencial de sólidos ou das fases sólida e líquida.

O estudo da sedimentação com cunho científico iniciou-se no começo do século XX, em 1912 com Mishler, que calculava a área da seção transversal de um sedimentador, baseando-se na suposição de igualdade entre as velocidades de sedimentação e de líquido ascendente. Com base nessa premissa, diversos pesquisadores desenvolveram novos estudos para obter maior conhecimento do mecanismo do processo de sedimentação, bem como para elaborar procedimentos de projeto de sedimentadores (França, 1996).

A vasta utilização industrial dos sedimentadores promove um crescente interesse em se entender o dimensionamento e da operação desses equipamentos, com a finalidade de melhorar o seu desempenho no atendimento às suas diferentes características operacionais (França, 1996). Os sedimentadores podem ser utilizados como espessadores ou classificadores, dependendo da sua função.

Os sedimentadores, mais utilizados na indústria mineral produzem polpas com percentagens de sólidos elevadas e possuem, geralmente, a função de espessar material com valor comercial ou rejeito, visando a sua disposição em barragens, cavas de minas ou como *backfil* de galerias de minas subterrâneas. Estes são os mais utilizados na indústria mineral.

Os clarificadores caracterizam-se pela produção de uma polpa com baixa percentagem de sólidos. Esses equipamentos são indicados quando se deseja recuperar a fase líquida, como na recirculação de água nos processos industriais ou recuperação de soluções de lixiviação dos processos hidrometalúrgicos.

Sob o aspecto da separação sólido-líquido, o projeto de sedimentadores contínuos está basicamente relacionado ao cálculo da área da seção de sedimentação e da altura do equipamento (Massarani, 2002). Os dados para

projeto de um sedimentador contínuo e outras informações operacionais desta unidade são determinados por meio de ensaios de proveta em laboratório, que serão objeto das instruções contidas neste Capítulo.

2. PROCESSO DESCONTÍNUO DE SEDIMENTAÇÃO

A sedimentação é uma operação baseada no transporte de partículas sólidas através de um meio líquido. Tais partículas estão sujeitas às forças da gravidade, empuxo e resistência ao movimento. Esses fenômenos podem ser melhor entendidos com base no conhecimento dos princípios básicos do processo da sedimentação descontínua (batelada) em bancada.

Aspectos Teóricos da Sedimentação

Considere-se uma suspensão homogênea de partículas submetida à força gravitacional. No tempo $t = 0$, todas as partículas estão dispersas no meio líquido (Figura 1). No tempo $t = t_1$, as partículas de maior densidade começam a se movimentar, por ação da força da gravidade, no sentido do fundo da proveta. As partículas de densidade menor permanecem em equilíbrio com o meio líquido. Entretanto, quando a força peso da partícula é maior do que a força exercida em sentido oposto, pelo líquido, as partículas de menor densidade também começam a se movimentar no sentido do fundo da proveta ($t = t_2$). Nesse momento, observa-se uma interface de partículas descendentes, com velocidades diferentes, que vão formando a região de compactação. Ao mesmo tempo em que essa interface desce, formando acima dela uma região de líquido clarificado, a interface inferior sobe, formando abaixo dela uma região de compactação (espessado). Nessa região, as partículas sólidas já começam a interagir entre si, aparecendo o efeito de resistência ao movimento ($t = t_3$).

Quando todas as partículas sólidas sedimentam, formando a região de compactação, o fenômeno que rege o processo passa a ser o de acomodação do leito de partículas compactadas ($t = t_4$). Em geral, nota-se uma pequena variação na altura desse leito de partículas, sendo mais acentuada quando a suspensão é composta por flocos, que tendem a se deformar devido ao peso da camada de líquido situada acima deles. Assim, o processo de empacotamento do leito ocorre de forma mais lenta.

Durante o ensaio de proveta registra-se o deslocamento da interface superior da polpa com o tempo, cujos dados foram utilizados na construção do gráfico da Figura 1b, com base no qual serão obtidas as informações operacionais para o projeto e operação de unidades contínuas.

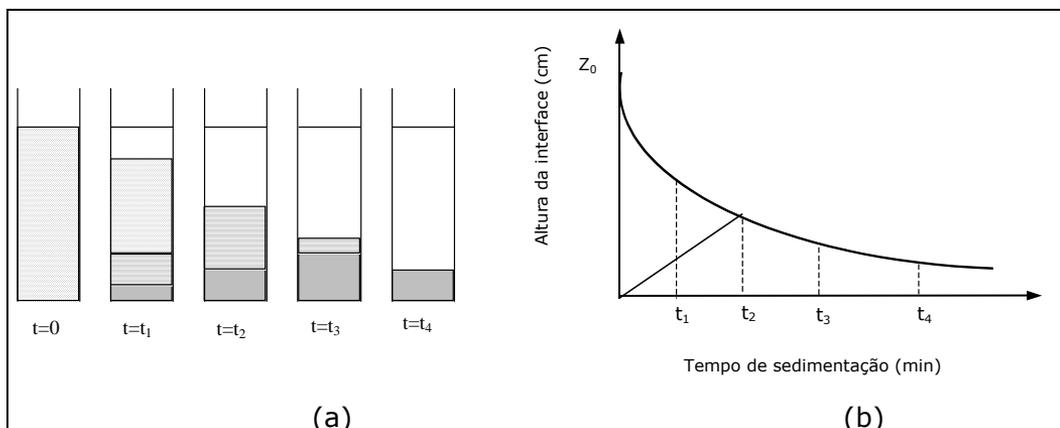


Figura 1 – Etapas do ensaio de proveta (a) e curva de sedimentação resultante do ensaio (b).

O processo de sedimentação é regido pela lei de Stokes, a qual considera que a velocidade de sedimentação de uma partícula isolada ($v_{t\infty}$) é função da sua densidade (ρ_s) e do seu diâmetro (D_p), ou seja:

$$v_{t\infty} = \frac{(\rho_s - \rho_f)g D_p^2}{18\mu} \quad [1]$$

onde:

ρ_f massa específica do fluido;

ρ_s massa específica do sólido ou partícula;

μ viscosidade do fluido (no caso do espessador é a água).

Porém, existem vários fatores que influenciam o processo de sedimentação, tais como a natureza das partículas, o pré-tratamento da polpa e o efeito de concentração de sólidos. Esses fatores serão descritos a seguir.

Natureza das Partículas

Partículas esféricas, ou com forma aproximada à esférica, sedimentam com maior facilidade do que partículas de formato irregular. O mesmo pode ser notado para partículas com diâmetros maiores, que sedimentam mais rapidamente, enquanto as partículas muito finas tendem a permanecer em suspensão.

Os processos de floculação e coagulação reúnem as melhores alternativas de atenuar a irregularidade na forma da partícula, ou ainda no seu diâmetro. Desse modo, o processo de aglomeração das partículas forma unidades maiores e de formato mais regular, que, conseqüentemente, sedimentam mais facilmente. A coagulação das partículas é um tipo de pré-tratamento da polpa, antes desta ser submetida ao processo de sedimentação.

Efeito da Percentagem de Sólidos

Ao sedimentar livremente, uma partícula mineral em um meio fluido sofre apenas a resistência do líquido ao seu movimento (empuxo). Quando isolada, ou com poucas partículas, esta descreve uma trajetória descendente livre e sedimenta, utilizando para isso um tempo t .

Quando há várias partículas sedimentando no meio fluido, existe a probabilidade de mais de uma partícula ter a mesma trajetória. Assim, há também partículas de diferentes tamanhos e/ou densidades sedimentando ao mesmo tempo, com velocidades terminais diferentes. Dessa forma, quanto maior a percentagem de sólidos em uma suspensão, menor será a velocidade de sedimentação dessas partículas sólidas (efeito de população), pois a taxa de sedimentação deixa de ser constante para tornar-se decrescente.

Prática da Sedimentação em Bancada

O projeto de uma unidade contínua de sedimentação baseia-se no cálculo de sua área transversal e da sua altura, com base em dados de velocidade de sedimentação e concentração máxima da polpa formada na operação de sedimentação descontínua. Esses dados são obtidos por meio da execução de ensaios de proveta.

O ensaio de proveta consiste em um teste de sedimentação descontínua, que tem o objetivo de acompanhar o deslocamento da interface superior de uma suspensão ao longo do tempo, numa proveta de 2 L. As informações necessárias ao projeto de sedimentadores contínuos são obtidas por meio deste ensaio, quais sejam:

- (i) velocidade de sedimentação da fase sólida (deslocamento da interface superior);
- (ii) concentração final de sólidos no sedimento;
- (iii) tempo necessário para a sedimentação e exigido pelo projeto de sedimentadores contínuos.

A curva de sedimentação fornece dados sobre a natureza da polpa, embora se saiba que o comportamento de uma polpa difere do processo descontínuo (batelada) para o contínuo.

Etapas do Ensaio de Sedimentação

A movimentação descendente das partículas ou flocos em uma polpa, num ensaio de proveta, deverá ser apenas função do tempo e da concentração dos sólidos. Dessa forma, a proveta deverá ser colocada em uma bancada plana e livre de vibrações.

Outro ponto importante a ser observado é que, muitas vezes, a interface não é de fácil visualização, pois dependerá da concentração da suspensão estudada. Assim, para a sua melhor visualização é importante que a proveta contendo a polpa esteja posicionada contra paredes ou anteparas de cores que contrastem com a cor da polpa, ou ainda contra a luminosidade. Por exemplo, polpas de material escuro (hematita, bauxita ou carvão) serão melhor visualizadas contra a luminosidade ou contra paredes brancas; polpas de caulim contrastam bem com fundos escuros.

O ensaio deve ser realizado para uma polpa de concentração inicial conhecida, fazendo-se necessário também o conhecimento da massa específica do sólido, para cálculos posteriores.

Para a execução do ensaio será necessário um volume mínimo de 2 L desta polpa, pois este é o volume padrão das provetas para a realização do

ensaio. O ideal é que uma escala milimetrada seja colocada na proveta (Figura 2), o que facilita a medida do deslocamento espacial da interface com o tempo. A polpa deve ser homogeneizada e alimentada na proveta, até a marcação do volume de 2 L.

Ao completar o volume da proveta (2 L) com a polpa, deve-se anotar a altura inicial da interface e acionar o cronômetro para marcar o tempo do ensaio. O deslocamento da interface se dá com maior velocidade na etapa inicial, chamada de etapa de sedimentação livre, por isso, a altura deve ser anotada pelo operador em intervalos de tempos pré-estabelecidos, exemplo de 30 s ou 1 min. O operador deverá ter sensibilidade para verificar o melhor intervalo de observação.

Ao final do ensaio, quando a maioria das partículas já sedimentou e ocorre apenas o empacotamento do leito de sólidos no fundo da proveta, o operador perceberá que a variação de altura da interface se dará muito lentamente. Nesse momento, o intervalo de tempo de observação poderá ser aumentado, até ocorrer a estabilidade no valor da altura da região de compactação de sólidos, ou que esta varia muito pouco em um grande intervalo de tempo.

Na seqüência da Figura 2, pode-se observar diferentes estágios de um ensaio de sedimentação descontínua em laboratório.

Situação (a) - momento inicial do teste: a polpa está homogênea em toda a proveta.

Situação (b) - durante o ensaio: pode-se visualizar a interface de sólidos na altura mediana da proveta.

Situação (c) - no final do ensaio: quando não há mais a sedimentação das partículas, nota-se o leito de partículas compactadas no fundo da proveta (produto espessado).

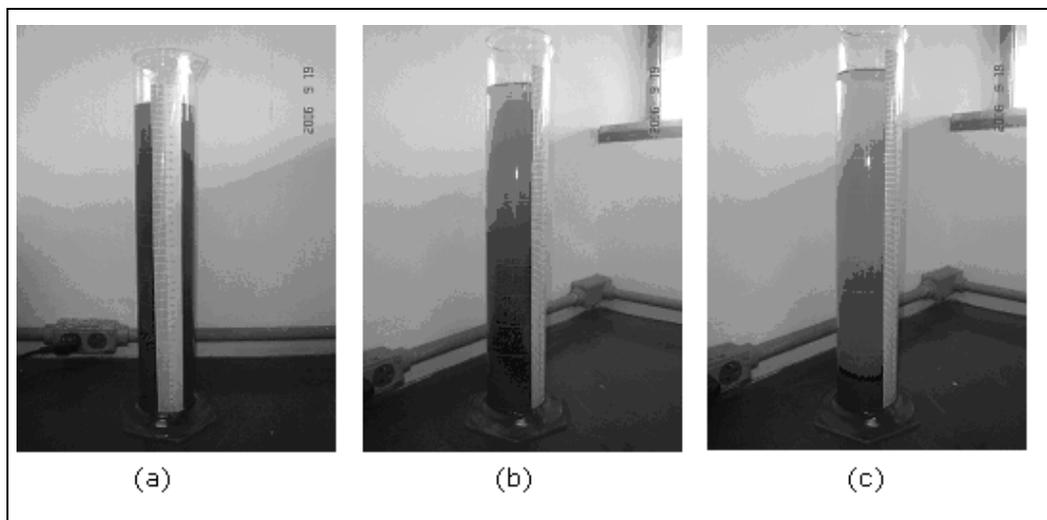


Figura 2 – Seqüência experimental de um ensaio de proveta realizado no laboratório do CETEM.

Ao término do ensaio de sedimentação descontínua, o operador deverá usar os dados de altura da interface e tempo para traçar a curva de sedimentação (Figura 1b).

Na Tabela 1 encontram-se os resultados de um teste de proveta para uma polpa de finos de bauxita, com concentração de 20% de sólidos.

O projeto dessas unidades, com base nos resultados dos ensaios em laboratório, permite estudar as variáveis que serão aplicadas ao processo contínuo de sedimentação. Assim, são necessárias poucas correções inerentes ao projeto dos espessadores contínuos, tanto para escala piloto quanto industrial.

Tabela 1 – Planilha para registro de dados de ensaio de sedimentação em proveta.

Data: 03/10/2006		Material: finos de bauxita (- 400 Mesh) (-37 μ m)	
Concentração inicial (g/L): 200 (20%)		Densidade do sólido (kg/m ³): 2.810	
Tempo (min)	Altura de interface (cm)	Tempo (min)	Altura de interface (cm)
0	42,0	6,5	13,0
1,0	39,0	7,0	11,0
1,5	36,0	7,5	9,0
2,0	33,0	8,0	7,0
2,5	31,0	9,7	6,0
3,0	28,0	11,0	5,5
3,5	26,0	12,5	5,0
4,0	24,0	15,3	4,5
4,5	22,0	18,3	4,0
5,0	12,0	25,0	3,5
5,5	17,0	35,0	3,0
6,0	15,0	-	-

Projeto de Sedimentadores

O projeto consiste basicamente no cálculo do diâmetro e da altura do sedimentador, com a finalidade de espessar ou clarificar uma determinada polpa (Damasceno e Massarani, 1993). Para tanto, os dados obtidos nos testes de laboratório devem ser confiáveis, além de consistentes. A seguir será descrita a metodologia de Kynch (1952) para cálculo dessas variáveis.

Método de Kynch (1952)

Em seu trabalho, Kynch estabeleceu um método para determinar o par de variáveis, concentração (C) e velocidade de sedimentação (v_s), necessário ao cálculo do fluxo de sólidos, com apenas um teste de proveta. Essa metodologia ficou conhecida como o método das tangentes.

O método simplificado das tangentes consiste no traçado de uma reta tangente ao ponto de inflexão da curva de sedimentação, como mostrado na Figura 3. Uma simplificação matemática da metodologia de Kynch foi introduzida por Biscaia Jr. (1988), tornando mais fácil a determinação gráfica das variáveis de projeto, que são determinadas pelas Equações [2] e [3]. Essas equações permitem calcular a concentração e velocidade de sedimentação de sólidos em diferentes alturas da proveta, durante o ensaio de sedimentação.

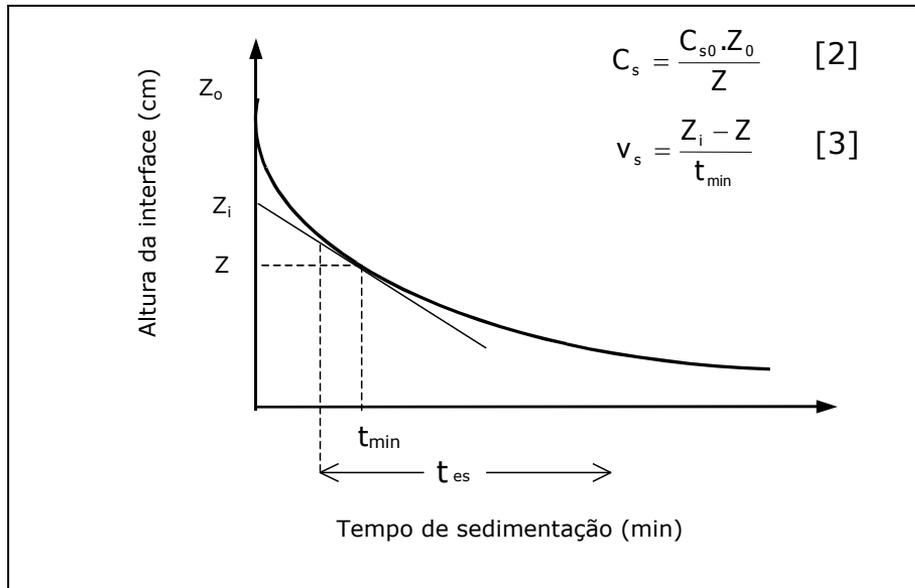


Figura 3 – Determinação das variáveis de projeto pelo método de Kynch simplificado.

Com a aplicação do método de Kynch simplificado (Biscaia, 1988) à curva de sedimentação, é possível determinar:

- (i) os valores de Z_i (ponto no qual a tangente toca o eixo y);
- (ii) o ponto no qual a reta tangente toca a curva fornece os valores de Z e t_{\min} , que são a altura da região de compactação e o tempo mínimo necessário à formação da região de compactação;
- (iii) t_{es} , o tempo de residência da partícula sólida na região de compactação, necessário à formação do material espessado.

Com estas informações é possível calcular a capacidade de projeto do sedimentador $(Q/A)_{\text{proj}}$, ou seja, a vazão máxima de suspensão que poderá ser alimentada com uma determinada área de seção transversal, respeitando as velocidades de sedimentação dos sólidos de uma dada polpa.

A capacidade de projeto e a vazão de alimentação do sedimentador (F) são dadas, respectivamente, pelas Equações [4] e [5]:

$$\left(\frac{Q}{A}\right)_{\text{proj}} = \frac{Z_0}{t_{\text{min}}} \quad [4]$$

$$v_s = \frac{Q}{A} \quad [5]$$

onde:

- Q vazão de alimentação de polpa (m^3/h);
- A área da seção transversal do espessador (m^2);
- Z₀ altura inicial da interface no teste de proveta (m);
- t_{min} tempo mínimo necessário à formação do espessado com uma dada percentagem de sólidos (h);
- v_s velocidade superficial dos sólidos (m/h).

Conhecendo-se a vazão de alimentação da polpa que irá alimentar o espessador e os demais dados provenientes da sedimentação em batelada (curva de proveta), calcula-se o diâmetro do sedimentador (D).

A altura é calculada por meio da soma das alturas de três regiões específicas:

- H₁ - altura da região de líquido clarificado;
- H₂ - altura da região de compactação;
- H₃ - altura da camada de espessado já no ponto de retirada.

Conclui-se que:

$$H = H_1 + H_2 + H_3 \quad [6]$$

Por convenção, o valor de H_1 pode variar entre 0,45 e 0,75 m.

$$H_2 = \frac{4}{3} \left(\frac{Q}{A} \right) \frac{C_{s0} t_{res}}{\rho_s} \left(\frac{\rho_s - \rho_f}{\rho_{esp.} - \rho_f} \right) \quad [7]$$

$$H_3 = 7,3 \cdot 10^{-2} D. \quad [8]$$

Nas equações acima, ρ é a massa específica de sólido (s), fluido (f) e do espessado ($esp.$).

A massa específica do espessado formado pode ser determinada por balança *Marcy* ou pelo método da pesagem da proveta vazia (antes do ensaio) e com suspensão (ao final do ensaio), como descrito em Chaves (2004). Deve-se ainda conhecer a concentração inicial da suspensão, bem como a densidade dos sólidos que a compõem.

Exemplo prático de determinação de curva de sedimentação e projeto de espessador contínuo

Deseja-se espessar uma polpa de bauxita contendo 20% de sólidos. A vazão de alimentação da polpa é de 1200 m³/h e a concentração final de sólidos deverá ser igual a 50%. Para calcular o diâmetro e a altura do espessador, no qual este adensamento será realizado, deve-se considerar os valores de massa específica do sólido e do espessado como sendo, respectivamente, $\rho_s = 2.600 \text{ kg/m}^3$ e $\rho_{esp.} = 1.460 \text{ kg/m}^3$.

Para isso, a polpa foi submetida a um pré-tratamento por coagulação, devido ao tamanho reduzido das partículas e, em seguida, submetida ao ensaio de proveta. Na Figura 4 consta a curva de sedimentação resultante desse teste. Verifica-se a determinação de t_{min} pelo método da tangente, t_{res} foi determinado pelo ponto da curva no qual não houve mais variação de altura, considerando que, desde esse ponto, a concentração de sólidos tem valor máximo.

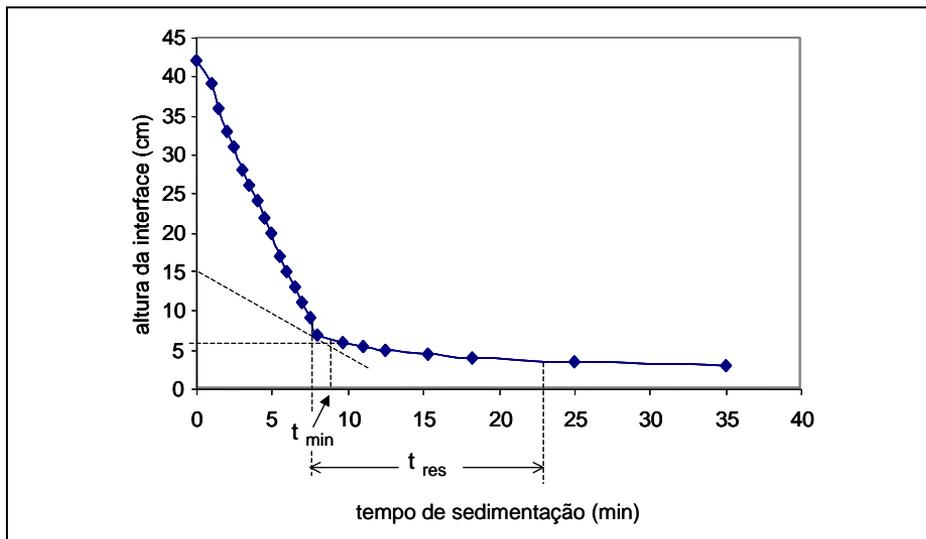


Figura 4 – Curva de sedimentação para uma polpa de bauxita (-37 μm) com 20% de sólidos.

Na curva de sedimentação acima, foi traçada a reta tangente ao primeiro ponto de inflexão da curva, fornecendo os seguintes valores operacionais: $t_{\min} = 8,3 \text{ min}$ e $t_{\text{res}} = 15 \text{ min}$.

Então:

$$\left(\frac{Q}{A}\right)_{\text{proj}} = \frac{42}{8,3} = 5,06 \text{ cm/min} = 3,04 \text{ m/h}$$

sendo $Q = 1200 \text{ m}^3/\text{h}$, chega-se ao valor aproximado de $A = 395 \text{ m}^2$.

Como a área da seção transversal de um espessador é dada por:

$$A = \frac{\pi D^2}{4} \quad [9]$$

Então, seu diâmetro deverá ter 22,4 m.

A altura final do espessador, determinada pelas Equações (6), (7) e (8), deverá ser de 2,74 m.

Correções nos cálculos da altura e diâmetro dos espessadores devem ser realizadas, quando os resultados de projeto não forem condizentes com a realidade experimental (Chaves, 2004).

Na seção seguinte serão descritos alguns tipos de espessadores mais utilizados na indústria mineral.

Tipos de Espessadores

Os tipos de espessadores variam em função da granulometria do material e da forma como o equipamento é alimentado. De maneira geral, os espessadores industriais consistem em tanques de concreto, equipados com um mecanismo de raspagem do espessado, que corresponde ao maior custo no projeto do equipamento. Os raspadores são “braços” de estrutura metálica, acoplados ao tubo de alimentação, que têm a função de carrear o material espessado para o ponto de retirada. São movimentados por motores e necessitam de flexibilidade operacional. Assim, o equipamento pode atuar com diferentes tipos de suspensões e sob diferentes condições operacionais - diferentes volumes e cargas impostas - (Svarovsky, 1981; França e Massarani, 2004). A seguir são citados alguns tipos de espessadores.

Espessador Contínuo Convencional

Nesse tipo de espessador a alimentação da suspensão é feita pela parte superior do equipamento. As partículas sólidas sedimentarão livremente e formarão no fundo do equipamento a região de compactação ou de espessado. É um tanque provido de entrada para a suspensão e retirada de espessado, com auxílio de braços raspadores equipados com paletas, como ilustra a Figura 5.

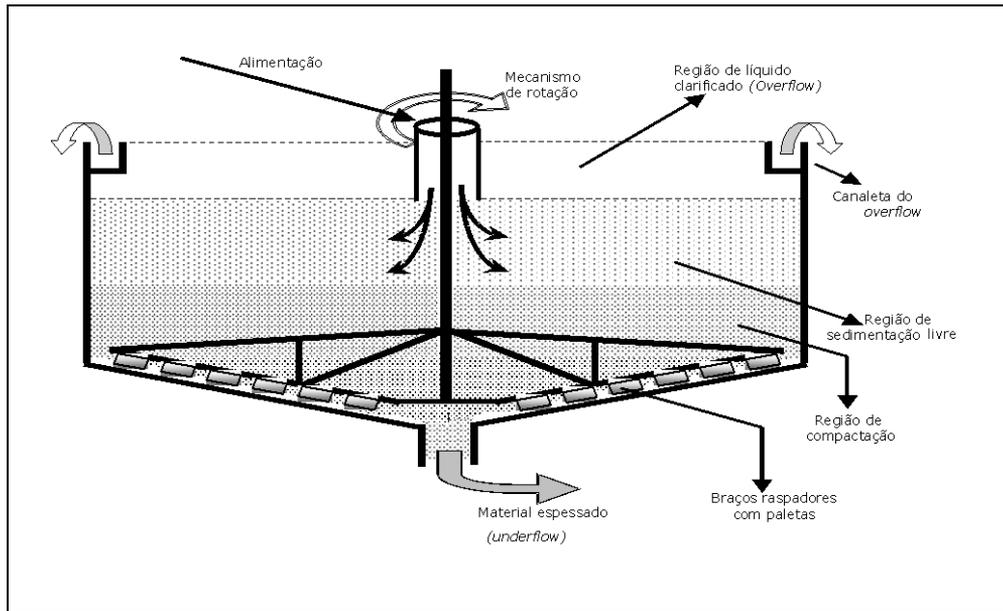


Figura 5 – Diagrama ilustrativo de um espessador contínuo convencional, tipo Dorr-Oliver.

a - Espessadores Contínuos de Alta Capacidade

A capacidade do espessador é influenciada (aumentada) por modificações estruturais de projeto do equipamento. Neste caso pode-se citar os espessadores de lamelas (Carvalho, 1998) e os de alimentação submersa (França, 2000).

A grande vantagem dos espessadores de alta capacidade está, obviamente, na capacidade de tratamento de um volume maior de suspensão, sem que sejam necessárias mudanças no diâmetro e altura do equipamento. Esse fato é muito atraente industrialmente, em especial devido à área necessária à montagem dessas unidades.

a.1 – Espessador de Lamelas

Essa unidade de espessamento consiste numa série de placas inclinadas, dispostas paralelamente, formando canais. A capacidade nesse tipo de equipamento é medida pela área projetada das placas, que é maior que a área do equipamento, caso as placas não existissem. Outra vantagem dessa

configuração é que o tempo de sedimentação é menor, pois é proporcional à altura de queda vertical, a qual pode ser reduzida, por meio da redução do espaçamento entre as lamelas.

a.2 – Espessador com Alimentação Submersa

Nesse tipo de equipamento a alimentação é feita em um ponto no interior da camada de compactação dos sólidos (Figura 6). O aumento da capacidade se dá devido às partículas da suspensão já serem alimentadas no leito de sólidos já sedimentados, onde ficam aprisionadas. O líquido da suspensão percola, no sentido ascendente, através desse leito de partículas, isto é, na direção da região de líquido clarificado.

Porém, nem todas as partículas são mantidas aprisionadas no leito de sólidos e, por isso, acima da interface da região de compactação forma-se uma região de concentração de sólidos constante. Essa região inclui características semelhantes às da região de sedimentação livre, entretanto, é mais conveniente chamar de região de fluidização, já que as partículas são mantidas suspensas pelo movimento ascendente do líquido.

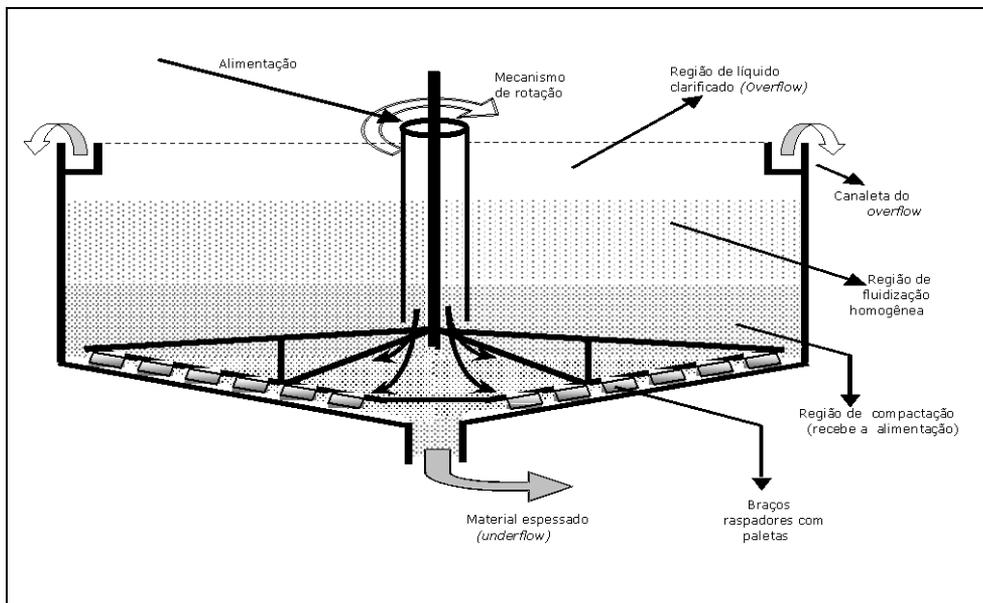


Figura 6 – Diagrama ilustrativo de um espessador contínuo de alta capacidade com alimentação submersa.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Biscaia Jr., E.C. Simplificação matemática do método de Kynch. Comunicação pessoal, 1988.
- Carvalho, S.H.V. Projeto e análise do desempenho de um sedimentador lamelado piloto para suspensões flocculentas. Tese (Doutorado). Rio de Janeiro: PEQ/COPPE/UFRJ, 1998, 78p.
- Chaves, A.P. Teoria e prática do tratamento de minérios. 2ª Ed. São Paulo: Signus Editora, 2004, 199p.
- Damasceno, J.J.R. e Massarani, G. O projeto de sedimentadores contínuos. *Ciência e Engenharia – UFU*, nº 2, ano 2, jul-dez, 1993, p.61-76.
- França, S.C.A. Operação de espessadores não convencionais. Dissertação (Mestrado). Rio de Janeiro: PEQ/COPPE/UFRJ, 1996, 55p.
- França, S.C.A. Equações constitutivas para a sedimentação de suspensões flocculentas. Tese (Doutorado). Rio de Janeiro: PEQ/COPPE/UFRJ, 2000, 96p.
- França, S.C.A. e Massarani, G. Separação sólido-líquido. In: Luz, A. B., Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). *Tratamento de Minérios*. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p. 573-609.
- Kynch. A theory of sedimentation. *Trans. Faraday Society*, nº 48, 1952, p.166-176.
- Massarani, G. *Fluidodinâmica em sistemas particulados*. Rio de Janeiro: Ed. UFRJ, 2002, 152p.
- Svarovsky, L. *Solid-Liquid Separation*. Butterworth & Co. Ltd, 2nd edition, Bradford-UK, 1981, 556p.

CAPÍTULO 24 – ENSAIOS DE FILTRAGEM EM FILTRO DE FOLHA (LEAF TEST)

Silvia Cristina Alves França

Engenheira Química/UFS, Mestre e Doutora em
Engenharia Química/COPPE-UFRJ
Tecnologista III do CETEM/MCT

Rui de Góes Casqueira

Engenheiro Químico/UFRRJ, Mestre em
Engenharia de Materiais/UFSCar e Doutor em
Engenharia Metalúrgica/PUC-Rio
Professor de Engenharia Química da UFRRJ

1. INTRODUÇÃO

Pode-se definir a filtração como a operação de separação de sólidos contidos em uma polpa na qual a fase líquida, denominada filtrado, é forçada a passar através de um meio poroso, também chamado de meio filtrante, enquanto a fase sólida, chamada de torta de filtração, forma uma camada sobre a superfície do meio poroso (França e Massarani, 2004).

Se o líquido passar pelo meio filtrante apenas pelo efeito da pressão hidrostática, a operação é chamada apenas de filtração por gravidade. Se uma pressão diferente da atmosférica for usada para este fim, ela receberá o nome de filtração sob pressão (pressões positivas) ou a filtração a vácuo (subatmosférica). Há ainda a filtração centrífuga, quando forças centrífugas são aplicadas ao meio filtrante.

2. FATORES QUE INFLUENCIAM A FILTRAÇÃO

A viscosidade, temperatura e densidade da polpa, além da espessura da torta e da velocidade média influem no processo de filtração, como pode ser observado nas considerações seguintes:

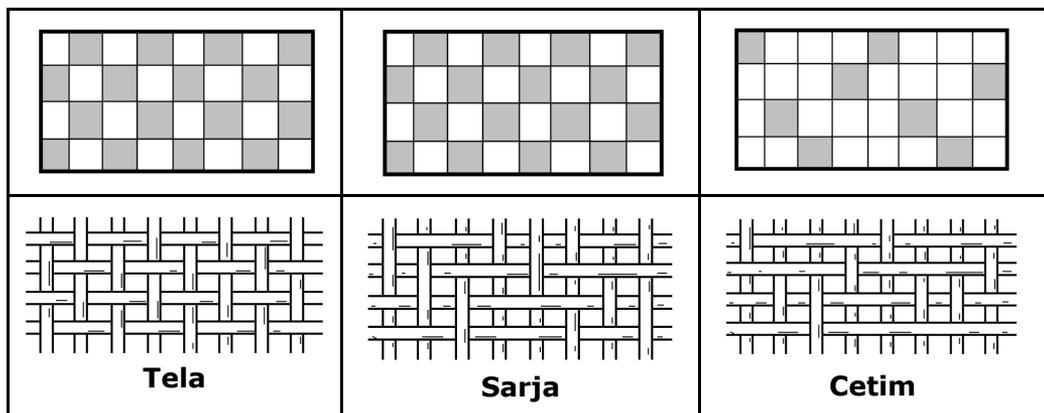
- (i) a viscosidade da polpa é inversamente proporcional à razão de filtração;
- (ii) a temperatura da polpa tem importância maior quando altera significativamente a viscosidade ou quando altera as propriedades do meio filtrante;
- (iii) a espessura da torta é importante para o ciclo de operação;
- (iv) a velocidade média de filtração para uma dada quantidade de filtrado ou de torta é inversamente proporcional ao quadrado da espessura da torta no final da filtração;

Em geral, quanto maior a densidade da polpa, maior a razão de filtração e menor a sua velocidade. Quanto mais grossa a granulometria do minério que compõe a torta, serão maiores a razão e a velocidade de filtração e menor a umidade da torta.

3. MEIOS FILTRANTES

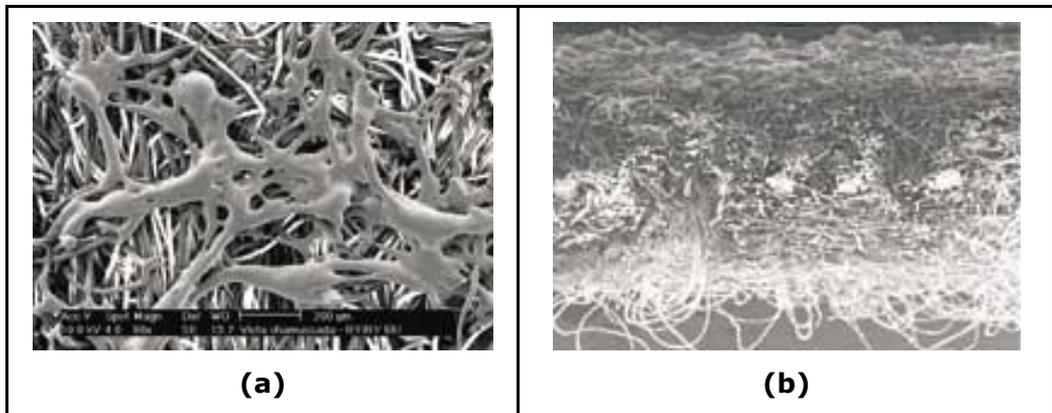
Embora nas indústrias químicas e metalúrgicas sejam empregados materiais como telas metálicas, plásticos porosos, vidros sinterizados e membranas porosas, na indústria mineral a escolha se restringe a tecidos. A seleção é muito ampla e não abrange somente a natureza química das fibras como também a maneira como elas são tecidas.

A tessitura do pano pode ser feita de muitas maneiras, das quais as mais importantes são: trama simples ou tela (*plain*), sarjas (*twill*) e cetim (*satín*), conforme mostrado na Figura 1. O uso do feltro também é comum em filtros de manga por causa de sua alta resistência mecânica, além disso, também depende do tipo de acabamento, conforme ilustra a Figura 2.



Fonte: Chaves, 1996.

Figura 1 – Tessituras básicas dos tecidos usados na filtragem de polpas de minérios.



Fonte: Pacheco, 2002.

Figura 2 – Acabamento chamuscado do feltro: (a) vista frontal com aumento de 60 vezes e (b) vista lateral com aumento de 20 vezes.

4. TESTES EM ESCALA DE LABORATÓRIO

Dimensionamento de Filtros

Os parâmetros de dimensionamento de um filtro para uma determinada situação são obtidos por meio de ensaios em escala de laboratório. Apenas por meio desses experimentos, torna-se possível estudar o comportamento de um determinado produto a ser filtrado (França e Massarani, 2004).

Teste de Folha (*leaf test*)

O teste de folha é o método de filtragem, em escala de bancada, empregado universalmente para o dimensionamento de filtros contínuos industriais. Estes ensaios requerem equipamentos relativamente simples, de pequena escala e de fácil montagem.

Segundo Chaves (1996), o ensaio de teste de folha deve ser feito usando-se um suporte de filtragem padrão, de área 1/10 ft², revestido com a tela mais adequada à polpa que se quer filtrar. Esse suporte então deve ser ligado, por meio de mangueiras de plástico, a um kitasato, a uma bomba de vácuo e a um rotâmetro. Para polpas homogêneas, o ensaio é feito conforme a seqüência representada nas Figuras 3 e 4.

Um programa de ensaios de filtragem deve ser iniciado com uma série de investigações preliminares a fim de observar a ordem de grandeza do tempo de formação de torta, o desaguamento ou secagem, o nível de vácuo e a seleção do meio filtrante, que passam a fornecer os resultados desejados.

Para iniciar o ensaio, o vácuo é ligado e a folha de ensaio (meio filtrante) é totalmente imersa na polpa a ser filtrada, a qual é mantida levemente agitada durante o tempo pré-determinado para a formação da torta, como mostrado na Figura 3. Após esse período, retira-se a folha de ensaio da polpa, invertendo-a de modo a ser posicionada com o tubo de drenagem para baixo, iniciando a secagem da torta durante o tempo escolhido. A seguir, a torta é descarregada com o auxílio de um sopro de ar comprimido no tubo de drenagem.

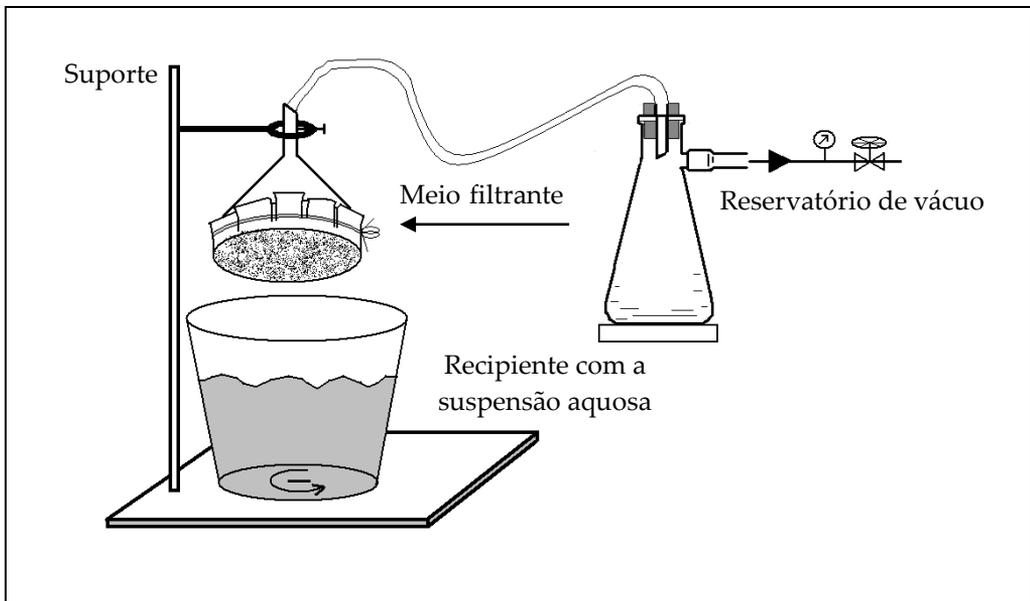


Figura 3 – Primeira etapa do ensaio de teste de folha (formação da torta).

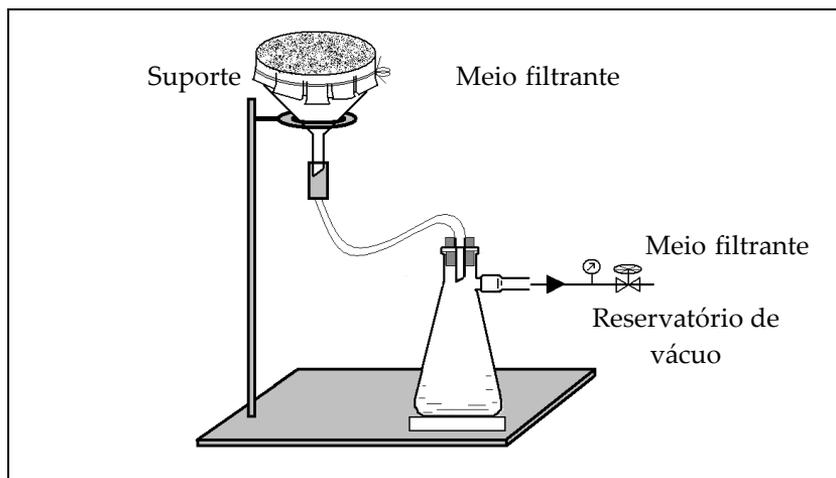


Figura 4 – Segunda etapa do ensaio de teste de folha (secagem).

As variáveis mais estudadas neste tipo de ensaio são: temperatura da polpa, concentração de sólidos em suspensão, tratamento prévio da polpa com a adição de agentes auxiliares, nível de vácuo e a lavagem do tecido. Os principais dados obtidos nos testes de folha são: tempo total de filtração, volume de filtrado, espessura e uniformidade da torta, bem como o nível do vácuo (pressão utilizada).

Os resultados obtidos nos testes de folha são expressos em peso de sólido seco ou volume de filtrado, por unidade de área ou por ciclo, que é a razão de filtração. Essa grandeza, multiplicada pelo número de ciclos por dia, permite o cálculo da área do filtro necessária para processar e obter uma capacidade diária de uma determinada escala de produção. No cálculo do ciclo da filtração, devem ser considerados os tempos de carga, descarga, troca de tecidos, manutenção e previsão de expansão (Chaves, 1996).

A polpa a ser filtrada é colocada em um recipiente, e em seguida, o estojo de filtração (suporte da filtração e meio filtrante) é introduzido na polpa, durante o tempo necessário para formar a torta (tempo de formação). Ele é retirado da polpa e continua submetido ao vácuo (tempo de secagem). Verifica-se o tempo necessário para secar a torta, a sua espessura, a umidade, etc. Todos os tempos são registrados em um formulário, como ilustrado no

Quadro 1, além de outros parâmetros, como turbidez e volume de filtrado, umidade final e espessura da torta.

Quadro 1 – Planilha de laboratório utilizada em práticas laboratoriais, no CETEM, para controle de parâmetros operacionais do teste de folha.

		Projeto:				Resp:							
		Ensaio de Filtragem				Local:							
						Data / /							
Cliente:						Contrato:							
Material:						O.S. nº:							
Origem:						Amostra nº:							
OBSERVAÇÕES: ----- ----- ----- ----- -----		Turbidez do filtrado (NTV)											
		Descrição da torta											
		kg/ft² (seco)											
		% umidade											
		Peso da torta	Seco (g)										
			Úmido (g)										
		Espessura da torta (cm)											
Material: _____ % sólidos consistindo em _____ % líquidos consistindo em _____ Data de recepção: _____ Quantidade recebida: _____ pH da polpa: _____ Tamanho do filtro: _____ ft ² área: _____ Tipo de filtro: _____		Lavagem	L/h/ft²										
			MI										
		Velocidade filtragem	L/h/ ft²										
			mL ciclo										
		Tempo de Filtragem	Ciclo										
			Fissuração										
			Secagem										
			Lavagem										
			Imersão										
		Vácuo (mm Hg)	Média obtida	Secagem									
				Lavagem									
			Operação	Imersão									
				Secagem									
		Imersão											
		% sólidos na alimentação											
		Tela											
Temperatura													
Ensaio nº:													

Teste de Filtragem a Vácuo

Nos experimentos de laboratório, nos quais deseja-se separar uma polpa ou suspensão contendo sólidos filtráveis, em duas partes - uma torta sólida, contendo o material em suspensão, e um líquido clarificado emprega-se a filtragem a vácuo para acelerar o processo de separação.

A filtragem a vácuo consiste na aplicação de uma pressão menor que a atmosférica, o que promove o aumento da velocidade de formação da torta. O kitasato é o recipiente mais adequado para o teste em laboratório. O sistema resume-se em acoplar o kitasato a um funil de *Buchner* que, por sua vez, está ligado a uma linha de vácuo, conforme ilustrado na Figura 5. A suspensão a ser filtrada pode ser acondicionada em recipientes tipo béquer, ou até mesmo em baldes, dependendo da quantidade de material a ser filtrado. O meio filtrante normalmente empregado é um papel de filtro de porosidade conhecida e capaz de reter o material sólido.

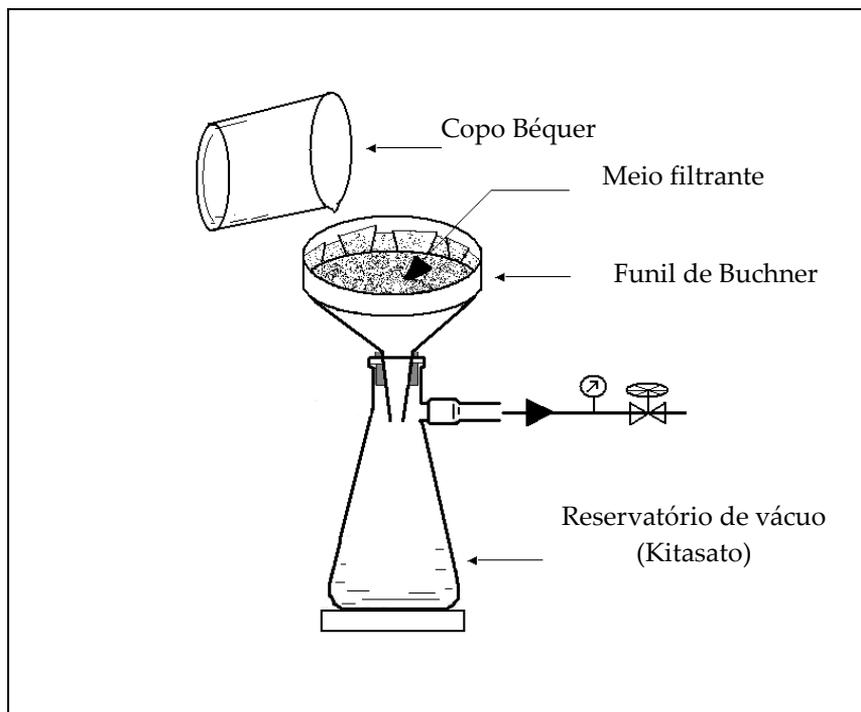


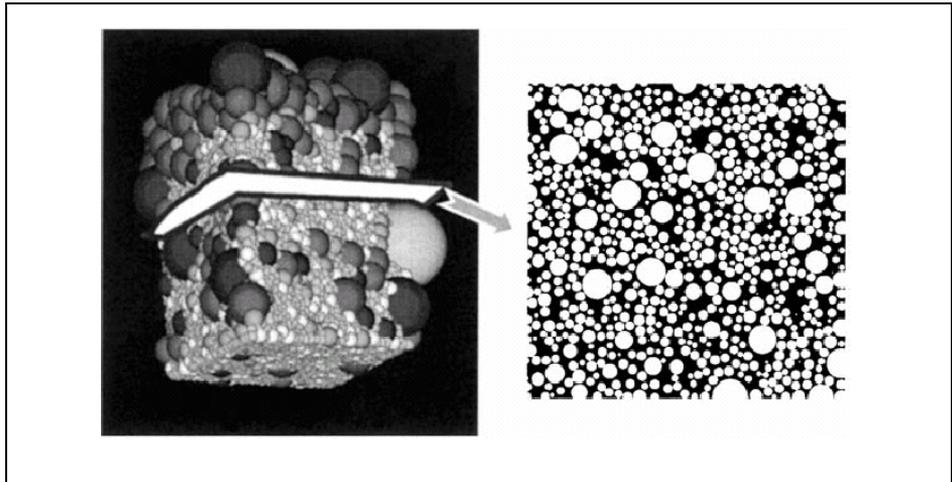
Figura 5 – Sistema de filtragem a vácuo utilizado nos laboratórios do CETEM.

A suspensão a ser filtrada deve ser vertida aos poucos sobre o papel de filtro corretamente posicionado no funil e no kitasato. Para que o papel de filtro se encaixe melhor no funil de *Buchner*, coloque-o sobre o funil e molhe-o com água usando a pisseta. Se esse for maior do que a área perfurada do funil, deve-se então dobrar o papel de filtro com as abas para cima. A adição da suspensão deve ser de tal modo que não ultrapasse a altura do papel de filtro, evitando assim o transbordo e passagem do material sólido para o kitasato.

A suspensão pode ser decantada no béquer durante a filtragem. Para evitar isso, pode-se manter o sistema em agitação permanente ou deixar a sedimentação ocorrer livremente. Quando restar pouca quantidade de material a ser filtrado, deve-se rinçar o béquer com água, utilizando a pisseta para carrear todos os sólidos que estiverem depositados no fundo e nas paredes do béquer.

Se a quantidade de sólidos suspensos for elevada, ou se esses sólidos forem de granulometria muito fina, a torta que se forma sobre o meio filtrante poderá tornar o processo de filtragem bastante demorado, por causa do entupimento dos poros do meio filtrante, o que provoca uma perda de carga do sistema de filtragem. A disposição das partículas sólidas sobre o meio filtrante contribui de forma decisiva para o aumento da perda de carga do sistema e conseqüente perda de eficiência do processo, conforme ilustrado na Figura 6. O espalhamento das partículas sólidas na formação da torta se dá de maneira irregular, aumentando a espessura da torta conforme o tempo de operação (Lin e Miller, 2000). Caso isso ocorra, deve-se trocar o meio filtrante por um outro novo e igual ao anterior.

Deve-se colocar o meio filtrante usado em uma bandeja e levar o conjunto à estufa, com a finalidade de remover a água remanescente, isto é, a umidade. Para isso, deve-se fechar a linha de vácuo, retirar o meio filtrante do funil de *Buchner*, colocá-lo sobre uma superfície plana e lisa para raspar, com o máximo de cuidado, a superfície do meio filtrante com uma espátula e retirar a torta formada. A torta deve ser colocada em um recipiente adequado e, na seqüência, deve-se proceder o processo de secagem em estufa. Se o meio filtrante estiver em boas condições (sem entupimentos), deverá voltar para o funil e ser reutilizado em uma nova etapa do processo de filtragem.



Fonte: Pacheco, 2002.

Figura 6 – Imagens de espalhamento de partículas sólidas em uma torta da filtragem e um corte bidimensional de uma seção da torta.

Os testes de laboratório devem ser conduzidos com uso de técnicas adequadas e operadores treinados. Os resultados obtidos serão utilizados para o dimensionamento de diversos filtros contínuos, conforme descrito nos exemplos que seguem (França e Massarani, 2004 e Chaves, 1996).

Filtro Prensa - os elementos do filtro prensa são os quadros e as placas separados entre si pelo meio filtrante. A suspensão alimenta o conjunto de quadros, formando-se a torta no meio filtrante. O filtrado percola o meio filtrante, escoando pelas ranhuras dos quadros e é conduzido para fora do filtro. A etapa da filtragem está concluída quando a torta ocupa todo o espaço oferecido entre os quadros (França e Massarani, 2004; Chaves, 1996).

Filtro Rotativo a Vácuo - caracteriza-se por produzir tortas secas de pequena espessura (inferior a 1 cm) e operar continuamente sob queda de pressão reduzida (inferior a 0,8 atm). A filtragem é feita sobre o meio filtrante, que recobre a superfície cilíndrica do equipamento.

Filtros de Discos - a torta é formada em ambas as faces dos discos verticais, paralelos e com o centro sobre o mesmo eixo horizontal, perpendicular ao plano dos discos. Cada disco é composto de múltiplos setores independentes, cobertos de tela e que se comunicam com as tubulações

de vácuo e de ar comprimido. A torta é formada pela aspiração da polpa para junto da tela e pela manutenção dos sólidos próximos a ela por aspiração continuada.

Filtro Plano - é constituído basicamente de uma superfície circular horizontal, que gira em torno de um eixo vertical, sobre a qual é apoiada a tela e entornada a polpa a ser filtrada. Destina-se basicamente às polpas heterogêneas (aquelas que sedimentam quando em repouso), sendo extremamente recomendado para o desaguamento de sólidos relativamente grossos.

Filtro de Tambor - trata-se de um cilindro que gira em torno de um eixo horizontal e sobre o qual a tela filtrante é apoiada. No seu movimento, o cilindro mergulha em um tanque de polpa, forma a torta por aspiração e, de modo semelhante ao filtro de discos, emerge do tanque e seca a torta, que, quando está seca, é soprada, ou raspada e, em seguida, descarregada.

Filtro de Correia - trata-se de um transportador de correia com projeto especial, de modo a servir de suporte para uma tela colocada sobre a correia e a permitir o escoamento do ar através da torta.

Exemplo:

Os testes de filtragem foram executados com uma polpa de diatomita, contendo 10% de sólidos, para diferentes tempos de formação e de secagem da torta, como ilustrado na Tabela 1.

Tabela 1 – Tempos de filtragem (TF) e umidades da torta (UT) resultantes de um teste de filtragem de uma polpa de diatomita.

(TF) (min)	(UT) (%)	(TF) (min)	(UT) (%)
0,0	90,8	6,0	79,80
1,0	76,77	7,0	78,29
1,5	78,01	8,0	78,09
2,0	83,40	9,0	77,47
2,5	79,94	10,0	74,81
5,0	79,64	15,0	73,91
Pressão de vácuo: 12 pol Hg (TF) Tempo de Filtragem (UT) Umidade da Torta			

Com base nos resultados contidos na Tabela 1 é possível afirmar que, independente do tempo de filtração utilizado, não há grandes variações na umidade da torta formada. Isso faz pressupor que há necessidade de aplicação de forças mecânicas para um maior desaguamento desse tipo de material, pelo fato de a diatomita ser muito porosa e acumular grande volume de água em sua estrutura. Observou-se uma torta compacta após o tempo de filtração, caracterizando que o seu processo de formação foi satisfatório, porém a água intersticial da diatomita não pode ser removida por este processo.

A Figura 7 ilustra a pequena variação da umidade da torta com o tempo de filtração, comparado à umidade da suspensão inicial.

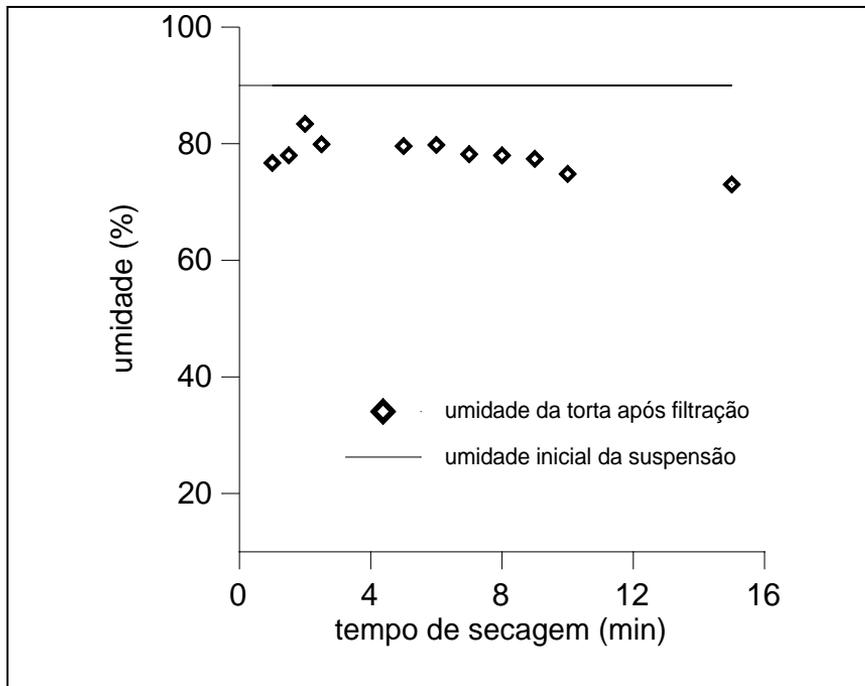


Figura 7 – Variação da umidade da torta com o tempo de filtração no *Leaf Test*.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Chaves, A. P. Teoria e Prática do Tratamento de Minérios. São Paulo: Signus Editora, vol. 2., 1996, 424p.
- França, S. C, A. e Massarani, G. Separação sólido-líquido. In: Luz, A. B., Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). Tratamento de Minérios. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p. 573-607.
- Lin, C. L. e Miller, J. D. Pore structure and network analysis of filter cake. *Chemical Engineering Journal*, vol. 80, Issues 1-3, 1, December, 2000, p.221-231.
- Pacheco, T. A. Como obter o rendimento máximo dos filtros de manga. *Revista Química e Derivados*. N. 407, Agosto, 2002.



PARTE VII ESCOAMENTO DE FLUÍDOS



CAPÍTULO 25 – ENSAIOS EM REÔMETRO ROTACIONAL TIPO CILINDROS COAXIAIS

Christine Rabello Nascimento

Engenheira Química/UFRJ, Mestre e Doutora em
Ciência e Tecnologia de Polímeros/Instituto de
Macromoléculas/UFRJ
Pesquisadora do CETEM/MCT

1. INTRODUÇÃO

Os reômetros com geometrias do tipo cilindros coaxiais são reômetros rotacionais que promovem a deformação por cisalhamento do material por meio da rotação de um elemento sensor no interior ou exterior da amostra (Figura 1). Este tipo de configuração é utilizada para determinação de propriedades reológicas de materiais de baixa e média viscosidade, tais como soluções, solventes, suspensões e emulsões (Possa, 2004). No caso de materiais muito viscosos, deve ser empregado outros tipos de geometrias, como a de cone e placa ou placas paralelas, por exemplo. Em se tratando de suspensões com elevada tendência à sedimentação, é recomendável o uso de rotores do tipo *vane rotors*.

Ao contrário dos viscosímetros, os reômetros possuem alta sensibilidade e um ótimo controle da temperatura e da taxa de cisalhamento, o que acarreta em resultados mais precisos. Além disto, os reômetros são equipamentos mais versáteis, permitindo a escolha de diferentes métodos de análise (tensão ou taxa de cisalhamento controlada), a realização de testes dinâmicos oscilatórios e possibilitando que várias medidas sejam feitas em um único teste. O sistema de aquisição e processamento dos dados adquiridos por meio de um computador consiste numa vantagem inquestionável do reômetro em relação a maioria dos viscosímetros de mesma geometria, visto que isto permite o acompanhamento *on-line* do comportamento da amostra e não apenas a obtenção de medidas pontuais de suas propriedades.

A partir das propriedades reológicas podem ser obtidas informações sobre a estrutura de um material bem como o seu comportamento durante um determinado processo. Para tanto, na metodologia empregada nos testes, devem ser levadas em conta as condições de processo, se possível, reproduzir condições tais como a temperatura e taxa de cisalhamento, entre outras. Exemplificando: se o material for uma suspensão concentrada, o que torna bastante improvável que tenha um comportamento de fluido Newtoniano, a determinação do perfil da curva de viscosidade deve ser feita dentro de uma faixa de taxas de cisalhamento, que inclua as taxas usualmente aplicadas no processo de bombeamento, caso seja este o processo de interesse.

A validade dos resultados obtidos no reômetro depende do atendimento a duas condições básicas:

- (i) aderência da camada de fluido que está em contato direto com a superfície do reômetro;
- (ii) fluxo é laminar (ausência de turbulências).

Nem sempre é trivial verificar a ausência de turbulência dentro da geometria de teste. Pode-se observar se há a formação de pequenos rodaminhos ou zonas de instabilidade na superfície do fluido durante o teste ou, no caso de suspensões concentradas, se a camada de material depositada na superfície do sensor possui buracos. O regime turbulento pode ocorrer quando o material é submetido a taxas elevadas de cisalhamento e se manifesta nos resultados como um aumento brusco da viscosidade (como se o fluido tivesse um comportamento dilatante). Para testes feitos com taxas elevadas, devem ser escolhidos conjuntos de copo/rotor com pequena distância entre estes elementos. Contudo, no caso das suspensões, deve-se observar que essa distância seja pelo menos cinco vezes o tamanho da maior partícula contida na amostra.

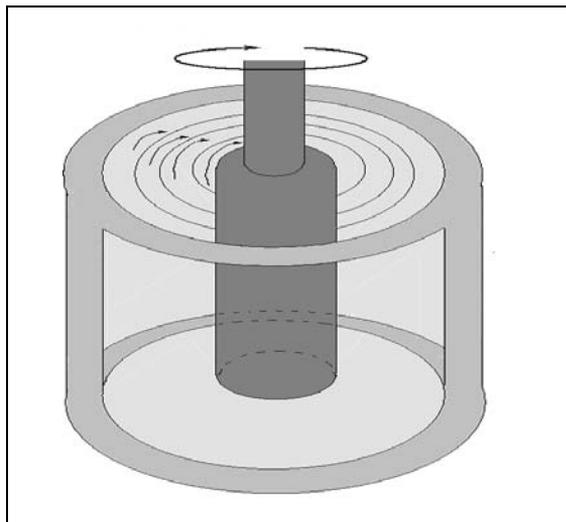


Figura 1 – Elementos básicos para o teste reológico em reômetro tipo cilindros coaxiais.

Observa-se que para um fluido não Newtoniano, quanto maior o gap, maior o erro induzido pela não linearidade do perfil de velocidade. Usualmente, recomenda-se um gap tal que a razão entre o raio do cilindro externo e interno seja menor que 1.10.

De acordo com a informação desejada, as medidas reológicas podem ser feitas em regime permanente de cisalhamento, em regime oscilatório ou dinâmico. No regime permanente, o rotor gira num único sentido com velocidade constante, de tal modo que o fluxo seja laminar, no qual a camada de material que está em contato com o rotor possui a mesma velocidade deste elemento, e a camada em contato com o copo possui velocidade zero. No regime oscilatório, o rotor gira alternadamente nos dois sentidos e, na maioria das vezes, não é desejável que haja fluxo, mas apenas a deformação do material. Os ensaios oscilatórios são utilizados na determinação das propriedades viscoelásticas do material.

Deve-se evitar que falhas de operação ou na manipulação da amostra levem a resultados errados. Como erros na operação, podem ser citados a colocação da quantidade incorreta de amostra, a presença de bolhas no material ou impurezas, tempo insuficiente para que a amostra atinja a temperatura do teste e escolha inadequada do sensor. A ocorrência de turbulência, sedimentação, absorção de umidade (no caso de amostra higroscópica) e a degradação térmica (no caso de materiais sensíveis) também comprometem os resultados. Sensores desalinhados ou com superfície desgastada devem ser reparados. Neste caso, o uso de uma substância padrão, com perfil de viscosidade conhecido, pode ser útil na identificação do problema.

Todo reômetro possui um limite máximo de torque e velocidade de rotação em que pode operar. Contudo, isso não chega a ser uma dificuldade para o usuário, já que o equipamento possui sistemas de segurança e alarme. O próprio *software* pode acusar, durante o preenchimento das condições do teste, que determinado valor de rotação está acima do permitido. Vale a pena lembrar que a troca por um conjunto copo/rotor mais adequado pode ser uma solução para este caso.

Neste Capítulo serão descritos os testes que podem ser realizados no reômetro com geometria tipo cilindros coaxiais, as propriedades obtidas em cada teste e a importância destas propriedades na caracterização do material. É importante ressaltar que existem vários fatores que podem influenciar nas propriedades reológicas, tais como temperatura, pressão, tempo de análise e taxa de cisalhamento. No caso de suspensões, também influenciam a concentração, a forma e distribuição de tamanho das partículas, o pH, a carga superficial das partículas e a presença de aditivos, como os agentes dispersantes, por exemplo.

Os procedimentos descritos são aplicáveis em reômetros da marca HAAKE, modelo RheoStress 1, ou similares.

2. TESTES REOLÓGICOS

Manutenção da Tensão (τ) ou da Taxa de Cisalhamento ($\dot{\gamma}$) Durante um Período, com Temperatura Constante

Neste teste mede-se $\dot{\gamma}$ ou τ , a depender da variável fixa. O valor da viscosidade (η) é calculado como a razão $\eta = \tau / \dot{\gamma}$. Caso o valor de η varie com o tempo, isto pode revelar a ocorrência de tixotropia (η diminui com o tempo) ou reopexia (η aumenta com o tempo).

Varição da Tensão (τ) ou da Taxa de Cisalhamento ($\dot{\gamma}$) Durante um Período, com Temperatura Constante

A variação de $\dot{\gamma}$ ou τ pode ser executada continuamente (rampa) ou em etapas (degraus). Em ambos os casos, são obtidas as curvas de fluxo e de viscosidade como resultado. No caso da rampa, são fixados os valores inicial e final de $\dot{\gamma}$ ou τ , o tempo que o equipamento levará para aumentar (ou diminuir) $\dot{\gamma}$ ou τ e o número de pontos adquiridos neste procedimento. A variação em degraus possibilita que a medida seja tomada dentro de um patamar fixo de $\dot{\gamma}$ ou τ , proporcionando uma condição mais estável na tomada do ponto e uma maior reprodutibilidade dos resultados.

Com o perfil das curvas, é possível caracterizar o tipo de fluido e obter informações estruturais. Exemplificando: a presença de agregados em uma

suspensão pode resultar num comportamento pseudoplástico facilmente identificável pelas curvas de viscosidade.

Esse teste também serve como mecanismo de controle de processos e da qualidade de produtos. Por exemplo, a observação de valores altos de tensão no ponto de escoamento, proporciona maior estabilidade da suspensão, mas esse fato, em contrapartida, acarreta sobrecarga nas bombas, caso esse fluido seja bombeado.

Variação da Temperatura Durante um Período, com Tensão (τ) ou Taxa de Cisalhamento ($\dot{\gamma}$) Constante

Este ensaio deve ser feito quando a dependência da viscosidade em relação à temperatura for uma informação relevante como, por exemplo, no caso de óleos para lubrificação de motores.

A temperatura pode ser programada para variar de modo contínuo (rampa) ou em etapas (degraus).

Teste de Fluência e Recuperação

A fluência, que significa a capacidade de um corpo se deformar lentamente quando submetido a uma tensão constante, é uma característica marcante de materiais viscoelásticos, tais como polímeros e algumas suspensões concentradas. A propriedade reológica obtida num ensaio de fluência é conhecida como compliância em cisalhamento (J), que é definida pela função $J(t, \tau) = \gamma(t)/\tau$ (Bretas e D'ávila, 2000).

Este teste é especialmente útil na avaliação de materiais viscoelásticos. Ele pode ser dividido em duas etapas: (i) o material é submetido a uma tensão de cisalhamento (τ) constante por um período t_1 ; (ii) a tensão é retirada instantaneamente por um período t_2 e a recuperação do fluido é observada. Durante todo o teste, a deformação (γ) em função do tempo é medida (Figura 2).

Quando a tensão é retirada, o material tende a retomar parte da sua posição inicial (γ_e , deformação elástica), contudo sua característica viscosa faz com que uma parte da deformação permaneça (γ_v , deformação viscosa). A deformação elástica (recuperável) e viscosa (irrecuperável) são, portanto,

medidas. Ligações e interações fortes na microestrutura do material aumentam a característica de elasticidade, contudo a aplicação de tensões excessivas pode acarretar o rompimento total da estrutura e a não detecção da deformação elástica.

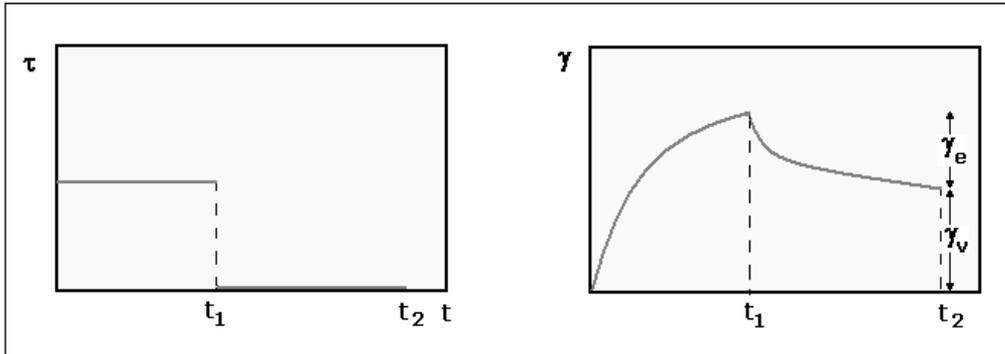


Figura 2 – Esquema representativo do teste de fluência e recuperação.

Teste de Tixotropia

Existem fluidos cuja relação entre a taxa de cisalhamento e a tensão de cisalhamento dependem do tempo – são os chamados “fluidos tempo-dependentes”. Esta dependência do tempo pode ser encontrada em materiais pseudoplásticos ou dilatantes, podendo ser visualizada quando a curva relativa ao aumento de $\dot{\gamma}$ não é coincidente com a curva de decréscimo de $\dot{\gamma}$ na curva de fluxo, formando a curva de histerese (Figura 3). Este comportamento ocorre quando as mudanças estruturais são mais lentas que o tempo de realização do teste. A rigor todos os fluidos nos quais ocorrem fenômenos de formação ou destruição de estruturas com a variação da taxa de cisalhamento são dependentes do tempo, pois o processo de mudança estrutural acontece num intervalo de tempo finito.

A taxa de formação da estrutura durante o processo de desaceleração não é necessariamente igual à taxa com que a estrutura inicial é destruída durante o processo de aceleração. Contudo, se ambas as mudanças forem muito rápidas, as curvas equivalentes aos dois processos irão se sobrepor, pois a diferença entre elas não será detectável. Dá-se o nome de tixotropia ao fenômeno observado quando o processo de recomposição da estrutura é mais

lento que o processo de destruição da estrutura inicial. Já os materiais reopéticos, extremamente raros, possuem o processo de recomposição da estrutura mais rápido do que o processo de destruição.

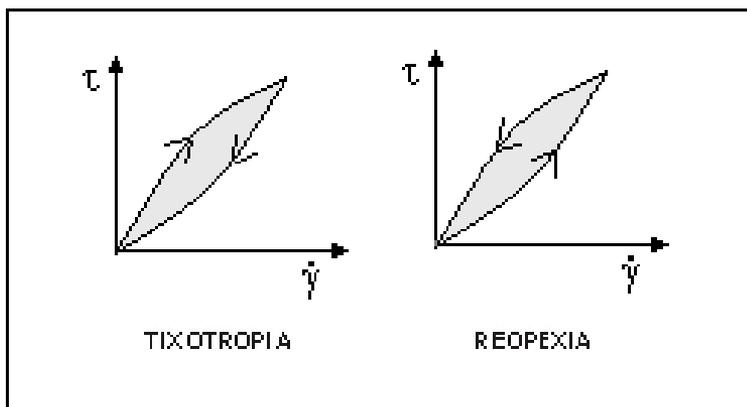


Figura 3 – Curvas de histerese de fluidos tixotrópicos e reopéticos.

Uma programação básica para um teste capaz de quantificar o valor de tixotropia de um dado material seria:

- (i) rampa de aumento de taxa de cisalhamento de 0 a $\dot{\gamma}_M$ (s^{-1}) por um período t_1 , a uma temperatura T fixa;
- (ii) manutenção da taxa de cisalhamento $\dot{\gamma}_M$ (s^{-1}) por um período t_2 , a temperatura T fixa;
- (iii) rampa de redução de taxa de cisalhamento de $\dot{\gamma}_M$ a 0 (s^{-1}) por um período t_1 , a uma temperatura T fixa.

Onde $\dot{\gamma}_M$ é o valor máximo de taxa de cisalhamento escolhido pelo operador.

O valor de tixotropia pode ser calculado como a diferença entre as áreas sobre as curvas de aumento e de redução de $\dot{\gamma}$. Contudo, é importante salientar que este é um teste relativo e, portanto, os valores de tixotropia só são comparáveis para a mesma condição de análise. Testes realizados com períodos diferentes de rampa, mesmo utilizando a mesma faixa de taxas de cisalhamento, acarretam em valores diferentes de tixotropia.

Determinação da Tensão no Ponto de Escoamento

A tensão no ponto de escoamento (τ_0) pode ser definida como a tensão mínima com base na qual o material efetivamente flui, ou seja, o material se comporta como um sólido para valores de τ inferiores a τ_0 . Cremes, pastas, géis e uma infinidade de produtos são exemplos de fluidos que possuem τ_0 . Sabe-se que, no caso das suspensões, a existência de τ_0 está relacionada à presença de interações entre as partículas que propiciam a formação de uma rede contínua, cuja resistência está relacionada com a força dessas interações (Uhlherr *et al.*, 2005).

Os testes para a determinação da tensão no ponto de escoamento são descritos a seguir.

a) Método da Extrapolação da Curva de Fluxo

A tensão no ponto de escoamento (τ_0) pode ser calculada como a interseção da curva de fluxo ($\tau \times \dot{\gamma}$) com o eixo da ordenada ($\dot{\gamma} = 0$). Isto pode ser feito por meio de uma regressão linear, caso o fluido em questão se comporte como fluido de Bingham, ou utilizando um outro modelo matemático que se ajuste melhor à curva experimental.

O teste para a obtenção da curva de fluxo consiste na aplicação de uma rampa de taxa de cisalhamento com a determinação da tensão de cisalhamento (vide item 2).

b) Método da Deformação Controlada

Neste teste ocorre a aplicação de uma velocidade de rotação fixa durante um período e a determinação do perfil de tensão de cisalhamento correspondente. Determina-se como τ_0 o ponto máximo da curva de tensão de cisalhamento *versus* tempo. Este é um método relativo em que só é válida a comparação entre os valores obtidos em condições de teste idênticas, incluindo o número de pontos tomados.

c) Método da Rampa de Tensão

O teste consiste em aplicar uma rampa de tensão, em que a tensão de cisalhamento varie entre um valor mínimo e máximo, de tal forma que o intervalo entre eles inclua τ_0 . Caso não haja um valor estimado para τ_0 , o valor

mínimo escolhido deve ficar um pouco acima do limite aceito pelo equipamento. O mais recomendado é que o valor da tensão mínima seja uma ou duas décadas (ordem de grandeza logarítmica) abaixo de τ_0 . A curva de deformação (γ) *versus* tensão de cisalhamento (τ) deve ser analisada na escala logarítmica e τ_0 é determinado como o ponto de inflexão desta curva (Figura 4). O tempo de rampa pode influenciar no resultado (o método é relativo). O tempo médio recomendado para o teste é de três minutos.

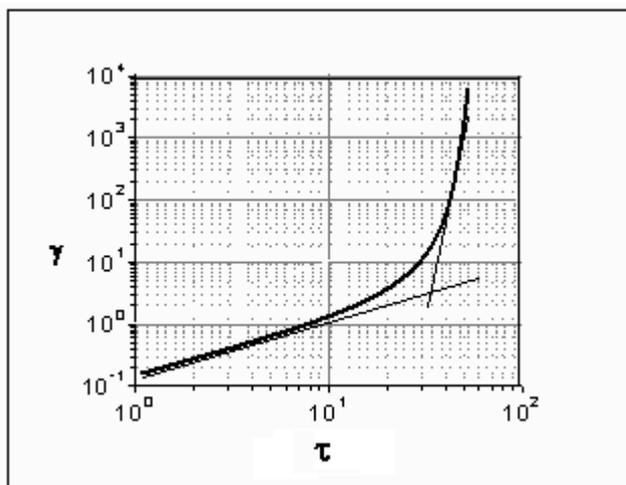


Figura 4 – Curva de deformação (γ) *versus* tensão de cisalhamento (τ).

d) Teste de Fluência

Neste teste a amostra deve ser submetida a uma tensão constante por um período determinado, devendo ser observado se ocorre ou não variação da deformação (γ) com o tempo. Inicialmente, deve ser escolhido o valor de tensão mais baixo possível aceito pelo equipamento. Se for observado que γ não varia com o tempo – o que significa que a curva de deformação *versus* tempo é uma reta paralela ao eixo das abscissas – então, deve ser feito um novo teste, utilizando um valor de tensão maior. Este procedimento deve ser repetido sucessivamente, até que seja observada uma tendência de aumento de γ , o que indica que, para este valor de tensão, ocorre o escoamento. A tensão no ponto de escoamento estará no intervalo entre o último valor de tensão escolhido (em que houve escoamento) e o penúltimo. Uma

desvantagem deste método seria a necessidade de longos tempos de teste, já que, dependendo do material, a inclinação da curva pode ser tão tênue que se tornem necessários períodos longos para verificar o aumento de γ .

e) Teste de Varredura de Tensão

Trata-se de um teste feito em regime oscilatório, em que a tensão de cisalhamento (τ) é programada para variar como uma função senoidal (Equação 1). Os parâmetros a serem definidos consistem na faixa de tensão aplicada (amplitudes mínima e máxima), na frequência (f) ou frequência angular (ω) da oscilação e no número de intervalos do teste.

$$\tau(t) = \tau_M \text{ sen}(\omega t) \quad [1]$$

onde:

$\tau(t)$ - tensão de cisalhamento em função do tempo;

τ_M - amplitude da tensão de cisalhamento;

ω - frequência.

O equipamento mede a variação da deformação em função do tempo ($\gamma(t)$), que também pode ser descrita como uma função senoidal, com um fator de defasagem δ em relação à $\tau(t)$ (Equação 2). Com isto, podem ser calculadas diversas propriedades reológicas, tais como módulo complexo em cisalhamento G^* , o módulo de armazenamento em cisalhamento G' , o módulo de perda em cisalhamento G'' e a tangente de perda ou coeficiente de amortecimento $\tan\delta$. Cada grandeza terá valores constantes para valores de τ menores que a tensão no ponto de escoamento e, portanto, uma forma de se determinar τ_0 é por meio do gráfico da propriedade reológica *versus* tensão de cisalhamento (Figura 5).

$$\gamma(t) = \gamma_M \text{ sen}(\omega t + \delta) \quad [2]$$

Esse método é relativo, visto que o valor de τ_0 depende da frequência escolhida para o teste.

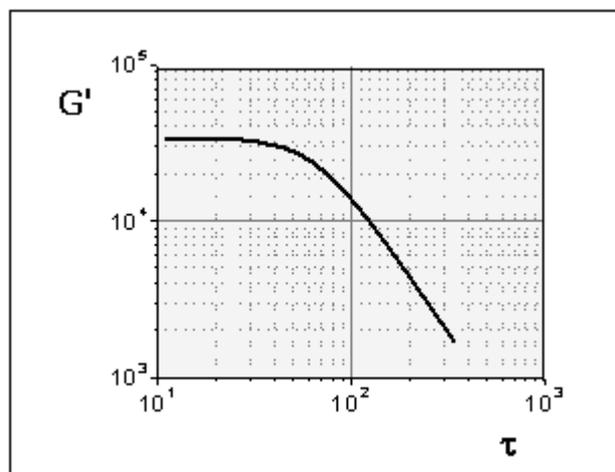


Figura 5 – Curva de módulo de armazenamento (G') *versus* tensão de cisalhamento (τ).

Determinação da Faixa de Viscoelasticidade Linear

O teste de varredura de tensão, descrito no item (2.e), também é adequado para a determinação da faixa de viscoelasticidade linear. Este seria um teste preliminar para se determinar a amplitude máxima (em termos de tensão ou de deformação) em que as propriedades viscoelásticas não variam em função da tensão de cisalhamento ou da deformação. Este valor de amplitude máxima não deve ser excedido quando forem realizados outros testes oscilatórios como, por exemplo, o teste de varredura de frequência. Contudo, como a amplitude máxima também é função da frequência, deve ser escolhido um valor de amplitude que seja satisfatório para qualquer valor de frequência a ser utilizado.

Na Figura 6 está ilustrado um gráfico típico, obtido no teste de varredura de tensão (τ), em que a propriedade reológica calculada é o módulo de armazenamento (G'). Observa-se que a faixa de viscoelasticidade linear do ensaio realizado na frequência de 10 Hz é maior em relação ao ensaio realizado com 1 Hz e, portanto, o valor máximo de tensão de cisalhamento (τ_{m2}) que pode ser utilizado nos demais ensaios a 10 Hz também é maior.

O tamanho da faixa de viscoelasticidade linear também é um indicativo da estabilidade da suspensão. Uma faixa ampla significa que o material tolera uma deformação mais elevada antes de sua estrutura se “romper”.

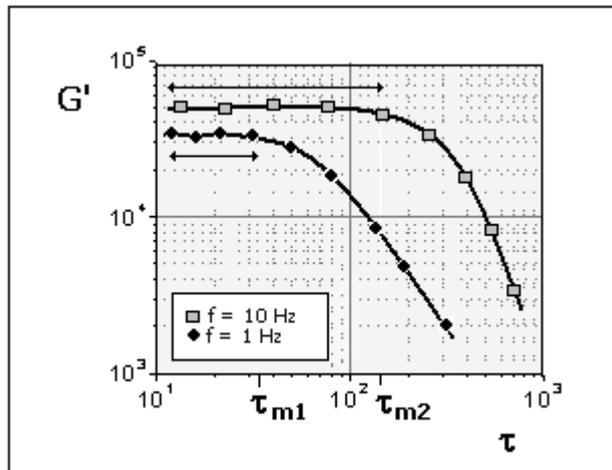


Figura 6 – Curvas de módulo de armazenamento (G') versus tensão de cisalhamento (τ), obtidas nas frequências de 1 e 10 Hz.

Outra forma de se fazer esta determinação é por meio da varredura da deformação. Neste caso, o parâmetro medido é a variação da tensão de cisalhamento com o tempo.

Teste de Varredura de Frequência

O teste de varredura de frequência fornece informações estruturais de fluidos, caracterizando-os quanto a sua natureza viscoelástica. O teste consiste na aplicação da tensão de cisalhamento ($\tau(t)$) ou da deformação ($\gamma(t)$), na forma de uma função senoidal com frequência variável e amplitude constante (Figura 7A). Portanto, devem ser definidos os limites inferiores e superior da frequência, o número de intervalos (degraus) entre estes limites e a amplitude da tensão (ou a deformação). É importante ressaltar que a amplitude de tensão (ou da deformação) deve ser escolhida de tal forma que o fluido permaneça dentro da faixa de viscoelasticidade linear em todo o intervalo de frequência aplicada (vide item 2).

Várias propriedades reológicas podem ser obtidas neste teste, contudo um resultado especialmente útil para a avaliação de materiais é a comparação entre as curvas do módulo de armazenamento (G') e do módulo de perda (G'') *versus* frequência angular (ω) (Figura 7B). No caso de suspensões, se em baixos valores de frequências, os valores de G' forem maiores que G'' , então, a suspensão será mais estável na situação de repouso. No ponto de cruzamento entre as curvas, ocorre uma inversão no comportamento do fluido. Caso os valores de G'' sejam maiores que os de G' , isto significa que a natureza viscosa do fluido está prevalecendo sobre a natureza elástica.

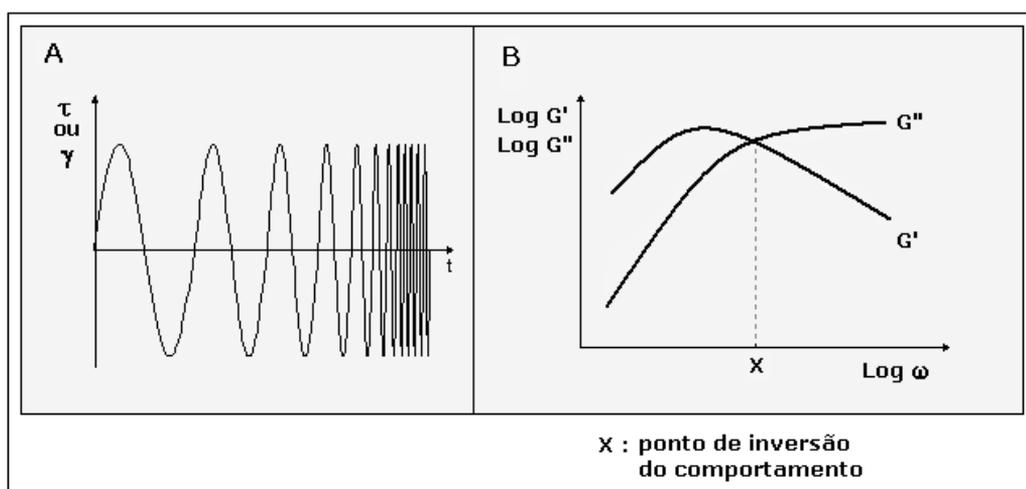


Figura 7 – Ilustração gráfica do teste reológico oscilatório de varredura de frequência.

Teste de Varredura de Tempo

Este teste é realizado quando se deseja observar a ocorrência de uma modificação estrutural ao longo do tempo. A modificação pode ser ocasionada por reações de cura, mudanças do tipo sol-gel ou qualquer outra reação que acarrete na alteração da rigidez ou consistência do material.

O teste consiste na aplicação da tensão de cisalhamento ($\tau(t)$) ou da deformação ($\gamma(t)$), na forma de uma função senoidal com frequência e amplitude constantes ao longo de um período preestabelecido. Deve-se verificar que o teste seja realizado dentro da faixa de viscoelasticidade linear.

A análise das curvas de módulo de armazenamento (G') e módulo de perda (G'') versus tempo de teste possibilita o acompanhamento da modificação da estrutura do material.

Teste de Varredura de Temperatura

Neste teste, a variação da temperatura pode ser feita por meio de uma rampa (variação contínua) ou em degraus (variação em etapas). É um teste oscilatório, em que devem ser definidos o modo de operação (variação da tensão de cisalhamento ou da deformação), a amplitude, a frequência e o tempo do teste.

Pelo comportamento do módulo de armazenamento (G') e do módulo de perda (G'') ao longo da análise, é possível verificar a influência da temperatura nestas propriedades, servindo para a avaliação das modificações estruturais na amostra.

3. ROTEIRO BÁSICO DE OPERAÇÃO DO REÔMETRO HAAKE RHEOSTRESS 1¹

Para o funcionamento adequado do reômetro, este deve estar conectado a um banho termoestático, um compressor de ar e um computador em que estejam instalados os programas *RheoWin Job Manager*, *RheoWin Device Manager* e *RheoWin Data Manager*.

Para iniciar a operação, devem ser ligados o compressor, o banho, o reômetro e o computador, em seguida, deve-se entrar no programa *RheoWin Job Manager*. O conjunto copo/rotor escolhido deve ser acoplado ao reômetro. Considerando que não exista uma programação de teste já salva, o teste deve ser editado dentro do *RheoWin Job Manager*. Após abrir o programa, a opção “arquivo/novo trabalho” deve ser escolhida e o editor de trabalho preenchido. O programa permite a escolha de opções já padronizadas para os ensaios de fluência e recuperação, curva de fluxo, varredura de frequência e varredura de tensão, além da opção “criar novo”, na qual o ensaio é programado pela inserção dos elementos de medição e, se for o caso, elementos gerais e de

¹ A leitura deste roteiro não exclui a necessidade de consulta ao manual do equipamento.

avaliação. Em cada elemento de medição são definidos os parâmetros prefixados pelo operador e demais informações necessárias à execução do teste. Tanto os elementos de medição como os elementos de avaliação podem ser vistos na janela principal do *RheoWin Job Manager*, e a inserção destes elementos consiste em clicar e arrastar o ícone para dentro do editor de trabalho.

Qualquer que seja o teste que será realizado, deve-se preencher as informações sobre o dispositivo (reômetro, sensor e controlador térmico), os resultados mostrados (gráficos e tabelas), a identificação da amostra e o nome do arquivo para salvar as informações.

Um conjunto de elementos de medição compõe um teste reológico. Por exemplo, o teste de tixotropia é composto por três elementos de medição:

- (i) elemento de rampa de rotação, cuja taxa ou a tensão de cisalhamento aumentam com o tempo;
- (ii) elemento de rotação – curva de tempo, com a taxa ou a tensão de cisalhamento mantido por um período;
- (iii) elemento de rampa de rotação, no qual a taxa ou a tensão de cisalhamento diminuem com o tempo.

Nesse teste é interessante inserir no final o elemento de avaliação “tixotropia”, que calcula o valor numérico da tixotropia.

Dezessete elementos de medição estão disponíveis. Os principais são descritos a seguir.

Elemento de Rotação – cs/cr/cd Curva de Tempo

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) modo de operação - controle da taxa de cisalhamento (cr), controle da tensão de cisalhamento (cs) ou controle da deformação (cd);
- (ii) valor da taxa de cisalhamento, da tensão de cisalhamento ou da deformação;
- (iii) duração;

- (iv) modo de aquisição - linear ou logarítmica;
- (v) dados - número de pontos tomados;
- (vi) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo;
- (vii) temperatura.

Elemento de Rotação de Passos – cs/cr

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) modo de operação - controle da taxa de cisalhamento (cr) ou controle da tensão de cisalhamento (cs);
- (ii) valor da faixa de operação da taxa de cisalhamento (taxa inicial e final) ou da tensão de cisalhamento (tensão inicial e final);
- (iii) distribuição - linear, logarítmica ou tabela;
- (iv) número de passos;
- (v) aquisição dos pontos - definir o número de repetições e o tempo de equilíbrio para a tomada do ponto;
- (vi) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo;
- (vii) temperatura.

Elemento de Rampa de Rotação – cs/cr

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) modo de operação - controle da taxa de cisalhamento (cr) ou controle da tensão de cisalhamento (cs);
- (ii) valor da faixa da operação da taxa de cisalhamento (taxa inicial e final) ou da tensão de cisalhamento (tensão inicial e final);
- (iii) distribuição - linear ou logarítmica;

- (iv) duração;
- (v) modo de aquisição - linear ou logarítmica;
- (vi) dados - número de pontos tomados;
- (vii) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo;
- (viii) temperatura.

Elemento de Arrasto em cs

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) valor da tensão de cisalhamento;
- (ii) duração;
- (iii) modo de aquisição - linear ou logarítmica;
- (iv) dados - número de pontos tomados;
- (v) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo;
- (vi) temperatura.

Elemento de Teste de Recuperação em cs ($\tau = 0$)

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) duração;
- (ii) modo de aquisição - linear ou logarítmica;
- (iii) dados - número de pontos tomados;
- (iv) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo;
- (v) temperatura.

Elemento de Rotação – cs/cr: Passos de Temperatura

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) temperatura - valor da faixa de temperatura (temperatura inicial e final);
- (ii) distribuição - linear, logarítmica ou tabela;
- (iii) número de passos;
- (iv) aquisição dos pontos - definir o número de repetições e o tempo de equilíbrio para a tomada do ponto;
- (v) modo de operação - controle da taxa de cisalhamento (cr) ou controle da tensão de cisalhamento (cs);
- (vi) valor da taxa de cisalhamento ou da tensão de cisalhamento;
- (vii) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo.

Elemento de Rotação – cs/cr : Rampa de Temperatura

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) temperatura - valor da faixa de temperatura (temperatura inicial e final);
- (ii) distribuição - linear ou logarítmica;
- (iii) duração;
- (iv) modo de aquisição - linear ou logarítmica;
- (v) dados - número de pontos tomados;
- (vi) modo de operação - controle da taxa de cisalhamento (cr) ou controle da tensão de cisalhamento (cs);
- (vii) valor da taxa de cisalhamento ou da tensão de cisalhamento;

- (viii) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo.

Elemento de Oscilação – Curva de Tempo

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) modo de oscilação - controle da tensão de cisalhamento (cs) ou controle da deformação (cd);
- (ii) valor da amplitude da tensão de cisalhamento (τ) ou da deformação (γ);
- (iii) valor da frequência;
- (iv) duração;
- (v) modo de aquisição - linear ou logarítmica;
- (vi) dados - número de pontos tomados;
- (vii) número de repetições;
- (viii) tempo de espera;
- (ix) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo;
- (x) temperatura.

Elemento de Oscilação – Varredura de Amplitude

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) modo de oscilação - controle da tensão de cisalhamento (cs) ou controle da deformação (cd);
- (ii) valor da faixa da tensão de cisalhamento (tensão inicial e final) ou da deformação (deformação inicial e final);
- (iii) valor da frequência;
- (iv) distribuição - linear, logarítmica ou tabela;

- (v) número de passos;
- (vi) aquisição - número de repetições e tempo de espera;
- (vii) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo;
- (viii) temperatura.

Elemento de Oscilação – Varredura de Frequência

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) modo de oscilação - controle da tensão de cisalhamento (τ) ou controle da deformação (γ);
- (ii) valor da amplitude da tensão de cisalhamento (τ) ou da deformação (γ);
- (iii) valor da faixa de frequência (frequência inicial e final);
- (iv) distribuição - linear, logarítmica ou tabela;
- (v) década de frequência;
- (vi) aquisição - número de repetições e tempo de espera;
- (vii) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo;
- (viii) temperatura.

Elemento de Oscilação – Rampa de Temperatura

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) faixa de temperatura - temperatura inicial e final;
- (ii) distribuição - linear ou logarítmica;
- (iii) duração;
- (iv) modo de aquisição - linear ou logarítmica;

- (v) dados - número de pontos tomados;
- (vi) número de repetições;
- (vii) tempo de espera;
- (viii) modo de oscilação - controle da taxa de cisalhamento (τ) ou controle da deformação (γ);
- (ix) valor da amplitude da taxa de cisalhamento (τ) ou da deformação (γ);
- (x) valor da frequência;
- (xi) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo.

Após finalizar a edição do teste, o operador deve acionar o banho termoestático para que o fluido circule pela parte externa do copo, que já deve ter sido colocado no reômetro. Esse acionamento pode ser feito programando-se o próprio banho ou, de forma mais simples, pelo computador, clicando-se em “controle manual”, dentro do editor de trabalho. Uma nova janela será aberta e o valor da temperatura do teste deverá ser digitado dentro do quadro “set temperature”, clicando-se em “iniciar”, logo em seguida. Dentro desta mesma janela, o ajuste da distância entre copo e rotor pode ser feito clicando-se em “automático”, no quadro ponto zero. O elevador que suspende o rotor deve ser acionado clicando-se no botão com duas setas apontadas em sentidos opostos. A amostra é colocada observando-se a linha limite marcada no interior do copo. Deve-se aguardar um tempo para que a temperatura da amostra entre em equilíbrio com a do copo antes de iniciar o teste.

O teste começa quando o botão “iniciar”, dentro do editor de trabalho, é acionado. O arquivo com os resultados do teste pode ser salvo após sua finalização, caso esta opção tenha sido escolhida no editor de trabalho.

Os resultados podem ser posteriormente vistos e trabalhados no programa *RheoWin Data Manager*. Esse programa permite que sejam feitos diversos cálculos e gráficos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Bretas, R. E. S e D'avila, M. A. Reologia de polímeros fundidos. Editora da UFSCar, 2000, p. 106-109.
- Ferry, J. D. The nature of viscoelastic behavior. In: Viscoelastic properties of polymers. John Wiley & Sons, Inc., 1980, p. 633.
- Possa, M. V. Reologia no tratamento de minérios. In: Luz, A. B., Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). Tratamento de minérios. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p.535-568.
- Uhlherr, P. H. T. *et al.* The shear-induced solid-liquid transition in yield stress materials with chemically different structures. In: Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, vol. 125, 2005, p.101-119.

NOMENCLATURA

Sigla	Discriminação
γ	deformação por cisalhamento
$\dot{\gamma}$	taxa de cisalhamento
τ	tensão de cisalhamento
τ_0	tensão no ponto de escoamento
η	viscosidade em regime permanente de cisalhamento
J	compliância em cisalhamento
t	tempo
T	temperatura
F	freqüência
ω	freqüência angular
G^*	módulo complexo em cisalhamento
G'	módulo de armazenamento em cisalhamento
G''	módulo de perda em cisalhamento
$\tan\delta$	tangente de perda ou coeficiente de amortecimento



PARTE VIII MEDIÇÕES EM LABORATÓRIO



CAPÍTULO 26 – ENSAIOS DE DETERMINAÇÃO DE ÁREA SUPERFICIAL POR ADSORÇÃO DE GÁS

Rosa Malena Fernandes Lima

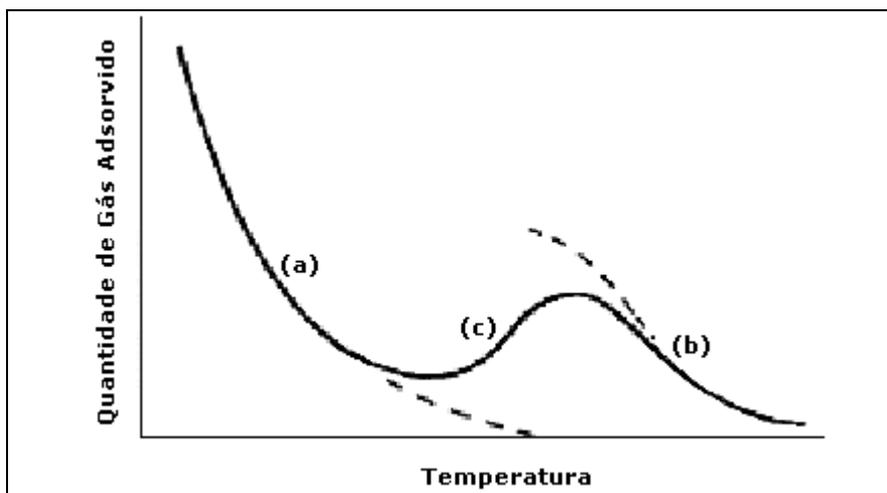
Engenheira de Minas/UFOP, Mestre e Doutora em
Tecnologia Mineral/UFMG

Professora Adjunta do Departamento de
Engenharia de Minas, Escola de Minas/UFOP

1. INTRODUÇÃO

A adsorção de gás ou vapor (adsorvato) sobre uma superfície sólida (adsorvente) ocorre pela ação de forças de atração entre a superfície do sólido e o gás ou vapor em contato com a mesma. Essas forças podem ser de atração física, van der Waals, não específicas, que são semelhantes às forças envolvidas na liquefação, ou forças específicas mais fortes, semelhantes à formação de ligações químicas.

A adsorção física ocorre quando não existe transferência de elétrons entre o adsorvente e o adsorvato. Pode-se afirmar que usualmente, mas nem sempre, a adsorção física é rápida e reversível, envolvendo baixo calor de adsorção (menor que 10 – 15 kcal). A adsorção química é lenta e irreversível, requerendo uma apreciável energia de ativação, que é favorecida em altas temperaturas, gerando alto calor exotérmico de adsorção. No entanto, existem processos de quimissorção muito rápidos, com calor de adsorção igual a zero ou endotérmico, com energia de ativação zero a temperaturas muito baixas. Porém, pode ocorrer uma situação intermediária entre a adsorção física e a adsorção química, como mostrado na Figura 1.



Fonte: Shaw, 1970

Figura 1 – Curva representativa das quantidades de gás adsorvidas em função da temperatura: (a) adsorção química; (b) transição entre a adsorção física e a adsorção química; (c) adsorção física.

A relação termodinâmica do processo espontâneo de adsorção é dada pela Equação 1.

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S < 0, \quad [1]$$

onde:

ΔG variação de energia livre;

ΔH variação de entalpia;

T temperatura;

ΔS variação da entropia.

Como a adsorção gasosa ocorre de forma natural e espontânea, envolvendo perda de, pelo menos, um grau de liberdade para a espécie adsorvida, implicando no decréscimo da entropia, o processo físico de adsorção é sempre exotérmico.

A distinção entre as características da adsorção física e da adsorção química de um adsorvato se aproximando de uma superfície pode ser explicada pelo diagrama de energia potencial de Lennard-Jones (Figura 2). Por definição, para distâncias muito grandes da superfície, a energia potencial do adsorvato em relação à superfície é nula. Ou seja, a curva de energia potencial é assintótica em relação ao eixo das abscissas r , como mostrado pela curva A da Figura 2. A energia potencial é descrita pela expressão abaixo, que foi derivada para um gás inerte monoatômico à baixa pressão:

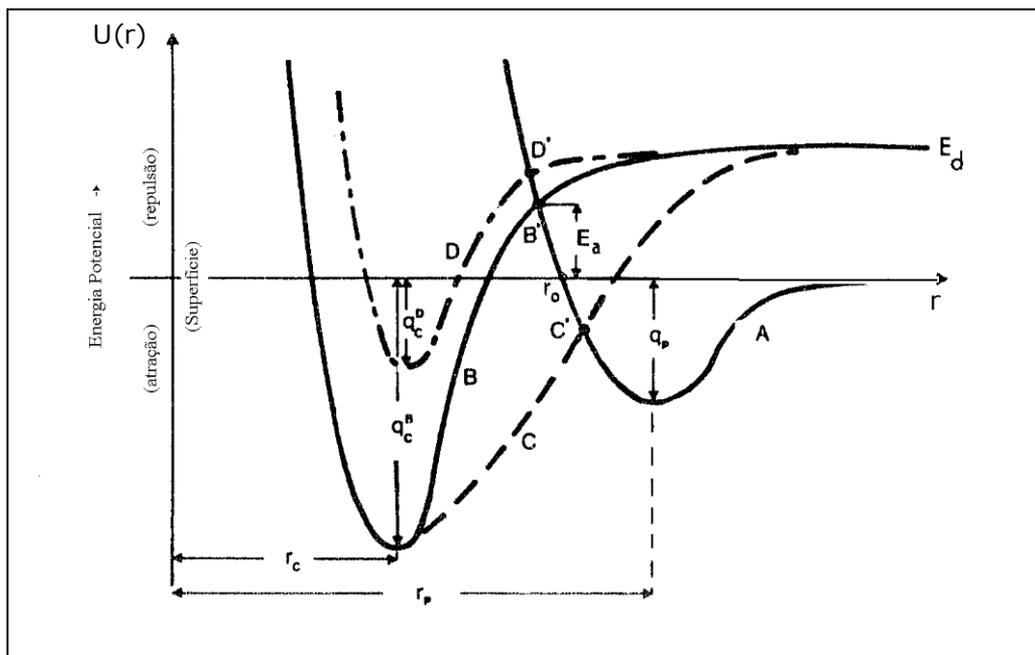
$$U(r) = -4 \cdot U_p \left[\left(\frac{r_0}{r} \right)^6 - \left(\frac{r_0}{r} \right)^{12} \right] \quad [2]$$

onde:

$U(r)$ energia potencial na distância r ;

r_0 distância da superfície a $U(r) = 0$ e $U(p) = q_p$

U_p profundidade do poço à distância r_p da superfície



Fonte: Leja, 1982

Figura 2 – Diagrama de energia para diferentes processos de adsorção.

Na Figura 2 tem-se: em A, uma curva de adsorção física de espécies XY; em B, uma curva de quimissorção de espécies dissociadas X e Y, com energia de dissociação E_a e energia de quimissorção q_c^B , e em C uma quimissorção da dissociação X e Y sem nenhuma energia de ativação e, em D, uma curva de quimissorção sobre porções da superfície envolvendo baixa energia de adsorção q_c^D , quando há aumento de cobertura causada por ações laterais repulsivas entre as espécies adsorvidas.

Como pode ser observado pela Figura 2, a curva de energia potencial (A) passa por um mínimo (q_p) a uma distância de equilíbrio r_p , para que ocorra adsorção física de um átomo de gás. Para distâncias menores que r_p , a curva de energia potencial começa a subir rapidamente devido ao rápido aumento nas forças repulsivas. A ligação estabelecida a r_p , por um átomo de gás inerte, é resultado das forças de van der Waals que atuam entre o adsorvato e a superfície. Esse tipo de ligação causa uma distorção mínima na estrutura do substrato ou adsorvato.

Quando há transferência ou redistribuição de elétrons entre o adsorvente e o adsorvato, ocorre a quimissorção, representada pela curva B da Figura 2, que apresenta um mínimo mais profundo a $r_c < r_p$. Ocorre uma maior perturbação na superfície-adsorvato devido ao desenvolvimento de ligações químicas mais fortes do que a de van der Waals. Somente gases diatômicos ou poliatômicos são capazes de quimissorver. A energia potencial dos átomos individuais tem que levar em consideração a energia de dissociação E_d . A dissociação de moléculas elevaria a energia (grandes distâncias r) dos átomos individuais para o nível E_d , acima do eixo das abscissas.

O ponto B', em que a curva de energia potencial A para adsorção física cruza a curva B de quimissorção, denota a energia de ativação E_a para transformar o estado de adsorção física para adsorção química. Caso o ponto de cruzamento das duas curvas de energia potencial esteja acima ou abaixo do eixo das abscissas, como mostrado entre as curvas C e A no ponto C', então não é requerida nenhuma energia de ativação. Logo, o estado adsorvido fisicamente poderia se transformar imediatamente no estado quimissorvido.

A profundidade do mínimo em r_p ou r_c , corresponde aproximadamente ao calor de adsorção. Para adsorção física:

$$U_p = q_p \approx \Delta H_p. \quad [3]$$

Para adsorção química:

$$q_c \approx \Delta H_c. \quad [4]$$

O progresso da quimissorção e a cobertura da superfície aumentam de zero para a unidade (para uma monocamada completa). A curva de energia potencial se transforma gradualmente da curva B para a curva D, mudando os valores relativos da energia de adsorção q_c .

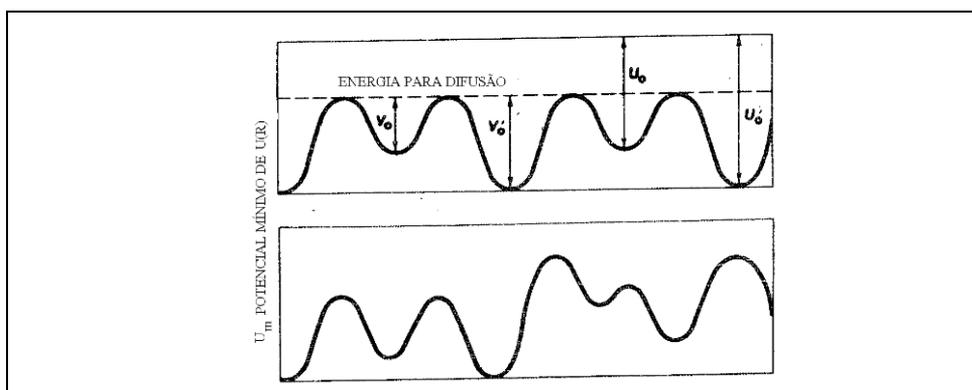
Como pode ser observado pela Figura 2, para a adsorção física, não há ativação, enquanto a adsorção química pode requerer ou não ativação E_a . A quimissorção ocorre a distâncias menores do que a adsorção física, mas a profundidade, que indica o calor de adsorção pode ser maior ou menor que a adsorção física. A adsorção química é sempre limitada a uma monocamada.

A dessorção de espécies fisicamente adsorvidas requer uma energia de ativação pelo menos igual ao poço de potencial, ou seja, $E_{(\text{desorção})} \geq q_p$. Para espécies quimicamente adsorvidas, a energia de dessorção é igual a soma de q_c e E_a .

Segundo Leja (1982), a adsorção pode ser classificada em localizada ou não localizada, monocamada ou multicamada, móvel ou imóvel.

Na adsorção localizada sobre uma superfície sólida homogênea, as espécies do adsorvato são localizadas em sítios discretos, de energia potencial mínima. Neste caso, a energia para transferência lateral de um sítio para outro por difusão lateral é sempre igual ou ligeiramente menor que a energia de adsorção.

Na Figura 3 está representado o diagrama de energia potencial mínima para superfícies não uniformes heterogêneas, em qualquer direção, ao longo do plano da superfície. Observa-se que a energia mínima de magnitude variável é irregularmente espaçada sobre a superfície. A adsorção não localizada ocorre quando a profundidade do poço de energia potencial (energia de transferência lateral) tende a zero ($v_0 \rightarrow 0$) e, conseqüentemente, a energia de adsorção $U_0 \gg kT$.



Fonte: Leja, 1982

Figura 3 – Diagramas de adsorção sobre superfícies não uniformes, diferenciando energias de adsorção U_0 ou U_0^1 e energias de mobilidade de um sítio para outro (energia de difusão superficial) v_0 ou v_0^1 .

A adsorção não localizada é móvel, enquanto a adsorção localizada pode ser móvel ou imóvel, dependendo da magnitude relativa entre a energia de transferência lateral (difusão superficial) e a energia de adsorção no poço de energia U_0 . Se v_0 ou v_0' é da ordem de grandeza da vibração térmica, $v_0 \approx kT$, as espécies adsorvidas podem mover-se a distâncias consideráveis em torno da superfície, durante toda a duração da adsorção. O tempo de adsorção de moléculas de gás adsorvidas pela superfície é dado pela equação Frenkel abaixo (Rabockai, 1979):

$$t = t_0 \cdot e^{-\frac{q}{R \cdot T}} \quad [5]$$

onde:

- t tempo de vida da adsorção;
- t_0 tempo de oscilação das moléculas no estado adsorvido (da ordem de 10^{-12} e 10^{-13} s);
- q calor de adsorção;
- R constante dos gases perfeitos;
- T temperatura.

Pode-se dizer que a adsorção ocorre quando t, calculado pela Equação 5, for da ordem de algumas vibrações moleculares.

2. ISOTERMAS DE ADSORÇÃO

A quantidade (volume) de gás adsorvido por um sólido no equilíbrio depende da temperatura, da pressão do gás e da área da superfície específica do sólido. Para a massa unitária de um dado adsorvente, a quantidade adsorvida pode ser expressa da seguinte forma (Mukhlyonov *et al.*, 1976):

$$v = f(P, T) \quad [6]$$

onde:

- v quantidade de gás adsorvido por um grama do adsorvente;
- P pressão de equilíbrio;
- T temperatura de equilíbrio.

Para o gás na forma de vapor (temperatura do gás é menor que o ponto crítico), a isoterma de adsorção pode ser expressa pela Equação [7] (Mukhlyonov *et al.*, 1976):

$$v = f(P/P_0) \quad [7]$$

onde:

v quantidade de gás adsorvido por um grama do adsorvente;

P pressão de equilíbrio;

P₀ pressão de vapor saturado do adsorvato.

Na Figura 4 estão apresentados os tipos de isotermas de adsorção. Como pode ser observado, existem cinco tipos de isotermas de adsorção de gases sobre a superfície de sólidos (Stanley-Wood, 1983).

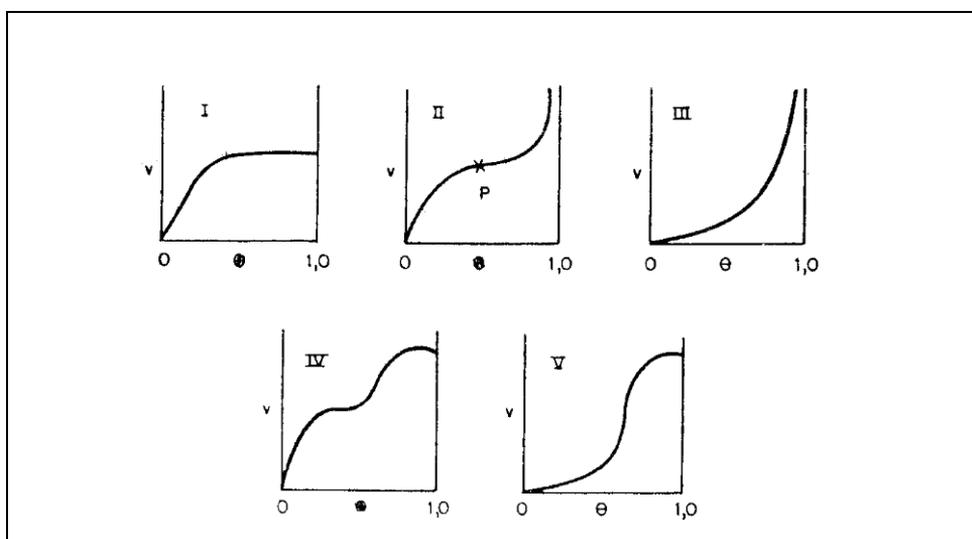


Figura 4 – Tipos de isotermas de adsorção.

A isoterma tipo I, ou isoterma de Langmuir, assume que a adsorção ocorre até a formação de uma monocamada e que a energia de adsorção é constante. Como o raio de ação de forças superficiais é muito pequeno, somente as moléculas que colidem com uma superfície limpa podem ser adsorvidas. As moléculas que colidem com moléculas já adsorvidas são

elasticamente refletidas e retornadas para a fase gasosa (Mukhlyonov *et al.*, 1976 e Leja, 1982).

A equação para a adsorção de uma monocamada é (Mukhlyonov *et al.*, 1976):

$$\theta = \frac{(\alpha_0 \mu / v)}{(1 + \alpha_0 \mu / v)} \quad [8]$$

onde:

- θ fração da superfície coberta com as moléculas adsorvidas;
- α_0 coeficiente de condensação sobre a superfície (razão entre o número de colisões inelásticas que leva à adsorção e o número de colisões de moléculas de gás com a superfície);
- v número de moléculas adsorvidas abandonando a superfície unitária, ou seja, moléculas dessorvidas na unidade de tempo;
- μ número de moléculas que colidem em uma área unitária por unidade de tempo.

As isotermas do tipo II e III correspondem às adsorções mono e polimolecular, que são similares às isotermas do tipo IV e V. Porém, nas isotermas do tipo II e III há um crescimento infinito quando a pressão de vapor aproxima-se do estado de saturação P_0 , enquanto para as isotermas do tipo IV e V, o máximo de adsorção é atingido quando a pressão P_0 é atingida.

A parte inicial da curva II até o ponto de inflexão corresponde à formação da monocamada. A partir desse ponto, ocorre a adsorção em múltiplas camadas.

A isoterma do tipo III caracteriza-se por uma lenta adsorção inicial em virtude de fracas forças de adsorção. À medida que aumenta a área ocupada, aumenta a adsorção com a formação de multicamadas.

A teoria de Brunauer, Emmet e Teller (BET) estendeu o tratamento de Langmuir para o caso de adsorção em camadas múltiplas, admitindo que sobre uma camada adsorvida há a possibilidade de adsorver outra camada. Assim a equação de Langmuir pode ser aplicada a cada uma das camadas

adsorvidas. O calor de adsorção da primeira camada é Q_1 , mas o calor de adsorção das outras camadas é igual ao calor de evaporação do adsorvato líquido (Q_v) e a evaporação ou a condensação só ocorrem em camadas expostas (Rabockai, 1979).

A equação da teoria BET pode ser representada da seguinte forma (Mukhlyonov *et al.*, 1976):

$$P[v(P_0 - P)] = \frac{1}{v_m c} + \left(\frac{c-1}{v_m c} \right) \frac{P}{P_0} \quad [9]$$

onde:

v_m e c constantes da equação de BET

$$c = e^{-\frac{(q_1 - q_2)}{R \cdot T}}$$

q_1 calor de adsorção da primeira camada;

q_2 calor latente de condensação do adsorvato;

v_m quantidade de moléculas do vapor necessária para cobrir a superfície, formando uma monocamada.

A superfície específica S_{sp} ($m^2 \cdot g^{-1}$) de um adsorvente é relacionada ao conteúdo cúbico da monocamada pela equação abaixo:

$$S_{sp} = \left(\frac{V_m}{M} \right) \cdot N \cdot S_m \cdot 10^{-20} \quad [10]$$

onde:

V_m conteúdo cúbico da monocamada, 1 g de adsorvato por 1 g de sólido;

M massa molecular do adsorvato;

N número de Avogrado ($N=6,02 \times 10^{23}$);

S_m área da seção transversal de moléculas de adsorvato (área ocupada por uma molécula adsorvida sobre a superfície do sólido em uma monocamada completa), Å^2 .

3. DETERMINAÇÃO DE ÁREA SUPERFICIAL DE SÓLIDOS PELA ADSORÇÃO DE GÁS

Normalmente a área superficial de sólidos é determinada por meio da medida do volume de gás (V_m) necessário para formar uma monocamada, adsorvida fisicamente sobre a superfície dos mesmos. Este valor é obtido com base nas isotermas de adsorção. No entanto, existem outros métodos de determinação de área superficial em que não se faz necessária a determinação da monocamada de gás adsorvido.

Métodos volumétricos

Nesses métodos são medidos a pressão, a temperatura e o volume do adsorvato, com o cálculo da quantidade de gás presente. O material é colocado em contato com o adsorvato (gás) até que sejam estabelecidas as condições de equilíbrio (pressão, temperatura e volume constantes). A quantidade de gás é, então, novamente calculada. A diferença entre a quantidade de gás medida no início e no fim, representa a quantidade de gás adsorvido (Allen, 1981).

A determinação exata da quantidade de gás adsorvido no equilíbrio depende do conhecimento prévio do espaço morto ou do espaço em torno das partículas do adsorvente. O espaço morto é usualmente determinado por medidas de expansão, usando hélio, cuja adsorção é negligenciada. Para minimizar o erro cometido na medida da quantidade de gás adsorvido devido ao espaço morto, fixa-se o volume e a temperatura, medindo-se a pressão (Allen, 1981).

As medidas que podem ser feitas pelo Quantachrome BET, modelo NOVA (Quantachrome Corporation, 1999) são:

- (i) área superficial BET, multiponto;
- (ii) área superficial BET, ponto único;
- (iii) área superficial externa (STSA);
- (iv) isotermas de adsorção de 100 pontos;
- (v) isotermas de dessorção de 100 pontos;

- (vi) volume total de poros;
- (vii) raio médio dos poros;
- (viii) distribuição de tamanho de poros BJH, baseado nas isotermas de adsorção e dessorção;
- (ix) volume e densidade aproximada da amostra.

Antes de efetuar a análise o operador deverá certificar-se de que está na seção apropriada das instruções para a condução da operação desejada. Após a calibração da célula, que deverá ser checada periodicamente, o usuário deverá desgaseificar e efetuar uma varredura **Run** com as condições **Setup** apropriadas. A calibração deverá ser efetuada para cada célula, haste de enchimento. Uma vez efetuada esta calibração, não será necessária uma calibração posterior para aquela combinação particular.

Toda amostra deverá ser desgaseificada por um fluxo ou a vácuo. O procedimento para desgaseificação a vácuo é:

- (i) pesar a célula vazia;
- (ii) adicionar a amostra suficiente para uma área total de 2 a 50 m²;
- (iii) colocar a amostra dentro da célula e colocar o conjunto dentro da manta de aquecimento, fixar os grampos no lugar, inserir a célula dentro do fixador e prender bem firme com cordões elásticos sobre os ganchos;
- (iv) fixar a temperatura selecionada para a temperatura de desgaseificação desejada;
- (v) carregar o desgaseificador e ligar a manta de aquecimento;
- (vi) após um período de tempo suficiente para uma completa desgaseificação, desligar a manta, deixar a amostra esfriar, descarregar o desgaseificador quando for efetuar a análise;
- (vii) remover a célula; tornar a pesá-la para obter o peso da amostra seca desgaseificada.

Na Figura 5 está apresentado o diagrama de operação do modelo NOVA 2000, que é constituído pelo **Menu Principal**. Esta possibilita a escolha dos Menus de **Análise** (Figura 6), **Calibração**, **Controle do Painel** e **Upgrade**. Do Menu Análise, o usuário pode acessar diversas outras opções do Menu, que estão apresentadas nas Figuras 7 a 10 (b). Estas figuras que dão uma orientação bem clara das operações que se deseja efetuar.

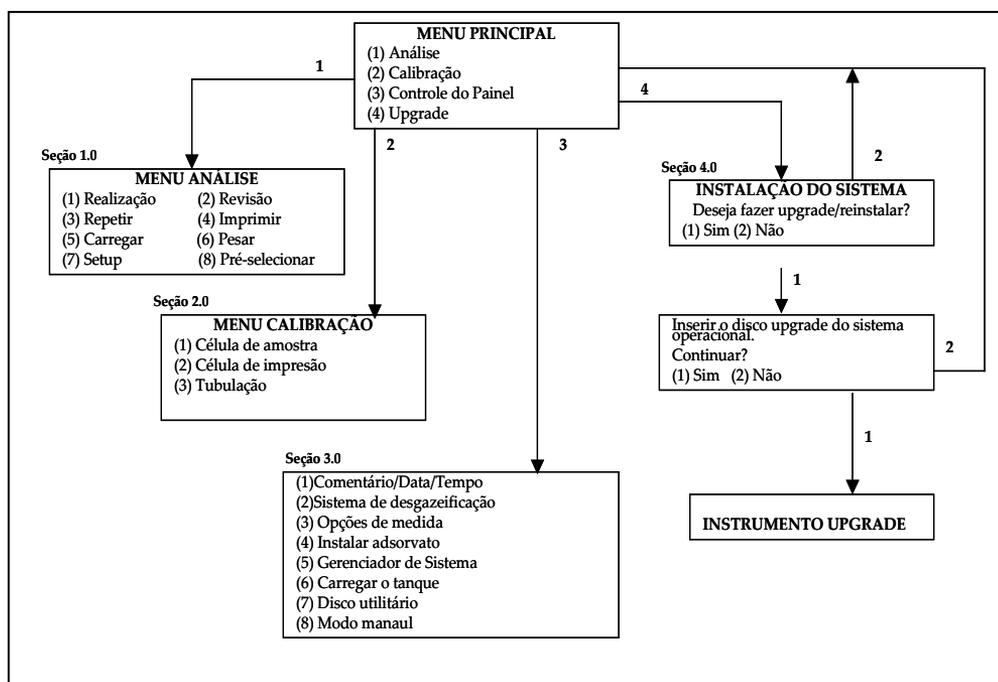


Figura 5 – Diagrama de operação do BET NOVA 2000.

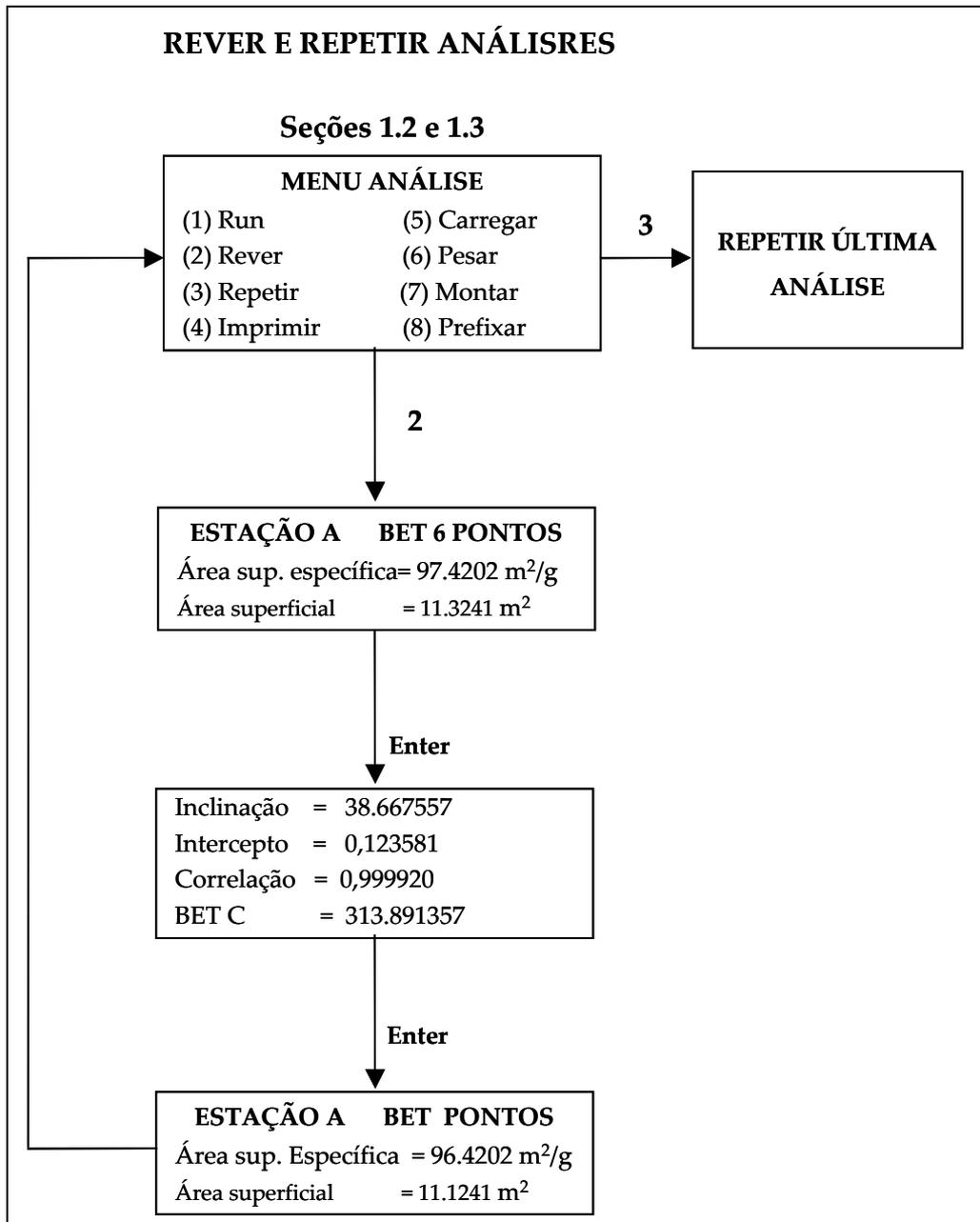


Figura 7 – Rever e repetir análise.

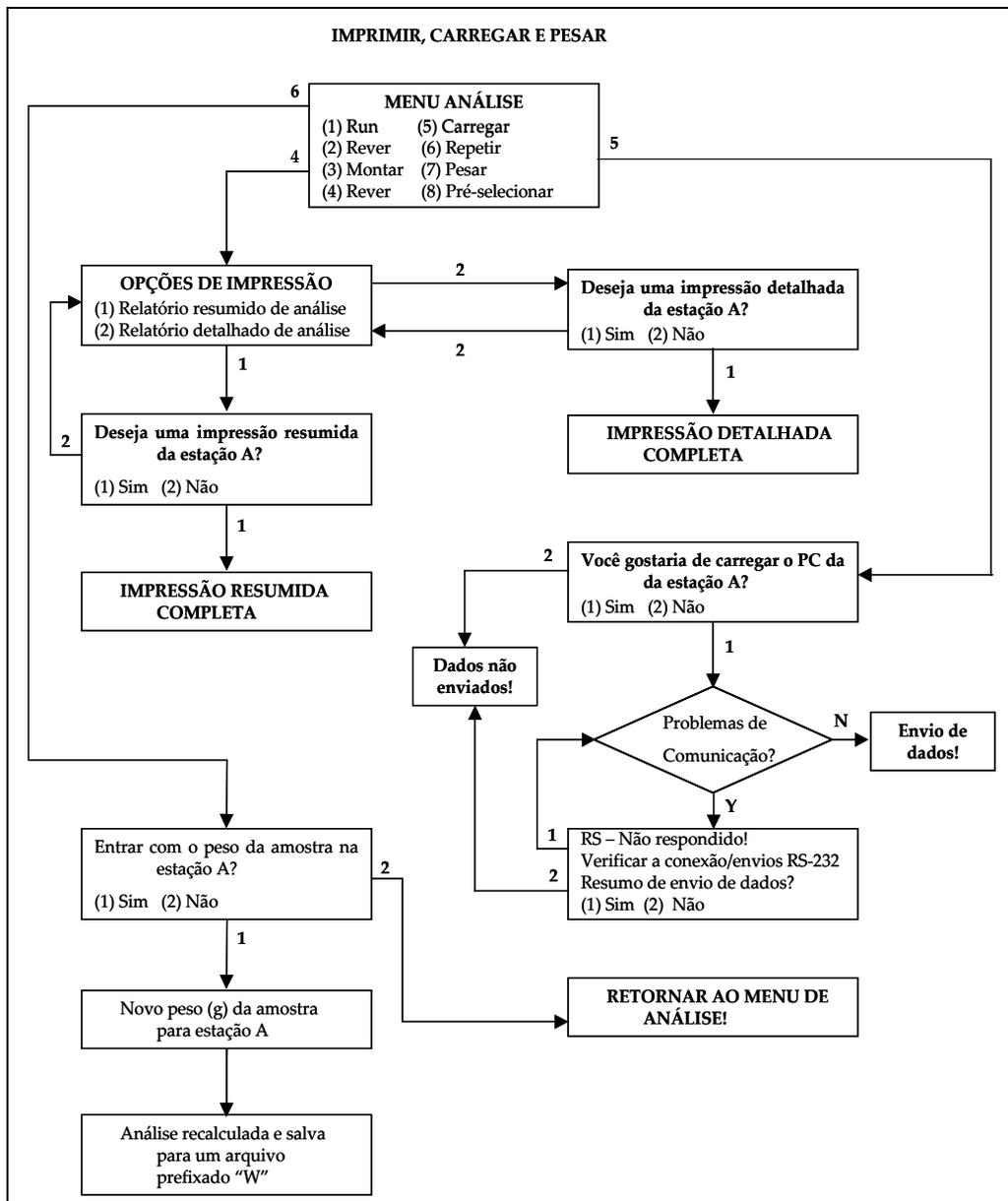


Figura 8 – Imprimir, carregar e pesar a amostra.

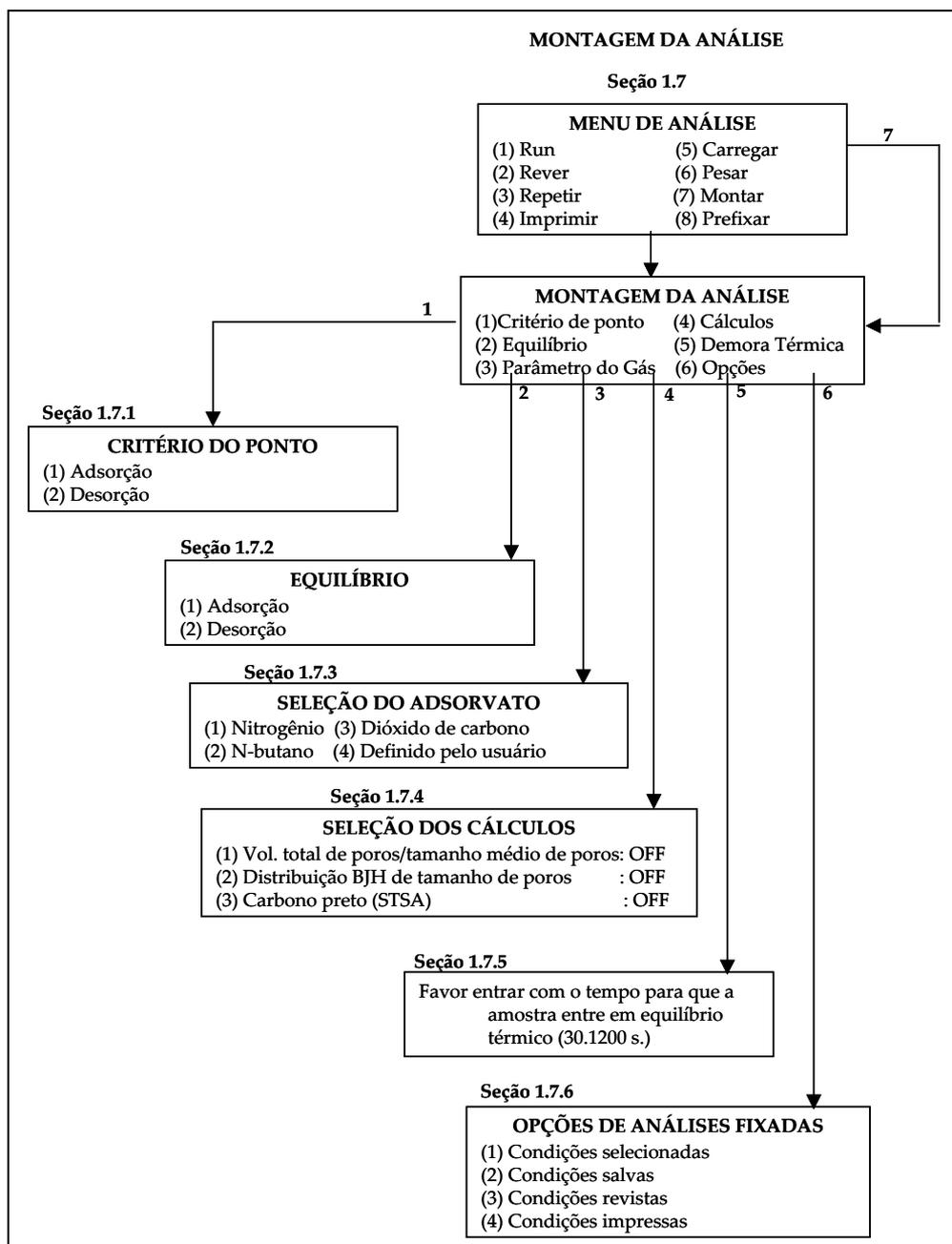


Figura 9 – Condições de análises.

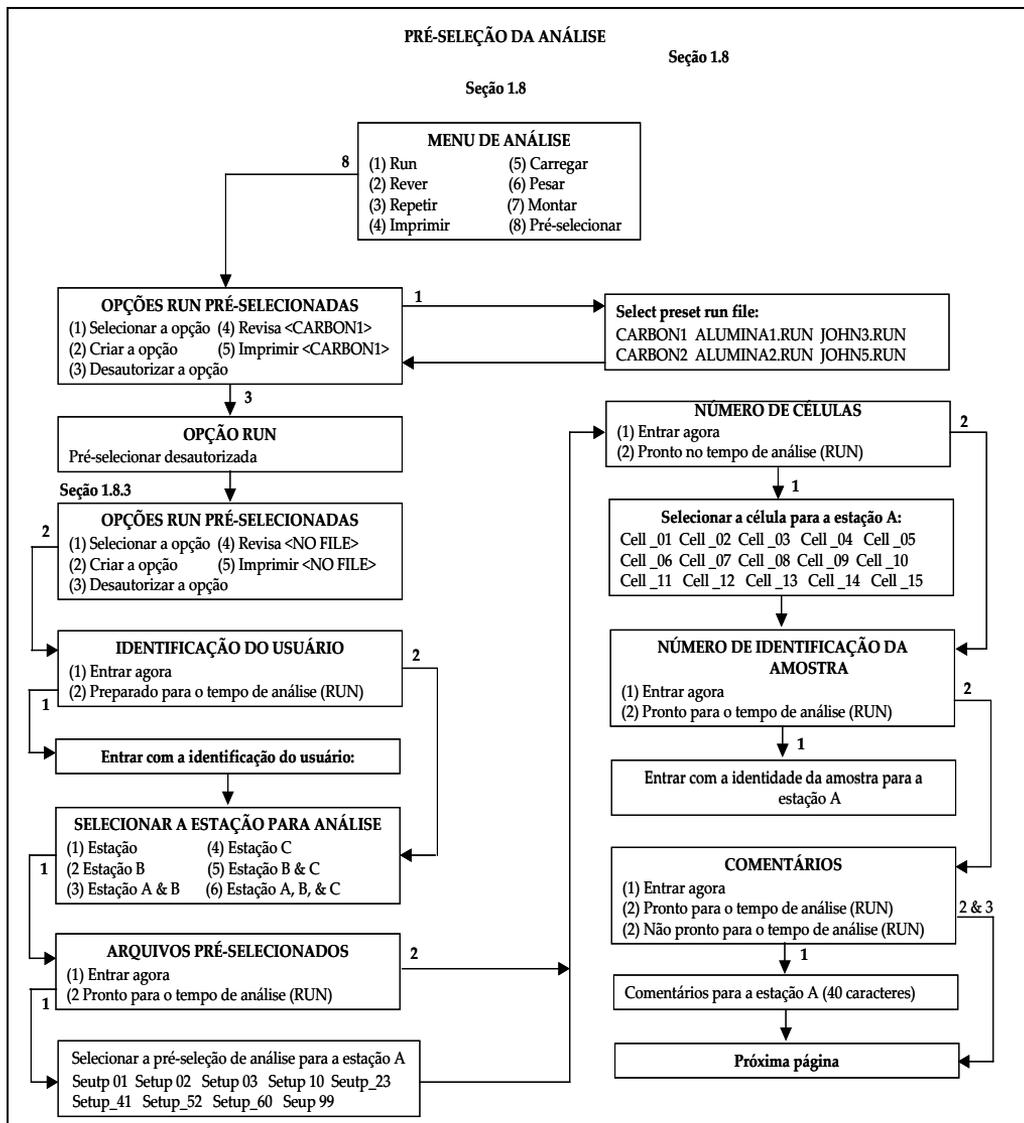


Figura 10 (a) – Pré-seleção da análise.

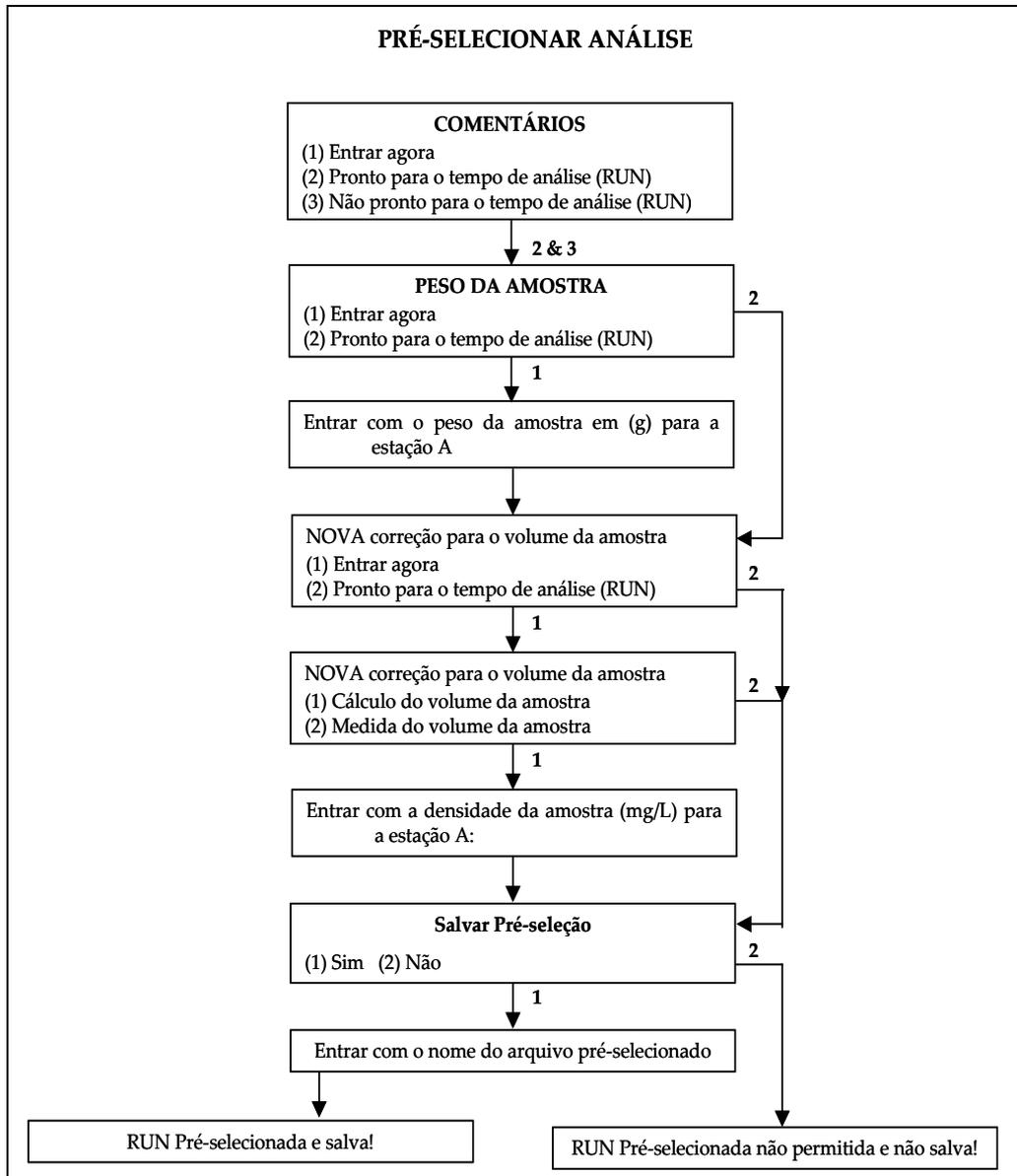


Figura 10 (b) - Pré-seleção da análise.

Método Gravimétrico

Nesse método a quantidade de gás adsorvida é determinada pela medida do aumento de massa da amostra sólida após a exposição ao gás ou vapor. Porém, esse método apresenta as seguintes desvantagens (Allen, 1981):

- (i) fragilidade do aparelho e dificuldade de construção em relação aos aparelhos dos métodos volumétricos;
- (ii) necessidade de calibração do aparelho com massas conhecidas no compartimento do adsorvato. Logo, o método está sujeito a erros de calibração devido a problemas mecânicos provocados por fadiga e deformação;
- (iii) necessidade de correções devido a flutuações.

Como exemplo de equipamentos que se utilizam deste método citam-se a balança de espiral única, de McBain e Bakr, a balança de múltiplas espirais, de Seborg e Stamm e outras.

Método Contínuo de Fluxo de Gás Cromatográfico (Allen, 1981)

Esse método é uma modificação da cromatografia de adsorção gasosa em que a coluna de empacotamento é a amostra de sólido e a fase gasosa móvel é uma mistura de um adsorvato (nitrogênio) e um gás inerte como carregador (hélio).

Uma mistura conhecida de nitrogênio e hélio passa através da amostra e, em seguida, por uma célula de condutividade térmica conectada a um potenciômetro. Quando a amostra é resfriada no nitrogênio líquido, a mesma adsorve nitrogênio da fase móvel, o que é indicado por um pico no gráfico. Depois que o equilíbrio é estabelecido a caneta retorna a sua posição original. A remoção do gás de refrigeração produz um pico de dessorção de mesma área e de direção oposta e igual ao pico de adsorção. Ambos podem ser usados para medida do nitrogênio adsorvido.

A calibração do sistema pode ser feita tanto pelo método absoluto, que consiste na injeção de uma quantidade de nitrogênio na fase móvel no ponto normalmente ocupado pela amostra, obtendo um fator para a quantidade de nitrogênio por área unitária do pico sobre a curva resultante, ou pela comparação com uma amostra de área superficial conhecida.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Allen, T. Gas Adsorption. Chapter 16. In: Particles Size Measurement. Powder Technology. Third Edition. Scarlett, B. Editor, 1981, p.355-393.
- Leja, J. Surface Chemistry of Froth Flotation. Plenum Press. New York and London, 1982, 757p.
- Quantachrome Corporation. NOVA MANUAL. High Speed gas adsorption Analyser. Version 6.05, 1999, 95p.
- Mukhlyonov, I., Dobkina, E., Deryuzhkina, V., Soroko, V. Methods of Studying Catalysts. Chapter 6. In: Catalyst Technology. Moscow: First Edition. Mir Publishers, 1976, p.298-338.
- Rabockai, T. Físico-Química de Superfícies. Secretaria Geral de Organização dos estados americanos. Programa Regional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico. Washington: D. C., 1979, 128p.
- Shaw, D. J. Introduction to Colloid and Surface Chemistry. Butterworth & Co. (publishers) Ltd., 1970, 185p.
- Stanley-Wood, N. G. Particle Characterization by Size, Shape and Surface for Contacted Particles. Chapter 2. In: Enlargement and Compaction of Particulate Solids. Butterworths Monographs in Chemical Engineering, 1983, p.43-119.

CAPÍTULO 27 – MEDIDA DA TENSÃO SUPERFICIAL

José Aurélio Medeiros da Luz

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

Rosa Malena Fernandes Lima

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

1. INTRODUÇÃO

Quando duas fases distintas são colocadas em contato físico, as propriedades da zona fronteira entre elas dependem do grau de afinidade termodinâmica entre tais fases. Mesmo no caso de fases com pouca afinidade mútua ou "imiscíveis", essa região de fronteira não é uma superfície de descontinuidade tal que se tenha, no equilíbrio, de um lado, uma região com propriedades da fase α e, de outro lado, outra com propriedades idênticas a da fase β (Figura 1).

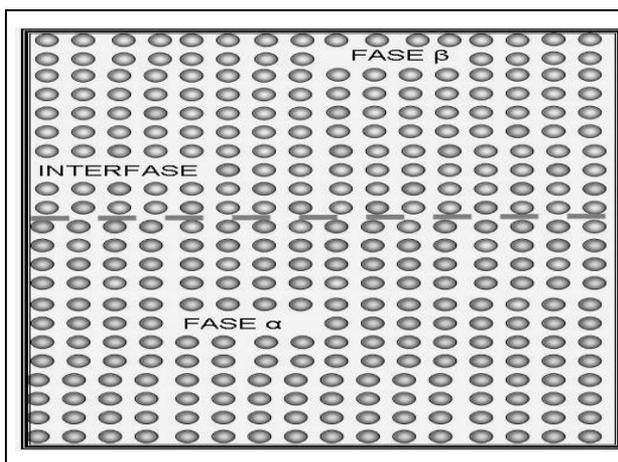


Figura 1 – Representação esquemática de um sistema binário de fases praticamente imiscíveis, visualizando-se a transição das propriedades da fase α para a fase β (e vice-versa); o tracejado representa a idealização da interfase, dita interface.

Em um experimento hipotético, se uma linha reta é admitida, tal que seja normal à superfície média de separação matematicamente idealizada, medidas (de precisão absoluta, por hipótese) de uma dada propriedade ao longo dessa normal indicarão um gradiente pelo qual haverá a transição de valores dessa propriedade, daquele da fase α para o da fase β , e não a variação abrupta de um valor para outro na interseção dessa normal com a superfície média. O termo gradiente médio foi usado por causa da hipótese subjacente de um "continuum" no espaço, quando na realidade há descontinuidades em decorrência da natureza atômica da matéria (Luz, 1996).

A rigor, portanto, não há fases completamente imiscíveis, já que haverá sempre, em maior ou menor grau, essa região de transição, embora macroscopicamente possa ser idealizada como superfície. Tal região tridimensional de fronteira é chamada interfase, segundo nomenclatura de Rabockai (1979). Usualmente, entretanto, esse conceito é substituído por sua idealização bidimensional, dita interface.

Os átomos e moléculas de cada fase sofrem atração mútua em decorrência das forças de dispersão de London - van der Waals. Com isso, as partículas (moléculas ou íons) na interfase estão sujeitas a um desbalanceamento provocada por essas forças, já que só sofrem atração com resultante em direção ao baricentro do sistema; desde que a outra fase (fase α) não contribua de maneira equivalente (ou superequivalente) para as interações de van der Waals, uma vez que tais forças não são exclusivas de átomos e/ou moléculas semelhantes. A Figura 2 ilustra esquematicamente a situação.

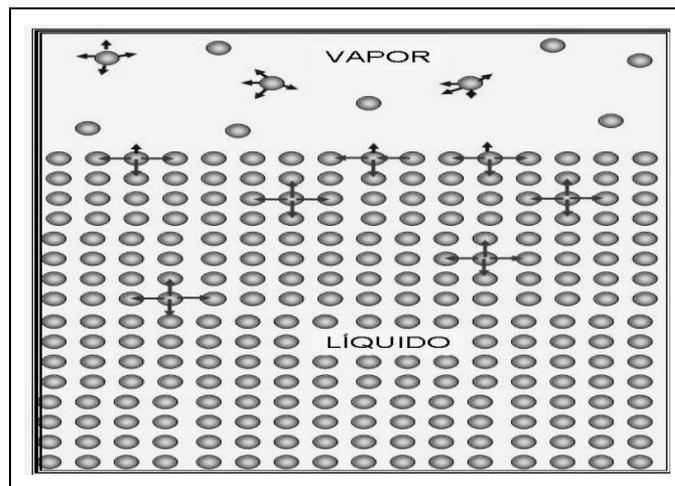


Figura 2 – Representação esquemática de um líquido em equilíbrio com seu vapor em sistema hermético, mostrando o desbalanceamento de forças atrativas na interface (ao contrário do que ocorre no seio das fases), o que leva ao surgimento da tensão superficial.

O resultado dessa configuração é a contração da matéria dessa fase α até que as forças elásticas criadas anulem a resultante das forças de London-van

der Waals. Desse modo, haverá uma espécie de película elástica estirada na região da interface. A energia necessária para o seu estiramento elementar em condição isotérmica reversível de quase-equilíbrio é uma energia interfacial específica, conseqüência da existência de forças intermoleculares (Borsato *et al.*, 2004). Ela é dimensionalmente expressa por energia sobre área (J/m^2), o que é equivalente à força por deslocamento (N/m), sendo o termo tensão interfacial (γ) mais usado. A tendência à contração é responsável pela forma esférica de gotículas de líquido livre.

Deve-se ressaltar que, a rigor, essa energia específica associada à extensão de uma superfície já existente pode diferir da energia livre interfacial específica (σ) de geração de uma superfície nova, dada pela equação de Gibbs. A mobilidade das partículas no seio de fluidos ideais possui três graus de liberdade, isto é: elas podem se mover, sem maior esforço, para qualquer das três direções do espaço, ao contrário dos sólidos, nos quais as partículas vibram “presas” à sua posição média no retículo, consumindo energia para se deslocarem permanentemente dessa posição de equilíbrio. Assim, nos fluidos ideais, os valores numéricos da tensão interfacial (γ) e da energia livre interfacial específica (σ) são coincidentes ($\sigma = \gamma$).

Entretanto, para os sólidos, pode haver expansão isotérmica reversível da interface sem migração das partículas (átomos e/ou moléculas) do seio do corpo para a região da interface. Em tal caso, após a expansão, o espaçamento entre as partículas na interface terá aumentado proporcionalmente, ao contrário do que ocorre no fluido no qual a expansão da superfície é conseguida graças ao aporte de novas partículas à interface na medida em que expansão da película progride, mantendo-se o espaçamento constante. Para os sólidos, portanto: $\sigma \neq \gamma$.

Quando as duas fases em contato são um líquido e um gás ou vapor, a interfase é usualmente referida como *superfície* e os termos, correspondentemente, passam a: tensão superficial e energia livre superficial específica.

Em função dos estados de agregação da matéria, as interfases e, conseqüentemente, as interfaces se classificam em: líquido/gás; líquido/líquido; líquido/sólido; sólido/gás; e sólido/sólido.

2. TENSÃO SUPERFICIAL DE SUBSTÂNCIAS PURAS

A tensão superficial (γ_o) pode ser definida como o trabalho para aumentar a superfície em uma unidade de área por um processo isotérmico e reversível. Cabe ressaltar aqui a existência de tensão interfacial entre quatro diferentes pares de fases: líquido/vapor, sólido/vapor, líquido/sólido e líquido/líquido. No Quadro 1 estão apresentados valores de tensões superficiais da água e de diversos líquidos (interface líquido/gás) e interfaciais da água com diversos líquidos (interface líquido/líquido).

Como pode ser observado pelo Quadro 1, a tensão interfacial de um líquido em contato com outro líquido possui valor intermediário entre as tensões superficiais dos dois líquidos.

Quadro 1 – Tensões superficiais e interfaciais de diversos líquidos e em sistema líquido/água a 20° C (mNm⁻¹).

Líquido	γ_o	γ_i	Líquido	γ_o	γ_i
Água	72,75	0,0	Etanol	22,3	-
Benzeno	28,88	35,0	n-octanol	27,5	8,5
Áci. acético	27,6	-	n-Hexano	18,4	51,1
Acetona	23,7	-	n-Octano	21,8	50,8
CCl ₄	26,8	45,1	Mercúrio	485	375

Fonte: (Shaw, 1975).

A expressão geral que relaciona a tensão superficial (γ_o) com a energia livre e entropia para uma interação isotérmica na interface (volume interfacial nulo: $V = 0$), integrada a γ e μ_i constantes é dada pela fórmula abaixo (Rabockai, 1979):

$$G = \gamma A + \sum_{i=1}^n \mu_i n_i \quad [1]$$

onde:

G energia livre do sistema (J);

n_i número de moles da espécie i;

μ_i potencial químico da espécie i (J/kmol);

- γ tensão interfacial ou energia livre interfacial específica (J/m²);
 A área superficial do sistema (m²).

A equação de Gibbs é dada pela expressão da Equação [2].

$$d\mu = -\sum_{i=1}^n \frac{n_i}{A} d\mu_i = -\sum_{i=1}^n \Gamma_i d\mu_i \quad [2]$$

A concentração interfacial (excesso interfacial) ou adsorção, que é obtida através da equação de Gibbs, é dada por:

$$\Gamma = \frac{n_i}{A} \quad [3]$$

Como se deduz da equação de Gibbs, mudanças no valor do excesso interfacial de uma espécie levam a mudanças na tensão interfacial de um líquido. O seu sinal negativo mostra que o aumento do montante de adsorção leva à diminuição do valor da tensão interfacial. Agentes interfacialmente ativos ou surfatantes, portanto, diminuem a tensão interfacial do solvente.

Para um solvente puro, resulta:

$$\gamma = \left(\frac{\partial G}{\partial A} \right)_{T,p,i} \quad [4]$$

Tanto a temperatura quanto a pressão têm influência sobre a tensão superficial. Existem diversas equações empíricas que relacionam a variação da tensão superficial com a temperatura. Uma das equações mais satisfatórias é a equação de Ramsay e Shields (Shaw, 1975):

$$\gamma \cdot \left(\frac{M \cdot x}{\rho} \right)^{\frac{2}{3}} = K \cdot (T_c - 6) \quad [5]$$

onde:

- M massa molecular do líquido (kg);
 X grau de associação do líquido;

T_c temperatura crítica (K);

K constante;

ρ massa específica do líquido (kgxm^3).

No Quadro 2 está apresentada a tensão superficial da água a diferentes valores de temperatura. Como se pode observar, há um decréscimo da tensão superficial com o aumento da temperatura.

Quadro 2 – Tensão superficial da água a diversos valores de temperatura.

T (°C)	$\gamma_{\text{H}_2\text{O}}$ (mN.m ⁻¹)	T (°C)	$\gamma_{\text{H}_2\text{O}}$ (mN.m ⁻¹)
0	75,6	60	66,18
20	72,75	80	62,6
40	69,56		

Fonte: Rabockai, 1979

Medidas acuradas da tensão superficial de água pura em várias temperaturas permitem o estabelecimento de equações empíricas, como a de Gross-Young-Harkins, dada com unidades expressas no SI, por Becher (1972):

$$\gamma_{\text{H}_2\text{O}} = 7,568 \cdot 10^{-2} - 1,38 \cdot 10^{-4} \cdot \Delta T - 3,56 \cdot 10^{-7} \cdot \Delta T^2 + 4,7 \cdot 10^{-10} \cdot \Delta T^3 \quad [6]$$

onde:

$$\Delta T = T - 273,15$$

A expressão anterior permite a calibragem de sistemas experimentais com água pura.

Em geral, interface (não necessariamente em equilíbrio) pode ser idealizada por superfície polida arbitrária no espaço tridimensional. A tensão interfacial tenderá a minimizar a energia interfacial do sistema, o que significa minimizar a área e, por conseguinte, tentar planificar a interface. Se uma interface curva estiver em equilíbrio mecânico, deverá haver uma diferença de pressão através da mesma que contraponha tal tendência. O trabalho

realizado pela pressão (Δp) deve ser igual à variação de energia livre interfacial sofrida pela película (desconsiderando efeitos gravitacionais, e outros). Para interfaces curvas, a pressão (Δp) é dada pela equação de Young-Laplace (Hiemenz, 1977):

$$\Delta p = \gamma \cdot \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \quad [7]$$

onde:

Δp diferença de pressão através da interface (Pa);

R_1 primeiro raio principal de curvatura da superfície (m);

R_2 segundo raio principal de curvatura, em plano ortogonal ao que contém R_1 (m);

γ tensão interfacial (superficial, para interface líquido/gás) (J/m²)

Para superfícies esféricas: $R_1 = R_2 = R$ e $\Delta p = 2\gamma_0/R$; para cilindros: $R_1 = \infty$ e, assim, $\Delta p = \gamma_0/R_2$; para superfície plana: $R_1 = R_2 = \infty$, com $\Delta p = 0$.

É de notar, como o faz Hiemenz (1977), que a condição $\Delta p = 0$ não acarreta necessariamente uma superfície plana. Uma outra alternativa é $R_1 = -R_2$, ou seja, superfícies com curvatura negativa (tipo sela), muitas das quais podem ser visualizadas em películas de sabão vinculadas a armações de arame.

Existem substâncias (álcoois, ácidos carboxílicos, etc.) que levam à diminuição de tensão superficial de soluções aquosas, pelo fato de serem constituídas por moléculas contendo uma parte polar, a qual tem afinidade com a água, e uma parte apolar (cadeia hidrocarbônica), a qual não tem afinidade com a água. Logo, essas moléculas se arranjam na solução de tal sorte que a cabeça polar fica voltada para o meio aquoso e a parte apolar fica voltada para o ar (apolar): são os agentes tensoativos. Os agentes tensoativos tendem a se adsorverem na interface líquido/gás, diminuindo, dessa forma, a tensão superficial da água (Borsato *et al.*, 2004). O sinal negativo da equação de Gibbs – Equação 2 – indica precisamente esse fato: à medida que a absorção aumenta, diminui a tensão interfacial, a menos que haja a formação de agregados micelares no seio da solução.

No caso de sais inorgânicos ocorre o inverso do que ocorre com os agentes tensoativos, devido à forte interação entre íon-dipolo, aumentando, desta forma, a tensão interfacial.

3. CAPILARIDADE

Uma das manifestações da tensão interfacial é a capilaridade, ou os fenômenos da ascensão ou depressão capilar. Um tubo capilar (ou duas placas muito próximas) parcialmente imerso em um líquido mostrará uma elevação ou uma depressão da superfície do líquido em seu interior conforme a afinidade do material do tubo com o líquido, em última análise: da intensidade das interações entre as espécies.

Em campo gravitacional, fazendo-se um tubo capilar cruzar uma interface de equilíbrio de duas fases fluidas α e β (com a fase β líquida), de modo que fique parcialmente imerso em cada uma das fases, conforme mostram as Figuras 3 e 4, ocorrerá movimento dos fluidos até o alcance de novo equilíbrio, dado pelo balanço das forças capilares e gravitacionais. Tomando o fluido inferior β como referência, a ascensão ou depressão capilar, após o equilíbrio, é dada por:

$$h_c = \frac{2 \cdot \gamma \cdot \cos \theta}{r_c \cdot \Delta\rho \cdot \rho \cdot g} \quad [8]$$

onde:

γ tensão superficial (N/m, equivalente a J/m²);

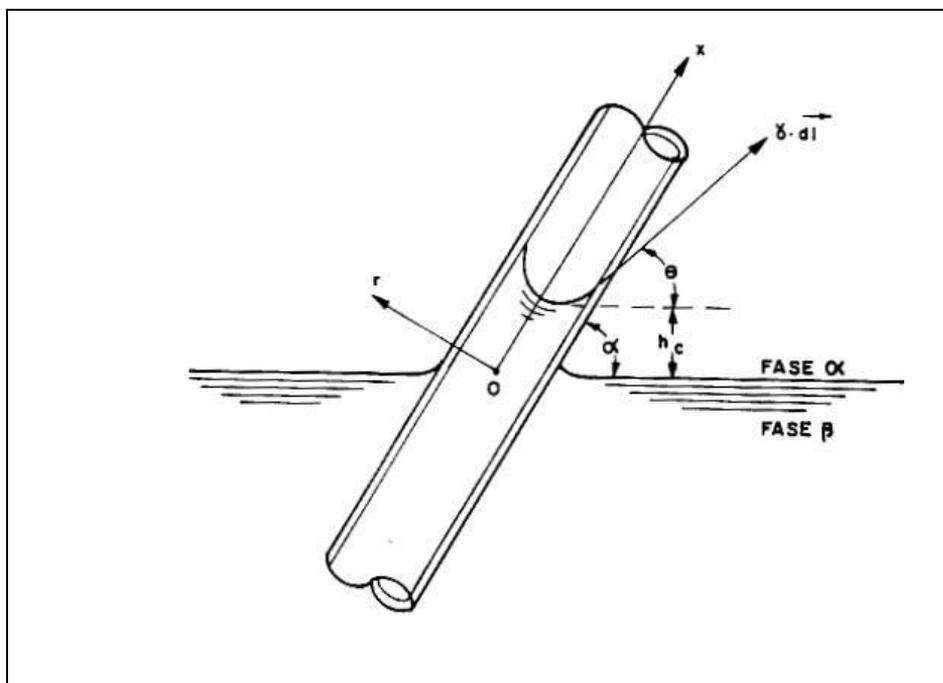
r_c raio do tubo capilar (m);

θ ângulo de contato (radiano);

$\Delta\rho$ diferença entre as massas específicas dos fluidos α e β (kg/m³);

g aceleração gravitacional (m/s²).

ρ massa específica do líquido, fase β , (kgxm³).



Fonte: Luz, 1996

Figura 3 – Configuração de um tubo capilar com inclinação α , atravessando uma interface α/β . O ângulo de contato (θ) é agudo, indicando molhabilidade e, portanto, ascensão. O infinitésimo dl refere-se ao perímetro molhado.

O sinal de $\cos\theta$, na Equação 8 determina se a interface subirá ou descerá ($h_c < 0$) dentro do tubo. O ângulo de contato é uma inferência da afinidade entre as fases: quanto menor, maior a afinidade entre a fase α_1 e β em relação àquela entre a fase α_1 e α . A fase α_1 , aqui, refere-se ao material do tubo capilar. Com valor $\theta = \pi/2$, a fase α_1 possui a mesma afinidade em relação a α e β ; com θ maior que $\pi/2$ a fase α_1 é mais afim a α . Geralmente, α se refere ao ar, e a interface recebe o nome de superfície. A Equação 8 refere-se ao equilíbrio. Antes disso, os fluidos, geralmente, estão em movimento, o qual pode ser descrito pelas equações de Navier-Stokes adequadamente ajustadas.

4. MEDIDA DE TENSÃO SUPERFICIAL

Existem vários métodos para a determinação de tensão superficial, que podem ser estáticos, como ascensão capilar, da gota pendente ou cadente, pressão máxima de bolha, bolha ou gota séssil, ou dinâmicos, como o método do anel, da placa de Wilhelmy, métodos a partir de oscilações superficiais em reservatórios e da evolução da seção transversal de jatos livres (jato oscilante). Aqui serão descritos apenas os métodos da ascensão capilar, da placa de Wilhelmy e do peso da gota cadente e o método do anel pelo fato de serem bastante simples.

Método da Ascensão Capilar

Usado criteriosamente, é um dos métodos mais precisos para determinação de tensão superficial, embora não tenha a mesma acurácia para medida de tensão interfacial (entre líquidos).

Para um tubo capilar de diâmetro suficientemente fino e verticalmente disposto (Figura 4), o menisco torna-se esférico, pela ação conjugada da gravidade e da adesão capilar. A tensão superficial pode ser calculada pela equação abaixo:

$$\gamma = \frac{r_c \cdot h_c \cdot \Delta\rho \cdot \rho \cdot g}{2 \cdot \cos\theta} \quad [9]$$

A massa de líquido no menisco é desprezível para tubos suficientemente estreitos (Becher, 1972) e, portanto, a altura deve ser medida da superfície do líquido no reservatório até a face inferior do menisco.

Quanto ao raio efetivo do capilar, deve-se levar em conta a molhabilidade das paredes em relação ao fluido. Usualmente é fabricado de vidro (hidrofílico). Se o líquido molha o capilar, o raio efetivo a se colocar na fórmula deve ser o diâmetro externo (diâmetro mais duas vezes a espessura da parede). Para líquido que não molha o capilar, o diâmetro efetivo deverá ser o interno.

A determinação acurada do diâmetro interno pode ser feita utilizando-se mercúrio, por ser líquido de grande massa específica ($\rho_{\text{Hg}} = 13.595 \text{ kg/m}^3$), permitindo, desse modo, a pesagem de pequenos volumes correspondentes à

coluna dentro do capilar (Rangel, 2006). Ao se estabelecer o contacto do capilar com uma gota de mercúrio, o mesmo se introduz formando um volume correspondente a um cilindro com as extremidades hemisféricas. Pesa-se a coluna líquida (massa líquida: m_{Hg}) e, com paquímetro, o seu comprimento total, H . O volume, referindo-se a um cilindro de altura ($H=2r_c$) e uma esfera (dois hemisférios) de volume $4\pi r_c^3/3$, permite o cálculo do raio interno a partir da equação implícita:

$$V_{Hg} = \rho \cdot m_{Hg} = \pi \cdot r_c^2 \cdot (H - 2 \cdot r_c) + \frac{4 \cdot \pi \cdot r_c^3}{3} \quad [10]$$

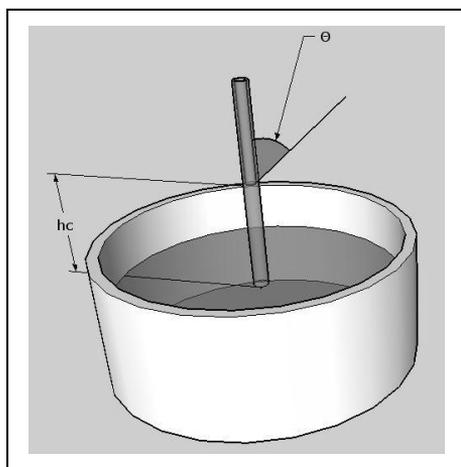


Figura 4 – Configuração de um tubo capilar vertical atravessando uma interface líquido/gás.

De todas as precauções para a acurácia da determinação, Becher (1972) ressalta a prévia limpeza do capilar, citando Harkins e Humprey, que preconizam a submissão do capilar a vapor quente antes de seu uso.

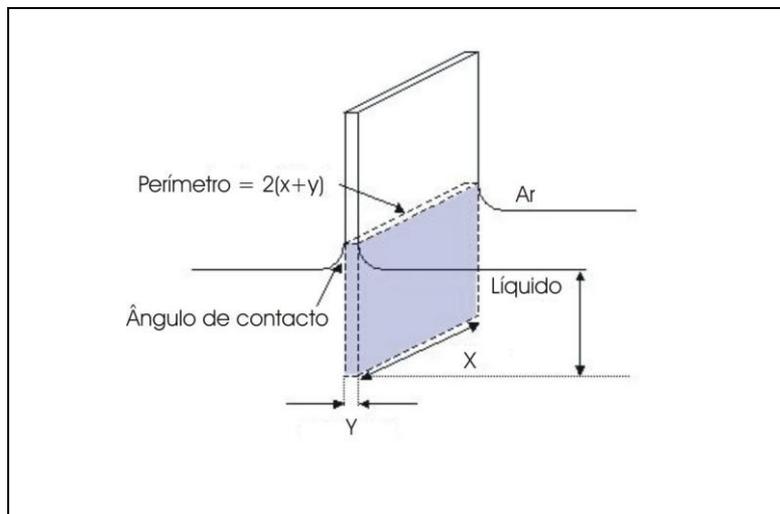
Método da Lâmina de Wilhelmy

Na Figura 5 está apresentada uma pequena placa de perímetro conhecido, suspensa do braço de uma balança e mergulhada no líquido. O recipiente, então, vai sendo gradativamente abaixado até o desligamento da placa do líquido em que a mesma está imersa. Nesse momento anota-se o valor do peso de destacamento, P_{des} . Considerando o ângulo de contato nulo

para uma placa de comprimento x , largura y e peso P , a tensão superficial pode ser calculada de acordo com a equação abaixo:

$$\gamma = \frac{P_{\text{des}} - P}{2 \cdot (x + y)} \quad [11]$$

O material da placa pode ser de mica, lamínula de microscópio ou platina recoberta por areia fina. Como o método depende do perímetro e não propriamente das dimensões x e y , pode induzir a erros em caso de imperfeições da placa. Correção devida ao empuxo arquimediano na equação somente é necessária quando se estiver determinando a tensão interfacial entre dois líquidos (Becher, 1972).



Fonte: Shaw, 1975

Figura 5 – Método do desprendimento da placa de Wilhelmy.

Método do Peso da Gota ou Método da Gota Cadente

Proposta inicialmente por Tate (1864) e posteriormente melhorada por Harkins e Brown (*apud* Shaw, 1975) e Padday (*apud* Hiemenz, 1977), entre vários outros pesquisadores. Neste método pesa-se um certo número de gotas que tenham caído de um tubo capilar de raio conhecido e de eixo vertical. Usualmente usa-se um estalagmômetro para tais ensaios, mas um aparato

simplificado, como mostrado na Figura 6, pode ser usado para líquidos de baixa volatilidade.

Considerando-se um fluxo de gotejamento tão pequeno que se possam desprezar as forças inerciais do sistema, o peso máximo alcançado pela gota pendente é aquele em que há o equilíbrio entre a força gravitacional e a componente vertical das forças de sustentação devidas à adesão e coesão molecular. Nessa circunstância, vale a seguinte equação:

$$\gamma = \frac{\phi_{go} \cdot m_{go} \cdot g}{2 \cdot \pi \cdot r_c} \quad [12]$$

onde:

ϕ_{go} fator de correção morfológico, função da razão: V_{go} / r_c^3 , na qual, V_{go} é o volume médio da gota (m_{go}/ρ) (m^3);

m_{go} massa média da gota [kg];

g aceleração gravitacional (9,807) (m/s^2);

r_c raio capilar efetivo (m);

O fator de correção morfológico deve-se tanto ao formato não esférico das gotas (as quais tendem a forma piriforme) quanto à ocorrência de gotículas satélites, que podem se desprender após a gota se destacar da ponta do tubo capilar. O raio capilar efetivo refere-se ao raio da seção líquida no ponto de suspensão. Isto significa que, para tubos capilares liofóbicos (não molháveis pelo líquido), é o raio interno do mesmo.

A partir da determinação empírica de ϕ_{go} , feita por Harkins e Brown, disponível em Shaw (1975) e, com mais detalhe, em Becher (1972), uma equação foi pesquisada por análise matemática, utilizando-se técnica de ajuste não linear de curvas por mínimos quadrados (disponível no programa *Easypplot*). A seguinte equação foi obtida pelos presentes autores:

$$\phi_{go} = \frac{aF^4 + bF^3 + cF^2 + dF + e}{F} \quad [13]$$

onde:

$$F = \ln \left[\ln \left(\frac{V_{go}}{r_c^3} \right) \right] + 2,28,$$

cujos coeficientes da regressão são:

$$a = 0,0665262; b = -0,3715385; c = 0,6170409; d = -0,1155491; e = 0,0677903.$$

O coeficiente de aceleração foi de 99,25% e o desvio máximo de 0,004. Note-se também que r_c , nas equações anteriores, é o raio efetivo (externo para líquidos que molham o material do capilar e interno para líquidos que não molham o material do capilar).

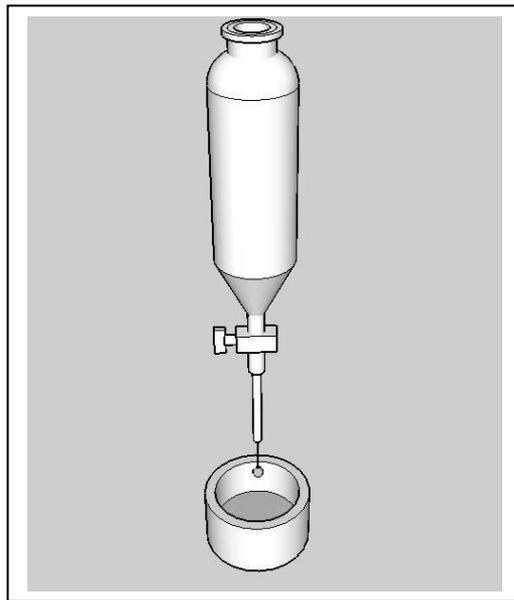


Figura 6 – Aparato simplificado para determinação da tensão superficial pelo método da gota cadente.

Método do Anel (Método de du Nouy)

Este método é similar ao de Wilhelmy, contudo, em vez de uma placa vertical, é empregado um anel horizontal de platina. Coloca-se o anel na interface e mede-se a força necessária para o seu destacamento do líquido. Neste caso o material do anel deve ser líofílico com relação ao fluido inferior,

pois, quando suspenso, ele deve tender a levar consigo uma coluna aproximadamente cilíndrica de líquido, até um ponto em que haja o rompimento dessa película. A força, nesse momento, se iguala ao peso do líquido suspenso (mg). A determinação da tensão superficial é feita por:

$$\gamma = \frac{m \cdot g}{4 \cdot \pi \cdot R} \cdot f\left(\frac{R^3}{V}; \frac{R}{r}\right) \quad [14]$$

onde:

- f fator de correção morfológico, função da razão: R^3/V e de R/r ;
- m massa do líquido deslocado (kg);
- g aceleração gravitacional (9,807) (m/s^2);
- r raio do arame (m);
- R raio médio do anel (m);
- V volume do líquido deslocado (m^3)

O fator de correção pode ser estimado pela equação implícita de Zuidema-Waters (Shaw, 1975):

$$\left[f\left(\frac{R^3}{V}; \frac{R}{r}\right) - a \right]^2 = \frac{4 \cdot b}{\pi^2} \cdot \frac{1}{R^2} \cdot \frac{m \cdot g}{4 \cdot \pi \cdot R \cdot (\rho_1 - \rho_2)} + \left(0,04534 - 1,679 \cdot \frac{r}{R} \right) \quad [15]$$

Onde os coeficientes multiplicativos são: $a = 0,7250$; $b = 0,09075 \text{ s}^2/m$.

Antes do uso, recomenda-se lavar o anel de platina com ácido forte ou submetê-lo à chama.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Becher, P. Emulsiones – Teoria y Práctica. (Traducción de la 2ª edición estadounidense). Madrid: Editorial Blume, 1972, 398 p.
- Borsato, D.; Moreira, I.; Galão, O. F. Detergentes Naturais e Sintéticos: um guia técnico. 2ª edição revisada. Editora da Universidade Estadual de Londrina: Eduel, 2004, 182 p.
- Hiemenz, P. C. Principles of Colloid and Surface Chemistry. Marcel Dekker, Inc. New York and Basel. Edited by J. J. Lagowski., 1977, 516p.
- Luz, J. A. M da. Flotação Aniônica de Rejeito Itabirítico: Estudo de Reagentes Alternativos e Modelamento Polifásico do Processo. Tese (Doutorado), Belo Horizonte: EEUFMG, 1996.
- Rabockai, T. Físico-Química de Superfícies. Secretaria Geral de Organização dos estados americanos. Programa Regional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico. Washington: D. C., 1979, 128p.
- Rangel, R. N. Práticas de Físico-Química - 3ª Edição (ISBN: 8521203640). São Paulo: Edgard Blücher, 2006, 336 p.
- Shaw, D. J. Introdução à Química dos Colóides e Superfícies (Tradução de J. H. Maar). Editora Edgard Blucher Ltda. Editora da Universidade de São Paulo, 1975, 185p.

CAPÍTULO 28 – MEDIDA DE ÂNGULO DE CONTATO

Rosa Malena Fernandes Lima

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

José Aurélio Medeiros da Luz

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

1. INTRODUÇÃO

Os minerais são substâncias químicas cristalinas, cujos átomos presentes em suas células unitárias estão conectados entre si por meio de ligações químicas, tais como ligações covalentes polares e apolares, iônicas, metálicas e outras ligações mais fracas do ponto de vista energético.

A Figura 1 ilustra o retículo cristalino cúbico da esfalerita. Os átomos no interior do retículo encontram-se perfeitamente balanceados em termos energéticos, pois estão ligados a vários outros átomos vizinhos. Os átomos das extremidades, por não estarem ligados com átomos que estariam posicionados acima dos mesmos e lateralmente, possuem energia livre, dita energia superficial específica (J/m^2), que é maior nos átomos mais externos (menos balanceados). Para líquidos, usa-se o termo tensão superficial (N/m ou J/m^2).

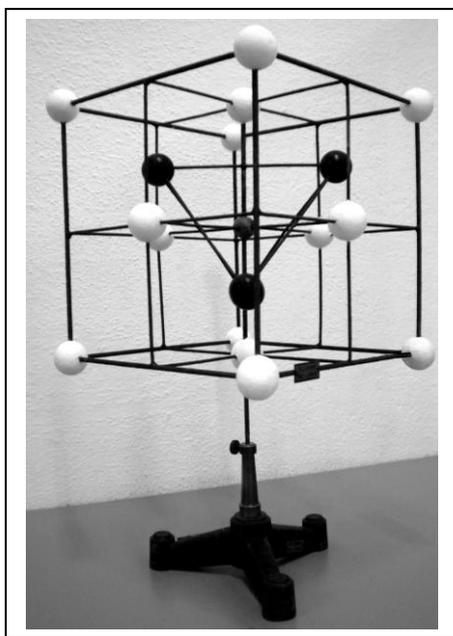


Figura 1 – Retículo cristalino da esfalerita (ZnS , sistema cúbico, classe hexatetraédrica), evidenciando as ligações dos átomos entre si (modelo físico de F. Krantz, século XIX; acervo da Escola de Minas de Ouro Preto).

As ligações livres insaturadas das camadas superficiais de átomos surgem devido à existência da energia livre superficial, cuja magnitude determina a natureza, a peculiaridade superficial do mineral e a habilidade de o mesmo reagir com água e com as substâncias dissolvidas na água (íons, reagentes químicos). A manifestação mais visível da interação de um dado mineral com a água é a molhabilidade da superfície do mesmo, que é definida como a adsorção de íons e moléculas de água na interface mineral/água (Glembotskii *et al.*, 1972).

A chamada energia de coesão (específica) é decorrente da atração mútua entre as moléculas da mesma substância (água, por exemplo), oriunda de ligações químicas diversas, incluindo as de dipolos instantâneos de London-van der Waals (Leja, 1982). Formalmente, é definida como o trabalho necessário para romper uma coluna de seção transversal de área unitária em duas outras colunas com a mesma seção transversal, cujo valor é convertido em energia superficial. A adesão é a interação mútua exercida por moléculas em duas fases distintas (água e mineral). A Figura 2 ilustra os trabalhos de coesão de moléculas. Se a fase 1 possuir a mesma constituição da fase 2, ter-se-á coesão, caso tais fases sejam distintas, ter-se-á adesão.

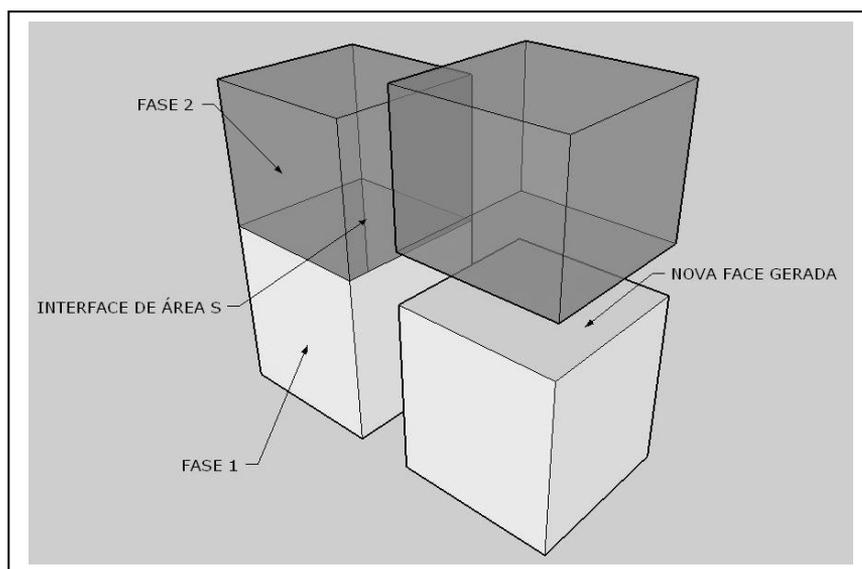


Figura 2 – Esquema de trabalho de coesão e de trabalho de adesão.

Da mesma forma, quando uma coluna é composta pelo empilhamento de duas fases diferentes, 1 e 2, insolúveis entre si, em uma seção de contato igual a 1 m^2 , separados pela interface, tem-se, segundo Dupré como trabalho de adesão (W_A).

Para um líquido puro, o trabalho de coesão (específica) é dado pela expressão da Equação [1].

$$W_C = 2\gamma_0 \quad [1]$$

onde:

γ_0 tensão superficial.

Para um líquido que contém um componente de superfície ativa, o trabalho para criar as duas superfícies novas é igual à variação da energia livre interfacial, dada pela Equação [2].

$$W_C = 2(\gamma_0 + \mu_i \Gamma_i) = 2\gamma \quad [2]$$

μ_i potencial químico da espécie i ;

Γ_i adsorção de espécie i ;

γ tensão interfacial.

No caso de a interface gerada ser do tipo líquido/gás, a interface comumente se diz superfície e a energia é referida como energia superficial (específica, em J/m^2) ou tensão superficial (γ_0). Resumindo, a energia livre superficial é o trabalho necessário para aumentar a superfície em uma unidade de área por um processo isotérmico e reversível (Shaw, 1975).

O trabalho de adesão (W_A) é definido como o trabalho requerido para remover o líquido da superfície sólida. Consiste de três componentes relacionadas na Equação [3].

$$W_A = W_I + W_H + W_D \quad [3]$$

onde:

W_I energia de ionização, proveniente de forças atrativas coulombianas na superfície sólida;

- W_H energia de ligação de hidrogênio, proveniente de forças coordenadas, interação de dipolo do solvente com a superfície sólida;
- W_D energia de dispersão, proveniente da interação do solvente com dipolos induzidos na superfície do sólido (interações de London-van der Waals).

O trabalho de adesão está relacionado à área interfacial unitária, que é igual à soma das energias superficiais unitárias menos a energia interfacial, como mostrado na Equação [4].

$$W_A = \gamma_{lg} + \gamma_{sg} - \gamma_{ls} \quad [4]$$

- γ_{lg} energia da interface líquido-gás;
- γ_{sg} energia da interface sólido-gás;
- γ_{ls} energia da interface líquido-sólido.

2. SÓLIDOS HIDROFÓBICOS E HIDROFÍLICOS

A condição essencial para que a água flua sobre a superfície de um dado mineral é que a força de adesão entre a água e o mineral exceda o trabalho de coesão da água. O primeiro estágio, na reação molecular, entre a água e a superfície mineral é a molhabilidade da superfície do mineral pela água, que ocorre no limite de três fases (sólido, líquido e gás).

O termo sólido hidrofílico denota o sólido que é completamente molhável pela água ou solução aquosa, enquanto sólido hidrofóbico denota uma molhabilidade parcial do mesmo pela fase aquosa.

Em flotação, a separação das partículas minerais presentes em uma polpa é feita pela adesão de bolhas de ar (fase gasosa) sobre a superfície das partículas hidrofóbicas, que são arrastadas para a superfície das células de flotação, enquanto as partículas hidrofílicas permanecem em suspensão e, posteriormente, essas hidrofílicas serão removidas na polpa como rejeito.

Devido ao fato de a maioria dos minerais serem substâncias químicas polares, poucos são naturalmente hidrofóbicos. Carvão, grafita, molibdenita, enxofre, que são apolares, portanto, não têm afinidade com a água e sim com o ar (fase gasosa). A maioria dos minerais é hidrofílica, possuindo elevada

afinidade com a água. No Quadro 1 estão listados alguns minerais em função de sua polaridade.

O grau de polaridade dos minerais relacionados no Quadro 1 é crescente do grupo 1 para o grupo 5. Os minerais do grupo 1 (sulfetos e metais nativos) são fracamente polares, devido às suas ligações covalentes, comparadas às ligações iônicas dos carbonatos e sulfatos. O grupo 3 é subdividido em (a) e (b), pelo fato de os minerais do grupo 3 (a) se tornarem hidrofóbicos pela sulfetização da superfície dos mesmos.

Logo, para se efetuar a flotação da maioria dos minerais (óxidos, silicatos, carbonatos, etc.), faz-se necessária a adição de reagentes, denominados coletores (surfatantes), que se adsorvem na superfície de algumas espécies minerais, tornando-as artificialmente hidrofóbicas.

Quadro 1 – Classificação de alguns minerais quanto à polaridade.

Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3	Grupo 4	Grupo 5
Galena	Barita	(a)	Hematita	Zircão
Covelita	Anidrita	Cerussita	Magnetita	Wilemita
Bornita	Gipsita	Malaquita	Goethita	Hemimorfita
Calcosita	Anglesita	Azurita	Cromita	Berilo
Calcopirita		Wulvenita	Ilmenita	Feldspato
Estibnita			Coríndon	Silimanita
Argentita		(b)	Pirolusita	Garnierita
Bismutinita		Fluorita	Limonita	Quartzo
Milerita		Calcita	Bórax	
Cobaltita		Witerita	Wolframita	
Arsenopirita		Magnesita	Columbita	
Pirita		Dolomita	Tantalita	
Esfalerita		Apatita	Rutilo	
Pentlandita		Scheelita	Cassiterita	
Realgar		Smithsonita		
Au, Pt e Ag nativos		Rodocrosita		
		Siderita		
Cu		Monazita		

Fonte: Wills, 1988.

3. MOLHABILIDADE DE SUPERFÍCIES SÓLIDAS

O grau de molhabilidade de uma superfície sólida (mineral) é expresso qualitativamente pela magnitude do ângulo de contato (θ), que convencionalmente é lido através da fase líquida. Como ilustrado na Figura 3, o sólido 1 é liofóbico e o sólido 2 é liofílico. Se o líquido for a água, a nomenclatura pode ser detalhada para sólidos hidrofóbico e hidrofílico, respectivamente.

A Equação [5] de Young descreve o equilíbrio das três fases.

$$\gamma_{SG} = \gamma_{SL} + \gamma_{LG} \cos \theta \quad [5]$$

A Equação [6], desenvolvida por Dupré, descreve a variação unitária de energia no processo de deslocamento da água da superfície do sólido pela bolha (fase gasosa).

$$\Delta G = \gamma_{SG} - (\gamma_{SL} + \gamma_{LG}) \quad [6]$$

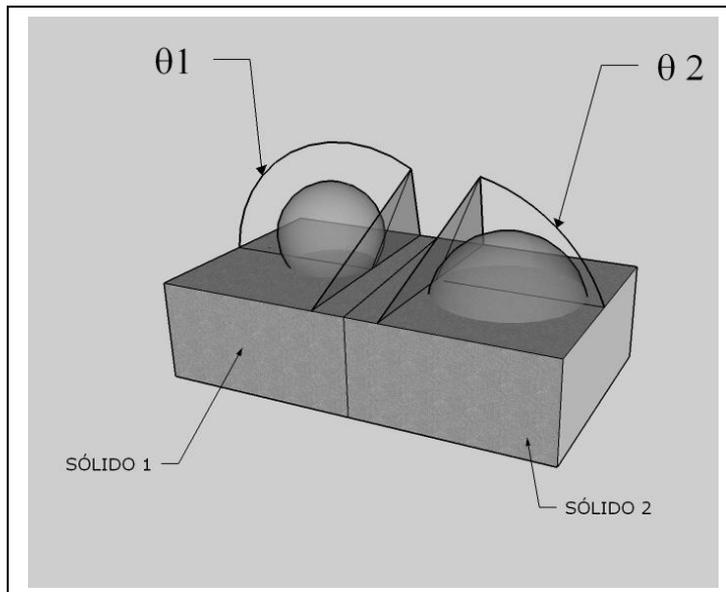


Figura 3 – Representação esquemática do contato entre uma gota de líquido e duas superfícies sólidas contíguas.

Em termos de ângulo de contato (Figura 4), tem-se:

$$\Delta G = \gamma_{LG}(\cos\theta - 1) \quad [7]$$

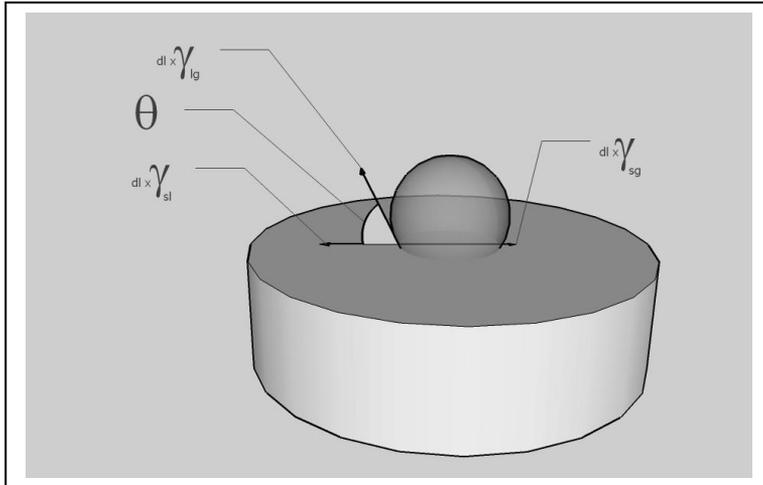


Figura 4 – Representação esquemática do balanço de forças interfaciais no contato entre uma bolha e um plano sólido imersos em um líquido.

Como tensão superficial é o módulo da força dividido pelo perímetro, é necessário multiplicá-la pelo arco elementar vetorial dl , para a correção formal do balanço de força, aspecto usualmente desprezado pelos livros-textos, como já ressaltava Leja (1982). Note-se também que, na Figura 4, o ângulo de contato foi corretamente atribuído, medindo-o através da fase líquida.

Conforme pode ser observado, segundo a Equação [7], o processo de ligação entre a superfície sólida e a bolha de ar é espontâneo para todo ângulo de contato finito, ou seja, quando o ângulo de contato for nulo, o sólido se mostrará completamente molhável. No outro extremo, com ângulo de 180° , observa-se ausência completa de umedecimento, o que é impossível na prática, pois sempre há uma certa atração sólido-líquido.

A variação de energia para o processo de ligação da bolha, ΔG , pode também ser descrita em termos de trabalho de adesão, W_A , e trabalho de coesão, W_C , da água:

$$\Delta G = W_A - W_C. \quad [8]$$

Pelas Equações [7] e [8] fica claro que, para que a ligação entre a bolha de ar e a superfície do mineral ou sólido seja efetuada, a energia livre (ΔG) deve ser menor que zero, ou seja, o trabalho de adesão da água (W_A) tem que ser menor que o trabalho de coesão (W_C).

4. MEDIDA DE ÂNGULO DE CONTATO

Como mencionado anteriormente, a afinidade de uma superfície sólida com a água e com o ar pode ser medida pelo ângulo de contato, usando a Equação [7], que denota o grau de hidrofobicidade das espécies presentes em polpa e, desta forma, a possibilidade de separação entre as mesmas no processo de flotação.

A medida de ângulo de contato pode ser influenciada por alguns fatores (Shaw, 1975):

- (i) contaminação da superfície líquida, que provoca a diminuição do valor medido;
- (ii) maior grau de heterogeneidade das superfícies sólidas em relação às superfícies líquidas (rugosidade);
- (iii) efeito da histerese, quando o líquido está avançando sobre uma superfície sólida seca ou retrocedendo sobre a superfície do sólido já molhado. Os dois casos resultam em ângulos de contato diferentes, sendo menor o ângulo na condição de retrocesso, por causa da camada de líquido adsorvida residualmente sobre a superfície sólida previamente molhada.

A Figura 5 ilustra um aparato comum para medida de ângulo de contato, que consiste em fazer incidir a iluminação de uma fonte de luz, usando uma lente condensadora, sobre o contato da bolha de ar com a superfície polida do mineral ou sólido, que é colocada dentro de uma célula de vidro ótico (cubeta). Através da lente de projeção, a imagem da bolha em contato com a superfície do mineral é projetada sobre uma tela de vidro ou capturada por um sistema digital de imagem. O ângulo de contato é então medido por meio de transferidor ou de sistema computacional de análise morfológica.

Naturalmente, melhores resultados de medida são obtidos com fonte monocromática, sendo que devem ser tomados cuidados para que a absorção da energia do pincel luminoso não aqueça o sistema amostral, pois a adsorção e a tensão interfacial são dependentes da temperatura (KSV, s.d.).

Os programas de análise de imagem pode ser daqueles disponíveis no mercado, os quais incluem licença gratuita de utilização, ou vir acoplados ao aparato de medida (sistema dedicado), os quais possuem banco de dados interno, com perfis morfológico de gotas e bolhas. Para efeito de calibração, podem ser adquiridas lâminas de vidro litografadas com padrões óticos metrologicamente certificados.

Para medidas dinâmicas de ângulo de contato, deve-se usar um sistema com microseringa motorizada, a qual vai aumentando o volume da gota séssil por injeção controlada.

Ao se estudar, com o equipamento ilustrado na Figura 5, o efeito hidrofobizante de um dado coletor sobre um mineral (aqui suposto naturalmente hidrofílico), pode-se seguir as seguintes etapas para efetuar a medida de ângulo de contato.

Preparar uma Superfície Limpa do Mineral.

Montar o mineral em um briquete de baquelite e lixar a úmido até obter uma superfície plana. O polimento da superfície deverá ser efetuado sobre uma placa de vidro recoberta com um tecido fino, usando abrasivo não contaminado. Usar luvas de borracha para evitar contaminação da superfície mineral.

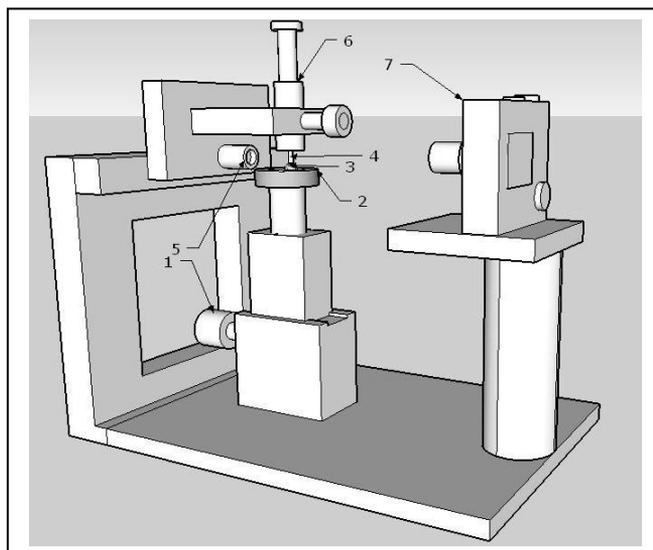


Figura 5 – Representação esquemática de um aparato de medida de ângulo de contato (goniômetro genérico).

Na Figura 5 tem-se: 1 – parafuso micrométrico para centralização da platina; 2 – platina com dispositivo de fixação da fase sólida; 3 – gota do líquido sobre a amostra sólida (método da gota séssil), ou bolha, caso a amostra esteja imersa em um líquido contido por cubeta de quartzo (não mostrada); 4 – tubo capilar; 5 – sistema de geração e colimação de feixe luminoso; 6 – seringa ou bureta automática; 7 – sistema de captura de imagem.

Fazer a Medida de Ângulo de Contato Zero na Água.

Colocar o mineral na célula. Fazer a imersão do mesmo em água destilada. Produzir uma bolha de ar na parte inferior de um capilar de vidro pelo deslocamento de ar dentro do mesmo. Pressionar a bolha sobre o mineral. Caso não seja observado nenhum contato da bolha com a superfície depois de 10 minutos, pode-se dizer que não existe contaminação da superfície do mineral (Figura 6a).

Adicionar a Solução de Coletor na Célula, na Concentração Desejada.

Fazer o mesmo procedimento descrito no item anterior. Medir os ângulos em ambos os lados da bolha (Figura 6b). Repetir essa operação, pelo menos, em mais duas posições sobre a superfície do mineral. O ângulo de contato será o valor médio de, pelo menos, seis determinações.

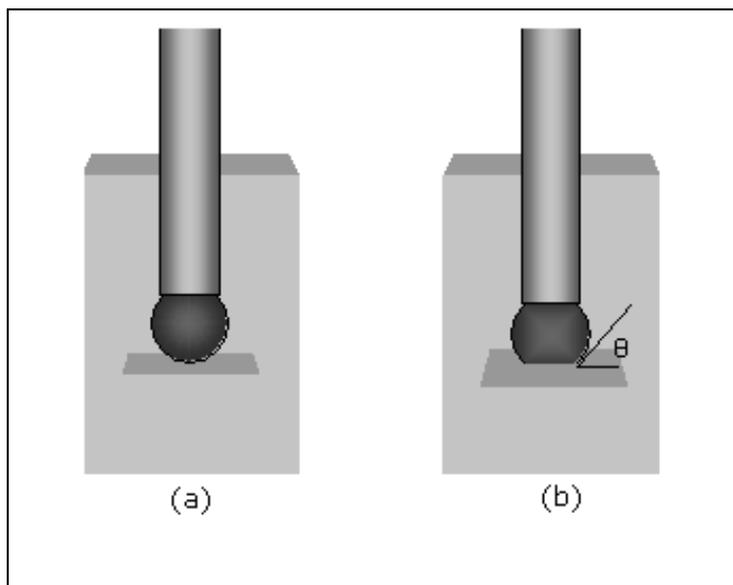


Figura 6 – Esquema ilustrando o ângulo de contato entre a bolha de ar e o mineral.

Cumprе assinalar que o método do goniômetro pressupõe sólido ideal (rígido, plano, liso, quimicamente homogêneo e estável). Assim, a medida corresponde ao ângulo de contato ideal, descrito adequadamente pela equação de Dupré.

Já para sólidos rugosos, observa-se um ângulo de contato aparente. Pode-se tentar inferir o ângulo de contato ideal, a partir das diferenças de valores aparentes decorrentes do fenômeno da histerese. Meiron *et al.*, (2004) preconizam um método alternativo baseado na energia mínima global (EMG), a qual representa o menor estado energético dentro dos possíveis estados metaestáveis. O ângulo de contato aparente na condição de EMG se correlaciona ao ângulo de contato ideal através da equação de Wenzel, dada a seguir:

$$\theta = \arccos \left[\frac{\cos(\theta_{EMG})}{r} \right] = \arccos \left[\frac{\cos(\theta_{EMG})}{R} \right] \quad [9]$$

onde:

θ ângulo de contato ideal (sólido liso) (°);

θ_{EMG} ângulo de contato aparente na condição de EMG (°);

r razão ou coeficiente de rugosidade;

$$R = A_{ef} / A_{ap};$$

A_{ap} área aparente (nominal) da amostra de sólido (m²);

A_{ef} área efetiva (real) da amostra de sólido (m²).

Para determinação da razão de rugosidade, pode-se adotar, com boa aproximação, esse valor igual ao do coeficiente linear de rugosidade. O coeficiente linear é a razão entre o comprimento efetivo da linha percorrida por um perfilômetro partindo de um ponto *A* para um outro *B* da amostra e o percurso nominal entre *A* e *B*.

A equação de Wenzel é aplicada se as irregularidades superficiais forem diminutas, quando comparadas ao tamanho da gota séssil, e se o líquido penetrar completamente as reentrâncias associadas à rugosidade. O método experimental de Meiron *et al.*, (2004) (vibro-acústico) consiste em induzir vibração na amostra e na gota séssil (fixando a amostra a alto-falante regulável), de modo a permitir que o líquido na interface supere as barreiras energéticas, adquirindo a configuração de menor energia. O sistema de coleta de imagem capta a visão de topo da gota, monitorando seu arredondamento. O ângulo de contato aparente é calculado pelo diâmetro e pela massa da gota.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Glembotskii, V. A.; Klassen, V. I.; Plaksin, I. N. *Flotation*. Translated by Hammond, R. E. (editor). Metally, T. (editor in American translation). New York, 1972, 633p.
- KSV Instruments Ltd. The Modular CAM 200 – Optical Contact Angle and Surface Tension Meter (Catálogo)[s.d.].
- Leja, J. *Surface Chemistry of Froth Flotation*. Plenum Press. New York and London. 1982, 757p.
- Meiron, T.S.; Marmur, A.; Saguy, I. S. Contact Angle Measurement on Rough Surfaces. *Journal of Colloid and Interface Science*. Volume 274, 2004, p.637-644.
- Shaw, D. J. *Introdução à Química dos Colóides e Superfícies*. Instituto de Química da Universidade Estadual de Campinas. Tradução de J. H. Maar. Editora Edgard Blucher Ltda. Editora da Universidade de São Paulo, 1975.
- Wills, B. A., *Mineral Processing Technology. An Introduction of the Pratical Aspects of Ore Treatment and Mineral Recovery*. Fourth Edition. Pergamon Press, 1988, 785p.

CAPÍTULO 29 – MOBILIDADE ELETROFORÉTICA (ELETROFORESE)

Rosa Malena Fernandes Lima

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

José Aurélio Medeiros da Luz

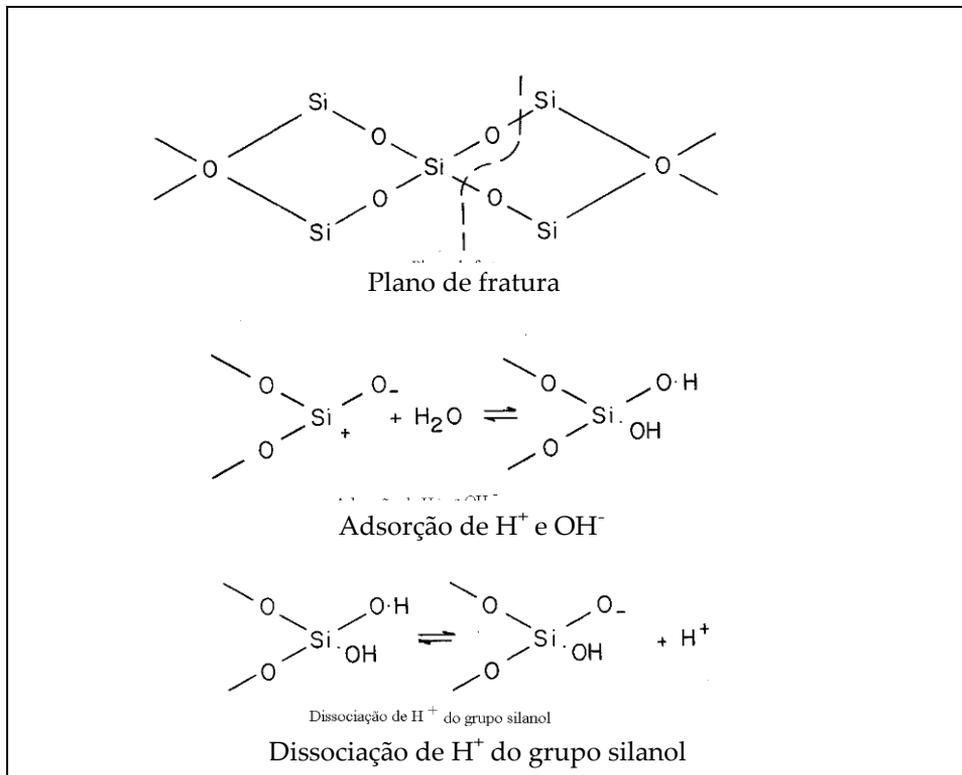
Engenheiro de Minas/UFOP, Mestre e Doutor em
Tecnologia Mineral/UFMG
Professor Adjunto do Departamento de
Engenharia de Minas, Escola de Minas/UFOP

1. INTRODUÇÃO

Os minerais são substâncias químicas cristalinas naturais, constituídas de átomos ligados entre si por ligações iônicas, covalentes, etc. A ruptura dessas ligações químicas pelo processo de fragmentação ocasiona o aparecimento de cargas superficiais em meio aquoso, pela subsequente adsorção de íons presentes nesse meio. Outros mecanismos de adsorção e geração de carga na superfície de partículas ocorrem pela da adsorção e desorção de íons na rede cristalina, dissolução não estequiométrica ou por defeitos na rede cristalina (Leja, 1982).

Um dos mecanismos mais comuns de geração de carga superficial que ocorre em sistemas minerais, incluindo óxidos, silicatos e sais semi-solúveis, é a formação e subsequente dissociação de grupos ácidos na superfície dos mesmos. Na Figura 1 está apresentado o mecanismo de geração de carga superficial do quartzo em meio aquoso, no qual se observa que o ácido silícico superficial ou silanol (Si-O-H), ao se dissociar, libera o íon H^+ para a solução, deixando, desta forma, a superfície com um grupo silicato carregado negativamente. Caso a atividade do íon H^+ seja aumentada, a reação é invertida. Para alta atividade de H^+ , a superfície do mineral adquire carga positiva. Logo, o íon H^+ é denominado de íon determinante de potencial. Os íons H^+ e OH^- , além dos íons dos elementos constituintes do retículo cristalino, são denominados comumente *íons determinadores de potencial (IDP)* de primeira espécie.

Define-se como ponto de carga zero (PCZ) a atividade do íon H^+ (ou íon determinante de potencial) presente na solução que resulte em carga superficial nula do mineral.



Fonte: Fuerstenau *et al.*, 1985

Figura 1 – Representação esquemática do desenvolvimento de carga superficial na superfície do quartzo em meio aquoso (Fuerstenau *et al.*, 1985).

No Quadro 1 são mostrados alguns exemplos de PCZ resultantes de reações de hidrólise para diversos óxidos.

Quadro 1 – Pontos de carga zero devido às reações de hidrólise para vários tipos de óxidos.

Tipo de óxido	PCZ (pH)	Exemplos, PCZ (pH)
M ₂ O	> 11,5	Ag ₂ O, 11,2
MO	8,5 – 12,5	MgO, 12,4 NiO, 10,4 CuO, 9,5 HgO, 7,3
M ₂ O ₃	6,5 – 10,4	Al ₂ O ₃ , 9,1 Fe ₂ O ₃ , 8,5 Cr ₂ O ₃ , 7,0
MO ₂	0 – 7,5	UO ₂ , 6,0 SnO ₂ , 4,7 TiO ₂ , 4,7 SiO ₂ , 1,8
M ₂ O ₅ , MO ₃	< 0,5	WO ₃ , 0,3

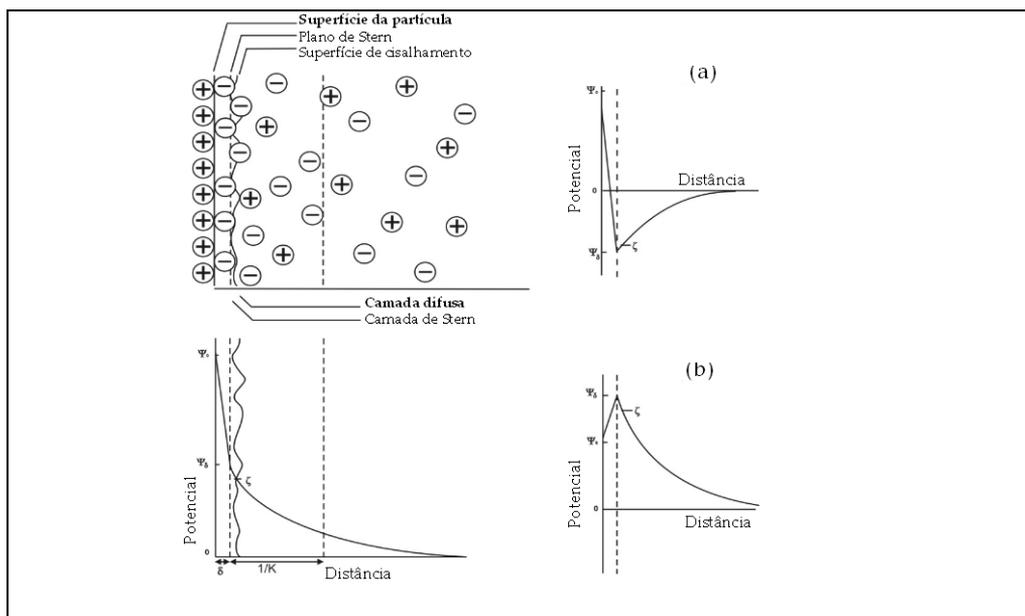
Fonte: Fuerstenau *et al.*, 1985.

Na dissolução não estequiométrica de íons presentes nas redes cristalinas dos minerais, as reações entre as moléculas de água e os vários íons na superfície dos mesmos não são uniformes do ponto de vista energético. Logo, o sinal da carga das moléculas de líquido da superfície do mineral é oposto ao sinal da carga dos íons de maior atividade na interface, presentes na solução. Visando neutralizar a carga superficial das partículas sólidas em meio aquoso há atração de íons de sinais contrários (íons contrários ou contra-íons). Por seu turno, os íons em solução de mesmo sinal que a carga líquida da superfície (ditos co-íons) tendem a ser repelidos pela mesma, gerando, desta forma, um balanço dinâmico de cargas na interface.

A ancoragem (adsorção) dos contra-íons na superfície e a nuvem iônica para balanceamento de carga superficial no entorno geram uma estrutura dita *dupla camada elétrica* (DCE).

Existem diversos modelos que descrevem a distribuição das cargas na dupla camada elétrica. Dentre esses modelos pode-se citar: modelo de Helmholtz e Perrin, modelo de Gouy e Chapman e modelo de Stern (Leja, 1982; Shaw, 1975; Glembotskii *et al.*, 1972 e Ohshima, 1998).

No modelo de Stern (Figura 2), que é mais completo dentre os modelos citados anteriormente, os íons possuem tamanho finito. Neste modelo, a dupla camada elétrica se divide em duas partes bem distintas, separadas pelo plano de Stern, que se localiza a uma distância da superfície igual ao raio dos íons hidratados. Neste modelo está prevista a adsorção específica de íons, além da adsorção puramente eletrostática.



Fonte: Shaw, 1975.

Figura 2 – Representação esquemática da estrutura da dupla camada elétrica, de acordo com o modelo de Stern.

(a) inversão da carga devido à adsorção específica de contra-íons (em geral surfactantes ou polivalentes);

(b) adsorção de co-íons surfactantes.

As Figuras 2 (a) e (b) evidenciam a adsorção específica de íons contrários polivalentes ou tensoativos, levando à reversão do sinal da carga dentro do plano de Stern (ψ_0 e ψ_δ de sinais contrários). Por outro lado, a adsorção de co-íons tensoativos poderia resultar em ψ_δ e ψ_0 de mesmo sinal, mas com valor absoluto maior. A expressão completa para o modelo de Stern é dada pela seguinte expressão (Shaw, 1975):

$$\frac{\varepsilon' \cdot (\psi_0 - \psi_{St})}{\delta_{St}} + \frac{\sigma_m}{1 + \frac{N_{Av}}{n_0 \cdot V_m} \cdot \exp\left[\frac{z \cdot e \cdot \psi_{St} + \phi}{k \cdot T}\right]} - \sqrt{8 \cdot n_0 \cdot \varepsilon \cdot k \cdot T} \cdot \sinh\left[\frac{z \cdot e \cdot \psi_{St}}{2 \cdot k \cdot T}\right] = 0 \quad [1]$$

onde:

ε' – permissividade da camada de Stern;

ψ_0 e ψ_{St} – potencial na superfície e no plano de Stern;

δ_{St} – espessura da camada de Stern;

N_{Av} – número de Avogrado;

n_0 – concentração inicial dos íons;

σ_m – densidade de carga correspondente a uma monocamada;

V_m – volume molar do solvente;

ϕ – termo do componente de Van der Waals na energia de adsorção;

k – constante.

Como pode ser visto pela Equação [1], a determinação do potencial elétrico no plano de Stern é bastante complexa, uma vez que se faz necessário o conhecimento de inúmeros parâmetros. Por essa razão, são feitas medidas de potencial no plano de cisalhamento da dupla camada elétrica, denominado de potencial zeta (ζ), obtido por medidas eletrocinéticas.

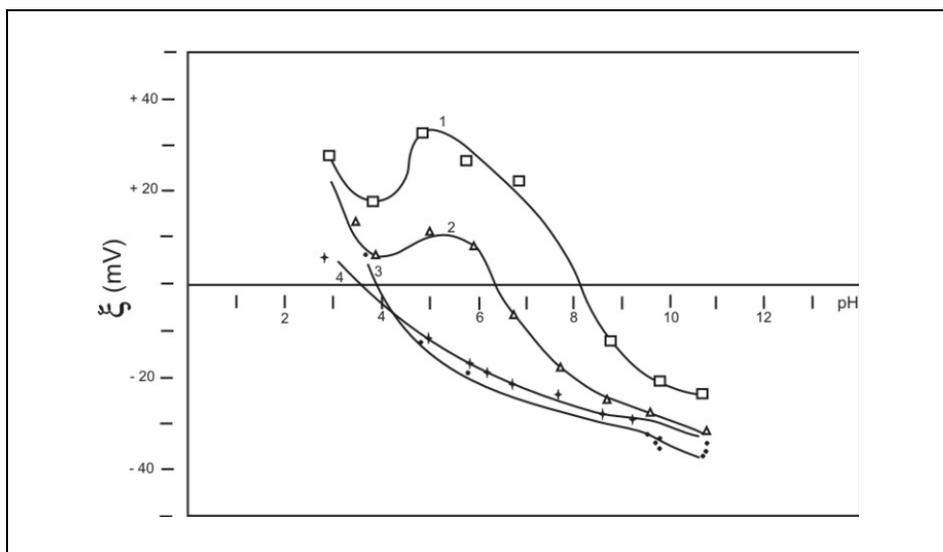
Fenômenos eletrocinéticos estão relacionados à parte móvel da dupla camada elétrica. Logo, os mesmos só podem ser interpretados em termos de potencial zeta (ζ) e/ou da densidade da carga no plano de cisalhamento da dupla camada elétrica. Para $\xi = 0$; $-\log(a_{IDP})$ é dito ponto isoiónico (PI), quando há somente IDP em solução, e ponto isoelétrico (PIE), se houver adicionalmente eletrólito indiferente.

Existem quatro fenômenos eletrocinéticos, quando há o movimento relativo entre a superfície sólida eletricamente carregada e a parte difusa da dupla camada elétrica:

- (i) eletroforese – partículas carregadas se movimentam em um líquido estacionário devido à aplicação de um campo elétrico externo;

- (ii) eletrosmose – líquido que se movimenta em relação às partículas carregadas estacionárias pela aplicação de um campo elétrico externo. Denomina-se pressão eletrosmótica a pressão necessária para contrabalançar o fluxo eletrosmótico;
- (iii) potencial de escoamento – é o campo elétrico gerado quando um líquido flui sobre uma superfície estacionária carregada eletricamente;
- (iv) potencial de sedimentação – campo elétrico gerado quando partículas carregadas se movimentam em relação a um líquido estacionário.

Como exemplo do efeito de contra-íons apresenta-se, na Figura 3, a seguir, um levantamento de potencial electrocinético de fluorapatita em meio aquoso, realizado por Araújo (1988). Enquanto KCl agiu como eletrólito indiferente (praticamente não mudando o ponto isoelétrico), o $AlCl_3$ mostrou um forte efeito na carga da partícula, demonstrando haver adsorção específica. Na Tabela 1 são informados os valores de concentração para os eletrólitos suportes.



Fonte: Araújo, 1988.

Figura 3 – Efeito de adição de cloreto de alumínio no potencial electrocinético da fluorapatita (Araújo, 1988).

Tabela 1 – Valores de concentração dos eletrólitos suportes (CES).

Curva	(CES)		Curva	(CES)	
	KCl	AlCl ₃		KCl	AlCl ₃
1	$1,0 \times 10^{-4}$ M	$5,0 \times 10^{-4}$ M	3	–	–
2	$1,0 \times 10^{-4}$ M	$5,0 \times 10^{-6}$ M	4	$1,0 \times 10^{-4}$ M	–

2. DETERMINAÇÃO DE POTENCIAL ZETA POR ELETROFORESE

Célula microeletroforética da Rank-Brother ou similar

Uma montagem típica do aparato pode ser observada na Figura 4, a seguir.

A determinação de potencial eletrocinético (ou zeta) das partículas minerais dispersa em soluções aquosas pode ser feita a partir da medida das velocidades de migração eletroforética de finos dos minerais em diversos valores de pH. Tais ensaios podem ser feitos em um medidor usando célula de eletroforese de faces planas ou cilíndricas.

As amostras devem estar em granulação fina, abaixo de 44 μm . Alíquotas de 0,1 g são dispersas em béquer de 50 mL contendo eletrólito indiferente ao pH ajustado. Eletrólitos, como perclorato de potássio ou clorato de potássio (KClO₃), devem ser usados preferencialmente como eletrólito suporte (ou indiferente), em virtude do grande tamanho dos ânions conjugados à sua pequena carga, o que os tornam pouco reativos aos cátions inorgânicos de modo geral (baixa probabilidade de adsorção específica). A concentração deve ser ajustada para promover adequada ionicidade para a adequada compressão da dupla camada elétrica.



Figura 4 – Aparato de microeletroforese Mk II da Rank Brothers, na montagem para célula plana.

O termo ionicidade é utilizado neste texto em substituição ao termo “força iônica”, o qual é dimensionalmente impróprio. Formalmente, o índice de ionização é definido como a relação expressa pela Equação [2].

$$I = \sum_{i=1}^n \frac{1}{2} (Z_i^2 \cdot C_i) \quad [2]$$

onde:

C_i concentração da espécie iônica “i”;

Z_i carga elétrica de “i”.

Para efetuar o ensaio de eletroforese, parte da dispersão, na ionicidade e concentração requerida, é transferida para a célula na qual se encaixam os eletrodos de platina enegrecida, com o cuidado de se evitarem bolhas residuais no interior da célula. A célula é então colocada nos seus suportes e focalizam-se suas paredes no microscópio, utilizando sistema de translação com parafuso micrométrico.

Deve-se buscar anular a contribuição das correntes de convecção do fluido dentro da célula. As próprias paredes da célula, sendo sólidas

(usualmente quartzo ótico), também são providas de duplas camadas elétricas, originando estas correntes. Ora, sob campo elétrico, estando as paredes fixas para permitir sua migração, o próprio fluido, em contrapartida, se movimentam. Como a célula é um sistema fechado, estabelece-se um escoamento convectivo de origem elétrica, com parte “externa” do fluido em um sentido e parte “interna” no sentido oposto, surgindo um gradiente de velocidade. Assim, existe paralelo a cada face, um plano (ou cilindro, no caso de célula cilíndrica) em que os dois vetores velocidade se anulam. Esse lócus é dito *plano estacionário* e é onde as medidas de migração eletroforética devem ser efetuadas.

A determinação do plano estacionário (no qual os efeitos de carga de parede, que provocam movimento do líquido, e os efeitos viscosos se anulam tornando o meio estacionário) foi feita aplicando-se a Equação [3] de Komagata (Rank Brothers, 2002.) para célula de faces planas:

$$\frac{s}{d} = 0,5 \sqrt{0,0833 + \frac{32}{\pi^5} \frac{d}{L}} \quad [3]$$

onde:

- d distância entre as paredes (verticais) internas da célula;
- L altura externa da seção transversal da célula;
- s abscissa do plano estacionário, a contar da parede interna.

O foco do plano estacionário deve ser feito considerando-se que as distâncias aparentes (focalizadas no microscópio) estão afetadas pelo índice de refração da solução (para água pura: $n = 1,333$ a 294 K).

Em célula cilíndrica o nível estacionário é um cilíndrico concêntrico com a face interna da célula a uma distância s de sua parede, dada Equação [4], também dos autores Rank e Brothers (2002):

$$\frac{s}{d} = 0,146 \quad [4]$$

Recomenda-se o número mínimo de vinte medidas para cada determinação, com intuito de ter-se representatividade suficiente para as velocidades obtidas. Após cada medida, a polaridade dos eletrodos deve ser invertida a fim de evitar fenômenos de polarização dos mesmos.

A ocular possui quadrículas para se medir as distâncias percorridas pelas partículas sob observação. A velocidade média de migração (após cronometragem do percurso total de todas as partículas) será dada por:

$$v_m = \frac{\pm d}{t \times m} = \frac{(5 \times 10^{-4})}{\left(\sum_{i=1}^{n \geq 20} \frac{t_i}{n} \right)} \quad [5]$$

onde:

d distância (m);

t_i tempo da i-ésima medida (s);

n número total de partículas medidas.

O gradiente de campo elétrico (E) aplicado é dado por:

$$E = \frac{V}{L}$$

onde:

V potencial elétrico aplicado ou voltagem (V);

L distância efetiva íntereletrodos (m).

Como efeito de ilustração, para a célula plana da Rank Brothers têm-se os valores típicos seguintes: d/L = 0,110; L = 7,943 × 10⁻² m.

A mobilidade eletroforética (m₂/sV) para cada medida é obtida por sua expressãoda Equação [6].

$$U = \frac{v_m}{E} \quad [6]$$

A fórmula de Helmholtz-Smoluchowsky pode ser utilizada para obtenção dos valores de potencial zeta. Embora esta fórmula seja exata somente para

condições idealizadas, geralmente é considerada precisa o suficiente dentro dos propósitos da tecnologia mineral (para a correção de Henry, veja-se adiante). A sua utilização prende-se, ademais, à sua vantagem na “visualização” comparativa do estado elétrico da superfície de cisalhamento das partículas dispersas. Sua forma está expressa na Equação [7].

$$\zeta = \frac{\eta \times U_{\varepsilon}}{\varepsilon} \quad [7]$$

onde:

η coeficiente de viscosidade dinâmica do fluido ($\text{Pa}\cdot\text{s} = \text{kg}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$);

ε permissividade elétrica do meio fluido ($\text{C}^2\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{s}^2$).

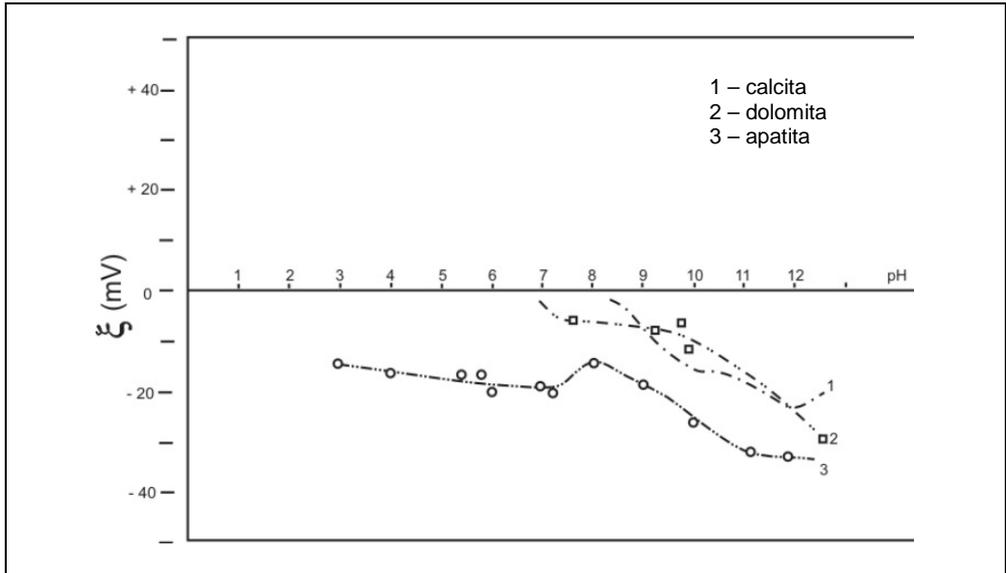
Para a água a 298 K: $\mu = 8,903 \times 10^{-4} \text{ Pa}\cdot\text{s}$; $\varepsilon = 6,93 \times 10^{-10} \text{ C}^2\text{kg}^{-1}\text{m}^{-3}\text{s}^2$.

O potencial expresso em volts, pode ser calculado pela expressão da Equação [8].

$$\zeta = 12,83 \times 10^5 \times M_{el} \quad [8]$$

No caso de célula eletroforética cilíndrica (por exemplo: tubo capilar), deve-se levar em conta a paralaxe decorrente da refração na parede curva.

Como efeito ilustrativo, a Figura 5 (Luz, 1987) apresenta as curvas de potencial zeta em função do pH para a calcita, dolomita e apatita oriundas da jazida de Itataia (CE). As condições experimentais foram: reguladores de pH: HCl/NaOH; concentração de eletrólito suporte: $2 \times 10^{-3} \text{ M KClO}_3$; temperatura: $294 \pm 1 \text{ K}$.



Fonte: Luz, 1987.

Figura 5 – Potencial zeta de calcita, apatita e dolomita da jazida de Itatiaia.

Usando água como meio, a validade estrita da equação de Smoluchowski dá-se para partículas de $0,1\ \mu\text{m}$ (Rank Brothers, 2002). Na região intermediária do parâmetro κa (entre 0,1 a 200) e no caso de o potencial zeta não ser grande (Rank Brothers sugerem limite de 20 mV), deve-se usar a equação de Henry, a qual é expressa pela Equação [9]

$$U_{\varepsilon} = \frac{2 \times D_{el} \times \varepsilon_0}{3 \times \eta} \times (1 + F_H(\kappa a)) \quad [9]$$

onde :

$F_H(\kappa a)$ é um fator de correção.

Para o fator de correção da equação de Henry, optou-se, neste Capítulo, por se fazer uma análise de regressão não linear, em vez de se adotar as complexas formulações sugeridas por Henry (*apud* Widegren e Bergström, 2000). Assim os presentes autores obtiveram a seguinte equação (a qual é uma sigmóide de Hill, escalonada do coeficiente multiplicador 0,5) para o fator de

correção (com coeficiente correlação de 99,95% e desvio máximo de 0,00815 em relação aos valores tabelados em Rank Brothers, (2002)):

$$F_H = 0,5 \times \frac{(\kappa \cdot a)^{1,0954}}{[(\kappa \cdot a)^{1,0954} + 10,561^{1,0954}]} \quad [10]$$

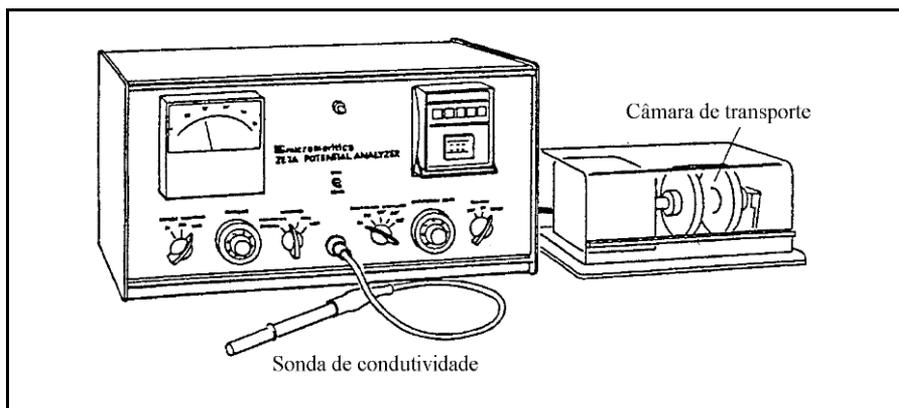
O parâmetro a é o raio da partícula, sendo que o produto $K \times a$, adimensional, é muito utilizado em físico-química de colóides, pois indica o nível de compressão relativa da dupla camada elétrica.

Finalmente as seguintes regras devem ser lembradas, quando da operação da célula microeletroforética da Rank Brother ou similar.

- 1) Nas células cilíndricas, assegurar que o capilar esteja com o eixo óticamente centrado.
- 2) Ajustar o colimador de feixe ótico (células cilíndricas) ou condensador de campo escuro (células planas).
- 3) Focar bem o plano estacionário, com o uso do parafuso micrométrico.
- 4) Nas células planas, deve-se atentar para eventual ocorrência de aquecimento (apesar do banho isotérmico), devido ao feixe luminoso intenso.
- 5) Nas células planas, deve-se alinhar a grátícula da ocular horizontal e verticalmente, para se assegurar de que o componente eletroforético (horizontal) seja medido.

Célula eletroforética modelo 1202 da Micromeritics

Na Figura 6 está apresentado o desenho esquemático da célula eletroforética modelo 1202 da Micromeritics.



Fonte: Micromeritics, 1995.

Figura 6 – Desenho esquemático da célula eletroforética modelo 1202 da Micromeritics.

Existem dois eletrodos de zinco, que são colocados em lados opostos da câmara de transporte de massa. O eletrodo do lado esquerdo fica em contato com a suspensão. O eletrodo do lado direito é eletroliticamente reversível e encontra-se dentro da célula, que possui uma abertura tubular localizada diretamente entre os dois eletrodos (Figura 7). Durante a análise, o recipiente que contém a suspensão é girado a rotação entre 25 e 30 rpm para minimizar a sedimentação gravitacional de partículas grossas.

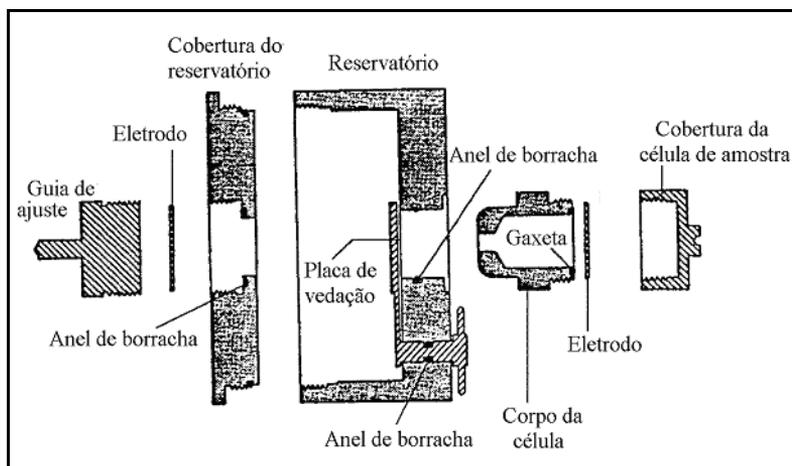


Figura 7 – Câmara de transporte de massa do “zetâmetro” 1202 da Micromeritics.

Para a determinação do potencial zeta pelo “zetâmetro” modelo 1202 da Micromeritics, faz-se necessário primeiramente determinar a constante de condutividade da célula (D) e a condutância específica da amostra em forma de polpa de aproximadamente 150 cm³ a uma concentração conhecida.

O cálculo do potencial eletrocinético ou zeta, com base nos resultados do analisador zeta modelo 1202 pode ser feito segundo a Equação [11].

$$\zeta = 1,131 \times 10^6 U_{\varepsilon} (\eta/D) \quad [11]$$

onde:

ζ - potencial zeta (volts);

U_{ε} - mobilidade eletroforética (cm.s⁻¹V⁻¹.cm⁻¹);

η - viscosidade da solução (poise);

D - constante dielétrica do meio na célula (-).

O cálculo da mobilidade eletroforética U_{ε} das partículas em suspensão é efetuado pela fórmula:

$$U_{\varepsilon} = \frac{\Delta_W K_C}{R_p t I c_v (1 - c_v) (\rho_{\text{susop}} - \rho_f)} \quad [12]$$

onde:

Δ_W variação de massa da célula (g);

K_C constante de condutividade da célula (cm⁻¹);

R_p resistência da polpa (ohm);

t duração do ensaio (s);

I intensidade da corrente elétrica (A);

ρ_{susop} massa específica da suspensão (polpa) (g/cm³);

ρ_f massa específica do fluido [g/cm³];

c_v fração volumétrica de sólidos.

A fração volumétrica pode ser calculada por:

$$c_v = c_m \cdot \frac{\rho_{\text{susp}}}{\rho_p} = \frac{c_m / \rho_p}{c_m / \rho_p + (1 - c_m) / \rho_f} \quad [13]$$

onde:

ρ_p massa específica das partículas (kg/m^3);

c_m fração mássica de sólidos .

Para determinação da constante dielétrica da célula eletroforética, faz-se necessário preparar uma solução de KCl a 0,01 N, que é obtida pela dissolução de 0,7459 g de KCl seco, em 1 litro de água, a 18°C. No Quadro 2 estão apresentados os valores de resistência específica e condutância em função da temperatura.

Quadro 2 – Valores de resistência específica e condutância para o KCl.

Temperatura (°C)	Resistência Específica (ohm)	Condutância ($\text{ohm}^{-1}\text{cm}^{-1}$)
15	871,84	0,001147
16	852,51	0,001173
17	834,03	0,001199
18	816,33	0,001225
19	799,36	0,001251
20	748,47	0,001278
21	766,28	0,001305
22	750,75	0,001332
23	735,84	0,001359
24	721,50	0,001386
25	707,71	0,001413
26	693,96	0,001441
27	681,20	0,001468
28	668,45	0,001496
29	656,17	0,001524
30	644,33	0,001552

A constante de condutividade da célula (K_c) é igual ao produto da resistência medida (R_c) da solução e sua condutância específica (λ) na temperatura correspondente. Ela pode ser também expressa como a razão da resistência medida (R_c) da solução pela resistência específica (R_s), conforme expresso nas equações {14} e {15}.

$$K_c = R_c \lambda_{KCl} \quad [14]$$

$$K_c = R_c / R_s \quad [15]$$

Para obter a condutância específica da amostra deve-se proceder da seguinte forma.

- 1 – Colocar o **Meter Multiplier** na posição $\times 100$.
- 2 – Imergir a sonda da célula de condutividade dentro da solução da amostra preparada, certificando-se de que ambos os eletrodos estejam completamente submersos.
- 3 – Colocar o botão **Function** na posição **Resistance**.
- 4 – Colocar o botão **Power** na posição **On**.

Obs.: Sob estas condições, o analisador funciona como uma ponte AC de Wheatstone, e a resistência variável provida pelo potenciômetro **Resistance** e o **Resistance Multiplier** pode ser igual à resistência da amostra.

- 5 – Colocar o **Resistance Multiplier** na posição $\times 10^4$.
- 6 – Girar o potenciômetro **Resistance** para 1000 ohm.

Por outro lado, quando a leitura final nula estiver sendo registrada, o **Meter Multiplier** conectado sempre deveria estar fixado a $\times 100$, quando a **Function** está fixada na **Resistance**.

- 7 – Girar o potenciômetro **Resistance** no sentido anti-horário até alcançar um balanço (indicado por uma deflexão mínima no amperímetro; a leitura real é insignificante). Se uma deflexão mínima menor que 100 é indicada, decresça sucessivamente o **Resistance Multiplier** por um fator de 10 até que um mínimo seja encontrado entre

100 e 1K, ou até que se alcance a posição X1. Caso não seja alcançada a variação desejada, dilua a amostra e faça outra medida.

8 – Quando o amperímetro alcançar um balanço menor que 10% da escala total, aumentar a sensibilidade do medidor pela redução de um fator de 10 no **Meter Multiplier**. A operação de balanceamento continua até que uma deflexão mínima seja alcançada (a leitura real no amperímetro é insignificante).

Obs.: i - Perto do ponto de balanço e a uma maior sensibilidade, a agulha do medidor movimenta-se rapidamente a pequenas variações no potenciômetro **Resistance**. Faça ajustes cuidadosos para que o ponto de balanço seja determinado com exatidão e não inteiramente errado.

ii – Para encontrar a melhor nulidade em medidas de amostras de alta resistividade, pode-se mudar a localização relativa da sonda e amostra em relação ao gabinete ou outros corpos eletricamente condutores para otimizar a compensação capacitiva.

9 – Fixar o potenciômetro **Resistance**.

10 – Calcular a resistência (em unidades de ohms) multiplicando-se a resistência indicada no balanço pelo potenciômetro **Resistance** pela fixação da **Resistance Multiplier**.

A condutância específica da amostra é a constante de condutividade da célula dividida pela resistência.

11 – Limpar a sonda de condutividade da célula, sendo cuidadoso para não danificar os eletrodos.

Para ajustar o analisador deve-se proceder da seguinte forma:

1 – Colocar a chave **Function** na posição **Current Preset**.

2 – Girar o potenciômetro **Current** até que a corrente desejada seja obtida. Na ausência de informação específica e ausência de experiência prévia, uma corrente inicial de 2 mA (2000 μ A) é um bom valor para se começar. O valor da corrente é obtido pela indicação da medida fornecida pelo fator da chave **Meter Multiplier** (ex.: $20 \times 100 = 2000 \mu$ A).

Obs.: Nota-se que pouca ou nenhuma variação permanente ocorre no medidor de flexão para as mesmas condições quando o **Meter Multiplier** é alterado. Isto é porque a corrente fixada e o medidor de sensibilidade são multiplicados simultaneamente quando o medidor multiplicador está conectado.

3 – Colocar o potenciômetro **Current** quando um valor é desejado.

Obs.: Tenha sempre em mente que existirão limites práticos, aquecimento da amostra e voltagem do analisador, que afetam a corrente aplicada na amostra. Por exemplo:

- (i) calor pode ser gerado a uma taxa em excesso de 10 watts ($W = I^2R$), em algumas amostras, a uma alta corrente; portanto o calor gerado pode ser excessivo;
- (ii) a uma alta resistência da amostra, maior voltagem é requerida para manter o fluxo de corrente.

A voltagem disponível varia de 0 a 190 volts, a 20 miliampères, e de 0 a 700 volts, a 25 microampères. Obviamente, ela pode não ser possível para produzir alta corrente em amostras de resistência muito alta.

Uma boa regulagem de corrente requer que voltagens menores que a capacidade do analisador sejam usadas no começo do teste. Isto assegura o aumento da voltagem de regulagem de corrente para manter uma corrente constante com o aumento da resistência durante o teste. Portanto, convém selecionar uma corrente que permita uma margem adequada para regulagem de voltagem. Isto é observado melhor quando ocorre variação da corrente durante o teste. Assim, seleciona-se uma corrente 10 a 20% menor que o menor valor observado durante um ensaio de composição particular da amostra.

4 – Usar as três chaves de tambor digital na frente do painel para fixar o tempo. Se o operador não tem informação sobre o tempo, cinco é um bom valor para começar.

5 – Colocar a chave **Function** para **+Test** (positivo) ou **-Test** (negativo). Selecionar a posição que levará a partícula a migrar para dentro da

célula, usualmente +Test. No entanto, se ocorrer bolhas no eletrodo da célula, trocar o valor fixado para que ocorra borbulhamento no reservatório do eletrodo.

Após o ajuste do equipamento procede-se à adição da amostra no reservatório da câmara de transporte de massa, conforme os passos a seguir.

- 1 – Colocar o menor dos dois eletrodos na caixeta da célula de amostra.
- 2 – Ajustar a capa da célula de amostra no lugar, pressionar firmemente o eletrodo contra o joelho retentor.
- 3 – Agitar a amostra para se certificar de que ela esteja homogênea, então, usando uma pipeta, encher a câmara da célula com a amostra até que ela transborde.
- 4 – Apertar o pino para dentro da abertura da célula de amostra e, cuidadosamente, limpar o *overflow*, de forma que o líquido atinja o topo do reservatório.

Obs.: Para evitar erros de pesagem, retire cuidadosamente todo excesso da célula de amostra. Inspeccionar também a existência de bolhas na célula.

- 5 – Pesar a célula de amostra com o pino no lugar e removê-lo em seguida.
- 6 – Segurar a célula de amostra verticalmente, inseri-la dentro da porção do reservatório da câmara de transporte de massa, apertá-la firmemente dentro da posição.
- 7 – Girar o dispositivo que tampa a abertura da célula de amostra para evitar que as partículas grossas sedimentem dentro da célula enquanto o reservatório estiver sendo completado.
- 8 – Encher cerca de três quartos da câmara do reservatório (através da abertura sobre o topo). O reservatório não é totalmente cheio para promover um espaço que minimizará a pressão gerada pelas bolhas de ar. Portanto, ele será preenchido suficientemente para cobrir os eletrodos com amostra durante todo o tempo do ensaio.

9 - Inserir o eletrodo que falta dentro da abertura do reservatório e fixá-lo no lugar, com a borracha de vedação. Desta forma, a câmara de transporte de massa está pronta para ser colocada na porção motora da unidade, conforme procedimento abaixo.

- (i) Levantar a tampa que cobre a porção motora da unidade. Uma chave de segurança cortará toda a corrente que conecta o eletrodo durante todo o tempo, que a mesma estiver aberta;
- (ii) Inclinar o suporte e encaixar o conector da câmara de transporte no eixo do motor;
- (iii) Colocar a chave **Power** na posição **Rotate** para que a câmara comece a girar;
- (iv) Depois de poucas rotações, colocar a chave **Power** na posição **on** para o motor girar;
- (v) Abrir a câmara; então fechar a cobertura de plástico.

Obs.: Na seqüência, fechando a cobertura, a função **interlock** permite iniciar a análise, colocando a chave **Power** na posição **Rotate** para retomar a rotação e, em seguida, colocar a chave **Timer Start** na posição **nn** para começar a análise.

A análise termina automaticamente quando o tempo selecionado é finalizado. Então, proceda da seguinte forma para remover a câmara de transporte.

- 1 – Fechar o dispositivo da câmara de amostra.
- 2 – Remover a câmara de transporte de massa da unidade.
- 3 – Segurar a câmara verticalmente, remover a célula de amostra. Efetuar esta etapa sobre um tanque ou sobre um receptáculo.
- 4 – Inserir o pino dentro da célula de amostra.
- 5 – Remover todo excesso de amostra da célula.
- 6 – Pesar a célula de amostra e seu conteúdo. A diferença entre esse peso e o peso inicial é devido a migração de partículas durante o teste.

7 – Jogar fora a amostra, então limpar todas as partes da célula de amostra e reservatório.

Sarquís *et al.*, (2006), estudaram o efeito da variação da carga superficial de partículas de calcita, quartzo e óxidos puros, sobre a resposta à flotação, mediante adição de diferentes reagentes (pirofosfato de sódio, silicato de sódio, cloreto de cálcio e cloreto férrico). A determinação do potencial zeta foi efetuada pela célula eletroforética modelo 1202 da Micromeritics. Nesses estudos ficou evidenciada uma forte correlação entre a carga superficial da ganga silicatada e o coletor aniônico. O pirofosfato de sódio e o cloreto férrico foram os reagentes que tiveram maiores efeitos sobre a carga superficial da calcita e os demais minerais, variação de 100 mV.

Como nota final deve-se salientar que métodos com alta concentração de sólidos têm surgido recentemente. Em especial os chamados métodos eletroacústicos. Para dispersões concentradas, entretanto, o potencial zeta (ζ_{con}) deve ser corrigido. O potencial corrigido pode ser calculado a partir do valor de zeta para partícula isolada, de acordo com a seguinte equação [16] (Ahualli *et al.*, 2006):

$$\zeta_{\text{con}} = \zeta_0 \times \exp \left[2 \times \left(1 + \frac{1}{1 + (10 \times c_v)^4} \right) \right] \quad [16]$$

onde:

ζ_0 potencial zeta de Smoluchowski (ou de Henry);

c_v concentração volumétrica (fracional) de sólidos .

Essa correção aplica-se com boa acurácia até a concentração volumétrica de sólidos igual a 30%.

Pacotes computacionais para o cálculo do potencial zeta estão disponíveis livremente (de código aberto, licenciado pela *General Public Licence* – GPL) na Internet, como, por exemplo, o Zeta, na versão 0.8.1, ou posterior (endereço: <http://zeta-potential.sourceforge.net/>).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Araujo, A. C. de Starch Modification of the Flocculation and Flotation of Apatite. (Ph.D. Thesis), Vancouver, University of British Columbia, 1988.
- Ahualli, S. *et al.* A simple model of the high-frequency dynamic mobility in concentrated suspensions. *Journal of Colloid and Interface Science*. nº 301, 2006, p. 660–667.
- Fuerstenau, M. C.; Miller, J. D.; Kuhn, M. C. *Chemistry of Flotation*. Society of Mining Engineers of the American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, Inc. New York, 1985, 177p.
- Glembotskii, V. A.; Klassen, V. I., Plaksin, I. N. *Flotation*. Translated by Hammond, R. E. (editor). Metally, T. (editor in American translation). New York, 1972, 633p.
- Leja, J. *Surface Chemistry of Froth Flotation*. Plenum Press,. New York and London, 1982, 757p.
- Luz, J. A. M. Efeito do Estado de Agregação na Separação entre Calcita, Dolomita e Apatita por Flotação. *Dissertação (Mestrado)*. EEUFMG, 1987.
- Micromeritics. Model 1202, Zeta Potencial Analyser, Operator's Manual, Pat Nº 120-42801-01, September, 1995.
- Ohshima H. Dynamic Electrophoretic Mobility of Spherical Colloidal Particles with Thin Electrical Double Layers in Concentrated Suspensions. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. nº 149, 1998, p. 5–11.
- Rank Brothers Inc. *Operations Instructions and Manual for the Particle Micro Electrophoresis Apparatus MARK-II (catálogo)*. Cambridge: February, 2002.
- Sarquis, P., Ciribeni, V.; González, M. Efecto de la Carga Superficial de las Partículas Sobre la Acción de Reativos de Flotación. VIII Jornadas Argentinas de Tratamiento de Minerales. *Actas*. San Juan, Octubre, 2006, p.159-169.

Shaw, D. J. Introdução à Química dos Colóides e Superfícies. Instituto de Química da Universidade estadual de Campinas. Tradução de J. H. Maar. Editora Edgard Blucher. Editora da Universidade de São Paulo, 1975.

Widegren, J.; Bergstrom, L. The Effect of Acids and Bases on the Dispersion and Stabilization of Ceramic Particles in Ethanol. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 20, 2000, p. 659 –665.



PARTE IX DETERMINAÇÃO DE ALVURA



CAPÍTULO 30 – ENSAIOS PARA MEDIDAS DE ALVURA – COLORÍMETRO COLOR TOUCH 2 E MODELO ISO

Fernanda Arruda Nogueira Gomes da Silva

Licenciada em Química - Instituto de Química/UFRJ, Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Doutoranda em Química Inorgânica - Instituto de Química/UFRJ

João Alves Sampaio

Engenheiro de Minas/UFPE, Mestre e Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Tecnologista Sênior do CETEM/MCT

1. INTRODUÇÃO

A necessidade de se comunicar por meio das cores é muito antiga, entretanto a primeira pessoa a organizar um sistema de cores consistente foi um artista e professor de arte norte-americano, Albert H. Munsell, em 1905. Ele ordenou *chips* coloridos de maneira lógica, estabelecendo as três dimensões da cor, ou seja, luminosidade, tom e saturação.

A cor pode ser compreendida como a propriedade que tem os corpos, naturais ou não, de absorver ou refletir a luz em maior ou menor comprimento de onda, situado num pequeno intervalo de espectro eletromagnético. Isso depende da intensidade do fluxo luminoso e da composição espectral da luz, provocando no observador uma sensação subjetiva, independente de condições espaciais ou temporais.

O olho humano só é sensível a uma estreita faixa de radiações situada entre o vermelho e o violeta (400 a 700 nm). Uma diferença de apenas centésimos de milésimos de centímetros de comprimento de onda estabelece a diferença entre a visibilidade e a invisibilidade (Ouchi *et al.*, 2005). A Figura 1 ilustra um espectro eletromagnético da luz.

A cor de um corpo pode ser modificada em função do tipo de luz que nele incide. Costuma-se definir a cor natural de um corpo, como aquela que ele possui quando iluminado por todo o espectro visível (luz solar).

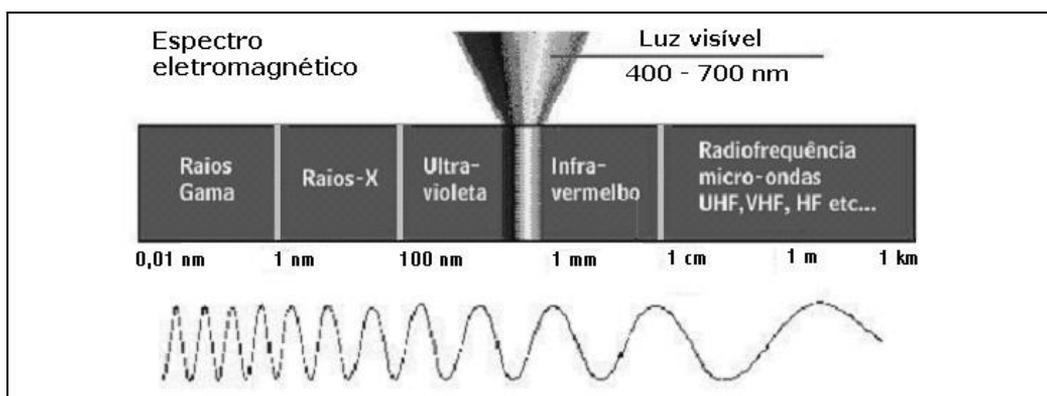


Figura 1 – Representação gráfica do espectro eletromagnético da luz.

2. QUALIDADES DE UMA COR

Luminosidade

É a qualidade que caracteriza o grau de claridade da cor. A claridade depende da refletância (percentagem da luz refletida) da cor. As luminosidades são representadas pelo símbolo L ou ΔL (*lightness* – luminosidade da cor).

A claridade de uma cor está associada à sensação produzida por uma superfície dessa cor iluminada por luz branca de intensidade constante. As cores são claras ou escuras. A sensação atribuída à cor clara é intensa e à cor escura é fraca (Ouchi *et al.*, 2005).

Tom (Tonalidade)

É a grandeza que caracteriza a qualidade da cor, permitindo-nos diferenciar as cores. A tonalidade de uma cor está associada a um comprimento de onda do espectro visível. Somente as cores que são obtidas por misturas de outras não possuem tonalidades básicas (Dean *et al.*, 1950). Essas tonalidades são expressas pelo símbolo h ou Δh (*hue* – tonalidade da cor).

Saturação ou Pureza

É a qualidade que caracteriza a quantidade da cor, indicando a proporção em que ela está misturada com o branco, preto ou cinza. Quando uma cor não está misturada com outra acromática, ela é pura ou saturada e, caso contrário, ela é pálida ou acinzentada, isto é, a saturação indica a pureza da cor, diferenciando uma cor intensa (pura) de uma cor suja. As saturações são expressas pelo símbolo c ou Δc (*chroma* – saturação da cor) (Ouchi *et al.*, 2005).

Para algumas rochas ou minerais, como caulim, carbonato de cálcio, gipsita, algamatolito e talco, a alvura é uma propriedade física muito importante. Alvura (*brightness*) é a qualidade atribuída ao que é alvo, que tem elevada brancura e pode ser determinada, medindo-se a refletância difusa da luz de um determinado comprimento de onda, normalmente 457 nm, comparado à medida padrão de alvura 100%, usualmente o óxido de magnésio, usado para essa finalidade. Para o Caulim também são medidas a brancura (*whitness*) e amarelidez (*yellowness*).

3. MÉTODOS PARA MEDIR COR

Expressar uma cor por números sempre foi uma idéia muito atrativa, pois facilita, consideravelmente, a comunicação e a comparação entre cores, permitindo inclusive um tratamento quantitativo dessas diferenças. A transformação das cores em números foi realizada por meio de representação gráfica das variáveis cromáticas (luminosidade, tonalidade e saturação) em diagramas, de tal modo que cada ponto no plano ou espaço constitui uma cor (Santos, 2006). Existem vários métodos que possibilitam a realização deste tipo de medida colorimétrica, no entanto, nesse Capítulo estudaremos somente o método CIELab (*Commission Internationale de L'Eclairage*).

O método CIELab permite medir a intensidade de absorção, na região visível, para obtenção dos parâmetros (Varela *et al.*, 2005):

- (i) **L*** - referente à luminosidade que varia do negro (0) até o branco (100);
- (ii) **a*** - varia de positivo (vermelho) a negativo (verde), isto é, quanto mais positivo, mais vermelha é a cor e, quanto mais negativo, mais verde é a cor da amostra;
- (iii) **b*** - varia de positivo (amarelo) a negativo (azul), isto é, quanto mais positivo, mais amarela é a cor e, quanto mais negativo, mais azul é a cor da amostra.

Esses eixos **L***, **a*** e **b*** indicam que a cor é percebida segundo as reações do olho às sensações de cores opostas. É importante saber que os valores de **L***, **a*** e **b*** não têm nenhum significado, a não ser que os dados seguintes sejam identificados: escala colorimétrica, iluminante, observador, geometria do instrumento e técnica de medição (fundo, temperatura da amostra, etc.) (Santos, 2006). O modelo CIELab pode ser observado na Figura 2.

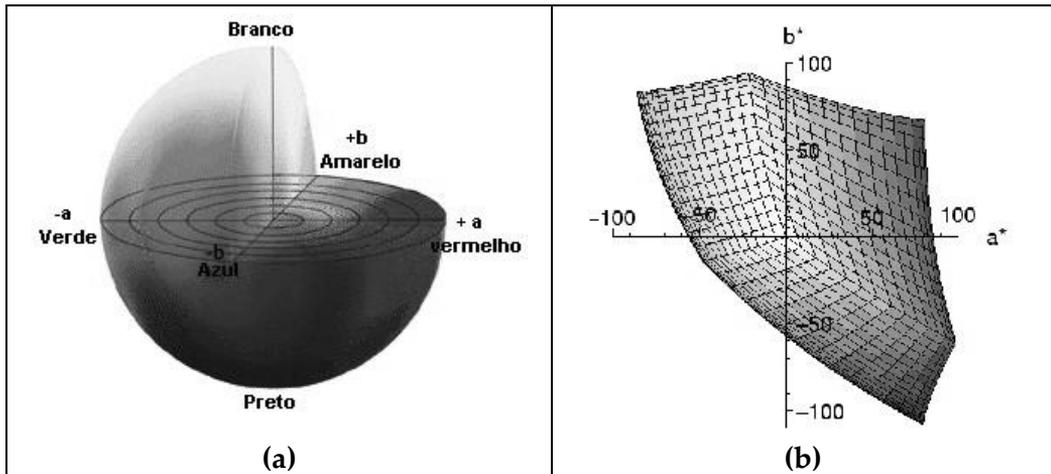


Figura 2 – Diagrama esquemáticos de sólido de cor do sistema L^* , a^* e b^* : (a) forma tridimensional e, em (b), bidimensional.

4. COLOR TOUCH 2 – MODELO ISO

Há, fundamentalmente, dois tipos de equipamentos disponíveis para se caracterizar a cor de um objeto: os colorímetros e os espectrofotômetros. Nos colorímetros, a radiação refletida pelo objeto é filtrada, separando-se as frações correspondentes aos comprimentos de onda do vermelho, verde e azul, com base na intensidade relativa de cada comprimento de onda e do modelo escolhido, os parâmetros L^* , a^* e b^* são calculados e utilizados para identificar a cor do objeto. Nos espectrofotômetros, a luz refletida é dividida em um grande número de intervalos de comprimentos de ondas e é feita a leitura da intensidade relativa correspondente a cada intervalo. Dessa forma, a caracterização da cor fornecida pelos espectrofotômetros é mais completa do que a dos colorímetros.

O equipamento *Color Touch 2 – Modelo ISO*, ilustrado na Figura 3, é um colorímetro utilizado para medir as propriedades ópticas de polpa e de papel. Fornece uma larga escala de medida, incluindo a medida de alvura, cor, diferença de cor, fluorescência e opacidade.

Os valores de alvura podem ser fornecidos de acordo com as normas ISO ou TAPPI. De acordo com a ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas), a alvura ISO é a medida do fator de refletância difusa no azul e a TAPPI é a medida do fator de refletância direcional no azul (Perdigão e Andrade, 2004).



Figura 3 – Colorímetro *Color Touch 2* – Modelo ISO utilizado no CETEM.

5. PROCEDIMENTOS UTILIZADOS PARA MEDIDA DE ALVURA

Calibração do Equipamento

- (i) Na tela principal selecione a tecla *MORE*.
- (ii) Selecione *CALIBRATE*.
- (iii) Selecione *AUTOMATIC DATA ENTRY* e aperte a tecla *OKAY*.
- (iv) Inserir o disquete de calibração.
- (v) Insira o *Black Cup* (kit B de calibração) no porta-amostra e pressionar a tecla *MEASURE*.
- (vi) Retire o *Black Cup* do porta-amostra.

- (vii) Insira o papel *Non-Fluorescent Standard 90* e pressione a tecla *MEASURE*.
- (viii) Insira o papel *Lod Fluorescent Standard* e pressione a tecla *MEASURE*.
- (ix) Insira novamente o *Black Cup* e pressione a tecla *MEASURE*.
- (x) Retire o *Black Cup* e repita o item (g).

Preparação da Amostra

Exemplo: Preparo da amostra de caulim para medidas com o uso do equipamento *Color Touch 2 – Modelo ISO* (Silva, 2007).

- (i) Pesa-se cerca de 5 g da amostra totalmente seca, previamente acondicionada em estufa.
- (ii) Desagrega-se a amostra no pulverizador *TEKMAR A-10*, durante 1 min.
- (iii) Dispondo-se de uma superfície lisa (vidro) sobre a balança, coloca-se no cilindro conformador de pastilha, uma quantidade de amostra tal, que preencha a metade da altura do mesmo (Figura 4a).
- (iv) Encaixa-se o pistão no cilindro e aplica-se uma pressão de, aproximadamente, 457 Pa (70 kg medidos na balança) conforme observado na Figura 4b. O material comprimido forma uma pastilha, conforme ilustrado na Figura 4c.
- (v) Fazer a leitura na superfície oposta.
- (vi) Fazer, no mínimo, duas medições de alvura.

Obs: Se a amostra não estiver completamente seca e pulverizada pode-se obter valores que não condizem com a alvura real da amostra.

Se a pastilha não tiver com uma superfície bem lisa, isto é, contendo rachaduras ou falhas têm-se diferentes valores para a medida de alvura.

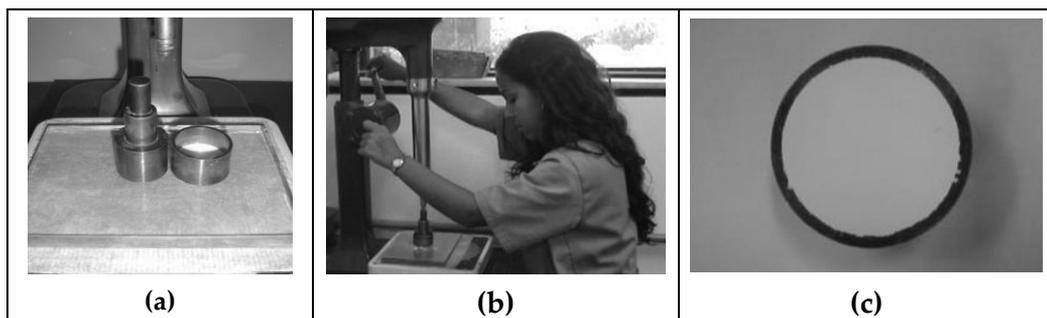


Figura 4 – Preparação das pastilhas de caulim, para medidas da alvura. Em (a), cilindro conformador de pastilha com amostra e pistão sobre uma superfície lisa; em (b), pressão aplicada sobre o cilindro e o pistão e, em (c), pastilha de caulim pronta para ser analisada (CETEM).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Dean, J. A.; Willard, H. H.; Merritt, L. L. *Instrumental Methods of Analysis*, cap. 1, 1950, p.1-7.
- Ouchi J. T.; Santos, J. F.; Quindici, M. L. Z. Colorimetria. In: Fazenda, J.M.R. e ABRAFATI (Associação Brasileira dos Fabricantes de Tinta). *Tintas e Vernizes*, cap 12, 2005, p.391-433.
- Perdigão, P. R.; Andrade, M. C. *Manual de Operação Color Touch II, Modelo ISO*, CETEM, Rio de Janeiro, 2004.
- Santos, S. F. *Síntese de Pigmentos Cerâmicos e Desenvolvimento de Cores em Porcelanas Feldspáticas*. Dissertação (Mestrado). Rio de Janeiro: COPPE/UFRJ, 2006.
- Silva, F.A.N.G. *Estudos de Caracterização Tecnológica e beneficiamento de Caulim da Região Borborema – Seridó*. Dissertação (Mestrado). Rio de Janeiro: COPPE/UFRJ, 2007.
- Varela, J. J.; Glise, R.; Petter, C. O.; Peixoto, C. A. *Controle de Qualidade no Processamento de Polpas de Caulim utilizando Propriedades Ópticas*, Escola de Minas, vol 58, nº 03, 2005.

CAPÍTULO 31 – ENSAIOS PARA MEDIDAS DE COR EM COLORÍMETROS LOVIBOND E ASTM

Silvia Cristina Alves França

Engenheira Química/UFS, Mestre e Doutora em
Engenharia Química/COPPE-UFRJ
Tecnologista III do CETEM/MCT

Shirleny Fontes Santos

Licenciada em Química/UFS, Mestre em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Doutoranda em Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-
UFRJ

Severino Ramos M. de Lima

Técnico Químico/AFE - Associação Fluminense de Educação
Técnico Químico do CETEM/MCT

1. INTRODUÇÃO

A cor não é uma característica absoluta de um objeto, mas sim uma percepção humana. Cada ser vivo, inclusive o ser humano, possui percepção de cor que depende de aspectos fisiológicos e psicológicos. Os estímulos da cor registrados pela retina são provocados pela distribuição de energia e pelas propriedades espectrais da luz visível que passa através de um objeto ou que é refletida pelo mesmo.

Como a cor de um determinado material é uma decorrência dos comprimentos de onda que ele é capaz de absorver e, conseqüentemente, de refletir as cores também podem ser caracterizadas por medidas de refletância na região do visível. A faixa de comprimento de onda na qual a substância reflete pode facilmente ser relacionada às cores do espectro da luz visível (400 a 700 nm), como ilustrado na Tabela 1 (Santos, 2006).

Tabela 1 – Cores do espectro da luz visível e seus respectivos comprimentos de onda.

Cor	Comp. Onda (nm)	Cor	Comp. Onda (nm)
Vermelho	700 a 620	Verde	578 a 500
Laranja	620 a 592	Azul	500 a 450
Amarelo	592 a 578	Violeta	450 a 400

Fonte: Santos, 2006.

Em geral, a cor pode ser definida como uma manifestação física da luz modificada, resultante da absorção/reflexão de parte da radiação visível que incide sobre um objeto. É, portanto, uma resposta dos seres humanos aos estímulos físico e psicológico provocado.

Sabe-se, atualmente, que são necessários três parâmetros para se caracterizar uma cor: tonalidade, luminosidade e saturação.

A tonalidade corresponde ao comprimento de onda predominante. O tom pode ser intensificado ou diluído, mas não pode ser mudado em outras cores, a menos que ele seja misturado com um outro tom.

A luminosidade descreve o quanto de uma partícula de luz é refletida ou absorvida por uma amostra ou objeto qualquer. Uma forma de entender melhor esta característica é pela relação de distância entre a amostra e a fonte de luz. Se a amostra estiver mais próxima da fonte de luz, ela aparecerá mais brilhante e, se ela estiver mais longe, aparecerá mais escura.

Finalmente, a saturação depende da espessura do material a ser analisado. Para substâncias transparentes ou translúcidas, tais como óleos minerais, vegetais ou esmaltes dentais e pós de porcelanas dentais, quanto mais espessa a substância, mais intensa é o efeito de cor.

Muitos elementos e compostos químicos podem ser determinados por meio das técnicas de colorimetria ou espectrofotometria, mesmo quando se encontram em valores baixos de concentração (ppm - partes por milhão ou ppb - partes por bilhão). Dessa forma, existem diversos equipamentos com a capacidade de determinar a cor de algumas substâncias, sejam líquidas, pastosas ou sólidas.

Neste Capítulo serão descritos os procedimentos básicos para a determinação de cores de amostras líquidas utilizando dois equipamentos: o colorímetro Lovibond, muito utilizado para a determinação de cor em óleos vegetais, e o colorímetro ASTM, para análise de óleos minerais, muito aplicado na indústria do petróleo.

2. DETERMINAÇÃO DE COR POR MEIO DO COLORÍMETRO LOVIBOND

O colorímetro ou tintômetro Lovibond foi uma invenção do inglês Joseph William Lovibond, por volta de 1890. A idéia surgiu da necessidade de utilizar um instrumento para medir e comparar a cor de bebidas, uma vez que, naquela época, existia apenas o espectroscópio. Assim, Lovibond desenvolveu e aperfeiçoou o colorímetro, bem como passou a utilizá-lo como um meio seguro de medida da qualidade da cerveja por ele produzida.

Por meio desta invenção, os valores de cor de uma ampla variedade de líquidos e sólidos podem ser determinados com exatidão. Esse método pode ser aplicado não apenas na indústria de bebidas, mas também em indústrias de tecidos, siderurgia, fabricação de azeites, moinhos de farinha, torradores de malte, além de ser aplicado na medicina para análise de amostras de sangue e água.

Lovibond propôs novas teorias sobre luz e cor que foram publicadas em forma de livros e estabelecem os padrões de trabalho do colorímetro, que se tornaram específicos para produtos em todo o mundo. Lovibond afirmou que a gama de cores primárias não era composta pelas sete cores do arco-íris, provenientes da decomposição da luz branca, mas sim por seis cores, compostas por três cores dominantes, vermelho, amarelo e azul, e outras três cores subordinadas, laranja, verde e violeta.

Esse instrumento analisa cores de amostras sólidas, líquidas ou pastosas por meio da luz transmitida ou refletida. As medidas são reportadas em termos da escala de cores primárias Lovibond, referente às cores vermelho, amarelo e azul e, por isso, não podem ser transpostas para coordenadas cromáticas dos sistemas C.I.E. (*Commission Internationale de L'Eclairage*).

A medida das cores é feita por meio de comparações entre a cor da amostra analisada e a escala de cores Lovibond, que contempla medidas de cor para vermelho, amarelo, azul e neutro, com valores que variam conforme ilustrado na Tabela 2.

Tabela 2 – Escala de cores do colorímetro Lovibond E AF 900.

Cores/escalas			
Vermelho	Amarelo	Azul	Neutro
0,1 – 0,9	0,1 – 0,9	0,1 – 0,9	0,1 – 0,9
1,0 – 9,0	1,0 – 9,0	1,0 – 9,0	1,0; 2,0; 3,0
10,0 – 70,0	10,0 – 70,0	10,0 – 40,0	-

As amostras usadas no colorímetro podem ser opacas ou transparentes e são testadas pelos métodos de transmitância ou reflexão da luz. As amostras opacas abrangem as superfícies coloridas, tintas, plásticos, pós, cristais, molhos, pastas, fios têxteis, pílulas dentre outras. Tais amostras são vistas por meio de luz refletida, quando posicionadas contra a luminosidade ou fonte de luz.

A medida da cor é determinada pela composição de valores lidos nas escalas de cada cor no equipamento, no ponto de melhor concordância entre a cor da amostra e a cor formada pelo ajuste dos filtros do colorímetro. Dessa forma, nota-se que uma determinada amostra poderá ter a sua cor expressa pelo seguinte resultado: vermelho = 43,2; amarelo = 38,0 e azul = 7,4.

Com o objetivo de facilitar a comparação universal dos resultados obtidos, muitos laboratórios reportam seus resultados em termos de três cores básicas, citando os valores instrumentais do vermelho, amarelo e azul, que cobrem uma faixa de possibilidades de cores requeridas.

Embora a unidade de medida de cor Lovibond seja arbitrária, é bastante utilizada, há muitos anos, com boa aceitação internacional. O sistema, por ser de fácil compreensão, tornou a sua aplicação satisfatória em muitos processos de determinação de cor. Além disso, a técnica de comparação de cores obtida utilizando as três cores subtrativas primárias é muito mais exata, em termos de “comparação de energia”, do que outros métodos de medidas. Assim, a cor produzida pela combinação das lentes do colorímetro Lovibond possui, aparentemente, as mesmas composições das várias partes constituintes de cada cor da amostra natural em análise.

Tintômetro Lovibond E AF 900

Nesta seção será descrita a operação do tintômetro Lovibond para análise de amostras líquidas.

O equipamento possui gabinete projetado em metal, com um painel frontal, no qual são posicionados os botões de acionamento do equipamento (liga/desliga). Na parte superior do equipamento, encontram-se as escalas dos filtros de cores e uma reentrância em que deve ser acoplado o tubo visor, com foco e altura ajustáveis. O tubo visor possui um sistema óptico simples, que visualiza as amostras perpendicularmente, dividindo o campo de visão em duas partes: uma na qual ficará posicionada a amostra e a outra onde aparecerá a cor produzida pelo operador, por meio do ajuste dos filtros de cores do equipamento. A Figura 1 ilustra as partes do tintômetro Lovibond E AF 900, sendo descritas as mais importantes.

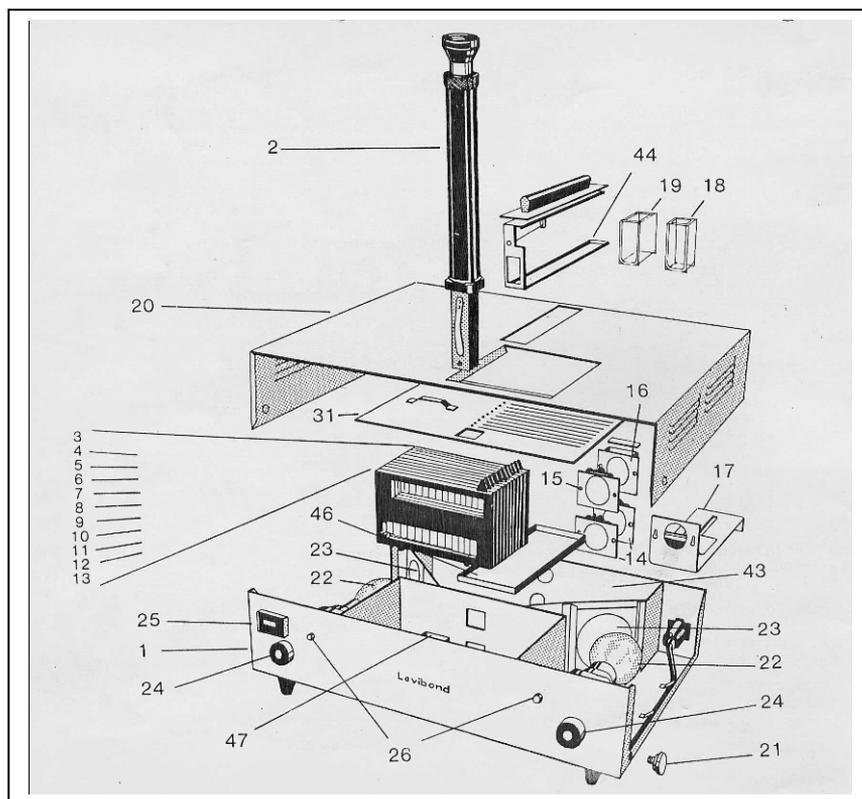


Figura 1 – Esquema ilustrativo com as partes componentes do tintometro Lovibond E AF 900.

Na Figura 1 tem-se a carcaça do equipamento (1), o tubo visor ajustável (2) e os filtros de cores vermelho (3, 4 e 5), amarelo (6, 7 e 8), azul (9, 10 e 11) e neutro (12 e 13), posicionados paralelamente. Dois blocos padronizados (14) sustentam os suportes para amostras: para pós e pequenas amostras (15); um suporte retangular para pastas (16) e um grampo para prender amostras sólidas (17). Para amostras líquidas, o equipamento dispõe de duas células de vidro óptico W600/OG/10mm (18) e W600/OG/1" (19), que deverão ser sustentadas no suporte de amostras líquidas (44).

A tampa do equipamento (20) é presa por meio de dois parafusos (21). Na parte interna traseira, há um bocal para acoplar a lâmpada de tungstênio com dois filamentos (22), que fica posicionada a 45° da amostra e do campo

com as cores de referência. A luz gerada passa através de dois vidros propagadores (23) que garantem condições de iluminação idênticas tanto para a amostra quanto para o campo com as cores de referência.

O botão liga/desliga do equipamento (24), localizado no painel frontal, também permite que seja feita a escolha da fonte de luz, enquanto permanecer pressionado ainda no painel frontal tem-se um indicador de tempo de uso das lâmpadas (25) e duas pequenas luzes de cor verde que indicam quando uma das lâmpadas está acionada (26). O sistema de deslizamento de filtros coloridos graduados é localizado na parte superior do equipamento (31) e também pode ser visualizado na Figura 2.

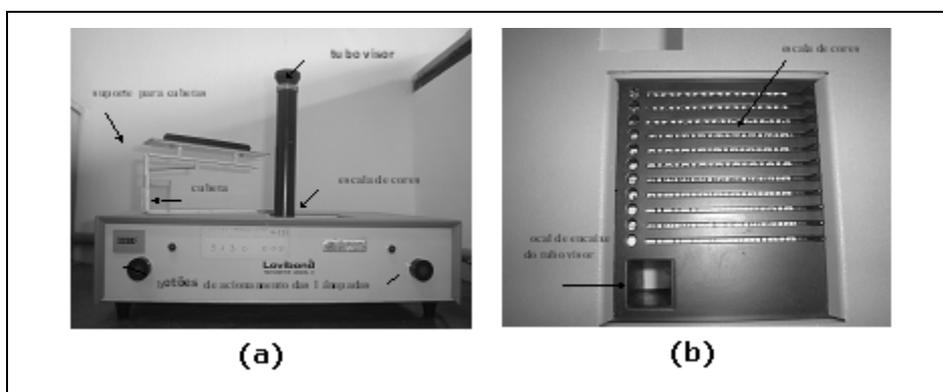


Figura 2 – Vistas frontal (a) e superior – escala de cores (b) do colorímetro Lovibond E AF 900.

Na Figura 2 (a) pode-se visualizar o colorímetro como um todo, com os botões de acionamento das lâmpadas, o tubo visor, a cubeta para amostras e o suporte de cubetas. Em (b) vê-se, em detalhe, a escala de cores (vermelho, amarelo, azul e neutro) situada na parte de cima do equipamento.

Preparação das Amostras

A padronização na preparação das amostras é importante para obtenção de resultados consistentes. As amostras analisadas no tintômetro Lovibond podem ser opacas, de cores irregulares ou transparentes, entretanto, neste Capítulo, será dada maior ênfase às últimas, uma vez que se destina à determinação de cor de amostras líquidas.

Amostras opacas – incluem as superfícies coloridas, tintas, plásticos, pós, cristais, molhos, pastas, tecidos, pílulas, etc. São visualizadas por meio da luz refletida, quando são posicionadas contra a abertura inferior.

Amostras de cores irregulares – são amostras como materiais granulares, frutas, amêndoas e fumo.

Amostras transparentes (líquidos) – a cubeta deverá ser escolhida, mediante a intensidade de cor da amostra; portanto, recomenda-se que a profundidade de cor nunca ultrapasse um valor de 20 unidades Lovibond. Isso se deve ao fato de diferenças sensíveis de cor serem mais facilmente percebidas em intensidades de cor de valores entre 3 e 10 unidades Lovibond da cor predominante. Já com intensidades de cor elevadas, a percepção dessas pequenas diferenças torna-se cada vez mais difícil. Tão importante quanto à resposta da cor analisada são as especificações da célula utilizada na análise.

Outra observação importante sobre as medidas de cor de líquidos é que jamais se deve medir a cor de um líquido em uma cubeta de determinada profundidade e correlacionar esta medida com a resultante de uma célula do dobro de tamanho, como sendo o dobro do valor da cor. O procedimento é completamente errôneo, pois não se pode considerar que um valor de cor divida-se igualmente quando a concentração da solução líquida é reduzida à metade, ou quando a camada de líquido tem a metade da altura.

É importante atentar para o fato de que as leis de Beer-Lambert referem-se a um dado comprimento de onda que provém de luz monocromática e não da luminosidade solar. Assim, os líquidos coloridos dicróicos (que possuem propriedade das substâncias anisotrópicas, que têm diferentes coeficientes de absorção para a luz polarizada em planos diversos) não obedecem a estas leis quando vistos sob luz branca. Por exemplo, um líquido pode apresentar a cor verde quando visto a uma profundidade de 2,5 cm e cor vermelha se visualizado a 15 cm de profundidade (Lovidond, 1983).

No Quadro 1 são citados alguns procedimentos necessários à boa execução dos ensaios de medida de cor, utilizando o colorímetro Lovibond.

Quadro 1 – Procedimentos, materiais e equipamentos utilizados em testes de determinação de cor de amostras líquidas utilizando colorímetro Lovibond.

ITEM	DISCRIMINAÇÃO
1	Proceder à limpeza de toda a área de trabalho, inclusive dos equipamentos a serem utilizados nos testes. Ao final de cada teste, deixá-los todos limpos e em perfeitas condições operacionais.
2	Conferir se o colorímetro Lovibond está com todos os acessórios necessários à medida de cor.
3	Verificar o volume disponível da amostra, para a correta escolha da cubeta.
4	Certificar-se de que a cubeta a ser utilizada esteja limpa, por dentro e por fora, para que partículas sólidas ou outro tipo de mancha, como marcas de digitais e gordura, não venham a interferir na medida.
5	Conferir se as lâmpadas de tungstênio que iluminam a amostra estão em perfeito funcionamento.
6	Limpar a lente superior do tubo visor, para evitar que partículas de poeira ou manchas interfiram na visualização das cores da amostra e da escala de cores.
7	Manter o equipamento ausente de vibração, poeira, etc, além de proporcionar conforto ao operador para efetuar as medidas.

A amostra a ser analisada deverá ser colocada em uma das cubetas de vidro, dependendo da quantidade disponível. Deve-se anotar qual cubeta foi utilizada na análise, para que a interpretação dos resultados seja feita de maneira correta, já que a profundidade da amostra influencia na medida final da cor. O suporte da cubeta fica localizado na parte superior do equipamento, como ilustrado na Figura 2.

Deve-se pressionar e segurar um dos botões no painel frontal, permitindo a iluminação da amostra que, então, poderá ser vista pela metade, no campo do visor. Com a outra mão, deve-se posicionar os filtros de cores Lovibond na outra metade do campo do visor, até que a correta seleção dos filtros produza uma cor idêntica à cor da amostra que está sendo analisada.

O posicionamento dos filtros de cores Lovibond é feito por meio do ajuste das escalas das cores vermelho, amarela e azul, já descritas na Tabela 2.

As unidades da escala Lovibond que correspondem à cor da amostra analisada devem ser registradas no formulário de análise.

3. COLORÍMETRO HELLIGE ASTM

A determinação de cor de produtos de petróleo é usada, principalmente, para controle de produção, sendo uma característica importante para a qualidade do produto, uma vez que é a cor observada pelo usuário. Em alguns casos, a cor pode servir como uma indicação do grau de refino do material.

Quando a faixa de cor de um produto particular é conhecida, uma variação fora da faixa estabelecida pode indicar possível contaminação com outro produto. Entretanto, a cor não deve ser usada indiscriminadamente em especificações de produtos, por ser um guia nem sempre confiável (ABNT, 2005).

O colorímetro Hellige ASTM é um dos equipamentos mais compactos para a determinação de cores de óleos minerais por métodos comparativos. Uma das vantagens deste equipamento é a câmara comparadora, que é especialmente modificada para permitir a avaliação qualitativa da turbidez de amostras oleosas, causada por umidade, lodo ou outros materiais indesejáveis em suspensão. Os testes comparativos permitem examinar amostras dentro e fora de laboratório (campo ou usina de beneficiamento), com rapidez e precisão.

Este equipamento atende às especificações D1524 e D1500 da *American Society for Testing Material* (ASTM), e o padrão permanente dos vidros coloridos para comparação garante a análise de cores de amostras de óleos, quando do uso da célula de visualização de 33 mm de profundidade, fornecida com o equipamento. Também é utilizado pela ABNT, NBR 14483 (2005), para a determinação de cor de produtos de petróleo.

O colorímetro e seus acessórios são mostrados na Figura 3. Ele é formado por um corpo plástico retangular, com dimensões 94 x 69 mm (largura *versus* comprimento). Na parte anterior (frente) dessa caixa há uma tampa, por trás da qual se posiciona um dos discos de cores padronizadas.

Ainda nessa tampa, têm-se dois pinos para o encaixe do visor ou de uma pequena lupa (Figura 3a).

As amostras são colocadas em duas cubetas de vidro, com dimensões de 76x37x17 mm (comprimento, largura e espessura, respectivamente), compondo um volume de 30 mL. A comparação de cores é feita por dois discos de cores padronizadas, com valores ASTM, cuja escala no primeiro disco vai de 0,5 – 5,0 e no segundo disco, de 5,0 a 8,0, com intervalos de 0,5 ponto nas escalas dos dois discos.

O disco de cores projeta-se à direita do corpo do colorímetro, permitindo a sua movimentação com a ponta dos dedos (Figura 3b). A comparação é feita por meio da movimentação giratória desse disco, que mostra, no campo de observação, uma seqüência de cores padronizadas. Quando uma das cores coincidir com a cor da amostra, a medida é então determinada pela leitura direta do valor da cor padronizada, que é facilmente visualizado através de uma abertura na face do comparador. Na Figura 3b tem-se a medida da cor para um óleo lubrificante, com indicação da cor padronizada 4,0 (valor ASTM).

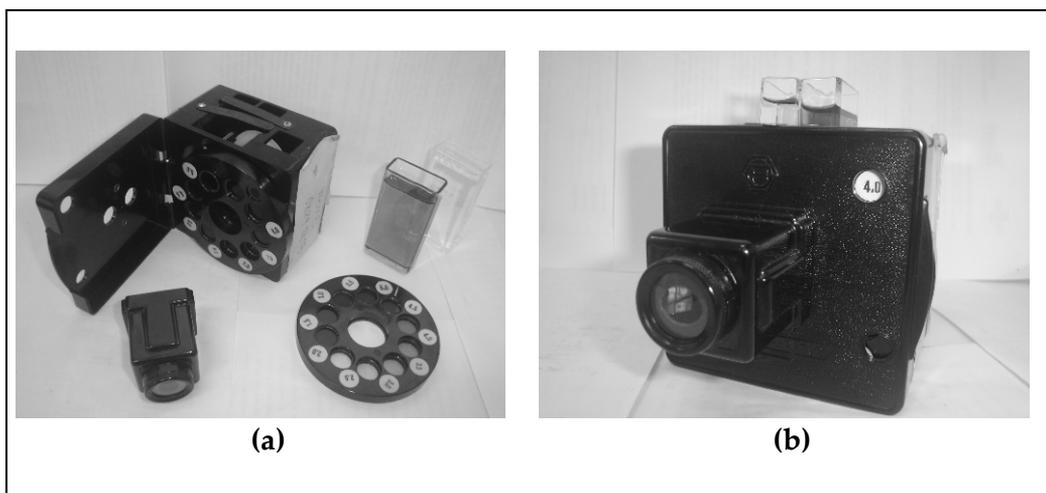


Figura 3 – Colorímetro ASTM. Em (a), seus acessórios e, em (b), colorímetro preparado para a medida de cor.

Operação do Colorímetro ASTM

Antes de iniciar a operação do equipamento, é importante que alguns procedimentos sejam seguidos para determinação de cor utilizando o colorímetro ASTM, como destacado no Quadro 2.

Quadro 2 – Procedimentos, materiais e equipamentos utilizados em testes de determinação de cor de amostras líquidas utilizando colorímetro ASTM.

ITEM	DISCRIMINAÇÃO
1	Proceder à limpeza de toda a área de trabalho, até dos equipamentos a serem utilizados nos testes. Ao final de cada teste, deixá-los todos limpos e em perfeitas condições operacionais.
2	Conferir se o colorímetro está com os acessórios necessários à análise de determinação de cor: discos de cores padronizadas, duas cubetas de vidro e a lente comparativa e se estes encontram-se em perfeitas condições operacionais.
3	Verificar o volume disponível da amostra, certificando-se de que terá volume suficiente (30 mL) para o preenchimento da cubeta.
4	Certificar-se de que as cubetas para água e amostra estejam limpas, por dentro e por fora, para que partículas sólidas ou outro tipo de mancha, como marcas de digitais e gordura, não venham a interferir na medida.
5	Verificar se há luminosidade suficiente para a realização do ensaio.
6	A posição satisfatória para posicionamento do colorímetro, no momento da leitura e determinação de cores, é tal que este receba iluminação natural de forma indireta. A iluminação direta é permitida apenas no início da manhã ou final da tarde, quando a luz solar já tem menor intensidade.

Inicialmente, deve-se colocar um dos discos comparadores na câmara de comparação. Para tal, deve-se abrir a tampa frontal da câmara e posicionar o centro do disco de cores no anel de encaixe, com os números das cores apontadas para a parte de fora da câmara (virados para o operador).

Com a tampa fechada, inicia-se a rotação do disco de cores. Os números referentes a cada cor padronizada podem ser lidos por meio de uma abertura superior, situada do lado direito da tampa frontal. O alinhamento do disco é tal que apenas uma cor pode ser completamente visualizada no campo de visão.

O campo de observação, em que ocorre a comparação propriamente dita entre as cores, é visualizado como um círculo, dividido ao meio por uma linha vertical, e pode ser visto através de duas aberturas centrais.

A visualização das duas cores (analisada e padrão) ao mesmo tempo é devida à conexão das cubetas com um prisma. A cor do lado direito é produzida pela amostra teste, que é adicionada em um tubo encaixado numa abertura situada do lado direito do equipamento, enquanto a cor do lado esquerdo é originária de uma das cores padrão do disco comparador.

A amostra teste deverá ser adicionada no tubo, até uma altura que permita a sua completa exposição no campo de observação. Em seguida, o tubo deverá ser posicionado na abertura do lado direito do equipamento. A comparação das cores é feita por meio da movimentação do disco de cores padronizadas.

Quando o ajuste de cores, entre a amostra teste e uma das cores padronizadas do disco, é obtido, pode-se ler o valor da cor diretamente por meio da abertura superior da tampa frontal (Figura 3b). Se a cor da solução teste tem valor intermediário entre duas cores padronizadas do disco, então o resultado final deverá ser expresso em termos de um valor interpolado entre os dois valores extremos obtidos.

Enquanto a leitura está sendo realizada, a placa de vidro opala situada na parte de trás do comparador deverá estar posicionada na direção da luz. Recomenda-se a atenção do operador para não permitir que sombreamentos causem iluminação desigual nos dois hemisférios do campo de observação do comparador.

Existem alguns fatores que podem prejudicar a precisão da medida, como a visualização de sombreamentos no círculo de visão, que pode ocorrer devido à má centralização do disco de cores no anel ou ao mau posicionamento do equipamento na face do operador. Para otimizar a visualização perfeita das cores, sugere-se uma distância de 20 cm entre o equipamento e o olho do observador (Figura 4). A observação das cores não deverá durar mais de 15 s. Esse intervalo de tempo proporciona o devido descanso à visão do operador e deve ser seguido pelo procedimento de olhar para superfícies de cor cinza ou verde.



Figura 4 – Posicionamento do colorímetro ASTM, existente no CETEM, para determinação de cor.

4. USO DA COLORIMETRIA NA INDÚSTRIA MINERAL

A interação entre argilas e substâncias orgânicas é bem conhecida da literatura, sendo provavelmente resultado de processos de adsorção. Alguns exemplos que evidenciam o processo são o descoramento de terra *fuler* e no complexo solo-húmus, no qual há adsorção de ácido húmico e proteínas por argilominerais, como também o descoramento de soluções orgânicas coloridas, como a adsorção de cátions coloridos do azul de metileno (Santos, 1975).

As argilas descorantes, também conhecidas como terras descorantes ou argilas clarificantes, têm grande utilização nas indústrias de óleos. Na sua forma natural ou após ativação, têm a propriedade de adsorver materiais corantes dissolvidos em óleos minerais, vegetais ou animais (Santos, 1975). Esses materiais atuam de formas distintas àquelas dos auxiliares de filtração, como diatomita e perlita, que, ao invés de adsorverem os corantes, apenas os retêm na sua estrutura microporosa.

As argilas mais utilizadas nesse tipo de ensaio são as bentonitas e atapulgitas (Luz *et al.*, 1988), e as medidas de cor, que exibem a eficiência de adsorção ou remoção de corantes por tais argilas, podem ser feitas por meio

da utilização dos colorímetros evidenciados neste capítulo: Lovibond e ASTM (*American Society for Testing and Materials*), para óleos vegetais e minerais, respectivamente.

Vários trabalhos já foram desenvolvidos no CETEM com grande aplicação dos colorímetros. Alguns resultados desses trabalhos estão ilustrados na Tabela 3.

Tabela 3 – Resultados de descoramento de óleos minerais – avaliação de cor feita por meio do colorímetro Helliege ASTM (Luz *et al.*, 1988) e descoramento de óleos de milho e soja – medido por colorímetro Lovibond (Almeida, 1994).

Descoramento de óleos minerais				
Tipo de Argila	Óleo Fluminoil		Óleo Usabrol	
	Cor ASTM		Cor ASTM	
Tonsil	2,7		3,5	
Taubaté	3,3		2,4	
Boa vista	5,0		3,2	
São Pedro	4,5		3,2	
Grotão do angico	3,3		2,4	
Terra branca	3,5		3,0	
Cor original	> 8,0		> 8,0	
Cor ASTM requerida	≤ 4,5		≤ 4,5	
Descoramento de óleos de milho de soja				
Tipo de Argila	Cor do óleo de milho		Cor do óleo de soja	
	vermelha	amarela	vermelha	Amarela
Tonsil	3,0	20	1	20
Taubaté	3,0	20	2	25
Boa vista	3,0	30	3	30
São Pedro	5,0	30	7	30
Grotão do angico	6,0	35	7	30
Terra branca	3,5	30	6	30
Cor original	10	40	7	30
Cor requerida	≤ 3,5	≤ 35	≤ 3,5	≤ 35

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABNT, Produtos de Petróleo – Determinação da cor – Método do colorímetro ASTM. NBR 14483, 2005.
- Almeida, S.L.M. Usos industriais da atapulgita de Guadalupe-PI. Dissertação (Mestrado). São Paulo: EPUSP, 1994, 64p.
- Lovibond. Model E Tintometer – Instruction manual, 1983.
- Lovibond. Colour Measurement Manual L270 E83, 1983.
- Luz, A.B.; Almeida, S.L.M. e Ramos, L.T.S. Estudos tecnológicos para o aproveitamento da atapulgita de Guadalupe-PI. (Série Tecnologia Mineral/DNPM) nº 42, v. 27, Rio de Janeiro, 1988, 43p.
- Santos, P. S. Tecnologia de argilas – aplicada às argilas brasileiras. São Paulo: Ed. Edgard Blucher Ltda., 1975, vol.2, 802p.
- Santos, S.F. Síntese de pigmentos cerâmicos e desenvolvimento de cores em porcelanas feldspáticas. Dissertação (Mestrado). PEMM/UFRJ, 2006, 71p.

GLOSSÁRIO

Amarelidez – do inglês *yellowness*, é definida como o índice de troca da cor de uma superfície de branco para amarelo.

Alvura - do inglês *brightness*, é a qualidade atribuída ao que é alvo, que tem elevada brancura, e pode ser determinada medindo-se a refletância difusa da luz de um determinado comprimento de onda, normalmente 457 nm, comparada à medida padrão de alvura 100%, usualmente o óxido de magnésio, usado para essa finalidade.

Amostra global – também chamada de primária, é a quantidade de material resultante da etapa de amostragem propriamente dita.

Amostragem – é a seqüência de estágios de preparação (britagem, moagem, secagem, homogeneização, transferência, etc.) e de amostragem propriamente dita (redução da massa de material), ambos suscetíveis à alteração do teor da característica de interesse e, portanto, à geração de erros de preparação e erros de amostragem (Goes *et al.*, 2004).

Brancura – do inglês *whiteness*, é a superfície refletora ideal que não absorve nem transmite luz, mas a reflete com intensidades iguais em todas as direções.

Cleaner – é o estágio da flotação que tem por objetivo aumentar o teor do concentrado. É comum a operação com múltiplos estágios *cleaners*, com a finalidade de rejeitar as impurezas ainda remanescentes no concentrado. Em outras palavras, é um estágio de purificação ou limpeza.

Complância em cisalhamento – propriedade reológica determinada durante um ensaio de fluência, definida pela função $J(t, \tau) = \gamma(t)/\tau$ (Bretas e D'Avila, 2000).

Flotação – é um processo físico-químico de superfície, usado na separação de minerais, que dá origem à formação de um agregado, partícula mineral e bolha de ar, que, em meio aquoso, flutua sob a forma de espuma.

Fluência – propriedade que um material apresenta quando submetido a uma tensão de cisalhamento constante, observada como um aumento da deformação com o tempo (Bretas e D’avila, 2000).

Reopexia – fenômeno que ocorre em materiais cuja viscosidade aumenta com o tempo, para uma dada taxa de cisalhamento (Bretas e D’avila, 2000).

Rougher – é o estágio inicial da concentração e tem a função de promover a primeira separação entre o mineral útil e os minerais de ganga.

Scavenger – no processo direto de flotação, esse estágio tem por função elevar o desempenho do processo, promovendo a recuperação do mineral não flotado no estágio *rougher*. Nesse caso, é comum retornar o concentrado *scavenger* à alimentação do estágio *rougher*.

Tixotropia – fenômeno que ocorre em materiais cuja viscosidade diminui com o tempo, para uma dada taxa de cisalhamento (Bretas e D’avila, 2000).

Viscoelasticidade linear – é o comportamento viscoelástico linear que ocorre quando a deformação e a taxa de deformação são infinitesimais, e as relações tensão-deformação, dependentes do tempo, podem ser descritas por equações diferenciais lineares com coeficientes constantes. Nesta condição, a relação entre tensão e deformação depende do tempo (ou da frequência), mas independe da magnitude da tensão (Ferry, 1980).

