FRANCISCO GREGIANIN TESTA

INFLUÊNCIA DA DISSIPAÇÃO DE ENERGIA NA CINÉTICA DA
FLOTAÇÃO ANIÔNICA DIRETA DE APATITA EM MEIO BÁSICO

São Paulo

2016

FRANCISCO GREGIANIN TESTA

INFLUÊNCIA DA DISSIPAÇÃO DE ENERGIA NA CINÉTICA DA
FLOTAÇÃO ANIÔNICA DIRETA DE APATITA EM MEIO BÁSICO

Tese apresentada à Escola Politécnica
da Universidade de São Paulo para
obtenção do título de Doutor em
Ciências

Área de concentração:
Engenharia Mineral

Orientador:
Prof. Dr. Laurindo de Salles Leal Filho

São Paulo
2016

Esse exemplar foi revisado e alterado em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor com a anuência de seu orientador.

São Paulo, 13 de outubro de 2016

Assinatura do autor

Assinatura do orientador

Catálogo-na-publicação

Testa, Francisco Gregianin
INFLUÊNCIA DA DISSIPAÇÃO DE ENERGIA NA CINÉTICA DA FLOTAÇÃO
ANIÔNICA DIRETA DE APATITA EM MEIO BÁSICO / F. G. Testa -- versão corr.
-- São Paulo, 2016.
113 p.

Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.
Departamento de Engenharia de Minas e Petróleo.

1.PROCESSAMENTO MINERAL 2.FLOTAÇÃO DE MINÉRIOS
I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de
Engenharia de Minas e Petróleo II.t.

TESTA, F.G. Influência da dissipação de energia na cinética da flotação aniônica direta de apatita em meio básico. Tese apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Engenharia

Banca Examinadora

Prof. Dr. _____ **Instituição** _____
Julgamento: _____ **Assinatura** _____

Dr. _____ **Instituição** _____
Julgamento: _____ **Assinatura** _____

Dr. _____ **Instituição** _____
Julgamento: _____ **Assinatura** _____

Dr. _____ **Instituição** _____
Julgamento: _____ **Assinatura** _____

Dr. _____ **Instituição** _____
Julgamento: _____ **Assinatura** _____

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Professor Dr. Laurindo de Salles Leal Filho pela orientação e confiança depositadas no desenvolvimento desse trabalho. Agradeço, também, pelos conselhos repassados e amizade que foi criada nesses anos.

À Universidade de São Paulo e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral da Escola Politécnica pela excelência em ensino e pesquisa, em especial aos professores que dedicam a vida para que a USP seja referência e orgulho dos brasileiros.

Ao Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo e o Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral da Escola Politécnica da USP pela oportunidade de realizar o doutorado.

Ao Professor Dr. David Deglon pela orientação, supervisão, apoio e conhecimentos repassados.

Ao colega e amigo Mehdi Safari pelo auxílio e dedicação que foram essenciais para realização dos testes de flotação.

Ao Centro para Pesquisa Mineral (*Center for Mineral Research*) da Universidade de Cape Town pela disponibilização da estrutura e apoio técnico para desenvolvimento dessa pesquisa. Aos pesquisadores Martin Harris, Belinda e Jenni pelo suporte técnico.

Aos colegas e amigos do LFQI-USP em especial a Ivani, André e Gabriela pela amizade e apoio na execução desse trabalho.

À Professora Patrícia Matai pelo apoio e supervisão nas atividades conduzidas no laboratório.

Aos servidores do Departamento de Engenharia Minas e de Petróleo, sempre prestativos.

Aos colegas e amigos que me ajudaram ao longo do doutorado, em especial Capponi, Rogério, Matiolo, Érico, Bárbara, Alan, Aline, Ruberlan, Felipe, Keila, Thiago e Josi.

Ao engenheiro Lauro Akira (em memória) pela amizade, ensinamentos repassados e incentivo para continuar estudando.

À minha esposa Roberta, pela companhia e ajuda na realização dessa tese.

À toda minha família, em especial meus pais Maria Oliva e Jacir e meus irmãos, Fernando, Maurício, Henrique, Lourenço e Guilherme.

Agradeço também a todos que de alguma forma contribuíram para que esse trabalho fosse realizado.

Muito obrigado!

RESUMO

Esta tese investiga o efeito de dissipação de energia (*energy input*) sobre a cinética de flotação de apatita em meio básico (pH 10,5) utilizando oleato de sódio (40 mg/L e 80 mg/L) como coletor. Uma célula de flotação com agitação promovida por grades oscilantes (OGC - *Oscilating Grid Flotation Cell*), desenvolvida especialmente para avaliação do efeito de energia dissipada na flotação, foi adotada para o estudo devido à célula apresentar uma turbulência praticamente isotrópica, enquanto que as células mecânicas convencionais de flotação geram regiões com diferentes níveis de turbulência, visto que, próximo ao rotor a turbulência é muito maior que nas regiões mais afastadas. A agitação gerada pelo impelidor interfere em todos os sub-processos da flotação: colisão entre bolhas e partículas, adesão e destacamento (*detachment*). A macroturbulência na célula de flotação suspende as partículas no interior da célula, enquanto a microturbulência dispersa as bolhas e promove as colisões entre as bolhas e as partículas. Todos estes fenômenos podem influenciar a cinética do processo. Além disso, pelo fato das partículas muito grossas (+150µm) e finas (-44µm) de apatita apresentarem recuperações mais baixas do que uma faixa de tamanho ótimo, é importante estudar a influência da dissipação de energia na cinética dessas partículas. Os resultados mostraram que a cinética de flotação de apatita é fortemente influenciada pela dissipação de energia, pelo tamanho das partículas e pela concentração de coletor (ângulo de contato). As partículas finas (-44µm) exigem um elevado nível de energia (2 kW·m⁻³), devido ao aumento das frequências de colisão entre bolhas e partículas, esse aumento de energia não destruiu o agregado bolha/partícula para fração fina. Por outro lado, a cinética de flotação de partículas grossas (+150µm) foi fortemente afetada pelo aumento da energia transferida, os maiores valores da constante cinética para os grossos foram obtidos com o menor nível de dissipação de energia testado (0,1 kW·m⁻³), qualquer aumento na turbulência apresentou uma redução na taxa de flotação de no mínimo 40%, devido à destruição do agregado de partículas/bolha. O efeito da hidrofobicidade da apatita foi avaliado através de testes de flotação com duas concentrações de coletor (40 e 80g/L). A alta

concentração de coletor (80g/L) apresentou resultados mais elevados de constante cinética para todos os níveis de dissipação de energia e para qualquer tamanho de partícula. Estes resultados evidenciam a influência da hidrofobicidade na adesão e na estabilidade do agregado partícula/bolha.

Palavras chave: Flotação, Apatita, Dissipação de energia, Cinética de flotação.

ABSTRACT

This thesis investigates the effect of energy dissipation (also called energy input) on the flotation kinetics of apatite in basic medium (pH10.5) with sodium oleate (40mg/L and 80mg/L) as collector. A special equipment called Oscillating Grid Flotation Cell (OGC) was adopted because the movement of the grids inside OGC creates a near isotropic turbulence, whereas the conventional mechanical flotation cells generate regions with different levels of turbulence: the intensity of turbulence is strongly higher close to the impeller and is very low far from it. The agitation created by the impeller influences all flotation sub process: particle/bubble collision, adhesion and detachment. Macroturbulence promotes the particle suspension inside the cell, whilst microturbulence disperses the bubbles and promotes collisions between bubbles and particles. All these phenomena influence the kinetics of the process. Moreover, because very coarse (+150 μm) and fine (-44 μm) particles of apatite show lower recovery than an optimum size range, it is important to study the influence of energy input on the kinetics of these sort of particles. The results showed that flotation kinetics of apatite is strongly influenced by the energy input, particle size and collector concentration (contact angle). Fine particles (-44 μm) require high energy input (2 $\text{kW}\cdot\text{m}^{-3}$) probably to promote collision and the increase of energy input did not destroy the bubble/particle aggregate. Conversely, the flotation kinetics of coarse particles (+150 μm) was strongly affected by energy input: 0,1 $\text{kW}\cdot\text{m}^{-3}$ promoted high flotation rate, but increasing the energy input to any higher level the flotation kinetics exhibits a clear decay, probably due to the destruction of the aggregate particle/bubble. The effect of hydrophobicity is evaluated testing two collector concentrations. With high collector concentration the flotation rate increased for all levels of energy input, these results evidenced the influence of hydrophobicity on the attachment and stability of the aggregate particle/bubble.

Keywords: Froth Flotation, Apatite, Energy Input, Flotation Rate.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Recuperação de apatita na flotação em função do tamanho de partícula (Leal Filho <i>et al.</i> 2006).....	16
Figura 2. Representação esquemática da (a) inércia, (b) gravidade, (c) interceptação (d) mecanismo de colisão Browniana (adaptado de Miettinen <i>et al.</i> , 2010)21	
Figura 3. Representação das regiões de interação entre bolha e partícula segundo Derjaguin e Dukhin (1960)	22
Figura 4. Fenômeno de captura bolha-partícula. (a) aproximação bolha-partícula; (b) colisão bolha-partícula; (c) indução – tempo de adelgaçamento do filme líquido; (d) ruptura do filme líquido e formação de um ângulo de contato (adaptado de Testa, 2008 e Tabosa, 2007)	23
Figura 5. Os três processos fundamentais durante a adesão de partículas nas bolhas segundo Schulze (1977)	23
Figura 6. Exemplos de formação de ângulos de contato em gotas depositadas em superfície sólida	24
Figura 7. Tensões superficiais causadas pelas forças desbalanceadas das moléculas do líquido na superfície (Yuan e Lee, 2013).....	25
Figura 8. Representação esquemática do equilíbrio no contato entre uma bolha de ar e um sólido imerso em um líquido (adaptado de Fuerstenau e Raghavan, 2007)	25
Figura 9. Cinética de Flotação (Chaves e Leal Filho, 2004).....	34
Figura 10. Valores das eficiências E_c , E_a e E_s e constante cinética (k) calculados para partículas de quartzo em função do tamanho de partícula e três níveis de energia transferida (a) 10, (b) 20 e (c) 38 m ³ s ⁻¹ (Pyke <i>et al.</i> 2003)	36
Figura 11. Célula Wemco® individualizada mostrando corte com detalhes construtivos (FLSmidth, 2016).....	38
Figura 12. Vista das células de flotação da unidade de beneficiamento de fosfato de Catalão-GO	39
Figura 13 Célula TankCell® de flotação individualizada com corte apresentando detalhes construtivos (Outotec, 2016)	40
Figura 14. Vista das células de flotação da unidade de concentração de cobre do Sossego-PA	40
Figura 15. Vista das colunas de flotação da unidade de fosfato de Araxá-MG	42
Figura 16. Diagrama de funcionamento de uma Célula Concorde (Jameson, 2010) 43	
Figura 17. Célula Hydrofloat (Eriez, 2016)	44
Figura 18. Regiões de uma célula de flotação	45

Figura 19. Padrão de fluxo de células com injeção de ar (a) e células com ar auto aspirado (b) (Yianatos, 2007)	45
Figura 20. Diagramas F de tempo de residência (a) fluxo pistão, (b) fluxo pistão com pouca mistura longitudinal, (c) regime de mistura perfeita e (d) presença de zona morta (Danckwerts, 1952).....	50
Figura 21. Equipamento APBS para medida de distribuição de tamanho de bolhas, com detalhe da realização de uma medida (JKTech, 2015).....	56
Figura 22. Perfil de dissipação de energia em uma célula de flotação.....	60
Figura 23. Célula de flotação com grade oscilatória desenvolvida por Massey (2011)	63
Figura 24. Distribuições granulométricas realizadas em conjuntos de peneiras das alimentações da flotação de Plantas de Beneficiamento de Fosfatos.	67
Figura 25. Ângulo de contato da apatita com diferentes níveis de adsorção de oleato de sódio.....	69
Figura 26. Fragmentos originais da amostra de Apatita de Ipirá	71
Figura 27. Aspecto visual das frações granulométricas obtidas após a britagem e moagem	72
Figura 28. Quarteador giratório utilizado para geração das alíquotas da amostra de apatita.....	73
Figura 29. Vista geral da célula de flotação com grade oscilatória.....	76
Figura 30. Representação esquemática do sistema montado para os testes de flotação na célula de grade oscilante	77
Figura 31. Detalhe da uma única grade oscilatória (adaptado de Massey, 2011).....	78
Figura 32. Vista dos borbulhadores dentro da célula de flotação e detalhe de um dos borbulhadores.....	79
Figura 33. Detalhe da apatita flotada na OGC	81
Figura 34. Vista do equipamento Malvern Mastersize 2000 (Malvern, 2016).....	82
Figura 35. Representação da difração de laser ocorrida durante a análise do tamanho de partículas (França e Couto, 2007)	83
Figura 36. Resultados do ângulo de contato de avanço da apatita de Ipirá em função da concentração de oleato de sódio (Martins, 2009).....	84
Figura 37. Distribuição granulométrica da amostra estudada	86
Figura 38. Resultado de recuperação em função do tempo para teste de flotação com baixa dosagem de reagentes e energia dissipada de 0,1 kW/m ³	89
Figura 39. Resultado de recuperação em função do tempo para teste de flotação com baixa dosagem de reagentes e energia dissipada de 0,5 kW/m ³	90
Figura 40. Resultado de recuperação em função do tempo para teste de flotação com baixa dosagem de reagentes e energia dissipada de 1 kW/m ³	91

Figura 41. Resultado de recuperação em função do tempo para teste de flotação com baixa dosagem de reagentes e energia dissipada de 2 kW/m ³	92
Figura 42. Efeito da energia transferida para polpa na constante cinética utilizando baixa dosagem de reagentes para três categorias de tamanho de partícula.....	93
Figura 43. Resultado de recuperação em função do tempo para teste de flotação com alta dosagem de coletor e energia dissipada de 0,1 kW/m ³	94
Figura 44. Resultado de recuperação em função do tempo para teste de flotação com alta dosagem de coletor e energia dissipada de 0,5 kW/m ³	95
Figura 45. Resultado de recuperação em função do tempo para teste de flotação com alta dosagem de coletor e energia dissipada de 1 kW/m ³	96
Figura 46. Resultado de recuperação em função do tempo para teste de flotação com alta dosagem de coletor e energia dissipada de 2 kW/m ³	96
Figura 47. Efeito da energia transferida para polpa na constante cinética utilizando alta dosagem de reagentes para três categorias de tamanho de partícula	97
Figura 48. Efeito da dosagem de reagente para diferentes dissipações de energia na flotação das partículas finas	98
Figura 49. Efeito da dosagem de reagente para diferentes dissipações de energia na flotação das partículas de tamanho intermediário	98
Figura 50. Efeito da dosagem de reagente para diferentes dissipações de energia na flotação das partículas grossas	99

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Parâmetros hidráulicos de desempenhos de máquinas de flotação (Nelson e Lelinski, 2000)	46
Tabela 2 - Parâmetros hidrodinâmicos adimensionais referentes aos sistemas de variáveis macro (equipamento) e micro (partícula e bolhas) adaptado de Leal Filho <i>et al.</i> 2002	48
Tabela 3 - Equipamentos existentes para medida de tamanho de bolhas	55
Tabela 4 - Parâmetros de dispersão de gás em função da rotação do impelidor em célula de flotação com 42,5 m ³ (Souza Pinto <i>et al.</i> , 2015)	56
Tabela 5 - Condições hidrodinâmicas da flotação onde foram obtidos os melhores resultados para partículas grossas (Rodrigues <i>et al.</i> , 2001)	59
Tabela 6 – Tamanho máximo das células Outotec ao longo dos anos, volume útil em m ³ (Outotec, 2016)	59
Tabela 7 - Parâmetros hidrodinâmicos de célula industrial de flotação (Souza Pinto <i>et al.</i> , 2015)	61
Tabela 8 - Valores típicos de requerimento de energia em células de flotação mecânicas de grandes dimensões da Outokumpu (Gorain <i>et al.</i> , 2007) ..	61
Tabela 9 - Trabalhos publicados que utilizaram sistema de agitação com grade oscilatória em célula de flotação.....	64
Tabela 10 - Característica da célula de flotação com grade oscilatória utilizada no estudo.....	76
Tabela 11 - Frações granulométricas utilizadas nas avaliações	83
Tabela 12 - Valores de referência de ângulo de contato para apatita de Ipirá	85
Tabela 13 - Resultado da análise química da amostra utilizada	87
Tabela 14 - Resultado das análises químicas das frações granulométricas utilizadas no estudo de flotação	88

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABP	Agregado Bolha/Partícula
AFM	Microscópio de força atômica
APBS	<i>Anglo Platinum Bubble Sizer</i> (Medidor de tamanho de bolhas)
BA	Bahia
CBC	Cia. Brasileira do Cobre
CCD	<i>charge-coupled device</i> (Dispositivo de carga acoplada)
DTR	Distribuição de Tempo de Residência
HUT	<i>Helsinki University of Technology</i>
MIBC	Metil Isobutil Carbinol
OGC	<i>Oscilating Grid Flotation Cell</i> (Célula de flotação com grade oscilante)
PF	Perda ao Fogo
UCT	<i>University of Cape Town</i>
USP	Universidade de São Paulo
XRF	Espectrometria de Fluorescência de Raios X

LISTA DE SÍMBOLOS

ε	energia dissipada
μm	micrometro
kW/m^3	quilo Watt por metro cúbico
γ_{SG}	tensão interfacial entre sólido e gás
γ_{SL}	tensão interfacial entre sólido e líquido
γ_{LG}	tensão interfacial entre líquido e gás
$\cos$	cosseno
θ	ângulo de contato
h	altura
t	tempo
r	raio
ΔP	diferença de pressão
η	viscosidade dinâmica
g	força da gravidade
Re	número de Reynolds
Fr	número de Froude
F_{ad}	força de adesão
F_{a}	forças de atração
F_{d}	forças de destacamento
ε_k	densidade energética de Kolmogorov
k	constante
N_i	velocidade de rotação do impelidor
R_{∞}	recuperação após tempo infinito
ρ	densidade
d_b	diâmetro de bolha
d_p	diâmetro de bolha
μ	viscosidade

v	velocidade
τ	tempo de residência nominal
J_g	velocidade superficial do gás
ε_g	<i>hold up</i> de gás
S_b	fluxo superficial de área de bolhas
d_{32}	diâmetro de Sauter

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	15
2	REVISÃO DA LITERATURA.....	18
2.1	Flotação no Tratamento de Minérios.....	18
2.2	Colisão entre bolha e partícula.....	19
2.3	Adesão entre bolha e partícula e formação do ângulo de contato	22
2.3.1	Ângulo de contato.....	24
2.4	Estabilidade do agregado bolha-partícula	28
2.5	Remoção do material flotado	31
2.6	Cinética de flotação.....	32
2.7	Equipamentos de flotação.....	36
2.7.1	Células mecanicamente agitadas com ar auto-aspirado	37
2.7.2	Células mecanicamente agitadas com injeção de ar.....	39
2.7.3	Colunas de flotação	41
2.7.4	Outros tipos de células	42
2.8	Hidrodinâmica na flotação.....	44
2.8.1	Suspensão de sólidos.....	49
2.8.2	Distribuição do tempo de residência (DTR)	49
2.8.3	Dispersão de gás.....	51
2.8.4	Hidrodinâmica na flotação de partículas finas	57
2.8.5	Hidrodinâmica na flotação de partículas grossas	57
2.9	Dissipação de energia na flotação	59
2.10	Utilização de célula de flotação com grade oscilatória.....	62
2.10.1	Energia média dissipada em agitação em célula de grade oscilante	65
2.11	Flotação de Fosfatos	66
2.11.1	Coletores para flotação de Apatita	67
3	Materiais e Métodos.....	71
3.1	Amostra.....	71
3.2	Flotação em célula de grade oscilatória.....	73
3.2.1	Reagentes	74
3.2.2	Célula de Flotação com grade oscilatória.....	75
3.2.3	Análise dos resultados dos testes de flotação.....	81
3.2.4	Ângulo de contato da apatita de Ipirá	84

4	Resultados.....	86
4.1	Caracterização da amostra	86
4.2	Flotação em célula de grade oscilatória.....	88
4.2.1	Flotação com baixa concentração de coletor (40mg/L)	89
4.2.2	Flotação com alta concentração de coletor (80mg/L)	93
5	Conclusões	100
6	Sugestões para Trabalhos Futuros.....	102
7	Referências Bibliográficas	103

1 INTRODUÇÃO

Em células mecânicas de flotação, a energia que é transmitida à polpa através da rotação do impelidor gera o fenômeno turbulência. A macro turbulência é utilizada para manter as partículas minerais em suspensão, enquanto que a micro turbulência dispersa as bolhas de ar ao longo do volume do tanque, promovendo a colisão entre partículas e bolhas (Schubert, 1999).

Após ocorrência de colisão entre uma partícula e uma bolha, a adesão de uma à outra vai ter sucesso se os tamanhos da partícula e bolha, além das condições físico-químicas do sistema (tensão superficial da solução e ângulo de contato) forem favoráveis. O produto da adesão é a formação de um Agregado Partícula/Bolha (APB) que, se resistir à turbulência do meio, flutuará, reportando-se à camada de espuma. Destes mecanismos se deduz que as mesmas forças que promovem a formação do APB são capazes de destruí-lo, caso ocorra excesso de turbulência no sistema.

A destruição do APB em decorrência do excesso de turbulência é mais pronunciada na flotação de partículas grossas, trazendo duas consequências práticas muito importantes:

- i. Atraso na cinética de flotação, visto que o APB será muitas vezes formado e destruído antes de finalmente conseguir chegar à camada de espuma e ser conduzido para fora do sistema por transbordo;
- ii. Perda de seletividade na separação mineral, caso as partículas aptas a flotar (hidrofóbicas) não disponham de tempo suficiente para colidir com as bolhas, formar o APB e serem transportadas até a camada de espuma.

O Grupo de Pesquisa de Tratamento de Minérios da Escola Politécnica da USP tem dado várias contribuições no sentido de determinar quais são as melhores condições hidrodinâmicas (Rodrigues e Leal Filho, 2010; Lima, 2009) e termodinâmicas (Martins, 2009) adequadas para se recuperar apatita grossa (diâmetro superior a 150 μm) através de flotação aniônica direta. Esta tese constitui uma continuidade desta linha de pesquisa.

RELEVÂNCIA E OBJETIVOS

A Figura 1 ilustra o desempenho da flotação de apatita versus tamanho das partículas, onde se verifica queda acentuada da recuperação de P_2O_5 nas frações grossas (+150 μm) e também nos finos (-25 μm), enquanto as frações intermediárias exibem recuperação acima de 90%. Uma vez que a flotação de fosfato é conduzida após descarte da fração ultrafina através de deslamagem, ressalta-se a necessidade de melhorar o desempenho da flotação de partículas grossas. De fato, estima-se que 200 mil toneladas de apatita grossa (diâmetro superior a 150 μm) sejam perdidas anualmente nas usinas de flotação de fosfato brasileiras (Leal Filho *et al.*, 2006), justificando a necessidade de se realizar investigações que contribuam para diminuir perdas de mineral de minério (apatita) e minimizar a quantidade de rejeito que é depositado no meio ambiente. Deste modo, esta tese foi desenvolvida com o objetivo geral de contribuir para um maior entendimento do comportamento das partículas de apatita durante sua flotação aniônica direta em meio básico, que é a prática dominante da concentração deste mineral no Brasil.

Figura 1 - Recuperação de apatita na flotação em função do tamanho de partícula (Leal Filho *et al.* 2006)

Para falar dos objetivos específicos desta tese, é necessário contextualizar a variável que causa a agitação dentro das células mecânicas: *input* de energia e também as condições experimentais que propiciam gerar resultados com a variável-resposta (constante cinética).

Para caracterizar o *input* de energia aplicado ao sistema de flotação, adotou-se a energia dissipada ε nos experimentos, que é a razão entre a potência aplicada e a massa de fluido submetida à agitação, conforme demonstrado na equação (Schubert, 1999):

$$\bar{\varepsilon} = \frac{P}{m} \quad (1)$$

Onde $\bar{\varepsilon}$ corresponde a energia média dissipada, P corresponde a potência aplicada e m é a massa do fluido.

A literatura corrente reporta muitas evidências experimentais sobre a forte influência exercida pelo input de energia (aplicado à polpa mineral) e a cinética do processo de flotação. Todavia, tais estudos foram realizados em células mecânicas convencionais, onde a turbulência é anisotrópica, isto é, altíssimos níveis de turbulência são encontrados em região próxima ao impelidor, enquanto que níveis muito mais baixos ocorrem em zonas mais distantes. Para superar tais limitações experimentais, esta tese utilizou um tipo especial de equipamento *Oscillating Grid Cell* (OGC), que foi desenvolvido na Universidade de Cape Town.

São objetivos específicos desta tese:

- i. Realizar ensaios de flotação aniônica direta de apatita em meio básico, variando-se o input de energia aplicado ao sistema, mas mantendo-se isotrópica a turbulência dentro da célula de flotação através do mecanismo OGC;
- ii. Correlacionar *input* de energia com o comportamento da cinética de flotação de partículas grossas e intermediárias de apatita.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Flotação no Tratamento de Minérios

A flotação é um método físico-químico de concentração de minérios amplamente utilizado na indústria mineral, teve seu início na Austrália entre os anos de 1900 e 1910 com objetivo de recuperar partículas minerais finas, que não eram recuperados por processos gravimétricos. Rapidamente a tecnologia se difundiu pelo mundo. A primeira produção industrial via flotação foi o concentrado de esfalerita na mina de Broken Hill na Austrália (Fuerstenau, 2007). Em 1942, foram instaladas as primeiras unidades industriais que utilizavam flotação no Brasil, nas Minas do Camaquã, pertencente à extinta Cia. Brasileira do Cobre (CBC), situada no município de Caçapava do Sul no Rio Grande do Sul (De Ferran, 2007).

Fuerstenau (2007) afirma que nenhum desenvolvimento de processos metalúrgicos desenvolvidos no século 20 foi tão importante quanto a flotação e seu efeito na indústria mineral. Wills e Napier-Munn (2006) também afirmam que a flotação pode ser considerada a técnica mais importante e versátil do Tratamento de Minérios.

No cenário mineral brasileiro atual, a flotação está presente no beneficiamento de minérios de ferro, fosfato, grafita, magnesita, talco, sulfetos de cobre, sulfetos de chumbo/zinco, óxidos de zinco, níquel, ouro, nióbio, fluorita, carvão, feldspato, silvita, calcário, quartzo e resíduos hidrometalúrgicos contendo prata. Praticamente todo minério de fosfato produzido no Brasil é concentrado via flotação.

Na flotação ocorre os minerais são separados seletivamente devido às suas características superficiais em um meio aquoso. Partículas hidrofóbicas são separadas de partículas hidrofílicas através do carregamento por bolhas de ar. Normalmente são utilizados reagentes químicos (coletores, depressores, ativadores) para que apenas o mineral de interesse esteja hidrofóbico, garantindo a seletividade do processo.

Bolhas de ar geradas pela célula de flotação ascendem carregando as partículas minerais hidrofóbicas até transbordarem em uma calha de coleta, separando das

partículas hidrofílicas que sedimentam dentro do reator até serem removidas por uma válvula ou bomba na base da célula.

Para que ocorra a flotação são necessárias condições adequadas em uma série de etapas, De Witt (1940) descreve que o processo de concentração de minerais por flotação envolve as seguintes etapas: cominuição do minério até o estágio onde o mineral minério possa ser substancialmente separado dos minerais de ganga; suspensão das partículas de minério em água com adição de reagentes químicos; injeção de bolhas de ar que aderem as partículas minerais; ascensão das bolhas aderidas às partículas até a superfície e a coleta do flotado no topo da célula de flotação.

Diversos autores descreveram os principais mecanismos da flotação (King, 1982; Ek, 1992; Collins e Jameson, 1976) onde determinaram os seguintes sub processos:

1. Colisão bolha/partícula;
2. Adesão;
3. Permanência;
4. Remoção.

A eficiência da flotação depende do desempenho desses quatro sub processos. Cada uma das etapas é influenciada por parâmetros diferentes, Chau (2009b) descreve, por exemplo, que o tamanho de partículas, dentro do intervalo normalmente utilizado (10-200 μ m), não apresenta interferência significativa no ângulo de contato, porém tem um forte efeito na cinética de flotação.

As etapas de colisão e adesão podem ser tratadas independentemente devido às forças superficiais serem relativamente pequenas, não tendo influência na etapa de colisão (Ralston *et al.*, 1999).

2.2 Colisão entre bolha e partícula

A primeira etapa necessária para flotação corresponde à colisão entre as bolhas e as partículas. Essa etapa é dependente da quantidade de bolhas, *hold up*, concentração de sólidos, hidrodinâmica do ambiente, tamanho de bolhas e tamanho de partículas.

O contato entre bolha e partícula é um dos fatores chaves que controla o processo de flotação (Fuerstenau e Raghavan, 2007).

A trajetória da partícula quando se aproxima da bolha sofre com as condições hidrodinâmicas provocada pelo movimento de ascensão da bolha, caso a partícula não tenha quantidade de movimento suficiente ela pode ser deslocada por essas linhas de fluxo e não colidir com a bolha. Existe então, para cada tamanho, forma e densidade de partícula um raio a partir do centro da bolha onde as partículas que têm sua trajetória dentro desse raio irão colidir com a bolha.

A ocorrência da colisão entre a bolha e a partícula será determinada pela avaliação das forças que podem desviar a trajetória da partícula das linhas de fluxo próximas à superfície da bolha (Miettinen *et al.*, 2010). Na Figura 2 são apresentados os mecanismos de colisão entre bolha e partícula listados por Miettinen *et al.*, (2010), quatro mecanismos são apresentados envolvendo inercial, gravidade, interceptação e difusão browniana. A colisão por inércia é mais ocorrente com partículas grossas e densas, que não tendem a se deslocarem com as linhas de fluxo. Se a densidade das partículas é maior do que a do fluido, as partículas têm uma certa velocidade de sedimentação e, portanto, sua trajetória desvia das linhas de fluxo. A colisão das partículas com as bolhas por interceptação é devido ao carregamento das partículas pelas linhas de fluxo, e a partícula entra em contato com a superfície da bolha devido seu tamanho finito. O contato via movimento browniano é significativo apenas para partículas submicométricas (Miettinen *et al.*, 2010).

Figura 2 - Representação esquemática da (a) inércia, (b) gravidade, (c) interceptação (d) mecanismo de colisão Browniana (adaptado de Miettinen *et al.*, 2010)

Derjaguin e Dukhin (1960) sugerem que existem três regiões ao redor da bolha onde há interação entre bolha e partícula. Essas regiões, representadas na Figura 3, não são completamente discretas, existindo um gradiente entre elas. Na Região 1, predominam as interações hidrodinâmicas. A Região 2, corresponde à zona intermediária onde efeitos de difusão são importantes, com um forte campo elétrico. Na Região 3, predominam as forças superficiais.

Figura 3 - Representação das regiões de interação entre bolha e partícula segundo Derjaguin e Dukhin (1960)

2.3 Adesão entre bolha e partícula e formação do ângulo de contato

Para que haja adesão entre a bolha e a partícula após a colisão, o resultado das forças de interações entre a bolha e a partícula deverá ser atrativo, isso significa que a partícula deve ter um caráter hidrofóbico. A adesão envolve a aproximação da partícula com a bolha provocando o afinamento até ruptura do filme de água entre a partícula e a bolha gerando uma interface ar-sólido (Ahmed e Jameson, 1989). Na adesão da partícula com a bolha, ocorre a formação de um ângulo de contato proporcional à hidrofobicidade da partícula.

Na Figura 4, é apresentada uma representação dos fenômenos de colisão e adesão que ocorrem entre uma bolha e uma partícula.

Figura 4 - Fenômeno de captura bolha-partícula. (a) aproximação bolha-partícula; (b) colisão bolha-partícula; (c) indução – tempo de adelgaçamento do filme líquido; (d) ruptura do filme líquido e formação de um ângulo de contato (adaptado de Testa, 2008 e Tabosa, 2007)

Schulze (1977) apresenta, através da Figura 5, as três etapas do fenômeno de adesão entre a partícula e a bolha em um meio aquoso. A primeira etapa é a entrada da partícula na interface entre gás e líquido formando um filme líquido que vai afinando entre a partícula e o gás. Na segunda etapa é onde ocorre a formação do contato entre as três fases. Por último ocorre a ruptura da interface do fluido. Nguyen *et al.* (1997) demonstra, com resultados teóricos e experimentais, que são necessárias as três etapas para que a adesão seja efetiva.

Entrada da partícula na interface do fluido com formação de um filme delgado

Formação do contato entre as três fases
(θ = ângulo de contato;
 H = força de adesão)

Ruptura da interface fluida
(T = força tangencial;
 N = força normal;
 h = profundidade de imersão)

Figura 5 - Os três processos fundamentais durante a adesão de partículas nas bolhas segundo Schulze (1977)

2.3.1 Ângulo de contato

O ângulo de contato é um importante parâmetro para a flotação de minérios, já que a hidrofobicidade das partículas pode ser quantificada através do ângulo de contato. Corresponde ao ângulo formado no contato entre as três fases, sólido, líquido e gás, sendo medida sempre na fase líquida, entre as fases sólida e gasosa. Quanto maior o ângulo de contato, maior é a hidrofobicidade da superfície do sólido. Na Figura 6 são apresentados exemplos de ângulos de contato formados após a deposição de uma gota em uma superfície sólida com diferentes ângulos de contato.

Figura 6 - Exemplos de formação de ângulos de contato em gotas depositadas em superfície sólida

Idealmente, a forma de uma gota de líquido é determinada pela tensão superficial do líquido. Em um líquido puro, cada molécula é empurrada igualmente em todas as direções por moléculas vizinhas, resultando numa força líquida igual a zero (Yuan e Lee, 2013). As moléculas expostas à superfície não possuem moléculas vizinhas em todas as direções para proporcionar uma força equilibrada no líquido. Sendo elas, então, puxadas para o interior, onde há moléculas vizinhas (Figura 7), criando assim uma pressão interna. Como resultado, o líquido contrai voluntariamente para a sua área de superfície livre de mais baixa energia (Yuan e Lee, 2013). Em contato com uma superfície as forças externas deformam a gota, especialmente a gravidade, não deixando a gota em formato esférico, consequentemente o ângulo de contato é determinado pela tensão superficial e forças externas (Yuan e Lee, 2013).

Figura 7 - Tensões superficiais causadas pelas forças desbalanceadas das moléculas do líquido na superfície (Yuan e Lee, 2013)

Fuerstenau e Raghavan (2007) apresentam na Figura 8 a formação do ângulo de contato entre as três fases e as tensões que ocorrem nas interfaces.

Figura 8 - Representação esquemática do equilíbrio no contato entre uma bolha de ar e um sólido imerso em um líquido (adaptado de Fuerstenau e Raghavan, 2007)

A condição termodinâmica geral para o contato entre as três fases é definida pela equação de Young,

$$\gamma_{SG} = \gamma_{SL} + \gamma_{LG} \cos\theta \quad (2)$$

Onde γ_{SG} , γ_{SL} e γ_{LG} são as tensões das interfaces entre sólido-gás, sólido-líquido e líquido-gás, e θ é o ângulo de contato.

A geometria da superfície (rugosidade da superfície) pode ser utilizada para ajustar o ângulo de contato, com o aumento da rugosidade o ângulo de contato aparente decresce para materiais hidrofílicos e aumenta para materiais hidrofóbicos (Chau, 2009a).

Chau (2009b) descreve que o tamanho de partículas não mostra efeito significativo no ângulo de contato, porém tem um forte efeito na constante cinética de flotação, considerando o intervalo de tamanhos de partículas normalmente utilizadas na flotação (10-200 μ m).

As principais técnicas de medidas de ângulo de contato podem ser separadas para dois tipos de materiais:

- Superfícies planas;
- Particulados.

As técnicas de medidas em superfícies planas medem o ângulo de contato diretamente, através de goniômetro ou por análise de imagem, medindo o ângulo na fase líquida. Esta medida pode ser feita de duas maneiras diferentes, a primeira forma corresponde a gota depositada (*sessile drop*), que consiste na deposição de uma gota do líquido em uma superfície sólida plana. A segunda maneira corresponde ao método da bolha cativa, onde a bolha é formada na superfície do sólido imerso no líquido (Yuan e Lee, 2013).

As medidas de ângulo de contato para materiais particulados são extremamente relevantes para aplicações em processamento mineral. As técnicas de medidas em superfícies planas não são competitivas com métodos de penetração capilar no contexto da flotação (Chau, 2009b), isso se dá ao fato da flotação ocorrer justamente em sistema particulado e os concentrados poderem ser medidos após a flotação.

Os métodos de medidas em superfície plana consistem basicamente na medida direta do ângulo de uma bolha que adere a uma superfície, ou então na medida de uma gota aderida à superfície do material.

Além dos métodos tradicionais da bolha aderida e da gota depositada, Chau (2009a) ainda cita os métodos ADSA-P, Wilhelmy, ascensão capilar em uma placa vertical e métodos microscópicos. Esses métodos são menos utilizados para indústria mineral devido à dificuldade de esculpir um mineral natural nas formas necessárias para os testes.

Para medida de ângulo de contato de materiais particulados é utilizado o método da penetração capilar em leito de partículas. Washburn (1921) desenvolveu uma abordagem para determinar o ângulo de contato através do método de ascensão

capilar através do movimento do menisco de um líquido com viscosidade, densidade e tensão superficial conhecidas.

Experimentalmente para essa técnica as partículas de minério devem estar secas e então são empacotadas dentro de um tubo de vidro fechado por um papel de filtro na parte inferior. Nesse empacotamento, os espaços vazios entre as partículas são tratados como um conjunto de capilares de raio r . Com o tubo colocado em contato com o líquido utilizando a haste de um tensiômetro o líquido passa a ascender pelos capilares. A razão de ascensão do líquido (dh/dt) é expressa pela lei de Poiseuille, descrita na equação (3), e os passos para dedução da equação de Washburn são descritos por Martins *et al.* (2009a) nas equações seguintes.

$$\frac{dh}{dt} = \frac{r^2 \Delta P}{8\eta h} \quad (3)$$

Onde h representa a altura de ascensão do menisco do líquido no capilar durante o tempo t , e ΔP é a diferença entre a pressão capilar e a pressão hidrostática. Essa diferença de pressão é representada pela equação (Siebold *et al.*, 2000):

$$\Delta P = \frac{2\gamma_{LG} \cos \theta}{r} - \rho g h \quad (4)$$

O ângulo de contato de avanço do líquido sobre o sólido através da fase gasosa é representado pelo θ .

Nos estágios iniciais onde pode ser assumido que a pressão hidrostática pode ser negligenciada (Siebold *et al.*, 2000) a equação (3) pode ser reescrita conforme a equação (5).

$$\frac{dh}{dt} = \frac{r\gamma_{LG} \cos \theta}{4\eta h} \quad (5)$$

E pela integração dessa equação é obtida a equação de Washburn:

$$\frac{h}{t} = \frac{r\gamma_{LG}\cos\theta}{2\eta} \quad (6)$$

A equação de Washburn permite a determinação do ângulo de contato θ , um parâmetro físico-químico, a partir da medida de parâmetros físicos como a distância percolada por um líquido (h) em função do tempo (t). Entretanto, tal equação somente é válida quando o comportamento do sistema é regido predominantemente pelas forças capilares (Martins *et al.* 2009b).

2.4 Estabilidade do agregado bolha-partícula

Para que a flotação seja eficiente após a colisão e adesão entre as bolhas e partículas, o agregado bolha-partícula necessita de uma força adesiva forte o suficiente para evitar a destruição desses agregados sob as condições dinâmicas existentes na flotação (Ralston *et al.*, 1999). Aspectos hidrodinâmicos como turbulência, fricção, velocidade de ascensão de bolhas e aceleração das unidades bolhas-partículas são fatores que influenciam a probabilidade de permanência (Tabosa, 2007). Quando as forças de adesão entre a bolha e a partícula não são suficientes para resistir as condições do ambiente ocorre o desprendimento da partícula, e esse fenômeno na flotação é chamado de destacamento.

Os mecanismos de destacamento na fase polpa diferem dos mecanismos na fase espuma, porém ambos contribuem para a eficiência da flotação. Na fase espuma, existem basicamente dois fenômenos de desprendimento de partículas já coletadas, o primeiro corresponde às partículas já coletadas serem deslocadas por outras partículas mais hidrofóbicas tomando seu lugar na superfície da bolha e por consequência serem drenadas na espuma. E também partículas fracamente hidrofóbicas que são “lavadas”, sendo removidas da superfície das bolhas devido às forças de cisalhamento impostas por outras bolhas (Ross, 1990). Devido ao objetivo deste trabalho foi dado enfoque maior para os fenômenos que ocorrem na fase polpa.

Para aumentar a eficiência da flotação é necessário então utilizar condições onde o destacamento é minimizado, para isso se busca utilizar o maior ângulo de contato possível e condições dinâmicas favoráveis controlados pela agitação do sistema,

tamanho de bolhas e desenho da célula. Conforme Schulze (1989) a frequência de ocorrências do destacamento depende do tamanho das partículas, hidrofobicidade das partículas (ângulo de contato) e dissipação da energia turbulenta.

As partículas grossas são mais suscetíveis ao destacamento do que partículas finas, para determinar qual seria o tamanho máximo de partícula é necessário verificar as forças envolvidas no momento da ruptura, sendo elas a força da gravidade, flutuabilidade, pressão hidrostática, pressão dentro da bolha, capilaridade e inércia (Nguyen *et.al.*, 2003 e Gontijo, 2009).

Para aumentar a recuperação nas frações grossas é preciso criar um ambiente hidrodinâmico que contribua para a permanência dos agregados bolhas-partículas durante sua ascensão. Em um ambiente muito turbulento as linhas de fluxo podem romper o agregado bolha-partícula. Esse efeito é especialmente importante no caso de partículas grossas ($>74\mu\text{m}$) e com baixa hidrofobicidade (Grano, 2006). Rodrigues *et al.* (2001) demonstram experimentalmente que em condições turbulentas, $Re > 8000$ e $Fr > 1,0$, a recuperação na flotação cai bruscamente.

Lima (2009), observou experimentalmente serem necessárias condições hidrodinâmicas diferentes para promover a suspensão de partículas com diferentes granulometrias em células de flotação. Grano (2006), em uma avaliação do efeito do tamanho das partículas na flotação de galena, sugere que partículas de diferentes faixas granulométricas sejam flotadas em diferentes ambientes hidrodinâmicos para se ter uma flotação eficiente.

O tamanho de bolhas que são geradas no sistema também tem influência na estabilidade, Deglon *et al.* (1999) demonstram empiricamente que a taxa de destacamento diminui para partículas com menor tamanho.

A estabilidade do agregado bolha-partícula é determinada pelo quão forte é a força adesiva entre a partícula e a bolha, devendo ser suficiente para prevenir a destruição do agregado nas condições dinâmicas que existem na flotação. Essa força adesiva (F_{ad}) é igual à soma das forças de atração (F_a) menos as forças de destacamento (F_d) conforme mostrado na Equação (7) (Ralston *et al.* 1999).

$$F_{ad} = F_a - F_d \quad (7)$$

Bloom e Heindel (2002) propõem uma equação, também utilizada por Koh e Schwarz (2006), para quantificar a frequência de destacamento bolha-partícula em uma célula de flotação mecânica, onde a frequência de destacamento (Z_2) é expressa pela seguinte equação:

$$Z_2 = \frac{\sqrt{C_1} \varepsilon_K^{1/3}}{(d_p + d_b)^{2/3}} \quad (8)$$

Onde C_1 é uma constante empírica, ε_K é a densidade energética de Kolmogorov, e d_p e d_b são, respectivamente, tamanho de partícula e de bolhas.

A densidade energética de Kolmogorov foi definida por Mika e Fuerstenau (1968) *appud* Bloom e Heindel (2002), considerando uma situação onde a turbulência é gerada por um impelidor em alta rotação, nesse caso a dissipação energética local é dada por:

$$\varepsilon = K_1 N_I^3 D_I^2 \quad (9)$$

Onde K_1 é uma constante empírica, N_I é a velocidade de rotação do impelidor e D_I é o diâmetro do impelidor.

Em uma célula mecânica de flotação, é gerado um fluxo turbulento através do rotor/estator com diferentes níveis de turbulência. Considerando a região próxima do rotor, as partículas serão afetadas por uma energia muito mais intensa. Para levantamento de parâmetros cinéticos em sistema turbulento Massey (2011) utiliza uma célula de flotação com grade oscilante para gerar a mesma energia que em uma célula agitada por rotor. A vantagem da célula com grade oscilante é a isotropia e homogeneidade da turbulência, evitando assim perdas por destacamento.

Com o desenvolvimento de técnicas para medidas de forças em nível atômico foi possível adaptar o microscópio de força atômica (AFM) e medir as forças de interação entre uma bolha e uma partícula. Diversos estudos têm sido desenvolvidos utilizando essa técnica (Englert, 2008; Englert *et al.*, 2009, Nguyen *et al.*, 2003), esses estudos avaliam o efeito da aproximação da partícula até uma bolha sem a influência das forças hidrodinâmicas existentes nas células de flotação.

2.5 Remoção do material flotado

O último aspecto é a remoção do concentrado da célula de flotação. O material flotado ascende na célula e é removido através do transbordo da espuma que é conduzido por calhas até a bomba de transferência.

O objetivo principal da camada de espuma é transportar todas as partículas de valor recebidas da interface polpa-espuma e transferi-las para concentrado com o mínimo de contaminação (Ata, 2012). A coalescência das bolhas, no topo da coluna de espuma, leva à ruptura do agregado bolha-partícula no ponto do contato entre as bolhas. Com isso, todas as partículas que estavam aderidas nessa bolha passam à fase líquida retida na espuma, podendo ser “flotadas” por arraste ou retornar à polpa (Baltar, 2008).

Em células mecânicas o transbordo da espuma mineralizada pode ser auxiliado por raspadores mecânicos. Também podem ser utilizadas calhas internas que reduzem a distância lateral que as partículas flotadas devem percorrer até chegarem à borda da célula, evitando o *drop back*, essas calhas são utilizadas principalmente em colunas de flotação.

Drop back corresponde ao fenômeno de perda da adesão das partículas já coletadas pelas bolhas na zona de espuma, retornando à fase polpa. Pode ocorrer em qualquer tipo de célula, possivelmente com uma incidência maior em colunas pois a água de lavagem pode contribuir para *drop back*.

Falutsu e Dobby (1989) desenvolveram uma coluna de flotação especial com três produtos para quantificar o *drop back*. Esta coluna possui um desvio suave acima da zona de coleta, permitindo que as bolhas carregadas continuem ascendo até a camada de espuma, porém, as partículas que são drenadas da espuma não retornam à zona de coleta pois há um dreno logo abaixo do desvio. Uma entrada de água ao final da zona de limpeza foi adicionada para compensar a vazão do produto drenado. Esse modelo de coluna foi utilizado por Rubio (1996) e Valderrama e Rubio (2008), os resultados mostraram que é possível produzir concentrados com teores maiores, já que as partículas que são drenadas pela espuma em colunas convencionais (retas) podem retornar novamente a camada de espuma.

Diversos estudos têm sido realizados para modelamento da camada de espuma na flotação, normalmente com objetivo de compreender os parâmetros que influenciam na espuma e aumentar a recuperação metalúrgica nessa fase (Contreras et al. 2013, Yianatos et al. 1998).

Reagentes espumantes são utilizados para criar estabilidade na espuma e fluidez, auxiliando na recuperação das partículas. A avaliação do tipo de espumante, interferência com outros reagentes e nível de dosagem são essenciais para que seja alcançado o melhor desempenho na flotação (McFadzean *et al.*, 2016, Melo e Laskowski, 2006, Ata, 2012).

2.6 Cinética de flotação

As velocidades com que as espécies minerais são removidas da célula seguem leis semelhantes às da cinética química (Chaves e Leal Filho, 2004), assim os modelos cinéticos consideram o processo de coleta na célula de flotação como uma reação entre bolhas em excesso e partículas (Vinnett *et al.*, 2015).

Ahmed e Jameson (1989) descrevem o procedimento para determinação da taxa de flotação utilizando a analogia da cinética química,

$$-\frac{dC_p}{dt} = k C_p^n C_b^m \quad (10)$$

Onde C_p e C_b são as concentrações de partículas e bolhas, t é o tempo de flotação, n e m são as respectivas ordens cinéticas e k é constante cinética. Com disponibilidade de ar constante e utilizando cinética de primeira ordem ($n=1$) a Equação (10) resulta na equação a seguir:

$$-\frac{dC_p}{dt} = k C_p \quad (11)$$

Com as condições de contorno $C=C_0$ para $t=0$ e $C=C_1$ para tempo t é obtida a Equação (12):

$$C_1 = C_0 \exp(-kt) \quad (12)$$

Em analogia para a flotação a Equação (13) pode ser escrita como função da recuperação.

$$R = 1 - [\exp(-kt)] \quad (13)$$

Dados empíricos são utilizados para determinar os valores dessa equação, calculando assim a constante cinética k .

A cinética normalmente é medida através de testes de flotação em batelada em células de laboratório, onde são coletados os flotados em períodos de tempo pré-estabelecidos até que não haja mais material sendo flotado. A constante cinética k pode então ser calculada através da Equação (14) que pode ser expressa na forma mais usual:

$$R(t) = R_{\infty} [1 - \exp(-kt)] \quad (14)$$

Na Figura 9, Chaves e Leal Filho (2004) apresentam um comparativo entre a cinética de dois minerais, A e B. O mineral A está flotando com uma cinética de primeira ordem e velocidade maior, enquanto que B flota com uma cinética de segunda ordem e velocidade menor. A massa removida de A cresce no início da flotação, diminuindo com o tempo, ao passo que a remoção de B é constante. Em consequência, aumentando-se o tempo de residência do minério na célula, de t_1 para t_2 , as massas m_A e m_B flotadas aumentam dos diferenciais dA e dB . Quando se passa de t_3 para t_4 , dA torna-se muito pequeno, enquanto que dB continua sendo significativo (Chaves e Leal Filho, 2004).

Figura 9 - Cinética de Flotação (Chaves e Leal Filho, 2004)

A cinética ou taxa de flotação é um dos parâmetros mais importantes para caracterização de um sistema de flotação de minérios. Circuitos de flotação, tamanho e tipo de células são dimensionados utilizando esse parâmetro, com isso é um parâmetro amplamente utilizado.

A cinética de flotação é influenciada por inúmeros fatores, sejam características do minério ou do ambiente. As características do minério envolvem hidrofobicidade, forma das partículas, liberação do minério, tamanho de partículas, teor. E as características do sistema envolvem, hidrodinâmica do equipamento, quantidade de bolhas, tamanho de bolhas e concentração de sólidos.

A hidrofobicidade interfere diretamente na cinética, quanto maior o ângulo de contato mais forte será a adesão entre as bolhas e as partículas, reduzindo a probabilidade de destacamento e por consequência a cinética será maior. Um raciocínio similar pode ser adotado quanto à liberação, quanto maior a superfície liberada de uma partícula, maior será a área de adsorção de coletores, por consequência maior será a hidrofobicidade dessa partícula.

O efeito do tamanho de partículas na cinética de flotação é mais complexo e dependente dos parâmetros do sistema. De modo geral partículas grossas e finas tem desempenhos inferiores (Rubio *et al.* 2003). Pease *et al.* (2006) descrevem que via de regra partículas finas têm cinética menor que partículas de tamanho intermediário.

Porém, há condições hidrodinâmicas dos equipamentos de flotação que favorecem algumas frações específicas. A agitação é um parâmetro que interfere diretamente na cinética, com isso recentemente têm sido conduzidos estudos para avaliação do efeito da energia transferida para a polpa na cinética de partículas com diferentes tamanhos.

A quantidade de bolhas tem influência direta na cinética de flotação (Deglon, 1998). São as bolhas que transportam o material a ser flotado até a camada de espuma, então quanto maior a quantidade de bolhas maior será a constante cinética de flotação. Deglon *et al.* (1999) propuseram um modelo para correlacionar o fluxo de área superficial de bolhas com cinética de flotação em uma célula mecânica, possibilitando comparar estudos com diferentes quantidades de bolhas.

Os tamanhos de bolha também influenciam a cinética, bolhas pequenas ascendem mais devagar, enquanto bolhas grandes são mais rápidas, porém esse parâmetro é fortemente dependente da distribuição do tamanho de partícula que está sendo flotado.

Pyke *et al.* (2003) desenvolveram equação para a constante cinética de flotação em ambiente turbulento, a equação contempla a influência dos fatores mecânicos e construtivos da célula, turbulência primária e sub-processos da flotação:

$$\frac{dN_p}{dt} = k = -2.39 \frac{G_{fr}}{d_b V_{cell}} \left[\frac{0.33 \varepsilon^{4/9} d_b^{7/9}}{\nu^{1/3}} \left(\frac{\Delta \rho_b}{\rho_{fl}} \right)^{2/3} \frac{1}{\nu_b} \right] E_c E_a E_s N_p \quad (15)$$

Fator mecânico Turbulência primária Sub-processos

Onde G_{fr} é fluxo de gás, d_b é o diâmetro de bolha, V_{cell} é o volume da célula, ε é a dissipação de energia, ν é a viscosidade cinemática, $\Delta \rho_b$ é a diferença de densidades entre bolha e fluído, ρ_{fl} é a densidade do fluído. E_c , E_a e E_s correspondem as eficiências de colisão, adesão e estabilidade, e N_p é o número de partículas por unidade de volume.

A Figura 10 mostra os resultados de cálculos de E_c , E_a e E_s em função do tamanho de partículas, e também é calculada a cinética através do modelo de Pyke *et al.* (2003) para três níveis de energia transferida.

Figura 10 - Valores das eficiências E_c , E_a e E_s e constante cinética (k) calculados para partículas de quartzo em função do tamanho de partícula e três níveis de energia transferida (a) 10, (b) 20 e (c) $38 \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ (Pyke *et al.* 2003)

Os resultados obtidos por Pyke *et al.* (2003) mostram que a constante cinética tem os valores mais elevados para tamanhos de partículas acima de $60 \mu\text{m}$. Níveis mais altos de dissipação de energia elevaram o valor da constante cinética, porém para partículas acima de $80 \mu\text{m}$ parece haver uma tendência de inversão, onde os elevados níveis de energia reduzem a cinética, influenciados principalmente pela eficiência de estabilidade, E_s .

2.7 Equipamentos de flotação

Os equipamentos de flotação são reatores onde ocorrem os processos para separação dos minerais. O tamanho desses equipamentos varia conforme a aplicação, algumas operações processam grandes volumes de material e necessitam de grandes células para obter o tempo de residência necessário. Além disso cada

sistema mineral possui constante cinética de flotação diferente (Ahmed e Jameson, 1989). Equipamentos de flotação com grande volume normalmente são economicamente mais atrativos que a utilização de várias células pequenas com mesmo volume. Os avanços no conhecimento do comportamento hidrodinâmico das células de flotação permitem construir células cada vez maiores.

Diversos equipamentos de flotação foram desenvolvidos com diferentes desenhos e características hidrodinâmicas, os mais utilizados podem ser divididos basicamente em três tipos (Nelson e Lelinski, 2000):

1. Células mecanicamente agitadas com ar auto aspirado e rotor próximo do topo do tanque.
2. Células mecanicamente agitadas com injeção de ar e rotor próximo da base do tanque.
3. Colunas de Flotação, não agitadas e aeradas externamente.

Ainda seria possível incluir as células pneumáticas de flotação como mais um tipo nessa lista.

2.7.1 Células mecanicamente agitadas com ar auto-aspirado

As células mecânicas convencionais consistem de uma célula de flotação com um sistema de impelidor com alta velocidade de rotação associado a um estator que cisalha o ar auto aspirado formando bolhas com diâmetro entre 400 e 2.000 μm (Rodrigues e Rubio, 2003). As principais características deste tipo de célula são o regime hidrodinâmico turbulento, a alta taxa de flotação (resultando no curto tempo de retenção) e a elevada razão gás/líquido.

As células com ar auto aspirado são fabricadas exclusivamente sob o nome de Wemco® (Nelson e Lelinski, 2000), modelo de célula muito utilizado no Brasil. Nas unidades de beneficiamento de fosfato, como nas minas de Tapira, Cajati e Catalão são utilizadas células Wemco® para a flotação de apatita nas etapas *rougher*, *scavenger* e colunas de flotação nas etapas *cleaner*. Nas minas de ferro do Quadrilátero Ferrífero onde há flotação também há uma predominância desse tipo de

células, com uma crescente instalação de células com injeção de ar, do tipo *tank cell* de fabricação da Outotec.

Na Figura 11 são apresentadas duas representações gráficas de células com ar auto aspirado.

Figura 11 - Célula Wemco® individualizada mostrando corte com detalhes construtivos (FLSmidth, 2016)

Chaves e Rodrigues (2013) descrevem as células de flotação como tanques projetados para receber continuamente a polpa a ser flotada, por uma de suas faces laterais; descarregar a espuma pela parte superior e o restante da polpa pela face oposta. Sendo regra utilizar conjuntos de células, também chamados de bancos.

Na Figura 12, é apresentada uma vista dos bancos de células auto aspiradas da usina de beneficiamento de fosfato de Catalão-GO.

Figura 12 - Vista das células de flotação da unidade de beneficiamento de fosfato de Catalão-GO

2.7.2 Células mecanicamente agitadas com injeção de ar

As células com injeção de ar não têm a necessidade de o rotor ficar tão próximo da superfície, com isso têm os rotores situados na base do tanque. Essas células podem ter grandes dimensões, as maiores células desse tipo podem alcançar volumes muito grandes, chegando a ter modelos de até 660m³ e 680m³ (Lelinsky, *et al.*, 2015 e Zhengchang *et al.* 2015).

Normalmente, as grandes células são feitas com seção redonda, o efeito indesejado de rotação da polpa, provocado pelo impelidor em células redondas é corrigido com a colocação de defletores (Chaves e Rodrigues, 2013).

O ar é injetado através de compressores pelo eixo do agitador da célula, o eixo possui um duto que direciona o ar até o rotor que cisalha o ar juntamente com o estator distribuindo as bolhas de ar. Uma vantagem desse tipo de célula é o maior controle da vazão de ar injetado.

Na Figura 13 é apresentada uma célula de ar injetado e os detalhes internos mostrando o sistema de agitação formado pelo rotor e estator.

Figura 13 - Célula TankCell® de flotação individualizada com corte apresentando detalhes construtivos (Outotec, 2016)

Da mesma forma que ocorre com as células auto aspiradas, as células com injeção de ar também são montadas em bancos, conforme apresentado nos bancos de flotação de cobre da unidade de Sossego no Pará, Figura 14.

Figura 14 - Vista das células de flotação da unidade de concentração de cobre do Sossego-PA

Existem diversos fabricantes de células de flotação de ar forçado. Cada fabricante possui um desenho diferente da célula e do sistema de agitação e geração de bolhas, buscando o melhor desempenho do equipamento. Os principais fabricantes desses tipos de célula são Outotec, FLSmidth e Metso.

2.7.3 Colunas de Flotação

Outro tipo de equipamento com aplicação bastante abrangente, principalmente em etapas de limpeza, são as colunas de flotação. A coluna de flotação foi patenteada pelos canadenses Remy Trembly e Pierre Boutin em 1961, tiveram a primeira aplicação industrial em 1981 (Takata e Valle, 2013), muito mais recentes que as células convencionais.

As maiores diferenças entre as células e as colunas é que as colunas de flotação possuem uma alta relação altura/diâmetro, não possuem peças móveis para manter a polpa em suspensão e a geração de bolhas é feito através de borbulhadores situados em sua base. Outra característica que fez com que as colunas se popularizassem como equipamento para flotação *cleaner* é por possuírem um regime hidrodinâmico pouco turbulento e são utilizadas principalmente para obter concentrados com altos teores (Takata e Valle, 2013).

As colunas industriais têm um diâmetro efetivo da seção transversal variando entre 0,3 a 4,5 metros, podendo ser adotadas seções retangulares ou circulares. E uma altura entre 10 e 15 metros que pode variar em função das características operacionais requeridas (Aquino *et al.*, 2004).

As bolhas nas colunas de flotação são geradas por aeradores que podem ser classificados entre internos e externos (Aquino *et al.*, 2004). *Spargers* são os aeradores internos, são tubos de aço, com diâmetro menores que 1 polegada, inseridas no interior da coluna, que possuem um ou mais orifícios. O ar comprimido ou uma mistura de ar e água injetados no *sparger* geram as bolhas quando despressurizados nos orifícios. Os aeradores externos são misturadores montados externamente à coluna onde é bombeado a própria polpa da base da coluna juntamente com a injeção de ar.

Na Figura 15, é mostrada uma vista das colunas de flotação de seção circular da usina de concentração de fosfato de Araxá (MG).

Figura 15 - Vista das colunas de flotação da unidade de fosfato de Araxá-MG

2.7.4 Outros tipos de células

Outros modelos de células de flotação existentes são utilizados em situações específicas. Novos desenhos e modelos de equipamentos têm surgido, assim como modificações dos equipamentos mais tradicionais.

Jameson (2010) fez um levantamento das novas tendências de desenhos de máquinas de flotação apresentando células específicas para partículas finas e outras para partículas grossas. Para flotação de partículas finas Jameson (2010) sugere células onde a aeração é gerada na alimentação da polpa na célula, essas células comumente são chamadas de células pneumáticas. Apesar das células pneumáticas não serem um conceito novo, recentemente houve maior disseminação dessa tecnologia devido a melhoria do equipamento, principalmente nos materiais utilizados, que suportam melhor a abrasão e apresentam menores desgastes. Diversas células

são construídas nesse conceito, tais como Concorde, células Jameson, Células Pneumafлот e Célula Stack cell. Na Figura 16 é apresentado um diagrama de funcionamento da Célula Concorde (Jameson, 2010).

Figura 16 - Diagrama de funcionamento de uma Célula Concorde (Jameson, 2010)

Jameson (2010) indica que para flotação de grossos as células devem apresentar baixa turbulência, com isso o mais indicado seriam células desenhada especialmente para grossos onde não há impelidor e o contato entre bolhas e partículas ocorrem em um sistema de leito fluidizado. No processo utilizado pela célula de flotação *hydrofloat* uma alimentação classificada é suspensa em um leito e o ar injetado por um sistema externo. Esse tipo de célula foi desenvolvido especialmente para aumentar o desempenho de areias fosfáticas que por serem muito grossas não tinham boa eficiência nos métodos de flotação existentes (Barbee, 2007). A Figura 17 apresenta o funcionamento de uma célula *hydrofloat*.

Figura 17 - Célula Hydrofloat (Eriez, 2016)

Além dos ganhos no aumento da recuperação a redução de custos de produção e a redução do uso de reagentes e da demanda de energia são outras vantagens da utilização do *hydrofloat* expostas por Kohmuench *et al.* (2010), também encontradas em testes realizados em escala piloto com apatita (Testa *et al.*, 2011). Atualmente já existem instalações industriais que utilizam o *hydrofloat* para recuperar partículas grossas. Na flotação de fosfato, Kohmuench *et al.* (2010) apresentam relatório da instalação em unidades industriais na Flórida, Estados Unido, com bons resultados na recuperação de partículas grossas.

2.8 Hidrodinâmica na flotação

Os fluxos hidrodinâmicos em uma célula de flotação são determinados principalmente pela geometria da célula e pelo sistema de agitação, assim cada modelo de célula possui um padrão. De modo geral pode-se dizer que as células mecânicas possuem três regiões: região turbulenta situada próximo ao rotor, região quiescente e camada de espuma (Gorain *et al.*, 2007), conforme apresentado na Figura 18.

Figura 18 - Regiões de uma célula de flotação

As células auto aspiradas e as células com ar injetado apresentam diferentes padrões hidrodinâmicos (Yianatos, 2007). Nas células mecânicas auto aspiradas o impelidor está posicionado na parte superior do tanque, essas células tendem a consumir mais energia para agitação. Já nas células com ar injetado como o sistema de rotor e estator está posicionado na base da célula, o padrão do fluxo da polpa tende a criar uma grande zona de coleta. Na Figura 19 são apresentadas representações dos fluxos onde é possível comparar os dois tipos de células.

(a) Célula com injeção de ar

(b) Célula com ar auto aspirado

Figura 19 - Padrão de fluxo de células com injeção de ar (a) e células com ar auto aspirado (b) (Yianatos, 2007)

O sistema de agitação promove uma turbulência necessária para promover a suspensão das partículas, dispersão do gás e colisão entre partículas e bolhas

(Schubert, 1999). Porém a turbulência também promove o destacamento das partículas das bolhas, sendo necessário encontrar condições onde as partículas estão suspensas e haja um mínimo de destacamento. Isso irá depender de fatores relacionados com a máquina (geometria, nível de agitação, tamanho de bolhas) e com o material que está sendo flotado (tamanho e distribuição de partículas, densidade e concentração de sólidos).

Resultados obtidos por Rodrigues e Leal Filho (2010) e Van der Westhuizen e Deglon (2007) encontraram velocidades apropriadas do impelidor onde produzem níveis de turbulência mínimos capazes de manter as partículas em completa suspensão. Essa velocidade parece apresentar maior eficiência de colisão entre partículas e bolhas, com menor prejuízo na estabilidade dos agregados.

Diversos parâmetros têm sido utilizados para caracterizar a hidrodinâmica das células de flotação, avaliação de eficiência e realizar escalonamento de equipamentos. Nelson e Lelinski (2000), citando Arbiter *et al.* (1969) e Arbiter e Harris (1978), identificaram sete parâmetros para caracterização hidráulica de células de flotação, mostrados na

Tabela 1.

Tabela 1 - Parâmetros hidráulicos de desempenhos de máquinas de flotação (Nelson e Lelinski, 2000)

Parâmetro	Definição
Fluxo específico de ar	Q_a / V_c (16)
Intensidade de circulação	Q_r / V_c (17)
Velocidade de ascensão do líquido	Q_r / A_{dt} (18)
Intensidade de energia	P / V_c (19)
Número de energia (Power Number), N_p	$Pg / \rho N^3 D^5$ (20)
Número de fluxo de ar, N_a	$Q_a / A_c V_t$ (21)
Número de capacidade de ar, C_a	$Q_a / N D^3$ (22)

Onde Q_a é a vazão de ar, V_c o volume da célula, Q_r é a vazão de recirculação do líquido, A_{dt} é o diâmetro do *draft tube*, P é o consumo de energia, g é a aceleração da gravidade, ρ é a massa específica da polpa, N é a rotação do impelidor, D corresponde

ao diâmetro do impelidor, A_c é área da seção da célula e V_t é a velocidade do rotor (Nelson e Lelinski, 2000).

Alguns autores apresentam outros parâmetros para caracterizar as condições hidrodinâmicas de uma célula de flotação, tais como a capacidade de bombeamento de rotores que pode ser expressa em função de sua vazão de bombeamento (Q_b) ou de seu número de bombeamento (N_Q), descritos como muito úteis na caracterização hidrodinâmica de células mecânicas de flotação por Lima *et al.* (2006).

Análises com grupos adimensionais são amplamente utilizados para caracterização de escoamentos por apresentarem uma melhor aproximação dos fenômenos quando utilizadas as próprias variáveis (massa, tempo, comprimento e temperatura) para comparação. Para células de flotação também são utilizados os coeficientes adimensionais, tais como número de Reynolds, número de Froude e número de Weber. As equações correspondentes a esses números adimensionais são apresentadas na Tabela 2.

A relação de forças inerciais e forças viscosas no escoamento de um fluido resulta no número de Reynolds. O mecanismo viscoso corresponde ao deslocamento através de linhas de fluxo paralelas, em escoamento laminar. Já a quantidade de movimento de natureza cinética (forças inerciais) ocorre quando as linhas de fluxo vão perdendo o paralelismo, criando redemoinhos. Assim a turbulência de um sistema pode ser caracterizada pelo número de Reynolds (Perry e Green, 1997; Leal Filho *et al.*, 2002 e Rodrigues e Leal Filho, 2010).

O número de Froude é dado pela razão entre forças inerciais e força gravitacional. Para sistemas onde a agitação é executada com a superfície da polpa livre no tanque, conseqüentemente o modelo de fluxo e a forma da superfície sofrem também interferência do campo gravitacional, sendo o vórtice um produto da ação desse campo. A forma desse vórtice representa o balanço entre as forças de inércia e de gravidade (Rodrigues, 2010; Perry e Green, 1997; Leal Filho *et al.*, 2002 e Rodrigues e Leal Filho, 2010).

O número de Weber corresponde na relação entre as forças inerciais e forças de tensão superficial. O número de Weber é especialmente importante para caracterização de células de flotação por se tratar de um sistema multifases, com a

geração de bolhas em um fluido (Rodrigues, 2010; Perry e Green, 1997; Leal Filho *et al.*, 2002 e Rodrigues e Leal Filho, 2010).

Rodrigues *et al.* (2001) apresentam a influência na recuperação da flotação do número de Reynolds (Re), número de Froude (Fr), número de Weber (We) e número de potência (Po). Leal Filho *et al.* (2002) fazem um resumo dos parâmetros adimensionais hidrodinâmicos referentes à sistemas de variáveis macro e micro, apresentados na Tabela 2.

O diâmetro do impelidor, a velocidade do impelidor e as propriedades físicas da polpa, são parâmetros que combinados resultam nos números adimensionais de Reynolds, Froude e Weber. Considerando uma aproximação para o microssistema, os diâmetros de partícula e de bolha, além das velocidades turbulentas das partículas e das bolhas quando combinadas com as propriedades físicas da polpa resultam nos números adimensionais: Re' e Fr' para partículas enquanto Re'' e Fr'' é utilizado para bolhas (Leal Filho *et al.*, 2002).

Tabela 2 - Parâmetros hidrodinâmicos adimensionais referentes aos sistemas de variáveis macro (equipamento) e micro (partícula e bolhas) adaptado de Leal Filho *et al.* 2002

Parâmetro	Equação	Legenda
Número de Reynolds, Re	$Re = (ND^2\rho) / \mu_p \quad (23)$ $Re' = (v_p d_p \rho) / \mu_p \quad (24)$ $Re'' = (v_b d_b \rho) / \mu_p \quad (25)$	ρ = densidade da polpa μ_p = viscosidade dinâmica da polpa g = aceleração da gravidade γ = tensão superficial da interface ar/solução N = Velocidade do impelidor D = diâmetro do impelidor v_b = velocidade turbulenta da bolha v_p = velocidade turbulenta da partícula d_b = diâmetro da bolha d_p = diâmetro da partícula
Número de Weber, We	$We'' = (\rho v_b^2 d_b) / \gamma \quad (26)$	
Número de Froude, Fr	$Fr = N^2 D / g \quad (27)$ $Fr' = v_p^2 / (g d_p) \quad (28)$	

Com as medidas dos parâmetros hidrodinâmicos das etapas de flotação, pode-se buscar um melhor desempenho das unidades industriais através da adequação das

variáveis de processo, tais como velocidade de rotação do impelidor na célula de flotação, controle da percentagem de sólidos, tempo de residência, distribuição granulométrica, controle de tensão superficial, entre outros.

2.8.1 Suspensão de sólidos

Em uma célula de flotação é necessário que haja a suspensão dos sólidos para que as bolhas de ar possam colidir com as partículas hidrofóbicas e formar os agregados que serão flotados. Em células mecânicas de flotação, a suspensão é promovida principalmente pela atuação do impelidor. Já em colunas de flotação as partículas são dispersadas pelos movimentos hidrodinâmicos provocados pelos fluxos de entrada e saídas da coluna, alimentação, concentrado e rejeito, e também pela injeção de ar.

A presença do ar nas células mecânicas pode diminuir a capacidade de bombeamento do impelidor. Em estudo feito por Lima *et al.* (2009) em célula Denver do tipo subaeradas, onde o ar é introduzido no sistema através de vácuo gerado pela rotação do rotor, a presença de ar apresentou uma perda de capacidade de bombeamento. Tal perda de capacidade é característica, não somente de células de flotação, mas, também, de outras turbomáquinas, como as bombas centrífugas.

Van der Westhuizen e Deglon (2007) propõem que a velocidade do impelidor em uma célula de flotação pode ser expressa em função da velocidade crítica para representar a suspensão de sólidos, em uma analogia similar às velocidades adotadas nos moinhos tubulares.

2.8.2 Distribuição do tempo de residência (DTR)

O tempo de flotação deve ser suficiente para obter a máxima recuperação sem prejudicar o teor do concentrado, para isso é necessário o conhecimento da cinética de flotação do mineral que será concentrado obtido em ensaios específicos e assim determinar o tempo de residência do circuito de flotação.

Em operações contínuas o tempo de residência nominal pode ser calculado com base na vazão e volume útil do equipamento. Para projetos, normalmente, é utilizado o tempo de residência nominal (Lima *et al.*, 2005), calculado através da equação:

$$\tau = \frac{V}{q_o} \quad (29)$$

Onde τ corresponde ao tempo de residência nominal, V é o volume do tanque e q_o , a vazão volumétrica da polpa que alimenta o tanque.

Para os equipamentos de flotação o tempo de residência nominal serve apenas como indicativo, a avaliação que melhor representa o comportamento de uma célula de flotação é a distribuição do tempo de residência (DTR). Com isso além do tempo de residência é possível identificar o comportamento do regime de mistura que ocorre no equipamento.

Danckwerts (1952) demonstra os tipos de mistura em diagramas F . Supondo que subitamente o fluido que alimenta um reator mude alguma propriedade de um valor para outro, como a cor, por exemplo, demorará um tempo θ para que essa propriedade apareça na descarga do reator. Na Figura 20 são apresentados alguns diagramas de regimes de mistura, onde F é a característica de mistura em função do tempo (θ), para um volume ocupado pelo fluido (V) e vazão (v) constantes. O regime de fluxo pistão é apresentado no diagrama (a) onde após um determinado tempo a propriedade é completamente alterada. O fluxo pistão perfeito nunca ocorre em fluidos newtonianos, sempre ocorre alguma mistura longitudinal, como apresentado no diagrama (b), isso devido aos efeitos da viscosidade e difusão molecular (Danckwerts, 1952). O diagrama (c) apresenta um regime de mistura perfeita e (d) presença de zona morta.

Figura 20 - Diagramas F de tempo de residência (a) fluxo pistão, (b) fluxo pistão com pouca mistura longitudinal, (c) regime de mistura perfeita e (d) presença de zona morta (Danckwerts, 1952)

A distribuição do tempo de residência de um sistema de flotação industrial pode ser medida através de traçadores injetados na alimentação. Lelinski *et al.* (2002) utilizou traçadores radioativos para medir a DTR de três tipos de células de flotação, Dorr-Oliver, Outokumpu e Wemco em uma flotação de cobre. Através da comparação dos resultados identificou-se uma zona morta de 45% na célula Outokumpu, 35% na Dorr-Oliver, e 7% na WEMCO.

Lima *et al.* (2005) identificaram através da técnica de medida de DTR quais células de flotação operavam em melhores ou piores condições de mistura no circuito de concentração de minério de ouro.

2.8.3 Dispersão de gás

O gás é essencial para formar as bolhas e assim promover a flotação. Na grande maioria das operações o ar é utilizado como gás da flotação, com raras exceções, principalmente em minerais sulfetados que utilizam nitrogênio para evitar a oxidação da superfície dos minerais. Diversos parâmetros podem ser medidos ou calculados para caracterizar a dispersão de gás em células, normalmente são considerados a vazão de gás, velocidade superficial de gás, tamanho de bolha, *hold up* (Yianatos *et al.*, 2001) e fluxo superficial de gás. Diversos autores publicaram trabalhos envolvendo essas medidas de dispersão de gás na flotação (Yianatos *et al.*, 2001; Grau e Heiskanen, 2003 e 2005; Matiolo *et al.*, 2011; Rodrigues e Rubio, 2003; Gomez e Finch, 2007).

As propriedades de dispersão de gás citadas por Finch *et al.* (2000) incluem tamanho de bolha (normalmente determinado através do diâmetro médio de Sauter, d_{32}), velocidade superficial de gás (J_g), *hold up* de gás (ϵ_g) e fluxo superficial de bolhas (S_b). Esses parâmetros são importantes para caracterizar a operação de um equipamento, realizar escalonamento e desenvolvimento de equipamentos mais eficientes.

As medidas das propriedades de dispersão de gás têm evoluído com o desenvolvimento tecnológico. Para medida do tamanho de bolhas, diversos estudos foram realizados utilizando equipamentos que amostram algumas bolhas da célula de

flotação e as conduzem até uma câmara onde são medidas ou registradas através de câmeras CCD (Chen *et al.*, 2001; Grau e Heiskanen, 2005).

Para determinar o tamanho de bolha normalmente é utilizado o diâmetro médio de Sauter, d_{32} . Shan *et al.* (1982) citado por Yianatos *et al.* (1988) selecionam o diâmetro de Sauter por ser considerado a representação do tamanho de bolha mais consistente. O d_{32} é calculado através da Equação (30):

$$d_{32} = \frac{\sum n_i d_{bi}^3}{\sum n_i d_{bi}^2} \quad (30)$$

Onde d_{bi} é o diâmetro da bolha e n_i é o número de bolhas.

Outro importante parâmetro, amplamente utilizado é a velocidade superficial do gás (J_g), que corresponde à vazão de gás por unidade de área da secção da célula (Gomes e Finch, 2007), com isso o J_g é calculado conforme Equação (31), essa relação padroniza a quantidade de ar para células com diferentes tamanhos de máquinas de flotação.

$$J_g = \frac{Q_g}{A_c} \quad (31)$$

Onde Q_g corresponde a vazão de gás e A_c a área da sessão da célula.

Os valores de J_g costumam ser representados com as unidades cm/s e os valores típicos em operações industriais estão entre 1 e 3 cm/s (Gorain *et al.*, 2007)

Para se ter valor de J_g em locais específicos da célula pode ser feita uma amostragem através de uma sonda graduada para amostragem, onde é possível ver a quantidade de ar coletada (Gorain *et al.*, 1995 e Deglon *et al.*, 2000). Outra técnica mais sofisticada utilizada para medida de J_g consiste na coleta do ar ascendente em uma sonda inserida dentro da célula, até a fase polpa. Essa sonda possui um sistema de fechamento no topo que quando acionada a pressão dentro da sonda aumenta, o ar acumulado na sonda pressiona a interface da espuma líquida para baixo e a velocidade superficial do gás é relacionada com a variação dessa pressão (Gomes e Finch, 2007 e Grau e Heiskanen, 2003).

O *hold up* de ar (ϵ_g) corresponde à razão do volume ocupado pelo ar na célula em relação à polpa. Esse valor pode ser medido através de dois manômetros instalados

em diferentes alturas da célula, onde a diferença de pressão entre os manômetros será proporcional à quantidade volumétrica de ar na região avaliada, utilizando a equação:

$$\varepsilon_g = \left(1 - \frac{\Delta P}{\rho_{sl}gL}\right) 100 \quad (32)$$

Onde ΔP corresponde a diferença de pressão entre os manômetros, ρ_{sl} é a densidade da polpa, g a força gravitacional e L a distância entre um manômetro e outro.

Esta técnica é aplicada principalmente em colunas onde o regime dentro da célula não é tão turbulento e assim não interfere tanto nas medidas dos manômetros. Em células mecânicas existem técnicas para medida de *hold up* que foram desenvolvidas e aplicadas com sucesso. Nasset *et al.* (2006) utilizaram um sensor (sensor desenvolvido pela Universidade McGill para gás *hold up*) baseado nas medidas de condutividade da polpa quando com presença das bolhas e com a polpa desaerada, o *hold up* é dado através da equação de Maxwell, relacionando os valores de condutividade. Outra técnica bastante aplicada é a amostragem direta da polpa utilizando amostradores, onde após a coleta é medido o volume ocupado pela polpa e pelo ar (Yianatos *et al.*, 2001).

Através das medidas de *hold up* e diâmetro de bolhas é possível calcular o fluxo superficial de área de bolhas, S_b , através da equação:

$$S_b = \frac{6J_g}{d_b} \quad (33)$$

O diâmetro de bolhas d_b normalmente é dado pelo diâmetro de Sauter (d_{32}).

Com a medida de S_b é possível correlacionar a cinética de diferentes células de flotação, Deglon *et al.* (1999) desenvolveram um modelo onde a cinética de flotação é correlacionada com S_b , podendo assim serem comparadas as taxas de flotação em diferentes escalas.

Diversos estudos utilizam instrumentos desenvolvidos especificamente para medidas de parâmetros de dispersão de gás e caracterização de diferentes sistemas (Yianatos

et al., 2001, Schwarz e Alexander 2006, Souza Pinto *et al.*, 2015). Normalmente são medidas as vazões de ar, o tamanho da célula, o *hold up* e tamanho de bolhas.

O tamanho de bolhas é um dos parâmetros mais importantes relacionados com dispersão de gás na flotação. É possível estimar o tamanho de bolhas através do cálculo de *drift flux* utilizando os valores de viscosidade da polpa, *hold up*, velocidade superficial do gás, densidade do gás e da bolha e a faixa de turbulência (determinado pelo número de Reynolds) (Yianatos *et al.*, 1988; Dobby *et al.*, 1988; Zhou e Egiebor, 1993; Banisi e Finch, 1994).

A técnica de *drift flux* é normalmente empregada para flotação em colunas com uma boa correlação com medidas diretas de tamanho de bolha (Matiolo, *et al.*, 2011). Para medidas em células mecânicas, diversos instrumentos foram desenvolvidos.

O desenvolvimento de equipamento para medida de tamanho de bolhas é bastante complexo por se tratar de um sistema turbulento e com três fases. Na Tabela 3 são citados alguns exemplos de equipamentos para medidas de tamanho de bolhas. A Universidade de Cape Town desenvolveu um método onde as bolhas são coletadas através de um tubo capilar e as medidas são feitas com base no volume ocupado nesse capilar (Randall *et al.*, 1989; Tucker *et al.*, 1994; Gorain *et al.*, 1995). Todos os demais equipamentos possuem um sistema amostrador que é inserido na região de polpa da célula para capturar as bolhas que ascendem. Essas bolhas são conduzidas até uma câmara onde as bolhas podem ser dispersadas e são registradas as imagens com uma câmera CCD. O processamento dessas imagens é feito para determinar a distribuição do tamanho de bolhas.

Oliveira *et al.* (2015) cita que dentre as técnicas propostas, os métodos que utilizam o conceito da visualização de bolhas em uma câmara externa, combinando técnicas de captura, processamento e análise de imagens digitais aparecem como soluções promissoras para medições online de tamanho de bolhas em células de flotação industriais.

Dos equipamentos apresentados os que tem a utilização mais difundida são o McGill *bubble size analyzer* e o APBS, isso devido a própria existência de distribuição comercial que existe para esses equipamentos.

O APBS (*Anglo Platinum Bubble Sizer*) é um dispositivo portátil, desenvolvido pela Universidade da Cidade do Cabo, para medir as distribuições de tamanho de bolhas e a velocidade superficial gás diretamente dentro de uma célula de flotação.

Tabela 3 - Equipamentos existentes para medida de tamanho de bolhas

Equipamento	Técnica utilizada	Referência
UCT (University of Cape Town) Bubble Sizer	Método óptico que analisa bolhas succionadas por um tubo capilar inserido na célula	Randall <i>et al.</i> , 1989; Tucker <i>et al.</i> , 1994; Gorain <i>et al.</i> , 1995
HUT (Helsinki University of Technology) bubble size analyzer	Amostrador inserido na região de polpa da célula captura as bolhas que ascendem até uma câmara CCD registrando imagens que serão processadas para análise da distribuição do tamanho de bolhas	Grau e Heiskanen, 2002
McGill bubble size analyzer		Hernandez-Aguilar <i>et al.</i> , 2004
APBS (Anglo Platinum Bubble Sizer)		JKTech, 2015
LTM Bubble Sizer		Rodrigues e Rubio, 2003, Rodrigues, 2004

O equipamento, apresentado na Figura 21, consiste em um tubo de amostragem conectado ao fundo de uma câmara selada para visualização que é inserido na célula de flotação. Bolhas na fase polpa dentro da célula de flotação são coletadas pelo tubo de amostragem em condições não iso-cinéticas. A amostra de bolhas é fotografada com uma câmara fotográfica digital e as análises de imagem são feitas por um software que processa as imagens determinando a distribuição do tamanho de bolhas. A velocidade superficial do gás é medida pelo deslocamento de água por gás durante um período de tempo conhecido, usando um cilindro calibrado na parte superior da câmara de visualização (JKTech, 2015).

Figura 21 - Equipamento APBS para medida de distribuição de tamanho de bolhas, com detalhe da realização de uma medida (JKTech, 2015)

Diversos trabalhos foram publicados com medidas de dispersão de gás buscando entender a influência desses parâmetros na flotação. De modo geral, quanto menor o tamanho de bolhas, melhor é o desempenho na flotação (Yianatos *et al.*, 2001; Mاتيolo *et al.*, 2011; Rodrigues e Rubio, 2003; Gomez e Finch, 2007).

Em células mecânicas, a velocidade do rotor pode interferir muito nos parâmetros de gás, principalmente em células auto aspiradas. Souza Pinto *et al.* (2015) apresentaram os resultados de medidas de parâmetros de gás obtidos em uma célula WEMCO de 42,5 m³ em diferentes níveis de agitação (Tabela 4), mostrando a grande influência que o nível de agitação tem na dispersão de gás.

Tabela 4 - Parâmetros de dispersão de gás em função da rotação do impelidor em célula de flotação com 42,5 m³ (Souza Pinto *et al.*, 2015)

Parâmetro	Rotação do impelidor na célula (rpm)				
	190	160	130	120	110
Db_{32} (mm)	2,3	2,3	2,2	1,9	1,7
S_b (1/s)	93	102	112	136	160
J_g (cm/s)	4,5	4,2	4,0	3,8	3,6
Hold up (%)	15,0	13,0	8,0	8,0	7,5

2.8.4 Hidrodinâmica na flotação de partículas finas

As partículas finas sempre apresentaram dificuldades na flotação de minérios. Em muitos casos se opta por uma etapa de deslamagem prévia à flotação, onde as partículas abaixo de 10 μm são descartadas sem alimentar flotação.

As características hidrodinâmicas não favorecem a flotação das partículas finas, Pease *et al.* (2005) destacam a baixa quantidade de movimento de partículas finas que facilita o arraste hidrodinâmico pelas linhas de fluxo, gerando uma menor energia de colisão com as bolhas de ar.

Para a suspensão das partículas finas é necessária uma energia menor que em partículas grossas, porém a energia transmitida pelo impelidor é necessária para promover o contato com as bolhas e como os finos apresentam menor quantidade de movimento também requerem uma maior energia.

Em estudos com galena, Grano (2006) identificou na fração fina (-9 μm) que o aumento da cinética de flotação dessa fração é provocado pelo aumento das frequências de colisão entre bolhas e partículas através do aumento da dissipação de energia. Sendo assim necessário utilizar os valores mais elevados de velocidades de rotação no rotor da célula para a flotação dessa fração.

2.8.5 Hidrodinâmica na flotação de partículas grossas

As partículas grossas apresentam uma baixa recuperação na flotação devido principalmente ao destacamento da partícula da bolha, as partículas são desprendidas das superfícies das bolhas nas zonas de alta turbulência nas células de flotação (Gontijo, 2009). É necessário utilizar condições hidrodinâmicas que favoreçam a recuperação dessas partículas.

A turbulência é necessária na flotação para suspender as partículas e dispersar as bolhas, promovendo assim a colisão entre bolhas e partículas. As partículas grossas, devido a maior massa, requerem mais energia para entrar em suspensão em comparação com as finas (Lima *et al.*, 2009). Ao mesmo tempo que as partículas grossas requerem uma energia maior para entrar em suspensão e assim ocorrer o

contato entre bolhas e partículas, os grossos também são mais suscetíveis ao destacamento, prejudicando a recuperação. Devido a isso a turbulência precisa ser a minimizada para menor nível onde as partículas permaneçam em suspensão, evitando turbulência exagerada, buscando assim prevenir o destacamento (Lima *et al.*, 2009).

Como alternativa em uma planta podem ser utilizadas células de flotação para grossos, separadas do restante do circuito, com condições hidrodinâmicas favoráveis para essas partículas. Emer e Jameson (2015) propõem que as partículas grossas sejam flotadas em equipamentos sem impelidores onde a colisão das bolhas com as partículas ocorre por meio de um leito fluidizado gerado pelo fluxo ascendente de água e bolhas injetados na base da célula. Esse sistema tem sido testado em escalas de bancada e piloto em diversos sistemas minerais, tais como minérios de fosfato, cobre e carvão (Testa *et al.*, 2011; Paiva e Rubio, 2016), apresentando resultados promissores. Também já existem aplicações industriais, principalmente em beneficiamento de fosfatos (Kohmuench *et al.* 2010 e Kohmuench *et al.* 2007).

Existe a necessidade de se caracterizar um sistema turbulento em uma célula de flotação e verificar quais parâmetros têm maior influência na flotação de partículas grossas. Rodrigues *et al.* (2010) utilizaram parâmetros adimensionais, tais como número de Reynolds, número de Froude, a razão entre a velocidade rotacional do impelidor (N), a mínima velocidade de suspensão (N_z) e a taxa de energia dissipada, para caracterização hidrodinâmica.

Rodrigues *et al.* (2001) experimentalmente verificaram as condições hidrodinâmicas onde as partículas grossas apresentaram melhor desempenho na flotação e determinaram os níveis dos parâmetros adimensionais para essas partículas, apresentado na Tabela 5.

Tabela 5 - Condições hidrodinâmicas da flotação onde foram obtidos os melhores resultados para partículas grossas (Rodrigues *et al.*, 2001)

Parâmetro	Melhor condição para partículas grossas
Número de Reynolds	$3000 < Re < 8000$
Número de Froude	$0,1 < Fr < 1$
Número de Weber	$10 < We < 100$
Número de Potência	$Po > 0,54$

2.9 Dissipação de energia na flotação

Com a crescente necessidade de desenvolvimento de processos com alta eficiência energética e o aumento progressivo dos tamanhos das células de flotação, conforme apresentado na Tabela 6, nos últimos anos diversos estudos analisaram como a energia é consumida nas células de flotação (Tabosa *et al.*, 2015).

Tabela 6 – Tamanho máximo das células Outotec ao longo dos anos, volume útil em m³ (Outotec, 2016)

Ano	1970	1976	1980	1995	1997	2002	2004	2015
Volume (m ³)	16	38	60	100	160	200	300	500

Grande parte dos trabalhos se referem à influência da quantidade de energia inserida na flotação pela agitação no comportamento hidrodinâmico das células (Souza Pinto *et al.*, 2015, Tabosa *et al.*, 2015, Tabosa *et al.*, 2014, Lelinski *et al.*, 2015). A energia transmitida pelo agitador à polpa é muito concentrada nas proximidades do agitador, conforme mostrado na Figura 22.

Figura 22 - Perfil de dissipação de energia em uma célula de flotação

A potência utilizada atualmente nas células de flotação industriais de grande volume é ao redor de 1 kW/m^3 (Yianatos, 2007), as células de flotação das operações de platina na África do Sul operam entre 1 e 2 kW/m^3 (Deglon, 2005). Em algumas operações a potência utilizada pode alcançar até valores de 3 kW/m^3 (Deglon *et al.*, 2000).

Souza Pinto *et al.* (2015) fizeram a caracterização hidrodinâmica de duas células de flotação industriais FLSmidth modelo 190, auto aspirada e com volume de $42,5 \text{ m}^3$, para flotação de silicatos contidos em calcário. O material flotado neste estudo é predominante grosso, d_{80} em $400\mu\text{m}$. Foram avaliados os parâmetros hidrodinâmicos incluindo a potência em função da rotação aplicada, os valores obtidos são apresentados na Tabela 7, onde o valor mínimo foi $0,5 \text{ kW/m}^3$ e o máximo $2,7 \text{ kW/m}^3$. A alteração na rotação também influenciou os parâmetros de dispersão de gás. Os melhores resultados de recuperação de silicatos na espuma obtidos nesse estudo foi quando utilizado 120 rpm .

Tabela 7 - Parâmetros hidrodinâmicos de célula industrial de flotação (Souza Pinto *et al.*, 2015)

Rotação (rpm)	Re ($\times 10^6$)	Fr	N _P	V _p (m/s)	P/V (kW/m ³)
190	1,4	1,01	3,61	9,9	2,7
160	1,1	0,71	4,87	8,3	1,8
130	0,9	0,50	6,55	6,7	1,0
120	0,8	0,40	7,9	6,2	0,6
110	0,7	0,35	9,3	5,7	0,5

Novos desenhos de impelidor podem promover uma redução significativa no consumo de energia, principalmente em células de grande porte. O modelo de rotor estator apresentado pela FLSmidth em células de grande porte (660 m³) apresenta valores abaixo de 1 kW/m³ (Lelinsky, 2015). Esses valores são similares aos apresentados nas células de flotação de grande porte mais modernas da Outokumpu, conforme apresentado na Tabela 8 (Gorain *et al.*, 2007).

Tabela 8 - Valores típicos de requerimento de energia em células de flotação mecânicas de grandes dimensões da Outokumpu (Gorain *et al.*, 2007)

	Potência requerida por aplicação, kW/m ³		
	Flotação Normal	Flotação de Grossos	Flotação de Finos
Agitação e contato bolha partícula	0,65	0,55	0,75
Adição de ar	0,20	0,20	0,20
Total	0,85	0,75	0,95

Na Tabela 8, é possível verificar que há uma diferença entre a potência requerida para a flotação de grossos e flotação de finos. Grano (2006), em estudo do efeito da velocidade de rotação do rotor na flotação, já havia observado a dificuldade de melhorar o desempenho da flotação de finos sem comprometer a eficiência de estabilidade das partículas grossas simplesmente pela modificação da hidrodinâmica da célula, comprovando observações práticas de operadores de plantas industriais de concentração.

A inserção de energia na flotação influencia diretamente o desempenho da flotação pelo fato de alterar a probabilidade de colisão entre as bolhas e as partículas (Schubert, 1999), sendo esse o principal efeito. A agitação também interfere na probabilidade de adesão, auxiliando a partícula a superar a barreira energética, e na resistência do agregado bolha-partícula (Safari *et al.*, 2013). Porém, devido ao conflito de resultados, ainda não está totalmente claro qual a interferência da agitação no tempo de contato (Safari *et al.*, 2013).

Para avaliar o efeito da energia no desempenho da flotação um sistema com rotor não é adequado pelo fato da energia dissipada não ser homogênea em toda a célula. Alguns estudos utilizaram sistemas de agitação isotrópicos, promovidos por anéis ou grades oscilantes, na flotação para avaliar o efeito da energia inserida (Anderson *et al.*, 2009, Changunda *et al.*, 2008, Massey, 2011, Massey *et al.*, 2012, Safari *et al.*, 2013). Os resultados desses estudos mostram que o aumento da energia dissipada na flotação tem uma influência positiva na colisão entre bolhas e partículas, aumentando a recuperação, porém, o aumento de energia aumentou a taxa de destacamento das partículas aderidas na bolha afetando negativamente o desempenho da flotação.

2.10 Utilização de célula de flotação com grade oscilatória

Em uma célula de flotação onde a agitação é gerada através de um sistema rotor/estator próximo ao impelidor ocorrem dissipações de energia 300 vezes maiores que a média da dissipação de energia do sistema (Schulze, 1977 citando Liep). Para evitar esse efeito de anisotropia provocado pelo impelidor em células mecânicas foi desenvolvida uma célula de flotação com grade oscilatória por Changunda *et al.* (2008) onde a agitação é provocada pelo movimento oscilatório de grades paralelas posicionadas no interior do equipamento. Posteriormente baseado na célula de Changunda *et al.* (2008) Massey (2011) desenvolveu uma célula de flotação com as mesmas dimensões, porém capaz de operar com energias mais elevadas, chegando a $5 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-3}$.

Na Figura 23 é apresentada a célula desenvolvida por Massey (2011) chamada de OGC (*Oscillating Grid Cell*), com os principais componentes.

Figura 23 - Célula de flotação com grade oscilatória desenvolvida por Massey (2011)

O conceito de agitação através de oscilação de placas ou grades para promover um ambiente com agitação mais bem distribuída em células de flotação foi utilizado em vários estudos. Na Tabela 9 são apresentados trabalhos que utilizaram sistema de agitação com grade oscilatória em célula de flotação detalhando qual o mineral utilizado e os autores. A maioria dos trabalhos se concentram em estudos com quartzo, realizados para desenvolvimento da célula e sulfetos, não possuindo ainda uma investigação com minerais fosfáticos.

Tabela 9 - Trabalhos publicados que utilizaram sistema de agitação com grade oscilatória em célula de flotação

Trabalho	Minério	Autores e ano
<i>Investigating the effect of energy input on flotation kinetics in an oscillating grid flotation cell</i>	Quartzo	Changunda <i>et al.</i> , 2008
<i>Flotation in a novel oscillatory baffled column</i>	Quartzo	Anderson <i>et al.</i> , 2009
<i>Investigating the Effect of Energy Dissipation on Flotation Kinetics in an Oscillating Grid Flotation Cell</i>	Quartzo	Massey, 2011
<i>The effect of energy input on the flotation of quartz in an oscillating grid flotation cell</i>	Quartzo	Massey <i>et al.</i> , 2012
<i>The effect of energy input on the flotation kinetics of galena in an oscillating grid flotation cell</i>	Galena	Safari <i>et al.</i> , 2013
<i>The effect of energy input on flotation kinetics</i>	Quartz, Galena, Pyrite, Apatite, Pentlandite and Hematite	Safari <i>et al.</i> , 2015

Os resultados obtidos no trabalho de Massey (2011) com a OGC apresentam uma concordância com estudos mostrados na literatura com células agitadas através de rotor/estator quando utilizada baixa dissipação de energia. Com isso é possível comparar os resultados obtidos nesses dois tipos de células sendo que os estudos em célula de grade oscilatória podem ser considerados como uma representação mais precisa devido ao sistema de agitação isotrópico.

Massey (2011) observou que, utilizando níveis elevados de dissipação de energia nas células agitadas, a elevada ocorrência do destacamento das partículas das bolhas próximas ao rotor passa a ser dominante.

Safari *et al.* (2013) estudaram o efeito da energia inserida na célula sobre a cinética de flotação de galena utilizando a OGC, sendo o primeiro trabalho realizado com sulfeto nesse tipo de célula. O estudo demonstra que, para partículas finas, o aumento de energia incrementa a taxa de flotação e para as partículas grossas o efeito da energia inserida na flotação é o contrário, reduzindo a taxa de flotação.

2.10.1 Energia média dissipada em agitação em célula de grade oscilante

A energia transferida através da agitação é um parâmetro recorrente nas avaliações de células de flotação. Para realizar a medida da potência transferida ao fluido em células onde a agitação é provocada por grades oscilantes pode ser utilizada a equação para uma oscilação (Tojo *et al.* 1979), procedimento também utilizado nos estudos de Safari *et al.* (2013) e Massey (2011).

$$\bar{P} = \int_0^{1/f} F_D(t)V(t)dt \quad (34)$$

onde F é a força medida em um instante, V é a velocidade da grade, e f é a frequência de oscilação. Conforme descrito por Massey (2011) citando Guadayol *et al.* (2009) a integral da equação resulta em:

$$\bar{P} = \frac{2}{3} C_d \rho_f \pi^2 S_A f^3 S^3 \quad (35)$$

Para a energia média dissipada o cálculo é feito através da equação (Schubert, 1999):

$$\varepsilon = \frac{P}{m} \quad (36)$$

onde m é a massa do fluido sendo agitado.

Considerando que a dissipação de energia é aditiva para múltiplas grades, a energia média dissipada em um sistema com n grades pode ser dado por:

$$\bar{\varepsilon} = \frac{n \frac{2}{3} C_d \rho_f \pi^2 S_A f^3 S^3}{m_L} \quad (37)$$

Nas condições em que foram utilizadas no estudo, é equivalente expressar os resultados como energia transferida como intensidade de potência (kW/m³), potência

específica transmitida (W/kg) ou taxa de energia turbulenta dissipada (W/kg ou m^2/s^3), conforme descrito por Safari *et al.* (2013).

2.11 Flotação de Fosfatos

A apatita é o principal mineral utilizado como matéria prima na produção de fertilizantes fosfatados, sendo encontrada na natureza em concentrações muito variáveis e em muitos casos necessita de concentração, inclusive via flotação.

A apatita possui a seguinte composição $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH}, \text{F}, \text{Cl})$ (Peres *et al.*, 2007), sendo a fluorapatita a composição mais comum no Brasil, no qual há maior concentração de flúor do que hidroxila ou cloro. A técnica analítica normalmente empregada para análise de concentrados de apatita é a espectroscopia de fluorescência de raios X, onde os teores são expressos em percentual de P_2O_5 . Os concentrados de apatita produzidos nas unidades brasileiras possuem teores próximos a 35% de P_2O_5 (Barros, 2013), significativamente mais elevados que os concentrados fosfáticos produzidos mundialmente, que apresentam em torno de 30% de P_2O_5 , provenientes principalmente de depósitos de origem sedimentar.

Os depósitos de fosfato podem ter sua origem ígnea, sedimentar ou metamórfica. No Brasil as jazidas ígneas são as mais importantes economicamente, muitas vezes apresentando elevado nível de intemperismo. Devido à diversidade dos depósitos, as características mineralógicas, tais como grau de liberação e tamanho de grãos, das apatitas variam dependendo da origem. As plantas de processamento de minérios fosfáticos também apresentam diferenças devido a essas características. Na Figura 24 são apresentadas distribuições granulométricas das alimentações da flotação de diferentes unidades produtoras de concentrado apatítico.

Figura 24 - Distribuições granulométricas realizadas via conjuntos de peneiras das alimentações da flotação de Plantas de Beneficiamento de Fosfatos.

As diferenças da distribuição dos tamanhos de partículas dos depósitos fosfáticos podem ser explicadas principalmente devido à diferença de liberação entre cada depósito e também à própria granulometria natural do minério. No depósito de Cajati, onde a granulometria de alimentação da flotação possui D_{80} acima de $300\mu\text{m}$ (Testa *et al.* 2011), a liberação é elevada e o minério é compacto, exigindo uma moagem intensa. Nos depósitos onde houve influência elevada de intemperismo a apatita costuma apresentar grãos menores, e também menos liberados, necessitando de uma moagem mais fina, a jazida do Barreiro em Araxá é um exemplo desse tipo de depósito.

2.11.1 Coletores para flotação de apatita

A partir da 1920 foi verificado pela primeira vez o potencial da utilização de ácido oleico como coletor, o pesquisador Langmuir mostrou que ácido oleico gerava elevados ângulos de contato em minerais de calcita e galena, porém baixos ângulos em vidro e micas (Fuerstenau, 2007). Na década de 1960, o professor Paulo Abib desenvolveu o processo pioneiro para concentração de apatita utilizando ácido graxo (*tall oil*) como

coletor e amido de milho como depressor, um marco na indústria de fosfato nacional (Alves e Chaves, 2013, Andery, 1968).

Sis e Chander (2003a) e Guimarães *et al.* (2005) fazem uma revisão dos reagentes utilizados na flotação de fosfato. Os reagentes utilizados para flotação de fosfatos de origem sedimentar diferem dos reagentes utilizados em depósitos ígneos. Devido à grande variedade de minerais de ganga que podem estar presentes nos minérios de fosfato diferentes tipos e estruturas de reagentes, como coletores, depressores e auxiliares, são utilizados na flotação reversa ou direta de fosfatos (Sis e Chander, 2003b).

Para flotação direta da apatita são utilizados coletores aniônicos. Independente da origem do depósito, os reagentes mais aplicados são os ácidos graxos de cadeia longa e seus sais, especialmente o ácido oleico ou o seu sabão: oleato de sódio (Sis e Chander, 2003b). Ácidos graxos são amplamente aplicados como coletores em flotação de apatitas de origem ígnea e no Brasil 80% dos depósitos são de origem ígnea (Guimarães *et al.*, 2005).

A apatita apresenta caráter hidrofílico natural, assim sendo, coletores de cadeia longa, tais como sabões de ácidos graxos de sódio (RCOONa) e alquil sarcosinatos de sódio (RNRCOONa), são comumente empregados em circuitos industriais de flotação de fosfato (Martins, 2009).

Estudos utilizando espectrometria de infravermelho mostram que o oleato interage com os sais semi solúveis presentes em uma polpa, tais como a apatita, através de ligações metal-carboxilato por meio de troca química, reação química, ou quimisorção. Alguma adsorção física também tem sido observada em níveis baixos de pH (Fuerstenau, 2007).

A adsorção do oleato de sódio na superfície da apatita torna ela hidrofóbica, aumentando o ângulo de contato conforme o aumento da concentração, na Figura 25 são apresentados os resultados de ângulo de contato de dois estudos feitos com apatita pura. Sis e Chander (2003a) apresentam os resultados obtidos com uma apatita de Durango no México embutida em resina, polida e medida pelo método da gota séssil, e Martins (2009) apresenta os resultados obtidos através do método de ascensão capilar e também pelo método de bolha cativa no plano basal e no plano frontal.

Figura 25 - Ângulo de contato da apatita com diferentes níveis de adsorção de oleato de sódio

Os resultados obtidos por Martins (2009) e Sis e Chander, (2003a) demonstram que mesmo utilizando os mesmos reagentes os resultados de ângulo de contato podem variar para um mesmo mineral. No gráfico também é possível verificar as diferenças das medidas de ângulo de contato para diferentes técnicas utilizadas e qual o plano de cristalização do mineral.

Visando economia no custo de reagentes e melhor desempenho em operação industriais específicas de flotação de fosfatos diversos óleos têm sido saponificados e testados, tais como óleo de soja, arroz, bagaço de uva (Guimarães *et al.*, 2005 e Brandão *et al.*, 1994), buriti, semente de maracujá e polpa de inajá (Costa *et al.*, 2011). Apesar de apresentarem resultados promissores e serem alternativas aos reagentes convencionais, normalmente, o oleato de sódio como coletor apresenta resultados de maior flotabilidade para apatita (Costa *et al.*, 2011).

Para os minérios fosfáticos considerados complexos, o uso do ácido oleico e outros ácidos graxos saponificados como coletores para apatita podem não conduzir a uma flotação satisfatória, no que diz respeito à recuperação metalúrgica e seletividade. Coletores sintéticos têm sido amplamente utilizados quando não é possível a utilização de ácidos graxos (Albino *et al.*, 2015).

Reagentes sintéticos tais com alquil sarcosinato de sódio e sulfosuccinato são utilizados em situações onde os coletores tradicionais não apresentam seletividade

adequada (Guimarães *et al.*, 2005), normalmente quando há presença de carbonatos. Para minérios carbonatados existem rotas específicas para concentração, como a realização de duas etapas de flotação, a primeira onde a calcita e a apatita flutam conjuntamente, seguida por uma flotação da apatita onde a calcita é depressada utilizando ácido fosfórico (Matiolo *et al.*, 2015).

3 Materiais e Métodos

Foi preparada uma amostra de apatita pura, realizada análise das características da amostra e realizados testes de flotação.

Foram realizados testes de flotação de apatita em batelada para avaliar o efeito da energia transferida à polpa. Os testes foram realizados com diferentes energias transferidas e em cada teste foi verificada a recuperação e a constante cinética de flotação. Para os testes foi utilizada uma célula de flotação com agitação gerada através de grades oscilatórias que criam ambiente isotrópico. A energia transferida para a polpa foi medida e variada através da variação das velocidades de agitação. Os concentrados foram coletados em diferentes tempos e a distribuição granulométrica dos produtos foi medida para determinar a cinética de flotação por fração granulométrica em função da energia transferida.

3.1 Amostra

Para os estudos de flotação de grade oscilatória foram utilizadas amostras de apatita pura proveniente de Ipirá (BA). A amostra originalmente apresentava fragmentos centimétricos de cristais bem formados de apatita, conforme é possível visualizar na Figura 26.

Figura 26 - Fragmentos originais da amostra de Apatita de Ipirá

A amostra foi britada em britador de mandíbulas de laboratório até reduzir a tamanhos menores que 4 mm. Em seguida a amostra foi moída em moinho tubular de bolas e classificada através de peneiramento a úmido. Na Figura 27 são apresentados exemplos do aspecto visual das frações britadas, moídas e classificadas. Pelo fato de ter um tom azulado essa apatita também é conhecida como apatita azul.

Figura 27 - Aspecto visual das frações granulométricas obtidas após a britagem e moagem

Após separada em frações granulométricas, foi composta uma amostra final única com proporções das frações retidas nas peneiras de forma a obter uma amostra que tivesse distribuição granulométrica similar às usualmente utilizadas em usina de concentração. Essa amostra composta teve a distribuição granulométrica caracterizada através de medida realizada em duplicata em granulômetro de difração de laser, Malvern Mastersize 2000, e utilizada para todos os testes de flotação.

A amostra foi homogeneizada em pilha e fracionada, as frações dessa pilha foram quarteadas separando pequenas alíquotas utilizando um quarteador giratório de laboratório (Figura 28).

Figura 28 - Quarteador giratório utilizado para geração das alíquotas da amostra de apatita

Foram produzidas alíquotas com massa de 60 g com no máximo 1 g de diferença. A massa foi ajustada com a adição ou remoção de material até completar exatamente 60,0 g.

Uma alíquota homogênea da amostra foi encaminhada para análise química. A determinação da composição foi realizada via espectroscopia de fluorescência de raios X utilizando pastilhas da amostra fundidas com tetraborato de lítio. Foram quantificados o P_2O_5 , CaO , Fe_2O_3 , SiO_2 , Al_2O_3 , TiO_2 , MgO , Na_2O , K_2O e MnO . A determinação do valor de perda ao fogo (PF) foi realizada via calcinação da amostra em mufla a 405°C.

3.2 Flotação em célula de grade oscilatória

Os testes de flotação foram feitos com a amostra de apatita pura após a cominuição e medidas da distribuição de tamanhos de partículas, conforme já descrito. Os reagentes utilizados, as características do equipamento e os procedimentos adotados para os testes e para as análises dos dados são descritas a seguir.

3.2.1 Reagentes

O coletor utilizado nos testes de flotação foi o oleato de sódio produzido a partir da saponificação do ácido oleico com soda cáustica. A saponificação do coletor foi sempre realizada no mesmo dia em que os testes de flotação foram executados, visando garantir a qualidade do coletor.

O procedimento adotado para saponificação do ácido oleico adotado é descrito a seguir. Para cada preparação foram adicionados 2 g de ácido oleico em um béquer com volume de 50 mL, controlando a massa em balança analítica. Após o ácido oleico foram adicionados 10 g de água deionizada e agitadas em agitador magnético por 2 minutos. Foi adicionado NaOH, diluído a 10%, gota a gota, com períodos espaçados de 5 segundos para cada gota, enquanto era mantido sob agitação. O NaOH foi adicionado até ser verificado que não havia precipitados no béquer e a solução passar a transparente, foi mantida agitação até completar 5 minutos. A solução do oleato de sódio foi então transferida do béquer para um balão volumétrico com volume de 100 mL, para garantir que toda solução foi transferida o béquer foi lavado com água deionizada sendo essa água também transferida ao balão volumétrico. Por fim foi completado o nível do balão volumétrico lentamente, visando evitar a formação excessiva de espuma, até o menisco atingir a marca de 100 mL. Após a solução diluída o balão volumétrico foi tampado e agitado manualmente.

Para os testes de flotação foram utilizados dois níveis de concentração de coletor, denominados baixo e alto:

- Baixa concentração, equivalente a 40 mg/L;
- Alta concentração, equivalente a 80 mg/L.

Os valores de concentração do coletor foram determinados através de ensaios exploratórios, onde diferentes concentrações de coletor foram utilizadas em testes de flotação até atingir um patamar máximo de recuperação. O menor valor onde foi obtido a máxima recuperação foi adotado como “Alta concentração”. A metade do valor da alta concentração foi utilizado como o valor de “Baixa concentração”.

Para manter a estabilidade das bolhas formadas na célula, foi utilizado espumante metil isobutil carbinol (MIBC) a uma dosagem de 100 ppm para todos os testes. O espumante foi preparado diluindo em um balão volumétrico com água deionizada. A

adição do espumante garantiu que todos os testes operassem com o mesmo tamanho de bolha,

Todos os testes de flotação foram feitos em duplicatas e verificadas as massas recuperadas, quando a diferença de recuperação entre um teste e a duplicata foi maior que 10%, foi realizado um novo teste na mesma condição e os dois valores mais próximos foram considerados

3.2.2 *Célula de Flotação com grade oscilatória*

Para os testes foi utilizada uma célula de flotação com grade oscilatória desenvolvida por Massey (2011), que promove um ambiente isotrópico de agitação, podendo ser medida a energia transferida para a fase polpa da flotação e assim avaliado o seu efeito.

Os testes de flotação foram realizados no Laboratório de Tratamento de Minérios do Centro para Pesquisa Mineral (CMR – *Center for Mineral Research*) do Departamento de Engenharia Química da Universidade de Cape Town na África do Sul.

Na Figura 29 é apresentada uma vista geral da célula ao final de um teste de flotação. A célula consiste em vaso com um conjunto de grades para agitação e um sistema de geração de bolhas. O concentrado é removido através de sucção pelo topo enquanto o rejeito é retirado ao final de um teste de batelada.

A célula é construída em policarbonato transparente em forma cilíndrica com 10 L de volume. A agitação é promovida por grades paralelas conectadas por um eixo central que se movimenta acionado por um motor elétrico.

Figura 29 - Vista geral da célula de flotação com grade oscilatória

Na Tabela 10 são apresentadas as principais especificações da célula de grade oscilatória utilizada no estudo.

Tabela 10 - Característica da célula de flotação com grade oscilatória utilizada no estudo

Característica	Valor
Volume	10 L
Altura do vaso	380 mm
Diâmetro do vaso	180 mm
Número de grades	19
Espaçamento entre as grades	18 mm
Tamanho da abertura das grades	18 mm
Espaçamento entre cada abertura	1,6 mm
Espessura da grade	1,5 mm

Na Figura 30 é apresentada uma representação do sistema montado para a flotação em célula de grade oscilante com os principais componentes que serão detalhados a seguir.

Figura 30 - Representação esquemática do sistema montado para os testes de flotação na célula de grade oscilante

As dezenove grades foram confeccionadas em lâminas de aço inox com 1,5 mm de espessura, cortadas a laser para garantir a dimensão das aberturas em 6,8 por 6,8 mm, mantendo um espaçamento de 1,6 mm, conforme mostrado na Figura 31. Todas as grades possuem as mesmas dimensões e estão espaçadas entre elas em 18 mm.

O movimento oscilatório ocorre no sentido vertical alcançando uma amplitude de 18 mm, a mesma distância entre uma grade e outra. Esse movimento é promovido por um motor elétrico instalado abaixo da estrutura da célula, o eixo do motor está conectado a um transmissor de movimento tipo manivela (virabrequim), que altera o

movimento rotacional do motor para movimento oscilatório na direção vertical, onde está instalado o eixo acoplado as grades.

Figura 31 - Detalhe da uma única grade oscilatória (adaptado de Massey, 2011)

A energia de agitação é medida através de uma célula de carga de tração montada na base do eixo. Com o aumento da velocidade do rotor do motor que aciona a agitação maior quantidade de energia é transferida a polpa. A frequência das oscilações é medida através de um sensor ótico apontado para um marcador montado no mesmo eixo. Os dados adquiridos são transmitidos para um computador onde são analisados através do *software* LabView.

A força medida pela célula de carga corresponde a uma combinação de duas forças, a primeira é a força requerida para acelerar as grades e a segunda é a força de fricção exercidas pelas grades no fluído. Como o objetivo é obter a metodologia adotada para determinação da energia transferida para a polpa através das medidas da célula de carga foi a mesma adotada por Massey (2011), adotando procedimento descrito por Tojo *et al.* (1979) onde são medidas as forças com o sistema com fluido (F_{polpa}) e descontada a medida das forças sem o fluido (F_{livre}), conforme colocado na equação:

$$F(t) = F(t)_{polpa} - F(t)_{livre} \quad (38)$$

O sistema de geração de bolhas é composto por três borbulhadores, montados a 120° entre eles para garantir melhor distribuição das bolhas dentro da célula. A estrutura

dos borbulhadores foi construída em aço inox com local onde é encaixada uma placa porosa de vidro sinterizado (Figura 32). A placa porosa fica voltada para cima onde as bolhas ascendem, um o-ring é utilizado em cada borbulhador para evitar que as bolhas passem pela borda gerando bolhas de tamanhos não controlados. Os borbulhadores também podem girar posicionando a placa porosa para baixo evitando que partículas minerais sedimentem na superfície da placa porosa prejudicando o funcionamento. Essa posição é utilizada durante o condicionamento e eventualmente para remoção de partículas que sedimentaram em cima da placa durante a flotação.

Figura 32 - Vista dos borbulhadores dentro da célula de flotação e detalhe de um dos borbulhadores

A injeção de ar é feita através de um compressor e controlada através de um controlador de fluxo de massa digital Brookes Smart TMF fabricado pela Brookes Instruments mantendo a medida de vazão constante e precisa durante os testes realizados.

O tamanho médio de bolhas gerados pela célula, utilizando as placas porosas de vidro sinterizados dos borbulhadores e a concentração de tensoativo (100 mg/L de MIBC) utilizada no estudo flotação, foi determinado através de medidas de análise de imagens com o equipamento APBS (*Anglo Platinum Bubble Sizer*) resultando em um diâmetro médio de Sauter de 0,58 mm.

No topo da célula há quatro aberturas (Figura 33) para que o material flotado seja coletado. A coleta é realizada manualmente através de uma mangueira conectada a uma bomba de vácuo que ao aspirar as partículas flotadas no topo da célula conduz essas partículas a um erlenmeyer. Para cada teste já eram posicionados um erlenmeyer para cada tempo de coleta determinado.

O procedimento adotado para os testes é descrito a seguir. Foram adicionados 60 gramas de amostra (um frasco com amostra homogeneizada) à célula de flotação já cheia com 10 L de água da rede de abastecimento local. Foram adicionados 100 mg/L de espumante MIBC (diluído a 1%) para garantir estabilidade do tamanho médio de bolhas. Durante trinta segundos a amostra foi ambientada com a agitação promovida pela oscilação das grades, correspondente à transferência de energia de 1 kW/m^3 , ainda sem coletor e com recirculação de polpa ligada.

Mantendo a mesma intensidade de agitação foi adicionado o coletor, oleato de sódio a 2%, no topo da própria célula. Foi cronometrado tempo de condicionamento foi de 1 minuto, após esse tempo foi aberta a válvula de ar a um J_g de 0,0066 cm/s e iniciada a flotação.

O tempo de coleta do material flotado foi controlado através de cronômetro digital. Após a finalização dos períodos de tempo pré-estabelecidos o erlenmeyer era trocado, passando a coletar o material flotado em outro frasco. Este procedimento foi utilizado para levantamento da cinética de cada teste.

A troca de erlenmeyer foi realizada nos tempos de flotação descritos a seguir, considerando como tempo zero, início da cronometragem da flotação, como o momento onde iniciou a injeção de ar:

- 1 minuto de flotação;
- 2 minutos de flotação;
- 3 minutos de flotação;
- 4 minutos de flotação;
- 6 minutos de flotação;
- 9 minutos de flotação.

Ao final dos nove minutos de flotação o ensaio era finalizado desligando-se a agitação da célula, o material restante dentro da célula era drenado, sendo considerado como o rejeito do teste.

Figura 33 - Detalhe da apatita flotada na OGC

Os produtos, flotado e afundado, foram filtrados em filtro a vácuo, secos em estufa a uma temperatura de 70°C e pesados em balança analítica. As massas foram registradas e os produtos eram armazenados em frascos plásticos para posterior análise granulométrica.

3.2.3 Análise dos resultados dos testes de flotação

Foram realizadas análises granulométricas da alimentação, dos flotados coletados em diferentes tempos, e dos deprimidos de todos os testes realizados.

Com os valores das distribuições granulométricas e os valores das massas de cada um dos fluxos foi possível calcular a recuperação na flotação para cada tamanho de partícula e para cada período da flotação (1, 2, 3, 4, 6 e 9 minutos). Esses resultados foram utilizados para realizar os cálculos de cinética de flotação para diferentes tamanhos de partículas em função das condições avaliadas nos testes, que foram dosagem de coletor e energia transferida à polpa.

As distribuições granulométricas foram realizadas em granulômetro a laser Malvern® modelo Mastersizer 2000 (Figura 34). As amostras foram armazenadas homogeneizadas através de uma espátula de laboratório e amostradas com uma colher de laboratório retirando aproximadamente 2 gramas de material. Essa amostra foi inserida no tanque alimentação do equipamento, que possui entrada de água pura e um agitador para dispersão. Nessa etapa foi utilizado sistema ultrassônico de dispersão de partículas por 5 segundos, antes de cada análise.

Figura 34 - Vista do equipamento Malvern Mastersize 2000 (Malvern, 2016)

O primeiro passo para as medidas é verificar se a água que está sendo utilizada não apresenta turbidez, o equipamento faz uma leitura somente com a água e utiliza essa medida como *background*. Caso a água que está alimentando o equipamento esteja com sólidos suspensos a medida de tamanho de partículas não será realizada.

As partículas suspensas em água no tanque de alimentação do equipamento são transferidas para a câmara de análise do equipamento através de uma bomba peristáltica, inicialmente são feitas medidas de concentração de sólidos para verificar se a quantidade de amostras está dentro da faixa padrão onde a difração do laser ocorrerá sem interferência de outras partículas e se existe uma quantidade de partículas suficientes para garantir a qualidade dos resultados. Finalizada essa contagem são iniciadas as medidas de tamanho de partículas.

A leitura do tamanho de partículas é feita através da incidência de raio laser sobre as partículas, dependendo do tamanho da partícula que recebeu a incidência do laser a

difração será diferente, o nível de difração é medida através de detectores. Quanto maior a partícula, menor a difração do laser, conforme representado na Figura 35 (França e Couto, 2007).

Figura 35 - Representação da difração de laser ocorrida durante a análise do tamanho de partículas (França e Couto, 2007)

Após cada medida de distribuição granulométrica é realizada a limpeza das mangueiras, da câmara de leitura e do tanque de alimentação, evitando que partículas de uma medida anterior interfiram na medida seguinte.

As informações de distribuição granulométrica e de recuperação foram comparadas para calcular a recuperação por faixa granulométrica.

As análises de cinética de flotação foram realizadas considerando três grupos de partículas, conforme mostrado na Tabela 11.

Tabela 11 - Frações granulométricas utilizadas nas avaliações

Fração	Tamanho de partículas
Grossos	> 150 μm
Intermediários	>44 μm <150 μm
Finos	< 44 μm

3.2.4 Ângulo de contato da apatita de Ipirá

O ângulo de contato (*water advanced contact angle*) da apatita de Ipirá em função da concentração de oleato de sódio foi determinado por Martins (2009), os resultados são apresentados na Figura 36.

O método utilizado por Martins (2009) para as medidas dos ângulos de contato de avanço foi o de ascensão capilar adotando abordagem de Washburn (1921), utilizando um tensiômetro Krüss K12.

Figura 36 - Resultados do ângulo de contato de avanço da apatita de Ipirá em função da concentração de oleato de sódio (Martins, 2009)

Os testes de flotação realizados nesse trabalho utilizaram concentrações de oleato de sódio de 40 mg/L (baixa concentração) e 80 mg/L (alta concentração). Através dos resultados de Martins (2009), via interpolação de resultados foi calculado o valor do ângulo de contato para apatita de Ipirá para 40 mg/L. O valor de ângulo de contato com maior concentração medido por Martins (2009), correspondente a 75 mg/L, foi 89,9°, enquanto os valores ainda estavam ascendentes, indicando que para 80 mg/L o ângulo de contato deve ser próximo a 90°. Na Tabela 12 são apresentados os valores correspondentes aos ângulos de contato conforme a concentração de oleato de sódio.

Tabela 12 - Valores de referência de ângulo de contato para apatita de Ipirá

Concentração de Oleato de Sódio, mg/L	Ângulo de contato θ^*
0	6,1°
40	80,8°
80	~90°

* Valores interpolado e interpretados a partir dos resultados obtidos por Martins (2009)

De acordo com os dados apresentados na Tabela 12, verifica-se que as partículas de apatita apresentam alto grau de hidrofobicidade nas concentrações de oleato de sódio adotadas ($\theta > 60^\circ$).

4 Resultados

Os resultados obtidos são apresentados a seguir em três sessões, a primeira referente à caracterização da amostra, a segunda com os resultados das medidas do ângulo de contato, e a terceira apresentando os resultados dos testes de flotação em diferentes níveis de energia transferida.

4.1 Caracterização da amostra

A distribuição granulométrica da amostra preparada para o estudo, feita através de granulômetro a laser Malvern Mastersize M2000, é apresentada na Figura 37.

A amostra apresentou um valor de d_{80} de 267 μm , diâmetro no qual 80% das partículas são passantes, ou seja, possuem diâmetro menor que esse valor. O d_{80} normalmente é adotado como padrão e serve como referência para comparações com outros minérios. O valor de 267 μm é coerente com valores utilizados pela indústria de fosfato.

A amostra também apresentou 5% de partículas menores que 10 μm , simulando um minério deslamado com uma relativa alta eficiência.

Figura 37 - Distribuição granulométrica da amostra estudada

Na Tabela 13 são apresentados os resultados de análise química realizados na amostra utilizada no estudo. Os resultados comprovam que a amostra é composta majoritariamente por apatita, isso pode ser verificado pelo elevado teor de P_2O_5 de 37,5%, teor mais elevado que os valores utilizados como referência para concentrados de fosfato (30 a 34% de P_2O_5). Os contaminantes mais comuns em minérios de fosfato também apresentaram teores relativamente baixos, com valor significativo de SiO_2 , provavelmente proveniente da presença de quartzo na amostra.

Tabela 13 - Resultado da análise química da amostra utilizada

Teor (%)									
P_2O_5	CaO	Fe_2O_3	SiO_2	Al_2O_3	TiO_2	MgO	Na_2O	K_2O	PF
37,5	51,9	0,22	7,6	<0,1	0,01	<0,1	<0,1	<0,01	0,63

Outro fator importante para ser avaliado é a relação do teor de $CaO:P_2O_5$, é um parâmetro bastante utilizado na prática industrial do fosfato e indica se a proporção entre cálcio e fósforo na amostra é o mesmo da fórmula química da apatita, sugerindo então se existe algum outro mineral contaminante que possui algum desses elementos. Na amostra do estudo a relação $CaO:P_2O_5$ é de 1,38 valor próximo de 1,31 teórico da fórmula química da apatita.

As três frações utilizadas nos testes também foram submetidos a análise química, os resultados são apresentados na Tabela 14. Os compostos Al_2O_3 , MgO, Na_2O e K_2O também foram analisados para as frações, porém não estão apresentados, pois ficaram abaixo do limite de detecção da técnica analítica, de 0,1% para Al_2O_3 , MgO e Na_2O e de 0,01% para K_2O .

A similaridade de teores nas três frações avaliadas e desses valores com os teores da amostra global sugerem que não há diferença de composição mineralógica da amostra entre as frações, condição já esperada pela origem da amostra ser cristais grandes de apatita cominuídos.

Tabela 14 - Resultado das análises químicas das frações granulométricas utilizadas no estudo de flotação

Fração	Teor (%)					
	P ₂ O ₅	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	TiO ₂	PF
Finos <44 µm	37,5	51,7	0,10	7,3	<0,01	0,51
Intermediárias <150 >44 µm	38,5	53,0	0,25	6,3	0,02	0,60
Grossos >150 µm	37,1	51,4	0,22	7,9	<0,01	0,63

4.2 Flotação em célula de grade oscilatória

Cada teste de flotação realizado gerou uma curva de recuperação em função do tempo, além disso com as medidas das distribuições granulométricas de cada produto (concentrados e rejeito) foi possível também individualizar a recuperação por fração granulométrica, separando em três faixas de tamanho de partículas, finas, intermediárias e grossas.

Essas frações granulométricas foram determinadas com base na mudança do comportamento cinético na flotação, separando em grupos de partículas que apresentam comportamento similar.

São apresentados os resultados de recuperação de apatita para cada nível de energia transferida para as três frações granulométricas avaliadas. Os valores identificados como “Global” correspondem à recuperação total do teste, envolvendo todas as frações.

A cinética de flotação é apresentada em função da energia transferida através da agitação, para as três frações granulométricas.

Os resultados foram separados em dois itens, de acordo com a dosagem de reagentes, denominados alta dosagem e baixa dosagem, ao final é feita comparação do efeito da concentração de coletor.

4.2.1 Flotação com baixa concentração de coletor (40mg/L)

Nas figuras a seguir são apresentados os resultados das recuperações em função do tempo para diferentes níveis de energia dissipada e baixa concentração de coletor, correspondendo a 40 mg/L.

A Figura 38 apresenta os resultados de recuperação em função do tempo para diferentes frações granulométricas e no nível de menor energia dissipada, equivalente a 0,1 kW/m³. Nesse nível de energia a recuperação global da amostra foi próximo de 30% após nove minutos de flotação.

Os resultados mostram que houve uma grande dispersão dos resultados de recuperação em função do tamanho de partículas. As partículas grossas apresentaram o melhor desempenho na flotação de apatita, com a maior recuperação. As partículas finas apresentaram a menor recuperação e a fração intermediária apresentou uma recuperação entre as duas outras frações, similar à recuperação global.

Figura 38 - Resultado de recuperação em função do tempo para teste de flotação com baixa dosagem de reagentes e energia dissipada de 0,1 kW/m³

Com o acréscimo de energia, alcançando o valor de 0,5 kW/m³, a recuperação global apresenta um valor semelhante ao alcançado com menor energia, mas já é possível identificar uma alteração do padrão de recuperações. A dispersão dos desempenhos

para cada granulometria já não é tão intensa quanto no ensaio anterior, com menor energia. No teste com $0,5 \text{ kW/m}^3$ a recuperação das partículas grossas cai, enquanto as recuperações das frações finas e intermediárias aumentam muito, conforme mostrado na Figura 39.

Figura 39 - Resultado de recuperação em função do tempo para teste de flotação com baixa dosagem de reagentes e energia dissipada de $0,5 \text{ kW/m}^3$

Os resultados com 1 kW/m^3 apresentados na Figura 40, mostram que o acréscimo de energia continua prejudicando o desempenho dos grossos e beneficiando o desempenho dos finos. Nesse teste, os grossos apresentaram o menor valor de recuperação após 9 minutos de flotação, sugerindo que diminuição do desempenho é devido a fenômeno de destacamento que ocorre entre as bolhas e as partículas grossas.

Figura 40 - Resultado de recuperação em função do tempo para teste de flotação com baixa dosagem de reagentes e energia dissipada de 1 kW/m³

A Figura 41 apresenta os resultados do teste de flotação com energia dissipada à polpa através da agitação de 2 kW/m³, o maior nível de energia testado. Nesta condição de flotação o valor de recuperação global foi o mais baixo obtido, após 9 minutos a recuperação ficou abaixo de 15%, praticamente metade do que era obtido nos testes com menor nível de energia dissipada. Os resultados indicam que para essa amostra existe um limite máximo de energia que, se ultrapassado, o desempenho de recuperação na flotação diminui. Neste caso, o destacamento pode estar ocorrendo em todas as frações granulométricas e não somente nos grossos.

Os resultados do teste com 2 kW/m³ confirmam a tendência que foi observada com o acréscimo de energia. A recuperação dos grossos reduziu-se para o menor nível, ficando abaixo de 10% após 9 minutos de flotação. Os finos também apresentaram uma redução na recuperação quando comparados com os resultados de 1 kW/m³.

Figura 41 - Resultado de recuperação em função do tempo para teste de flotação com baixa dosagem de reagentes e energia dissipada de 2 kW/m³

Foram calculadas as cinéticas de flotação para todos os níveis de energia dissipada na polpa para as três frações de tamanho de partículas analisados, denominados finos, intermediários e grossos.

Na Figura 42, são apresentados os resultados do efeito da energia transferida à polpa durante a flotação na cinética para partículas de apatitas de diferentes frações de tamanho em baixa dosagem de reagente coletor (oleato de sódio).

As partículas finas necessitam de altos níveis de energia transferida para que haja maior probabilidade de adesão aumentando a flotação. Para as partículas intermediárias e grossas elevados níveis de agitação prejudicam o desempenho da flotação, especialmente as partículas grossas, onde qualquer incremento na energia transferida acarretou a diminuição recuperação, indicando uma forte influência do destacamento para essas partículas.

Figura 42 - Efeito da energia transferida para polpa na constante cinética utilizando baixa dosagem de reagentes para três categorias de tamanho de partícula

O valor máximo da constante cinética ocorre em diferentes níveis de energia para cada tamanho de partícula, indicando que não há um único valor de energia transferida para flotação de apatita que apresente o melhor desempenho. Cada operação de flotação deve ter o nível de energia transferida à polpa na flotação adequada às características granulométricas no minério que está sendo flotado.

4.2.2 Flotação com alta concentração de coletor (80mg/L)

Elevando a dosagem de coletor, os comportamentos das curvas de recuperação em função do tempo foram similares os obtidos com baixa dosagem de reagentes, normalmente com a recuperação mais elevada.

A Figura 43 apresenta os resultados de recuperação com alta dosagem de coletor e o nível de energia mais baixo utilizado, de 0,1 kW/m³, condição próxima à ausência de energia transferida.

Utilizando 0,1 kW/m³, os finos foram as partículas que apresentaram a menor recuperação, próxima de 36% após 9 minutos de flotação, enquanto os grossos a recuperação foi próxima de 59%. As partículas intermediárias tiveram um

comportamento similar ao do desempenho global, com recuperação de 56% após nove minutos.

Figura 43 - Resultado de recuperação em função do tempo para teste de flotação com alta dosagem de coletor e energia dissipada de 0,1 kW/m³

A Figura 44 apresenta os resultados utilizando energia de 0,5 kW/m³ de polpa. Nesses resultados os comportamentos das curvas de recuperação dos grossos e dos finos invertem-se de posição. O aumento da agitação na célula de flotação elevou muito a recuperação das partículas finas, e prejudicou fortemente a recuperação das partículas grossas. As partículas intermediárias também apresentaram uma queda de recuperação como o aumento de energia, porém não tão expressivo como nas frações grossas.

Figura 44 - Resultado de recuperação em função do tempo para teste de flotação com alta dosagem de coletor e energia dissipada de 0,5 kW/m³

A Figura 45 apresenta os resultados de recuperação em função do tempo para diferentes tamanhos de partículas utilizando 1 kW/m³ e alta dosagem de reagentes confirmando os resultados obtidos com dosagem menor. Nesta condição, onde a agitação provocada pela oscilação das grades já é intensa, as partículas grossas apresentam uma recuperação muito inferior quando comparada com os resultados de recuperação obtidos com a menor agitação. Após nove minutos de flotação, a recuperação com 1 kW/m³ foi de 25% enquanto com 0,1 kW/m³ a recuperação dessa fração granulométrica era próxima de 60%.

Contrário ao desempenho dos grossos a recuperação da fração fina continua elevando-se com o aumento da energia transferida. A turbulência gerada pela oscilação das grades promove maior número de colisões entre bolhas e partículas, aumentando assim a probabilidade de adesão.

Figura 45 - Resultado de recuperação em função do tempo para teste de flotação com alta dosagem de coletor e energia dissipada de 1 kW/m³

Com o incremento de energia os comportamentos das curvas de diferentes granulometrias ficam mais explícitos, na Figura 46, que apresenta os resultados com o maior nível de energia dissipada à polpa, 2 kW/m³, é possível visualizar um bom desempenho para as partículas finas e um desempenho ruim para as partículas grossas, com as partículas intermediárias em desempenho intermediário.

Figura 46 - Resultado de recuperação em função do tempo para teste de flotação com alta dosagem de coletor e energia dissipada de 2 kW/m³

Os resultados de cinética de todos os testes com alta dosagem de reagentes são apresentados na Figura 47.

Figura 47 - Efeito da energia transferida para polpa na constante cinética utilizando alta dosagem de reagentes para três categorias de tamanho de partícula

Com o aumento da concentração de reagente, o comportamento dos resultados da constante cinética de flotação em função da energia dissipada, foram similares aos obtidos com baixa concentração, havendo um acréscimo nos valores devido ao aumento do ângulo de contato com a maior dosagem.

Gráficos comparativos do efeito da dosagem de coletor foram construídos e apresentados a seguir.

Na Figura 48 são apresentados os resultados de cinética para diferentes energias transferidas para a fração fina. A maior diferença dos valores de constante cinética entre os dois níveis de dosagem ocorre no menor valor de energia dissipada utilizado no estudo.

Figura 48 - Efeito da dosagem de reagente para diferentes dissipações de energia na flotação das partículas finas

Os resultados de cinética com comparativo das dosagens de coletor para as partículas de tamanho intermediários são apresentados na Figura 49.

Figura 49 - Efeito da dosagem de reagente para diferentes dissipações de energia na flotação das partículas de tamanho intermediário

Na Figura 50 são apresentados os resultados de cinética de flotação para os dois níveis de dosagem para as partículas grossas. Nesses resultados a maior diferença na taxa de flotação ocorreu também no menor nível de energia transferida.

Figura 50 - Efeito da dosagem de reagente para diferentes dissipações de energia na flotação das partículas grossas

O aumento da dosagem de coletor influenciou elevando a recuperação de apatita na flotação, isso é devido ao aumento da hidrofobicidade das partículas.

5 Conclusões

Os resultados obtidos no estudo da influência da dissipação de energia na cinética de flotação direta de apatita pura utilizando oleato de sódio como coletor obtidos no estudo permitiram chegar as seguintes conclusões:

- A utilização da célula de flotação OGC (*Oscilating Grid Cell*) desenvolvida pela Universidade de Cape Town é adequada para investigação do efeito da energia transferida no desempenho da flotação de apatita por promover um ambiente com turbulência isotrópica e regulável com possibilidade de medir a energia transferida.
- A cinética de flotação de apatita é fortemente influenciada pela energia transferida à polpa através da agitação durante a flotação, pelo tamanho de partículas e pela dosagem de coletor.
- As partículas finas requerem alta energia durante a flotação para promover a colisão entre as bolhas e as partículas, porém para partículas de tamanho intermediário ($>44\mu\text{m}$ $<150\mu\text{m}$) e grossas ($>150\mu\text{m}$) os elevados níveis de energia reduzem o valor da constante cinética de flotação.
- A flotação das partículas grossas é fortemente influenciada pelo destacamento, com isso qualquer aumento na turbulência é suficiente para prejudicar a flotação dessas partículas.
- O aumento da concentração do coletor eleva os valores da constante cinética para todos os tamanhos de partículas em todos os níveis de energia. Esse fenômeno é devido ao aumento da hidrofobicidade das partículas promovido pela concentração de coletor mais alta.
- Os valores mais expressivos do aumento da cinética de flotação devido ao aumento da concentração de coletor foram obtidos nos níveis mais baixos de potência transferida à polpa ($0,1\text{kW}\cdot\text{m}^{-3}$), sugerindo que a energia necessária para que ocorra a adesão e formação do APB (agregado partícula/bolha) é influenciada pela hidrofobicidade das partículas.

- Para partículas grossas o aumento da turbulência provoca uma redução no valor da constante cinética maior que os ganhos promovidos pelo aumento do coletor, indicando o efeito predominante das condições hidrodinâmicas no desempenho da flotação da fração grossa.

6 Sugestões para Trabalhos Futuros

É sugerido como continuidade do trabalho realizar avaliação do efeito da energia transferida utilizando uma célula de flotação convencional com o objetivo de comparar o efeito da energia em flotação em sistemas com diferentes padrões de agitação, célula com grade oscilante e impelidor/estator dos sistemas convencionais.

Sugere-se também realizar estudos do efeito da dissipação de energia com minérios fosfáticos e com outros minerais com objetivo de verificar um padrão da dissipação de energia na flotação.

Com base nos resultados é sugerido que a energia transferida à polpa na flotação seja medida e investigada nas unidades industriais, buscando condições que apresentem melhores desempenhos. Sugere-se também realizar separadamente a flotação de partículas grossas e finas utilizando células específicas para cada granulometria.

7 Referências Bibliográficas

AHMED, N.; JAMESON, G.J. **Flotation Kinetics**. Mineral Processing and Extrative Metallurgy Review, Vol. 5, p.77-99, 1989.

ALBINO, K.I.P.; GOROCHOVCEVA, N.; KLINGBERG, A.; LIMA, O.A. **New synthetic collector for the direct flotation of apatite from complex ore**. Anais do XXVI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, Poços de Caldas-MG, 18 a 22 de outubro 2015.

ALVES, F.E.; CHAVES, A.P. **Paulo Abib: O grande mestre da flotação no Brasil**. Capítulo 4 do livro Teoria e Prática do Tratamento de Minérios, Volume 4. 3ª Edição. Organizador: Chaves, A.P., p.105-114, 2013.

ANDERY, P.A. **Flotation of Phosphate-Containing Materials**. United States Patent 3,403,783 Patented Oct. 1, 1968.

ANDERSON, C.; HARRIS, M.C.; DEGLON, D.A. **Flotation in a novel oscillatory baffled column**. Minerals Engineering Vol. 22, p. 1079–1087, 2009.

AQUINO, J.A.; OLIVEIRA, M.L.; FERNANDES, M.D. **Flotação em Coluna**. Capítulo 11 do livro Tratamento de Minérios, editores Luz, A.B.; Sampaio, J.A. e Almeida, S.L.M. 4ª Edição, 858 p., 2004.

ATA, S. **Phenomena in the froth phase of flotation — A review**. International Journal of Mineral Processing, Volumes 102–103, p. 1-12, 25 January 2012.

BANASI, S.; FINCH, J.A. **Reconciliation of bubble size estimation methods using drift flux analysis**. Minerals Engineering, Vol 7, No. 12, p. 1555-1559, 1994.

BALTAR, C.A.M. **Flotação no Tratamento de Minério**. Livro publicado pelo Departamento de Engenharia de Minas/UFPE, 211 p., 2008.

BARBEE, C. J. **In-Plant testing of the Hydrofloat separator for coarse phosphate recovery**. Dissertação de Mestrado - Faculty of the Virginia Polytechnic Institute and State University, 2007.

BARROS, L.A.F. **Concentração de Minérios Fosfáticos**. Capítulo 5 do livro Teoria e Prática do Tratamento de Minérios, Volume 4. 3ª Edição. Organizador: Chaves, A.P., p.116-156, 2013.

BLOOM, F.; HEINDEL, T.H. **On the structure of collision and detachment frequencies in flotation models**. Chemical Engineering Science Vol.57 p. 2467-2473, 2002.

BRANDÃO, P.R.G.; CAIRES, L.G.; QUEIROZ, D.S.B. **Vegetable Lipid Oil-Based Collectors in the Flotation of Apatite Ores**. Minerals Engineering, v. 7, p. 917-925, 1994.

CHANGUNDA, K.; HARRIS, M.; DEGLON, D.A. **Investigating the effect of energy input on flotation kinetics in an oscillating grid flotation cell.** Minerals Engineering, vol. 21, p.924–929, 2008.

CHAVES, A.P.; RODRIGUES, W.J. **Máquinas de flotação.** Em Teoria e Prática do Tratamento de Minérios. Volume 4. Flotação - O Estado da Arte no Brasil, 3ª Edição. Organizador: Arthur Pinto Chaves. Cap. 2, p. 40-64, 2013.

CHAVES, A.P.; LEAL FILHO, L.S. **Flotação.** Em Tratamento de Minérios, Organizadores: Luz, A.B., Sampaio, J.A e Almeida S.L.M. 4ª Edição. Cap.10, p. 409-455, 2004.

CHAU, T.T., **A review of factors that affect contact angle and implications for flotation practice.** Advances in Colloid and Interface Science, vol. 150, p. 106-115, 2009a.

CHAU, T.T. **A review of techniques for measurement of contact angles and their applicability on mineral surfaces.** Minerals Engineering, vol. 22, p. 213-219, 2009b.

CHEN, F.; GOMEZ, C.O.; FINCH, J.A. **Bubble Size Measurement in Flotation Machines.** Minerals Engineering, vol. 14, No. 4, p. 427-432, 2001.

COLLINGS, G.L.; JAMESON, G.L. **Experiments on the flotation of fine particles. The influence of particles size and charge.** Chem. Eng. Sci., v.31, p. 985-991, 1976.

CONTRERAS, F.; YIANATOS, J.; VINNETT, L. **On the froth transport modelling in industrial flotation cells.** Minerals Engineering, vol. 41, p. 17-24, Fev. 2013.

COSTA, D.S.; ALVES, A.S.; BUDKE, R.; MENDES, R.M.M.; PERES, A.E.C. **Flotabilidade de apatita usando óleos vegetais da Amazônia como coletores** – Anais do XXIV Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, ENTMME. Salvador/Bahia, 2011.

DANCKWERTS P.V. **The definition and measurement of some characteristics of mixtures.** Applied Scientific Research, Section A, vol. 3, Issue 4, p. 279-296, Jul. 1952.

DE FERRAN, A.P.N. **A Mineração e a Flotação no Brasil – Uma abordagem histórica.** Publicação do Departamento Nacional da Produção Mineral (DNPM) Nono distrito, Rio de Janeiro, 126 p., 2007.

DE WITT, C.C. **Froth flotation concentration.** Industrial and Engineering Chemistry. Separations Operations, vol. 32, No 5, 1940.

DEGLON, D.A. **A hydrodynamic investigation of fine particle flotation in a batch flotation cell.** Tese de Doutorado. Departamento de Engenharia Química, University of Cape Town, 1998.

DEGLON, D. **The effect of agitation on the flotation of platinum ores.** Minerals Engineering, vol. 18 (8) p. 839-844 Jul., 2005.

DEGLON, D.; EGYA-MENSAH, D.; FRANZIDIS, J. **Review of hydrodynamics and gas dispersion in flotation cells on south african platinum concentrators.** Mineral Engineering 13 (3), p 235-244, 2000.

DEGLON, D. A.; SAWYERR, F.; O'CONNOR, C.T. **A model to relate the flotation rate constant and the bubble surface area flux in mechanical flotation cells -** Minerals Engineering, Volume 12, Issue 6, p 599–608, Jun., 1999.

DERJAGUIN, B.V.; DUKHIN, S.S. **Theory of flotation of small and medium-size particles.** Transactions of the Institute of Mining and Metallurgy. No. 70, p.221-246, 1960.

DOBBY, G.S.; YIANATOS, J.B.; FINCH, J.A. **Estimation of bubble diameter in flotation columns from drift flux analysis.** Canadian Metallurgical Quarterly, Volume 27, No. 2, p. 85-90, 1988.

EK, C. **Flotation kinetics.** In: Innovations in flotation technology. P. Mavros and K. A. Matis (Eds), p. 183-210, 1992.

EMER, C; JAMESON, G.J. **Coarse particle flotation in fluidized beds.** Flotation '15 Conference, Cidade do Cabo, África do Sul, Draft paper, 2015.

ENGLERT, A.H. **Flotação por ar dissolvido (FAD) de micropartículas, caracterização de microbolhas e medidas de força de interação bolha-partícula.** Tese de doutorado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, UFRGS, 139 p., 2008.

ENGLERT, A.H.; KRASOWSKA, M.; FORNASIERO, D.; RALSTON, J.; RUBIO J. **Interaction force between an air bubble and a hydrophilic spherical particle in water, measured by the colloid probe technique.** International Journal of Mineral Processing, vol. 92, Issues 3–4, p. 121-127, 2009.

ERIEZ. **Hydrofloat Flotation.** Brochura comercial acessada através da página na internet: <<https://www.eriezflotation.com/flotation/hydrofloat-separator/>>. Acessado em 11 de março 2016.

FALUTSU, M; DOBBY. G.S. **Direct measurement of froth drop back and collection zone recovery in a laboratory flotation column.** Minerals Engineering, vol. 2, No. 3, p. 377-386, 1989.

FINCH, J.A.; XIAO, J.; HARDIE C.; GOMEZ C.O. **Gas Dispersion Properties: Bubble Surface Area Flux and Gas Holdup.** Minerals Engineering, Vol. 13, No. 4, pp. 365-372, 2000.

FLSMIDTH. **WEMCO Flotation**. Brochura comercial acessada através da página na internet: <<http://www.flsmidth.com/en-US/Industries/Categories/Products/Flotation/WEMCOFlotation/WEMCOFlotation>>. Acessado em 11 de março 2016.

FRANÇA, S.C.A.; COUTO, H.J.B. **Análise microgranulométrica – Malvern e Sedigraph**. Capítulo 5 do livro Tratamento de Minérios Práticas Laboratoriais, Editores: Sampaio, J.A., França, S.C.A., Braga, P.F.A. p. 99-122, 2007.

FUERSTENAU, D.W.; RAGHAVAN, S. **Some aspects of flotation thermodynamics**. Capítulo do livro: Froth Flotation: A Century of Innovation, Editores: M.C. Fuerstenau, G. Jameson e Roe-Hoan Yoon, 891 p., 2007.

FUERSTENAU, D.W. **A Century of Developments in the Chemistry of Flotation Processing**. Capítulo do livro: Froth Flotation: A Century of Innovation, Editores M.C. Fuerstenau, G. Jameson e Roe-Hoan Yoon, 891 p., 2007.

GOMEZ, C.O.; FINCH, J.A. **Gas dispersion measurements in flotation cells**. International Journal of Mineral Processing, vol. 84, Issues 1-4, p. 51-58, 19 October 2007;

GONTIJO, C.F. **Coarse Particle Flotation**. Tese de doutorado do Ian Wark Research Institute - University of South Australia, 2009.

GORAIN, B.K.; ORAVAINEN, H.; ALLENIUS, H.; PEAKER, R.; WEBER, A.; TRACYZK, F. **Mechanical Froth Flotation Cells**. Capítulo do Livro Froth Flotation: A Century of Innovation, Editores Fuerstenau, M.C.; Jameson, G. e Yoon R.H., p. 637-680, 2007.

GORAIN, B.K.; FRANZIDIS, J.P.; MANLAPIG, E.V. **Studies on impeller type, impeller speed and air flow rate in industrial scale flotation cell – part 1: Effect on bubble size distribution**. Minerals Engineering, Vol 8(6); p. 615-635, 1995.

GRANO, S. **Effect of impeller rotational speed on the size dependent flotation rate of galena in full scale plant cells**. Minerals Engineering, No19, p. 1307-1318, 2006.

GRAU, R.A.; HEISKANEN, K. **Bubble size distribution in laboratory scale flotation cells**. Minerals Engineering, No 18, p. 1164–1172, 2005.

GRAU, R.A.; HEISKANEN, K. **Gas dispersion measurements in a flotation cell**. Minerals Engineering, No 16, p. 1081-1089, 2003.

GRAU, R.; HEISKANEN, K. **Visual technique for measuring bubble size in flotation machines**. Minerals Engineering 15 (7), p. 507–513, 2002.

GUIMARÃES, R.C.; ARAUJO, A.C.; PERES, A.E.C. **Reagents in igneous phosphate ores flotation**. Minerals Engineering, No 18, p.199–204, 2005.

HERNANDEZ-AGUILAR, J.R.; COLEMAN, R.G.; GOMEZ, C.O.; FINCH, J.A. **A comparison between capillary and imaging techniques for sizing bubbles in flotation systems**. Minerals Engineering, vol 17(1); p. 53-61, 2004.

JAMESON, G.J, - **New directions in flotation machine design** – Minerals Engineering, vol.23 Issue 11-13, pp-835-841, Outubro 2010

JKTECH. **JKTech Products - Specialist Equipment and Software**. Brochura comercial, acessada na página de internet <www.jktech.com.au>, no dia 20 de Dezembro de 2015.

KING, R.P. **Flotation of fine particles**. In: Principles of Flotation, Ed. King, R. P., South Africa Institute of Mining and Metallurgy, Johannesburg, p. 215-226, 1982.

KOH P. T. L; SCHWARZ, M. P. **CFD modelling of bubble–particle attachments in flotation cells**. Minerals Engineering, vol. 19, Issues 6-8, p. 619-626, May-July 2006.

KOHMUENCH, J.N.; MANKOSA, M.J.; KENNEDY, D.G.; YASALONIS, J.L.; TAYLOR, G.B.; LUTTRELL G.H. **Implementation of the HydroFloat technology at the South Fort Meade Mine**. Minerals & Metallurgical Processing, vol. 24 No. 4, November 2007.

KOHMUENCH, J.; MANKOSA, M.; WYSLOUZIL, H.; FUREY, J.; LIBERATO, R. E LUTTRELL, G. **Phosphate Flotation-From Boulders to Bug-Dust**. In. Beneficiation of phosphates: technology advance and adoption, Edited P. Zhang, K. Swager, L. Leal Filho e H. El Shall, 2010.

LEAL FILHO, L. S.; RODRIGUES, W. J.; RALSTON, J. **Importance of hydrodynamics in coarse particle flotation**. In: Proceedings of the International Conference: Flotation and Flocculation from Fundamentals to Applications. Adelaide: Ian Wark Research Institute. p. 1-10, 2002.

LEAL FILHO, L.S.; RODRIGUES, W.J.; LIMA, O.A.; DE BARROS, L.A.F. **The Role of Hydrodynamics in Coarse Apatite Flotation**. Beneficiation of Phosphates: Technology and Sustainability, Editores: P. Zhang; J. Miller; H. El-Shall; R. Stana. Capítulo 3, p. 25-36, 2006.

LELINSKI, D.; CALDWELL, K.; YANG, Y.; OLSON, T.; TRACZYK, F.; JESPERSEN, M. **Industrial application of the 660 m3 SuperCell™ equipped with the nextSTEP™ rotor and stator**. Flotation '15 Conference, Cidade do Cabo, África do Sul, Draft Paper, 2015.

LELINSKI, D.; ALLEN, J.; REDDEN, L.; WEBER, A. **Analysis of the residence time distribution in large flotation machines**. Minerals Engineering, vol 15, p. 499–505, 2002.

LIMA, O.A. **Suspensão de partículas grossas em células mecânicas de flotação**. Tese de doutorado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo, 230 p., 2009.

LIMA, O.A.; LEAL FILHO, L.S.; BARBOSA, F.S. **Caracterização hidrodinâmica de células mecânicas de flotação: capacidade de bombeamento de célula Denver de laboratório.** REM: Revista Escola de Minas, Ouro Preto, 59 (4): 415-419, out. dez., 2006.

LIMA, O.A.; LEAL FILHO, L.S.; SILVA, A.L.; MOURA A.J. **Distribuição de tempos de residência da polpa em células mecânicas de flotação.** REM: Revista Escola de Minas, Ouro Preto, 58(3): 213-218, jul. set. 2005.

LIMA, O.A.; MARQUES, C. V. P.; LEAL FILHO, L.S. **Suspension of apatite particles in a self-aerated Denver laboratory flotation cell.** Minerals & Metallurgical Processing, v. 26, p. 74-78, 2009.

MALVERN. **Mastersizer 2000 Support.** Disponível na página de internet: <<http://www.malvern.com/en/support/product-support/mastersizer-range/mastersizer-2000/>>. Acessado em 3 de março de 2016.

MARTINS, M. **Molhabilidade da apatite e sua influência na flotação.** Tese de doutorado. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo, 119 p., 2009.

MARTINS, M.; LEAL FILHO, L.S.; PAREKH, B.K. **Surface tension of flotation solution and its influence on the selectivity of the separation between apatite and gangue minerals.** In Minerals & Metallurgical Processing, vol. 26, No. 2. May 2009a.

MARTINS, M., LIMA, O.A.; LEAL FILHO, L.S. **Determinação de ângulo de contato pelo método da ascensão capilar: análise hidrodinâmica do sistema.** In: XXIII Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, Gramado, RS v.1. p. 385-392, 2009b.

MASSEY, W.T. **Investigating the Effect of Energy Dissipation on Flotation Kinetics in an Oscillating Grid Flotation Cell.** Dissertação de Mestrado, Department of Chemical Engineering, University of Cape Town, 87 p., 2011.

MASSEY, W.T.; HARRIS, M.C.; DEGLON, D.A. **The effect of energy input on the flotation of quartz in an oscillating grid flotation cell.** Minerals Engineering vol. 36–38. pp. 145–151, 2012.

MATIOLO, E.; TESTA, F.; YIANATOS, J.; RUBIO, J. **On the gas dispersion measurements in the collection zone of flotation columns.** International Journal of Mineral Processing, vol. 99, Issues 1-4, p. 78-83, 8 May 2011.

MATIOLO, E.; GONZAGA, L.M.; GUEDES, A.L. **Flotação reversa com o uso de gás carbônico aplicada ao minério fósforo-uranífero de Santa Quitéria.** Anais do XXVI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa - Poços de Caldas-MG, 18 a 22 de Outubro 2015.

MCFADZEAN, B.; MAROZVA, T.; WIESE, J. **Flotation frother mixtures: Decoupling the sub-processes of froth stability, froth recovery and entrainment** - Minerals Engineering, Volume 85, Pages 72-79, January 2016.

MELO, F.; LASKOWSKI J.S. **Fundamental properties of flotation frothers and their effect on flotation**. Minerals Engineering, vol. 19, p. 766–773, 2006.

MIETTINEN, T.; RALSTON, J.; FORNASIERO, D. **The limits of fine particle flotation**. Minerals Engineering, vol.20, p. 420-437, 2010.

NELSON, M.G.; LELINSKI, D. **Hydrodynamics design of self-aerating flotation Machines**. Minerals Engineering, vol. 13, No. 10-11, p. 991-998, 2000.

NESSET, J.E.; HERNANDEZ-AGUILAR, J.R.; ACUNA, C.; GOMEZ, C.O.; FINCH, J.A. **Some gas dispersion characteristics of mechanical flotation machines**. Minerals Engineering, No. 19, p. 807–815, 2006.

NGUYEN A.V.; NALASKOWSKI J.; MILLER, J.D. **A study of bubble–particle interaction using atomic force microscopy**. Minerals Engineering, vol. 16, p. 1173–1181, 2003.

NGUYEN, A.V.; SCHULZE, H.J.; RALSTON, J. **Elementary steps in particle-bubble attachment**. International Journal of Mineral processing, vol. 51 (1), p. 183-195, 1997.

OLIVEIRA, J.A. **Grau de saponificação de óleos vegetais na flotação seletiva de apatita de minério carbonatítico**, Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral da Universidade Federal de Ouro Preto, 2005.

OLIVEIRA, C.; POMPEO, A.A.; SEGER, M.A.; RODRIGUES, R.T. **Desenvolvimento de um sistema de medição, monitoramento e controle do tamanho de bolha em uma coluna de flotação minipiloto**. Anais do XXVI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa Poços de Caldas-MG, 18 a 22 de Outubro de 2015.

OUTOTEC, **Outotec TankCell**. Brochura técnica acessada na página da internet <<http://www.outotec.com/tankcell>>. Acessado em 11 de março 2016.

PAIVA, M.; RUBIO, J. **Factors affecting the floto-elutriation process efficiency of a copper sulfide mineral**. Minerals Engineering, v. 86, p. 59-65, 2016.

PEASE, J.D.; CURRY, D.C.; YOUNG, M.F. **Designing flotation circuits for high fines recovery**. Minerals Engineering, vol. 19, Issues 6-8, p. 831-840, May-July 2006.

PERES, A.E.C.; ARAUJO, A.C.; EL-SHALL, H.; ZHANG, P.; ABDEL-KHALEK. **Plant Practice: Nonsulfide Minerals**. Capítulo do livro: Froth Flotation: A Century of Innovation, Editores M.C. Fuerstenau, G. Jameson e Roe-Hoan Yoon, p. 845-868, 2007.

PERRY, R. H.; GREEN, D. W. **Perry's chemical engineers' handbook**. McGraw Hill Editors, 2640 p. 7ª edição, 1997.

PYKE, B.; FORNASIERO, D.; RALSTON, J. **Bubble particle heterocoagulation under turbulent conditions**. Journal of Colloid and Interface Science 265(1): p. 141-151, 2003.

RALSTON, J.; FORNASIERO, D.; HAYES, R. **Bubble-particle attachment and detachment in flotation**. International Journal of Mineral Processing, vol. 56, p. 133-164, 1999.

RANDALL, E.W.; GOODALL, C.M.; FAIRLAMB, P.M.; DOLD, P.L.; O'CONNOR, C.T. **A method for measuring the sizes of bubbles in two and three phase systems**. J. Phys. E: Sci. Instrum. vol. 22, p. 827-833, 1989.

ROCHA, B.G. **Análises Preliminares de Desempenho do Circuito de Moagem da Vale Fertilizantes de Araxá-MG**. Dissertação de Mestrado. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo, 2013.

RODRIGUES, R.T.; RUBIO, J. **New basis for measuring the size distribution of bubbles**. Minerals Engineering, vol. 16, Issue 8, p. 757-765, August 2003.

RODRIGUES, R.T. **Desenvolvimento da Técnica LTM-BSizer para a Caracterização de Bolhas e Avaliação de Parâmetros no Processo de Flotação**. Tese de Doutorado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGEM/UFRGS, 2004.

RODRIGUES, W.J. **Mecanismo de flotação de partículas grossas em células mecânicas: influência das variáveis hidrodinâmicas e suas implicações cinéticas**. Tese de Doutorado. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo, 131 p., 2010.

RODRIGUES, W.J.; LEAL FILHO, L.S.; MASINI, E.A. **Hydrodynamics dimensionless parameters and their influence on flotation performance of coarse particles**. Minerals Engineering, vol. 14, No. 9, p. 1047-1054, 2001.

RODRIGUES, W.J.; LEAL FILHO, L.S. **Importância da hidrodinâmica na cinética de flotação de partículas grossas**. REM: Revista Escola de Minas, Ouro Preto, 63(4): p. 615-620, out. dez. 2010.

ROSS, V.E. **Interpretation of froth data to study the detachment of floating particles in flotation froths**. Minerals Engineering, vol. 3, No. 5, p. 525-531, 1990.

RUBIO, J.; NUNES, D. G.; CAPPONI, F. N.; MATIOLO, E. ; BERKOWITZ, G.; GUERRERO, C. P. **Advances in flotation of minerals fines**. In: XII-International Mineral Processing Congress, 2003, Cape Town-África do Sul. Proceedings XII-International Mineral Processing Congress, p. 1014-1022, 2003.

RUBIO, J. **Modified column flotation of mineral particles**. International Journal of Mineral Processing, vol. 48, Issues 3–4, p. 183–196, December 1996.

SAFARI, M.; HARRIS, M.C.; DEGLON D.A. **The effect of energy input on the flotation kinetics of galena in an oscillating grid flotation cell**. In Anais do Congresso Flotation '13, Cape Town, África do Sul, 2013.

SAFARI, M.; HARRIS, M.; DEGLON, D.; LEAL FILHO, L.S.; TESTA, F.G. **The effect of energy input on flotation kinetics**. Flotation '15 Conference, Draft Paper. Cape Town, 2015;

SCHUBERT, H. **On the turbulence-controlled microprocesses in flotation machines**. International Journal of Mineral Processing, vol. 56, p. 257-276, 1999.

SCHULZE, H. J. **New theoretical and experimental investigations on stability of bubble/particle aggregates in flotation: a theory on the upper particle size of floatability**. International Journal of Mineral Processing, vol. 4, p. 241-259, 1977.

SCHULZE, H. J. **Hydrodynamics of Bubble-Mineral Particle Collisions**. Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review, vol. 5, p. 43-76, 1989.

SCHWARZ, S.; ALEXANDER, D. **Gas dispersion measurements in industrial flotation cells**. Minerals Engineering, vol.19. p. 554–560, 2006.

SIEBOLD, A.; NARDIN, M.; SCHULTZ, J.; WALLISER, A.; OPPLIGER, M. **Effect of dynamic contact angle on capillary rise phenomena**. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, vol.161, Issue 1, p. 81-87, 15 January 2000.

SIS, H.; CHANDER, S. **Adsorption and contact angle of single and binary mixtures of surfactants on apatite**. Minerals Engineering, vol.16, p. 839–848, 2003a.

SIS, H.; CHANDER, S. **Reagents used in the flotation of phosphate ores: a critical review**. Minerals Engineering, vol.16, p. 577–585, 2003b.

SOUZA PINTO, T.C.; BRAGA, A.S.; VIANA, L.O.; LEAL FILHO, L.S. **Caracterização hidrodinâmica e metalúrgica de banco industrial de flotação para purificação de calcário**. Anais do XXVI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa - Poços de Caldas-MG, 18 a 22 de Outubro 2015.

TAKATA, L.A.; VALLE, T. **Flotação em Coluna**. Em Teoria e Prática do Tratamento de Minérios. Volume 4. Flotação - O Estado da Arte no Brasil, 3ª Edição. Organizador: Arthur Pinto Chaves. Capítulo 3, p.65-104, 2013.

TABOSA, E.O. **Flotação com reciclo de concentrados (FRC) para recuperação de finos de minérios: fundamentos e aplicações**. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, UFRGS, 2007.

TABOSA, E.; RUNGE, K.; HOLTHAM, P. **The effect of cell hydrodynamics on flotation kinetics**. Anais do XXVII International Mineral Processing Congress, Santiago, Chile, 2014.

TABOSA, E.; RUNGE, K.; HOLTHAM, P.; DUFFY, K. **Improving flotation energy efficiency by optimizing cell hydrodynamics**. Flotation '15, Draft Paper. Cape Town, 2015;

TESTA, F.G. **Avanço na flotação de finos de minério com condicionamento em alta intensidade**. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, UFRGS, 2008,

TESTA, F.G.; NASCIMENTO, A.L.; DUARTE, F.E.; YAN, E. **Estudo piloto de flotação de grossos utilizando hydrofloat com minério fosfático de Cajati – SP**. XXIV Encontro Nacional de Trantamento de Minérios e Metalurgia Extrativa – Salvador / Bahia, 2011.

TOJO, K.; MIYANAMI, K.; MINAMI, I.; YANO, T. **Power Dissipation in Vibrating Disc Column**. The Chemical Engineering Journal and the Biochemical Engineering Journal, vol. 17 (3), p. 211-218, May 1979.

TUCKER, J.P.; DEGLON, D.A.; FRANZIDIS, J.P.; HARRIS, M.C.; O'CONNOR, C.T. **An evaluation of a direct method of bubble size distribution measurement in a laboratory batch flotation cell**. Minerals Engineering, vol 7, Issues 5–6, p. 667-680, May–June 1994.

VALDERRAMA, L.; RUBIO, J. **Unconventional column flotation of low-grade gold fine particles from tailings**. International Journal of Mineral Processing, vol. 86, Issues 1–4, 28, p. 75–84, March 2008.

VAN DER WESTHUIZEN, A.P.; DEGLON, D.A. **Evaluation of solids suspension in a pilot-scale mechanical flotation cell: The critical impeller speed**. Minerals Engineering, vol. 20, p. 233–240, 2007.

VINNETT, L.; ALVAREZ-SILVA, M.; JAQUES, A.; YIANATOS, J. **Batch flotation kinetics: Fractional calculus approach**. Minerals Engineering, vol. 77, p. 167-171, June 2015.

YIANATOS, J.B.; FINCH, J.A.; DOBBY, G.S.; MANQIU XU. **Bubble Size Estimation in a Bubble Swarm**. Journal of Colloid and Interface Science, vol. 126 No.1, Novembro 1988.

YIANATOS, J.; BERGH, L.; CONDORI, P. E AGUILERA, J. **Hydrodynamic and metallurgical characterization of industrial flotation banks for control purposes**. Minerals Engineering, vol. 14, No. 9, p 1033-1046, 2001.

YIANATOS, J.; BERGH, L.G.; CORTÉS, G.A. **Froth zone modelling of an industrial flotation column**. Minerals Engineering, vol. 11, Issue 5, p. 423-435, May 1998.

YIANATOS, J.B. **Fluid Flow and Kinetic Modelling In Flotation Related Processes. Columns and Mechanically Agitated Cells-A Review.** Trans IChemE, Part A, Chemical Engineering Research and Design, vol. 85(A12), p. 1591–1603, 2007.

YUAN, Y.; LEE, T.R. **Contact Angle and Wetting Properties.** Capítulo 1 do Livro Surface Science Techniques, Springer Series in Surface Sciences, Volume 51 Editores: Gianangelo Bracco e Bodil Holst, p. 3-34, 2013.

WASHBURN, E.W. **The dynamics of capillary flow.** Physical Review. Second Series Vol. XVII, No. 3, Março, 1921.

WILLS, B.A.; NAPIER-MUNN, T. **Minerals Processing Technology.** 7a edição, Elsevier Science & Technology Books, 440 p., 2006.

ZHOU, Z.A.; EGIEBOR, N.O. **A gas-liquid drift-flux model for flotation columns.** Minerals Engineering, vol. 6, No. 2, p. 199-205, 1993.

ZHENGCHANG, S.; MING, Z.; SHUAIXING, S.; XUESAI, F. **Hydrodynamic Analysis of a 680m³ Mechanical Agitated Flotation Cell.** Flotation '15 Conference, Cape Town, África do Sul, Draft paper, 2015.