



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



ESTUDO DA GERAÇÃO DE BOLHAS DE DIVERSOS TAMANHOS
EM COLUNA DE FLOTAÇÃO

Angelica da Silva Reis

Uberlândia - MG

2015



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



ESTUDO DA GERAÇÃO DE BOLHAS DE DIVERSOS TAMANHOS
EM COLUNA DE FLOTAÇÃO

Angelica da Silva Reis

Orientador: Marcos Antonio de Souza
Barrozo

Dissertação de mestrado
apresentada ao Programa de Pós-
Graduação em Engenharia Química da
Universidade Federal de Uberlândia
como parte dos requisitos necessários à
obtenção do título de Mestre em
Engenharia Química, área de
concentração em Pesquisa e
Desenvolvimento de Processos Químicos.

Uberlândia - MG

2015

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

R375e Reis, Angelica da Silva, 1989-
2015 Estudo da geração de bolhas de diversos tamanhos em coluna de
flotação / Angelica da Silva Reis. - 2015.
112 f. : il.

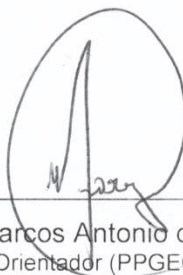
Orientador: Marcos Antonio de Souza Barrozo.
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia,
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química.
Inclui bibliografia.

1. Engenharia química - Teses. 2. Flotação - Teses. 3. - Teses. 4. -
Teses. I. Barrozo, Marcos Antonio de Souza. II. Universidade Federal de
Uberlândia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. III.
Título.

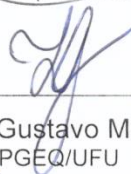
CDU: 66.0

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM ENGENHARIA QUÍMICA, EM 10 DE FEVEREIRO DE 2015.

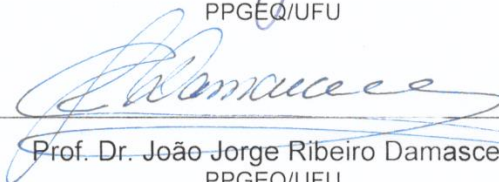
BANCA EXAMINADORA



Prof. Dr. Marcos Antonio de Souza Barrozo
Orientador (PPGEQ/UFU)



Prof. Dr. Luiz Gustavo Martins Vieira
PPGEQ/UFU



Prof. Dr. João Jorge Ribeiro Damasceno
PPGEQ/UFU



Profª. Drª. Mariana Alves dos Santos
CEFET/MG

Dedico aos meus pais, minha irmã e ao meu amado e
para sempre em meu coração vovô Geraldo.

“Combati o bom combate, terminei a minha carreira, guardei a FÉ!”

(2 Timóteo 4,7)

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a DEUS, que foi quem primeiro sonhou com esse mestrado e com todo o seu amor de Pai e seu poder me sustentou, me conduzindo durante todo esse tempo. Obrigada Senhor, pelo sustento de todos os dias na eucaristia, o auxílio do Espírito Santo que foi quem me deu sabedoria e inteligência para realizar todas as coisas e pelo colo da Virgem Maria que esteve o tempo todo do meu lado intercedendo por mim e não me deixando desistir.

Com eterna gratidão, quero agradecer o apoio e amor incondicional dos meus pais Roberto e Zenóbia, por serem meu sustento, sempre me dando forças, torcendo por mim e providenciando tudo para que nada me faltasse. Amo vocês.

Agradeço também, de modo muito especial, à torcida e todo apoio de minha maninha Gabi. Obrigada por estar sempre ao meu lado me incentivando, me alegrando e por ser essa irmã, amiga, companheira.

A toda minha família pelo apoio, orações e por acreditarem em mim.

Com o coração grato, agradeço à orientação e amizade do professor Marquinhos, que desde a graduação tem me ensinado não apenas a ser engenheira, pesquisadora, mas também a ser gente, humana. Muito obrigada por toda ajuda e compreensão durante todo esse tempo.

Ao apoio e toda ajuda oferecida para o desenvolvimento desse projeto do Eng. Fabiano Capponi e do professor e amigo Ricardinho. Agradeço também a preciosa colaboração dos membros da banca avaliadora Mariana, Luiz Gustavo e Damasceno.

À ajuda dos meus alunos e amigos de IC Pedro, Argileu, Fernanda, Guilherme, Suélen (agora já colega de mestrado) vocês foram parte fundamental para que esse trabalho fosse realizado, muito obrigada pelo carinho, apoio e toda a disposição e dedicação de vocês.

Com um carinho enorme quero agradecer a todos os meus amigos do laboratório de Sistemas Particulados: Gláucia, Diogo, Priscila, Geraldo, Tiago, Irineu, Dyrney, Diovanina, Laiane, Rondinele, Ana Paula, Renata, Mariana, muito obrigada pelo apoio, ajuda, colaboração.

Sussu um agradecimento especial a você pela amizade desde a graduação, no mestrado, pela ajuda, por dividirmos o mestrado, a sala, as coisas da vida, muito obrigado pelo apoio amiga.

Aos funcionários da FEQUI/UFU Cecília, Silvino, Cléo, Roberta, Tiaguinho, Ulisses, Humberto, Dona Ione, Cida pelo apoio técnico prestado.

À Vale Fertilizantes de Tapira/MG, sobretudo na pessoa do Eng. Fernando Brandão, e também a empresa Mettler Toledo nas pessoas do Roberto e Fábio pelo suporte material, técnico e tecnológico.

Quero agradecer a todos os meus amigos que de longe ou de perto me apoiaram nesse mestrado. Muito obrigado amigos e família MUR, RCC, Apostolado do Espírito Santo pelo apoio e orações.

À Universidade Federal de Uberlândia e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química pelos recursos oferecidos para realização deste trabalho.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo suporte financeiro e viabilização deste trabalho.

A todos que direta ou indiretamente contribuíram para conclusão deste trabalho, meus sinceros agradecimentos.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	i
LISTA DE TABELAS	v
LISTA DE ABREVIATURAS.....	vii
LISTA DE SÍMBOLOS	viii
RESUMO.....	x
ABSTRACT	xi
CAPÍTULO 1 INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1. O Processo de Flotação no Beneficiamento Mineral.....	4
2.2. Colunas de flotação.....	6
2.3. Fundamentos e mecanismos da flotação.....	7
2.3.1. Colisão	9
2.3.2. Adesão	12
2.3.3. Estabilidade dos agregados.....	12
2.4. Propriedades da dispersão gás-líquido.....	13
2.4.1. Velocidade Superficial de gás e de líquido.....	13
2.4.2. Holdup	15
2.4.3. Tamanho de bolhas	16
2.4.4. Fluxo superficial de bolhas (S_b).....	17
2.4.5. Bias	17
2.5. Sistemas de aeração	18
2.5.1. Aeradores internos	18
2.5.2. Aeradores externos	19
2.6. Tamanho de Bolha e Flotação	21
2.6.1. Tamanho de bolha e holdup.....	22
2.6.2. Tamanho de bolha e tensoativos.....	24
2.6.3. Tamanho de bolha e partículas finas	27
2.7. Determinação do tamanho de bolha	29
2.7.1. Técnicas de filmagem	31

2.7.2. Medidas de tamanho de bolha na fase de espuma	35
CAPÍTULO 3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	37
3.1. Fluxograma do trabalho	37
3.2. Unidade Experimental	37
3.3. Método <i>offline</i>	40
3.3.1. Metodologia para medida do diâmetro de bolha	40
3.3.2. Metodologia para medida do holdup	42
3.3.3. Metodologia para medida da tensão superficial	43
3.3.4. Planejamento experimental para o método off-line.....	44
3.4. Método <i>online</i>	53
3.4.1. Metodologia para medida do diâmetro de bolha	53
3.4.2. Planejamento experimental para o método online.....	55
CAPÍTULO 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	60
4.1. Resultados para o sistema ar-água – sem tensoativo	60
4.1.1. Resultados do Planejamento Fatorial 1 (PF1) e do Planejamento Fatorial 2 (PF2)	60
4.1.2. Planejamento Composto Central 1 (PCC1)	64
4.2. Resultados para o sistema ar-água – com tensoativo.....	71
4.2.1. Testes Preliminares (TP1).....	71
4.2.2. Planejamento Fatorial 3 e Planejamento Fatorial Fracionário (PF3/PFF).....	74
4.2.3. Planejamento Fatorial 3 (PF3).....	77
4.2.4. Planejamento Composto Central (PCC2)	79
4.3. Resultados do método <i>online</i>	93
4.3.1. Resultados dos testes para o sistema ar-água	93
4.3.2. Resultados para a flotação de minério	94
CAPÍTULO 5 CONCLUSÕES	104
5.1. Principais Conclusões.....	104
5.2. Sugestões para trabalhos futuros	105
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	107

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1: Regiões de uma coluna de flotação (Fonte: SANTANA, 2011).....	7
Figura 2.2: Mecanismos de recuperação (Fonte: CAPPONI, 2009 <i>apud</i> SANTOS,M. 2010).....	8
Figura 2.3: Fenômeno de captura (colisão + adesão) de uma partícula dentro de um raio crítico R_c e trajetórias de partículas de vários tamanhos e densidades, (1) não inercial, (2) Browniana, (3) fracamente inercial, (4) fortemente inercial e (5) linha de fluxo. (Fonte: CAPPONI, 2005).....	11
Figura 2.4: Fenômeno de captura bolha-partícula: (a) aproximação bolha-partícula; (b) colisão bolha-partícula; (c) indução – tempo de afinamento do filme líquido; (d) ruptura do filme líquido e formação do ângulo de contato (Fonte: TABOSA, 2007).....	13
Figura 2.5: Medida de pressão em uma coluna de flotação (Fonte: DOBBY <i>et al.</i> , 1988).	16
Figura 2.6: Aerador interno rígido – microporoso.	19
Figura 2.7: Aerador externo do tipo lanças perfuradas.	19
Figura 2.8: Aerador externo do tipo SlamJet.....	20
Figura 2.9: Esquema da utilização do sistema de aeração com contato polpa-ar.....	20
Figura 2.10: Aerador externo do tipo (a) misturador estático e (b) tubo Venturi.....	21
Figura 2.11: Esquema do aerador Imox utilizado na geração de bolhas com tamanho intermediário por Filippov <i>et al.</i> (2000).	26
Figura 2.12 : Método de filmagem não intrusiva desenvolvida por Diaz-Penafiel e Dobby (1994).....	32
Figura 2.13: Esquema representativo da técnica de filmagem não-intrusiva <i>LIF-SABS</i> (Fonte: BUSCIGLIO <i>et al.</i> 2013).....	32
Figura 2.14: Esquema representativo do analisador de tamanho de bolhas HUT e uma imagem obtida a partir dessa técnica (Fonte: GRAU e HEISKANEN, 2003).	33
Figura 2.15: Sonda de sucção fotoelétrica para captura de bolhas de ar da técnica TUClausthal. (Fonte: VERAS <i>et al.</i> , 2009).....	34
Figura 2.16: Aparato experimental técnica de medição de bolhas TUClausthal. (Fonte: VERAS <i>et al.</i> , 2009).....	34

Figura 2.17: Diagrama representativo da técnica de filmagem intrusiva MBSA (Fonte: LEIVA <i>et al.</i> , 2010)	35
Figura 3.1: Unidade Experimental	38
Figura 3.2: Representação Esquemática da unidade experimental.....	39
Figura 3.3: Dimensões do Venturi.....	39
Figura 3.4: Esquema representativo da técnica de amostragem de bolhas.....	41
Figura 3.5: Esquema representativo da técnica de Filmagem Direta	42
Figura 3.6: Metodologia para medida de <i>holdup</i>	43
Figura 3.7: Tensiômetro utilizado para medida de tensão superficial.....	43
Figura 3.8: Esquema do planejamento experimental para o método <i>offline</i>	44
Figura 3.9: Esquema representativo do Método <i>Online</i> de filmagem e medida de bolhas.	54
Figura 4.1: Histograma comparativo das DTB para as bolhas geradas pelo ar disperso e pelo Venturi.	62
Figura 4.2: Histograma comparativo das DTB para as bolhas geradas pela FAD e pelo Venturi.	62
Figura 4.3: Bolhas geradas pela FAD.....	63
Figura 4.4: Bolhas geradas pela flotação com Venturi.....	63
Figura 4.5: Bolhas geradas pela flotação com ar disperso	63
Figura 4.6: Superfícies de resposta para o <i>holdup</i> (ϵ_o) em função da pressão na linha de ar e vazão de ar.	67
Figura 4.7: Superfícies de resposta para o D_{32} , em função da pressão na linha de ar e vazão de ar.	67
Figura 4.8: Superfícies de resposta para o <i>holdup</i> em função da pressão na linha de ar e vazão de ar.	69
Figura 4.9: Superfícies de resposta para o D_{32} , em função da pressão na linha de ar e vazão de ar.	69
Figura 4.10: Superfícies de resposta para o $D_{\text{médio}}$, D_{moda} e D_{32} em função da vazão de ar e da pressão da linha de ar.	70
Figura 4.11: Influência ao longo do tempo da adição de tensoativo no D_{32} sendo: Teste 30 ($J_g=2,5\text{cm/s}$; $C=50\text{ ppm}$; $Q_t=100\text{ ml/min}$); Teste 31 ($J_g=1,5\text{cm/s}$; $C=30\text{ ppm}$; $Q_t=50\text{ ml/min}$); Teste 32 ($J_g=0,5\text{cm/s}$; $C=5\text{ ppm}$; $Q_t=14\text{ ml/min}$)... ..	72
Figura 4.12: Influência ao longo do tempo da adição de tensoativo no <i>holdup</i> sendo: Teste 30 ($J_g=2,5\text{cm/s}$; $C=50\text{ ppm}$; $Q_t=100\text{ ml/min}$); Teste 31 ($J_g=1,5\text{cm/s}$;	

C=30 ppm; Qt=50 ml/min); Teste 32 ($J_g=0,5\text{cm/s}$; C=5 ppm; Qt=14 ml/min).	72
Figura 4.13: Fotos mostrando a ação do tensoativo no tamanho de bolha (D_{32}) e no <i>holdup</i> (ϵ_0).	73
Figura 4.14: Histograma comparativo das DTB obtidas com a adição de diferentes tensoativos: Genagen, Flotigor e Lupromim.	79
Figura 4.15: Histograma comparativo das DTB do sistema ar-água operando sem e com a adição de tensoativo.	79
Figura 4.16: Superfícies de resposta para o <i>holdup</i> em função da velocidade superficial da fase gasosa e concentração de tensoativo.	84
Figura 4.17: Superfícies de resposta para o D_{32} em função da velocidade superficial da fase gasosa e concentração de tensoativo.	84
Figura 4.18: Superfícies de resposta para a porcentagem de bolhas intermediárias (P_{BI}) em função da velocidade superficial do gás e concentração de tensoativo.	86
Figura 4.19: Curva do D_{32} em função da concentração de tensoativo para o cálculo da CCC.	87
Figura 4.20: Superfícies de resposta para <i>holdup</i> em função da vazão de alimentação de tensoativo e do tempo de operação.	88
Figura 4.21: Superfícies de resposta para o D_{32} , em função da vazão de alimentação de tensoativo e do tempo de operação.	88
Figura 4.22: Superfícies de resposta para a porcentagem de bolhas intermediárias (P_{BI}) em função da vazão de alimentação de tensoativo e do tempo de operação.	89
Figura 4.23: Método <i>online</i> - Comparação entre a DTB no sistema ar-água com e sem a adição de tensoativo.	94
Figura 4.24: Método <i>online</i> - Comparação entre a DTB na flotação de minério com e sem a adição de tensoativo	95
Figura 4.25: Imagens obtidas pela técnica PVM das bolhas na flotação de minério (a) sem e (b) com a adição de tensoativo.	96
Figura 4.26: Método <i>online</i> – Comparação entre as DTB para o sistema ar-água e para a flotação de minério.	96
Figura 4.27: Imagens obtidas pela técnica PVM das bolhas no (a) sistema ar-água e na (b) flotação de minério.	97
Figura 4.28: Variação do teor de P_2O_5 e do tamanho de bolha na flotação.	97

- Figura 4.29: Imagens da fase de espuma na flotação de apatita no tempo de (a) 0 s (alimentação da polpa); (b) 15 s; (c) 30 s; (d) 50 s; (e) 90 s e (f) 150 s. 98
- Figura 4.30: Curva da variação do tamanho médio de bolha ao longo do tempo total de flotação. 101
- Figura 4.31: Imagem da fase de espuma correspondente à região 'c' da curva de distribuição do tamanho médio de bolhas no tempo total de flotação..... 101
- Figura 4.32: Imagem da fase de espuma correspondente à região 'd' da curva de distribuição do tamanho médio de bolhas no tempo total de flotação..... 102
- Figura 4.33: Imagem da fase de espuma correspondente à região 'e' da curva de distribuição do tamanho médio de bolhas no tempo total de flotação..... 103

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1: Parâmetros operacionais e de projeto de colunas de flotação industriais (Fonte: TAKATA, 2006)	18
Tabela 2.2: Diferentes sistemas de geração de bolhas e seus respectivos diâmetros (Fonte: Rodrigues 2004).	23
Tabela 3.1: Planejamento Fatorial 1 (PF1)	46
Tabela 3.2: Planejamento Fatorial 2 (PF2)	46
Tabela 3.3: Planejamento Composto Central (PCC1)	47
Tabela 3.4: Testes Preliminares 1 (TP1)	48
Tabela 3.5: Planejamento Fatorial (PF2) – (diâmetro de bolha)	49
Tabela 3.6: Planejamento Fatorial Fracionário (PFF2) – (<i>holdup</i>)	50
Tabela 3.7: Planejamento Fatorial 3 (PF3) – Efeito das variáveis no tamanho de bolhas	51
Tabela 3.8: Planejamento Fatorial Fracionário 2 (PFF2) – Efeito das variáveis no <i>holdup</i>	52
Tabela 3.9: Planejamento Composto Central 2 (PCC2)	53
Tabela 3.10: Testes para o método online sistema ar-água	55
Tabela 3.11: Condições operacionais na flotação de minério	59
Tabela 4.1: Resultados do planejamento fatorial PF1 (flotação com ar disperso)	60
Tabela 4.2: Resultados do planejamento fatorial PFF1 (Venturi)	61
Tabela 4.3: Resultados do Planejamento Composto Central 1 (PCC1)	64
Tabela 4.4: Variáveis adimensionalizadas e suas respectivas faixas experimentais para os planejamentos do sistema ar-água – sem tensoativo	65
Tabela 4.5: Resultados para o Planejamento Fatorial (PF2) e Planejamento Fatorial Fracionário (PFF2) utilizando como tensoativo o GENAGEN.	74
Tabela 4.6: Resultados para o Planejamento Fatorial (PF2) e Planejamento Fatorial Fracionário (PFF2) utilizando como tensoativo o FLOTIGOR.	75
Tabela 4.7: Resultados para o Planejamento Fatorial (PF2) e Planejamento Fatorial Fracionário (PFF2) utilizando como tensoativo o LUPROMIM.	75
Tabela 4.8: Efeitos das variáveis no tamanho de bolha e no <i>holdup</i> para a adição de diferentes tipos de tensoativos.	76

Tabela 4.9: Efeito do uso de diferentes tensoativos no diâmetro de bolha (D_{32} e D_{medio}) e no <i>holdup</i> (ϵ_0).	77
Tabela 4.10: Valores de tensão superficial (N/m) em diferentes concentrações de tensoativo.....	78
Tabela 4.11: Resultados do Planejamento Composto Central (PCC2)	80
Tabela 4.12: Variáveis adimensionalizadas e suas respectivas faixas experimentais para os planejamentos do sistema ar-água – com tensoativo	82
Tabela 4.13: Estimativa do fator canônico w_4 para o cálculo das variáveis independentes.	92
Tabela 4.14: Resultados dos testes para o método online no sistema ar-água	93

LISTA DE ABREVIATURAS

CDNT	Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear
DTB	Distribuição de tamanho de bolha
FAD	Flotação por ar dissolvido
PVM	<i>Particle Vision and Measurement</i>
FBRM	<i>Focused Beam Reflectance Measurement</i>
LIF-SABS	<i>Laser-Induced Fluorescence with Shadow Analysis for Bubble Sizing</i>
HUT	<i>Helsinki University of Technology</i>
MBSA	<i>McGill Bubble Size Analyser</i>
UTC	University of Cape Town
CCC	Concentração Crítica de Coalescência

LISTA DE SÍMBOLOS

A	Área da seção transversal do equipamento [L^2]
C	Concentração de tensoativo [M]
D_{32}	Diâmetro médio de Sauter [L]
d_b	Diâmetro de bolha [L]
d_c	Diâmetro da coluna [L]
d_i	Diâmetro da bolha i [L]
D_{medio}	Diâmetro médio aritmético [L]
D_{moda}	Diâmetro que representa a moda da DTB [L]
d_p	Diâmetro de partícula [L]
E_c	Eficiência de colisão [-]
g	Aceleração da gravidade [LT^{-2}]
J_G	velocidade superficial de gás [LT^{-1}]
J_L	velocidade superficial de líquido [LT^{-1}]
L	Distância entre os pontos das medidas de pressão [L]
N	Quantidade de bolhas de diferentes diâmetros amostradas [-]
N_c	Número de partículas capturadas por uma bolha [-]
n_i	Número de bolhas com diâmetro d_i [-]
N_o	Número total de partículas existentes no volume acima da bolha
P	Probabilidade de flotação [-]
P_a	Probabilidade de adesão entre partículas hidrofóbicas e bolhas de ar [-]
P_{ar}	Pressão do ar [$ML^{-1}T^{-2}$]
P_{BI}	Porcentagem de bolhas com tamanho intermediário [-]
P_c	Probabilidade de colisão bolha-partícula [-]
P_s	Probabilidade de formação de um agregado bolha-partícula estável [-]
P_{Ve}	Pressão na linha do Venturi [$ML^{-1}T^{-2}$]
Q_l	Vazão volumétrica de água [L^3T^{-1}]
Q_{ar}	Vazão volumétrica de ar [L^3T^{-1}]
Q_t	Vazão volumétrica de alimentação de tensoativo [L^3T^{-1}]
R_c	Raio Crítico [L]
Re_b	Número de Reynolds das bolhas isoladas [-]
Re_p	Número de Reynolds das partículas [-]

S_b	Fluxo superficial de bolhas [T^{-1}]
t	tempo de operação [T]
U_τ	Velocidade terminal de ascensão das bolhas de ar [$L\ T^{-1}$]
V_G	volume de gás [L^3]
V_L	volume de líquido [L^3]
Δh	Diferença de nível entre os manômetros [L]
ΔP	Diferença de pressão entre dois pontos [$ML^{-1}T^{-2}$]
ε_o	<i>Holdup</i> [-]
μ_{SL}	Viscosidade da mistura [$ML^{-1}T^{-1}$]
ρ_{SL}	Densidade da [ML^{-3}]
ρ_{SL}	Densidade da mistura sólido líquido [ML^{-3}]

RESUMO

A flotação é um processo complexo no qual estão presentes fenômenos físico-químicos e hidrodinâmicos. Diversas são as aplicações industriais da flotação, e sua utilização na separação e concentração mineral tem se apresentado como a mais importante e bem sucedida operação unitária. O desempenho da flotação está relacionado com a probabilidade de colisão bolha-partícula e a estabilidade do agregado formado. A eficiência de colisão é uma função do diâmetro de partícula e da bolha de ar. Portanto, uma maior compreensão da interação bolha-partícula é fundamental para melhorar o desempenho do processo de flotação. Atualmente, um dos maiores desafios da indústria mineral é a flotação de partículas finas e ultrafinas por apresentarem baixa probabilidade de colisão, devido a suas características intrínsecas como por exemplo, sua pequena massa. A literatura científica tem mostrado que uma possível solução, para aumentar a recuperação dessas partículas finas, é a utilização de bolhas com tamanho intermediário (200-600 μm). Portanto, determinar e controlar o tamanho de bolhas tornam-se ações importantes para produzir bolhas na faixa de diâmetros desejada. Várias técnicas têm sido desenvolvidas para determinação do tamanho de bolhas, e dentre essas técnicas, a de análise de imagens tem se apresentado como a mais utilizada, e com resultados mais próximos do real. Desta forma, este trabalho teve por objetivo estudar a caracterização e controle do tamanho de bolhas em uma coluna de flotação, e verificar a capacidade do sistema em produzir bolhas com tamanho intermediário. As bolhas foram geradas em uma coluna de flotação através da passagem da corrente de recirculação por um Venturi aerado. Assim, através de análises estatísticas, foi avaliada a influência de variáveis do processo de flotação no diâmetro de bolha e no *holdup* para operações com o sistema ar-água, sem e com a adição de tensoativos, e também, durante o processo de flotação com minério (sistema trifásico). Para determinação do tamanho das bolhas foi utilizada a técnica de amostragem de bolhas e filmagem direta no sistema ar-água. A técnica que utiliza sondas do tipo PVM e FBRM também foi usada para determinação da distribuição do tamanho de bolhas (DTB), no sistema ar-água e na flotação de minério, sendo os dados obtidos em tempo real. Os resultados obtidos mostraram que o sistema com o Venturi produziu, satisfatoriamente, bolhas intermediárias. No sistema ar-água, sem adição de tensoativo, a vazão de ar foi a variável que mais influenciou no processo, e as condições testadas resultaram na geração, preferencial, de bolhas grandes com baixos valores de *holdup*. Assim, a adição de tensoativos mostrou-se como uma boa alternativa para produção de bolhas menores, alcançando em algumas condições uma DTB com 80-90% de bolhas intermediárias, e *holdup* na faixa de 10-12%. Na flotação com minério, foi observado o mesmo efeito da adição de tensoativos na redução do tamanho de bolhas, e notou-se que o tamanho de bolhas diminuiu quando minério é adicionado ao sistema. No estudo de cinética do processo de flotação observou-se que a diminuição do teor de apatita está relacionada com o empobrecimento (redução de partículas minerais) da fase de espuma e a diminuição de tamanho de bolhas, de acordo com os dados obtidos no método online utilizando as técnicas PVM e FBRM.

Palavras-chave: flotação em coluna, diâmetro de bolhas, técnicas de filmagem

ABSTRACT

Flotation is a complex process in which is present physicochemical and hydrodynamic phenomena. There are several industrial applications of flotation, and their use in separation and mineral concentration has emerged as the most important and successful unit operation. The flotation performance is related to the probability of bubble-particle collisions and stability of aggregate formed. The collision efficiency is a function of particle diameter and air bubbles. Therefore, a better understanding of the bubble-particle interaction is critical to improving the performance of the flotation process. Currently one of the biggest challenges of the mining industry is the flotation of fine and ultrafine particles because of their low probability of collision due to their intrinsic characteristics, such as their small mass. The scientific literature has shown that a possible solution to increase the recovery of these fine particles is the use of bubbles with intermediate size (200-600 μ m). Therefore, determining and controlling the bubble size become important actions to produce bubbles in the range of desired diameters. Several techniques have been developed to determine the bubbles size, and among these techniques the image analysis has emerged as the most used and closer to the real results. Thereby, this task aimed to study the characterization and the control of bubble sizes in a flotation column, and check the system's ability to produce bubbles with intermediate size. The bubbles were generated in a flotation column by passing the recycle stream by a Venturi aerated. Thus, by statistical analysis, the influence of the flotation process variables in bubble diameter and the air holdup was evaluated for operation with air-water system with and without addition of surfactants, and also during the ore flotation process (three-phase system). To determine the size of the bubbles was used sampling and direct shoot bubbles techniques in the air-water system. The PVM and FBRM techniques were also used to determine the bubble size distribution (BSD) on air-water system and ore flotation, and the data obtained in real time. The results showed that the Venturi system produced satisfactorily intermediate bubbles. In the air-water system, without added surfactant, the air flow rate was the variable that most influenced the process, and the conditions tested resulted in the generation, preferred, large bubbles with low holdup values of air. Thus, the addition of surfactants showed up with a good alternative for the production of smaller bubbles, reaching in some conditions one BSD with 80-90% of intermediate bubbles and holdup in the 10-12% range. In ore flotation, the same effect was observed by the addition of surfactants in reducing the size of bubbles, and it was observed that the bubble size decreased when ore is added to the system. In the kinetic study of the flotation process it was observed that decreasing the apatite content is related to the depletion (reduced mineral particles) foaming phase and bubble size reduction, according to the data obtained in the online method using the PVM and FBRM techniques.

Keywords: column flotation, bubble diameters, filming techniques

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

A flotação em coluna é um processo físico-químico utilizado no beneficiamento de minérios, como a apatita, com o objetivo de promover a separação das partículas de interesse dos minerais de ganga. Nesse processo, bolhas de ar são injetadas e/ou formadas no interior da coluna. Assim, as partículas hidrofóbicas se aderem à superfície das bolhas formando agregados bolha-partículas que ascendem (flotam), formando uma fase de espuma coletada no topo do equipamento. As partículas hidrofílicas permanecem em suspensão aquosa e são removidas na base do equipamento, como rejeito.

Sendo assim, a flotação é um dos processos mais utilizados industrialmente na concentração mineral por apresentar um aproveitamento de minérios complexos e de baixos teores de forma econômica e com bons rendimentos. A aplicação de colunas de flotação em novos projetos e em expansões industriais tem crescido consideravelmente pelo fato de apresentarem melhorias substanciais na qualidade dos concentrados obtidos, operando com diferentes tipos de minérios. Além disso, os ganhos no desempenho metalúrgico e a economia nos custos de capital e de operação demonstram sua importância para a indústria mineral (OLIVEIRA E AQUINO, 2006).

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

A interação bolha-partícula é o subprocesso principal da flotação, e a eficiência de colisão bolha-partícula está diretamente relacionada com o tamanho das partículas e das bolhas de ar. Portanto, um maior conhecimento sobre como ocorre essa interação e de que maneira ela pode ser favorecida são de extrema importância para alcançar melhorias na flotação mineral.

Atualmente, um dos principais problemas enfrentados na indústria mineral é o aproveitamento das partículas finas e ultrafinas. No caso da flotação de minério fosfático é desejável atingir ao final do processo um teor de apatita entre 30-33% e recuperação maior que 60%. Na indústria de fertilizantes, as perdas de fósforo durante o processo de beneficiamento e a necessidade de um aproveitamento máximo das jazidas fosfáticas, torna-se

necessária uma moagem excessiva na etapa de beneficiamento, para promover uma maior liberação de fósforo, acarretando assim, na alta produção de partículas finas.

A flotação dessas partículas tem apresentado baixo desempenho na flotação, devido à baixa probabilidade de colisão bolha-partícula. Como a eficiência de colisão é função direta do diâmetro de partículas e inversa do diâmetro de bolha, uma solução para o problema seria aumentar o tamanho da partícula e/ou diminuir o tamanho de bolha.

Filippov *et al.* (2000) mostraram que microbolhas não foram tão eficientes quanto o esperado no beneficiamento dessas partículas, apresentando altas perdas de partículas de interesse no rejeito, devido à sua baixa velocidade de ascensão. Diante disso, uma segunda alternativa é então promover uma flotação com maiores valores de *holdup* e com uma maior distribuição de tamanho de bolhas (DTB), principalmente bolhas na faixa intermediária, para se obter um melhor desempenho na flotação dessas partículas.

Assim, a flotação para diversos tamanhos de partículas exige uma variação extensa da DTB. O tamanho das bolhas pode variar de 10-100 µm (microbolhas), 200-600 µm (bolhas intermediárias) e 600-2000 µm (bolhas grandes) (RODRIGUES, 2004). O controle dessas bolhas pode ser feito através da variação da vazão de ar e da adição de soluções tensoativas, como exemplo.

Portanto, visto que o diâmetro de bolha é uma variável importante na otimização desse processo, a determinação e controle do tamanho das bolhas formadas tornam-se essenciais para caracterizar o processo de flotação e, assim, determinar os valores operacionais que resultem em melhores recuperações do mineral de interesse.

Várias técnicas para determinar o tamanho de bolhas no sistema bifásico (ar-água) e trifásico (ar-água-minério) têm sido desenvolvidas nos últimos anos, porém a maioria se restringe aos sistemas bifásicos, devido à dificuldade de se obter informações precisas do tamanho das bolhas com a presença do minério. Essa dificuldade se deve ao fato de que a maioria das técnicas desenvolvidas consiste na amostragem das bolhas ou na filmagem da coluna de operação, situações comprometidas com a flotação de minério.

Dentre as técnicas reportadas, a filmagem e análise de imagens têm se apresentado como a mais utilizada e com informações mais precisas a respeito das DTB da coluna de flotação.

Além da importância do estudo do controle do tamanho de bolhas no processo de flotação, o histórico de trabalhos relacionados à flotação de apatita pelo grupo de Sistemas Particulados da FEQUI/UFU, foi também um fator importante e motivador para definição do

tema desse trabalho. Assim, foram desenvolvidas teses e dissertações que estudaram a cinética de flotação da apatita (QUEIROZ, 2003); a flotação de rejeito remóido do processo de contração de apatita (OLIVEIRA, 2004); a flotação de silicatos em coluna para o processo de concentração da apatita (SILVA, 2005); a análise do tamanho de partícula na flotação de apatita (SANTANA, 2007); a influência de íons contaminantes na flotação de apatita (SANTOS, M. 2010); o efeito na flotação da altura da coluna, para diferentes granulometrias do minério de apatita (SANTANA, 2011); a flotação de partículas finas usando ar dissolvido e a medida de tamanho de bolhas usando técnicas de imagens (RIBEIRO, 2012); e por fim o tratamento por FAD da água de reuso visando à melhoria do processo de flotação de apatita (SANTOS, 2014).

A eficiência da flotação depende diretamente das condições físico-químicas e hidrodinâmicas do sistema, sendo o diâmetro de bolha uma variável decisiva nesse processo. Portanto, diante do exposto, da necessidade de uma DTB com uma maior faixa de valores, de uma maior compreensão do processo de flotação e também, da continuidade nos estudos relacionados à flotação de apatita, esse trabalho teve por objeto geral o estudo de caracterização e controle do tamanho de bolhas em uma coluna de flotação.

Os objetivos específicos são listados a seguir:

- Produção de bolhas com tamanho intermediário, utilizando um Venturi acoplado externamente à coluna;
- Caracterizar regiões de valores que favorecem a formação de bolhas nos diversos tamanhos (micro, intermediárias e grandes);
- Medida do diâmetro de bolhas a partir de diferentes métodos de filmagem para determinação da DTB para o sistema ar-água e na flotação de minério (sistema trifásico);
- Avaliar estatisticamente a influência de variáveis do processo de flotação no diâmetro de bolha e no *holdup*.
- Relacionar a DTB com a cinética de flotação.

CAPÍTULO 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. O Processo de Flotação no Beneficiamento Mineral

A flotação, um processo patenteado há mais de 100 anos, tem sido vastamente utilizada na indústria mineral. Esse processo se baseia nas diferenças das propriedades físico-químicas de superfície de diferentes minerais para alcançar separação específica. As partículas hidrofóbicas (maior afinidade pela fase gasosa) que colidem com as bolhas de ar ascendem para a fase de espuma, enquanto as partículas hidrofílicas (maior afinidade pela fase líquida) se mantêm na polpa e são removidas como rejeito (FARROKHPAY, 2011).

A flotação é um processo bem complexo no qual estão presentes fenômenos físico-químicos e hidrodinâmicos. As variáveis físicas, químicas e operacionais influem fortemente na recuperação, teor e seletividade buscada no processo da flotação mineral. Desta forma, alguns autores relatam que embora muito conhecimento teórico e prático sobre o processo já tenha sido adquirido a partir das sucessivas pesquisas desenvolvidas, existe ainda uma necessidade de uma compreensão final, a respeito do processo, a qual ainda não foi desenvolvida. No processo de flotação, há ainda alguns princípios físicos, químicos e hidrodinâmicos que ainda não foram completamente contemplados (NGUYEN e EVANS, 2004; CHAU *et al.*, 2009 *apud* SANTANA, 2011).

Diversas são as aplicações industriais da flotação, por exemplo, em processos relacionados ao meio ambiente, no tratamento de efluentes contendo material orgânico ou metais pesados, em processos industriais como a separação de proteínas, remoção de óleos emulsificados, espessamento, reuso, beneficiamento mineral, dentre outros (RODRIGUES, 2004). Vale ressaltar que a flotação é a mais importante e bem sucedida operação unitária empregada para separar e concentrar minerais (SANTANA, 2011; DEGLON *et al.*, 2000).

Na indústria, na etapa de beneficiamento do minério, a flotação é um processo que ocorre logo após o condicionamento do minério com a adição de reagentes (coletores, depressores, espumantes, floculantes e modificadores de carga), responsáveis por promover a seletividade no processo, em tanques agitados.

O processo de flotação pode ser considerado resultante de duas operações consecutivas, a reação e a separação. A reação acontece na fase de polpa, onde ocorre a

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

Os processos de flotação geralmente são classificados de acordo com o método de geração de bolhas. Portanto, dentre os métodos convencionais de geração de bolhas pode-se citar a flotação por ar disperso, eletroflotação, flotação por ar dissolvido (FAD) e flotação por ar induzido (FAI) (SANTOS, 2014).

Para que o equipamento de flotação seja considerado um separador comercialmente eficiente, duas características são condições chaves do processo. Uma delas é apresentar uma interface polpa-espuma bem distinta e, a segunda, é promover um fluxo de área superficial de bolhas com capacidade de carregar o mineral presente do nível da interface polpa-espuma. Portanto, para uma capacidade de carregamento máxima determina-se um mínimo de fluxo superficial de bolhas (S_b) para cada operação. Dessa forma, existe uma relação próxima entre o diâmetro médio de bolha e a velocidade superficial do gás que gera esse S_b , que permite o transporte requerido de massa através da interface.

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

Por outro lado, as colunas de flotação tem por características uma alta relação altura/diâmetro, não possuir peças móveis e a geração de bolhas realizada através de sistemas de aeração situados em sua base tanto de forma interna quanto externa. Por apresentarem um

regime hidrodinâmico pouco turbulento, as colunas têm sido utilizadas, principalmente, com o intuito de obter maiores teores nos concentrados (PAIVA, 2012).

2.2. Colunas de flotação

A técnica de flotação em coluna tem se desenvolvido rapidamente, desde que foi inventada nos anos 60 (BOUTIN AND TREMBLAY, 1964 *apud* ZHANG *et al*, 2013). Sua primeira implantação industrial ocorreu em 1980, em *Les Mines Gaspé*, Canadá, onde duas colunas substituíram com sucesso um banco de células mecânicas. No Brasil, os primeiros trabalhos desenvolvidos em escala piloto foram em 1985, no Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDNT), e a primeira implantação industrial em 1991.

A partir daí, várias colunas de flotação foram implantadas no Brasil e vários estudos têm sido desenvolvidos a fim de aperfeiçoar a técnica e obter melhor compreensão sobre o processo. Isso tem levado a uma ampla aceitação dessa técnica na indústria mineral tornando-se uma importante tecnologia para a separação mineral.

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

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

Segundo KANTARCI *et al.* (2005) é de consenso entre os pesquisadores que colunas de bolhas são equipamentos de simples operação, mas que apresentam uma fluidodinâmica muito complexa. Os estudos nesse equipamento se concentram nos regimes de operação, e de que forma eles influem na fluidodinâmica das fases. São também avaliados os efeitos geométricos no *holdup*, bem como, a influência da distribuição de tamanho de bolhas na hidrodinâmica do sistema ar-água e nas características da transferência de calor e massa (RIBEIRO, 2012).

Assim, as colunas de flotação podem ser caracterizadas por duas principais seções (Figura 2.1): seção de coleta na qual a polpa alimentada no topo da coluna entra em contato em contracorrente com as bolhas de ar injetadas no fundo da coluna com o objetivo de

promover uma recuperação seletiva das partículas hidrofóbicas. E uma segunda seção de limpeza ou espuma na qual os agregados bolha-partícula são lavados e removidos juntamente com a espuma formada (YIANATOS e FINCH, 1990).

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

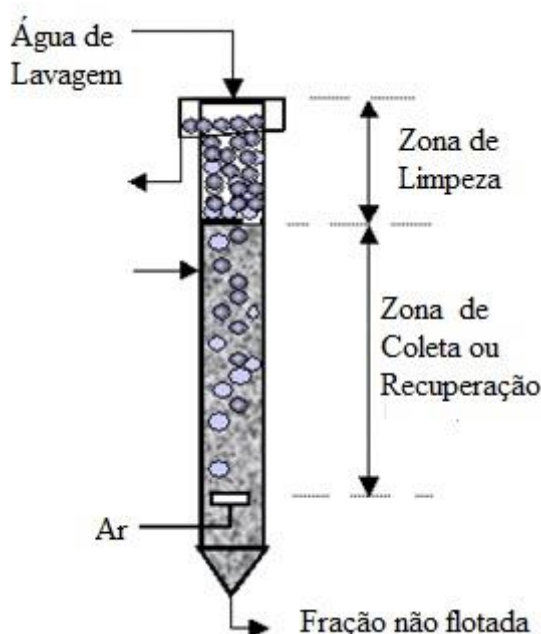


Figura 2.1: Regiões de uma coluna de flotação (Fonte: SANTANA, 2011).

Devido ao fato de que ainda não foram obtidos controles precisos das distribuições de diâmetros de bolhas e da fração de volume de ar nas misturas contidas ao longo das colunas, que são propriedades que interferem fortemente na fluidodinâmica da fase líquida, muitos autores enfatizam a importância da investigação do efeito dessas variáveis, para o domínio aprimorado da operação desses equipamentos (RIBEIRO, 2012).

2.3. Fundamentos e mecanismos da flotação

A recuperação de partículas hidrofóbicas é um parâmetro industrialmente importante no processo de flotação em coluna (ITYOKUMBUL *et al.* 1995).

A teoria da flotação, é muito complexa, pois envolve três fases (sólido, líquido, gasoso), suas interações e os muitos subprocessos, ainda não completamente compreendidos.

Portanto, uma maior compreensão da interação bolha-partícula é fundamental para melhorar o desempenho do processo de flotação (SANTOS, M. 2010; SANTOS, 2014).

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

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

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

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

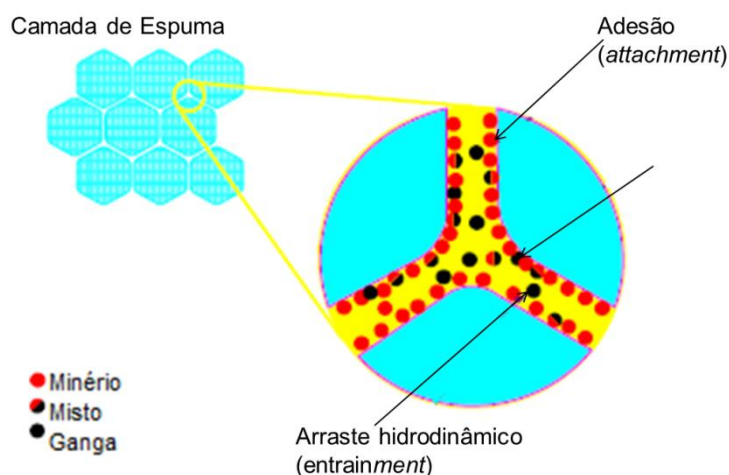


Figura 2.2: Mecanismos de recuperação (Fonte: CAPPONI, 2009 *apud* SANTOS, M. 2010)

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

Porém, em alguns casos, mesmo que os critérios termodinâmicos sejam favoráveis, há a possibilidade de que a flotação das partículas não ocorra. Esse fato está relacionado com outros critérios relativos à cinética e à hidrodinâmica do sistema os quais também devem ser satisfeitos (MONTE E PERES, 2010):

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

Esses critérios podem ser associados de forma a se obter a probabilidade de flotação, conforme mostrado na Equação 2.1:

$$P = P_c \cdot P_a \cdot P_s \quad (2.1)$$

em que:

P = probabilidade de flotação;

P_c = probabilidade de colisão bolha-partícula;

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

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

2.3.1. Colisão

A colisão de uma partícula com uma bolha é especialmente influenciada por fatores físicos como o tamanho da partícula e da bolha, a densidade da partícula e do líquido, e em geral, por fatores hidrodinâmicos tais como viscosidade do líquido, força de cisalhamento (líquido/partícula), força de atração gravitacional, inércia, quantidade de movimento das

partículas (partículas grossas), difusão ou movimento browniano (partículas finas e ultrafinas), turbulência, entre outros. Enfim, a colisão é uma função do movimento relativo de partículas e bolhas, sendo independente da hidrofobicidade da partícula (SANTANA, 2007).

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

Nesse processo, a eficiência de colisão ou de captura das partículas sólidas e/ou líquidas pelas bolhas de ar (E_c) pode ser definida como a razão entre o número de partículas capturadas por uma bolha (N_c) e o número total de partículas existentes no volume deslocado pelo movimento (ascendente) da mesma (N_o), definida pela Equação 2.2 (SARROT *et al.*, 2005 *apud* ENGLERT, 2008).

$$E_c = \frac{N_c}{N_o} \quad (2.2)$$

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

A trajetória de partículas próximas a uma bolha em ascensão e as linhas de fluxo formadas em torno dessa, são mostradas na Figura 2.3.

As linhas de fluxo ao redor da bolha (trajetória 1) são seguidas por partículas pequenas e/ou com densidades próximas da densidade do líquido. Assim, a colisão ocorrerá via mecanismos de interceptação, ou seja, somente quando as partículas seguirem as linhas de fluxo que levam ao contato com a superfície da bolha. Quando as partículas forem coloidais, essas seguem a trajetória 2 mostrada na Figura 2.3, que caracteriza a sobreposição do movimento Browniano sob a trajetória. As linhas de fluxo mostradas pela curva 3 representam as partículas que desviam suavemente da trajetória devido à atuação inicial dos efeitos inerciais. Finalmente, a curva 4 mostra a trajetória das partículas grandes e/ou mais densas as quais possuem inércia suficiente para vencer as linhas de fluxo e colidir com a

superfície da bolha pelo impacto direto, também chamado de colisão inercial (CAPPONI, 2005).

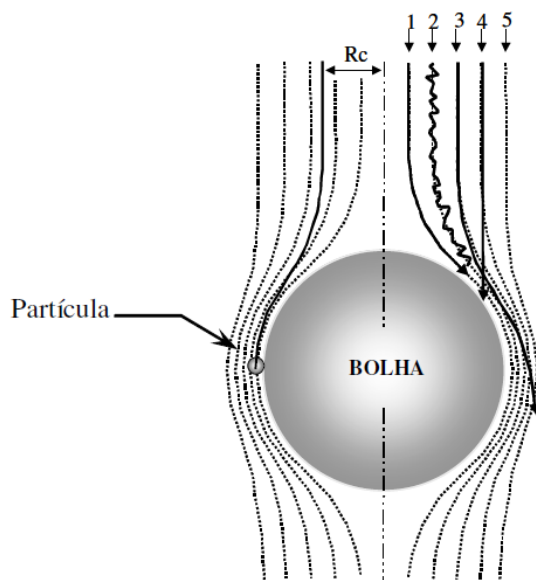


Figura 2.3: Fenômeno de captura (colisão + adesão) de uma partícula dentro de um raio crítico R_c e trajetórias de partículas de vários tamanhos e densidades, (1) não inercial, (2) Browniana, (3) fracamente inercial, (4) fortemente inercial e (5) linha de fluxo. (Fonte: CAPPONI, 2005)

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

Recentemente, muitos autores têm discutido a respeito de um valor de mínimo na eficiência de captura bolha-partícula em função do diâmetro de partícula. Esse ponto de mínimo faz referência ao diâmetro em que há uma mudança do mecanismo de captura bolha-partícula no qual as partículas, com diâmetro maior que esse, são capturadas pelo mecanismo de convecção. Já nas partículas com diâmetro menor que o de mínima eficiência de captura, o mecanismo de captura sofre uma alteração tornando-se o movimento Browniano significativo, e as partículas são capturadas por força de difusão (RAMIREZ *et al.*, 1999).

Englert *et al.* (2011) desenvolveram um estudo com o objetivo de determinar e melhor compreender a relação desse ponto de eficiência de captura mínima com o diâmetro

de partícula. Os resultados indicaram que esse ponto de mínimo pode estar associado com a dificuldade de deslocamento do filme de água (bolha-partícula), e pela baixa energia de colisão na difusão. Assim, a densidade e momentum das partículas, hidrodinâmica do sistema e o diâmetro médio das bolhas também podem influenciar na determinação deste mínimo.

2.3.2. Adesão

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

A etapa de adesão pode ser dividida em três subetapas e verificada (verificadas visualmente na Figura 2.4) (ENGLERT, 2008):

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

Assim, observa-se que além dos critérios termodinâmicos, existem condições relacionadas à cinética que também devem ser considerados, como o fato de que o tempo de adesão deve ser menor que o tempo de colisão para que a união bolha-partícula aconteça.

2.3.3. Estabilidade dos agregados

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

(teor do mineral a ser flotado, diâmetro das bolhas e das partículas) são determinantes nessa etapa (TABOSA, 2007).

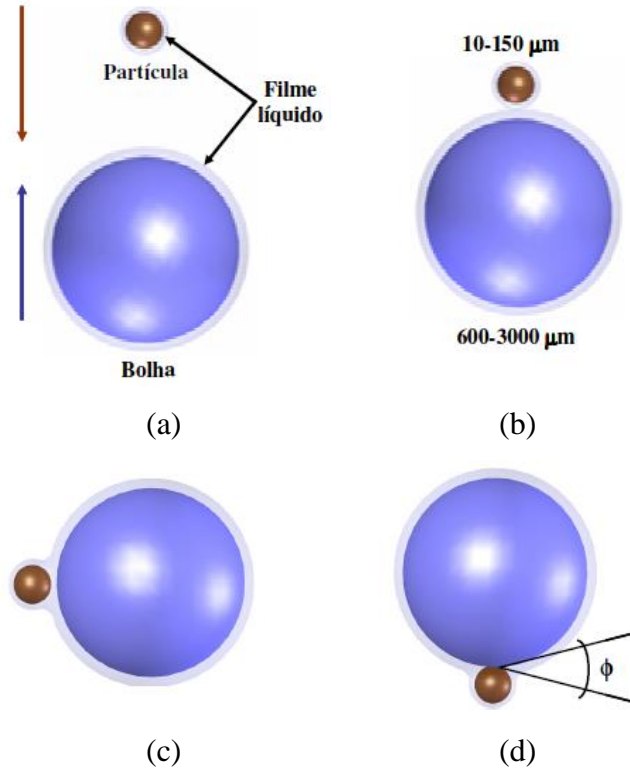


Figura 2.4: Fenômeno de captura bolha-partícula: (a) aproximação bolha-partícula; (b) colisão bolha-partícula; (c) indução – tempo de afinamento do filme líquido; (d) ruptura do filme líquido e formação do ângulo de contato (Fonte: TABOSA, 2007).

2.4. Propriedades da dispersão gás-líquido

As propriedades das dispersões gás-líquido em uma coluna de bolhas geralmente incluem as velocidades superficiais de gás (J_G) e do líquido (J_L), o *holdup* (ϵ_o), o diâmetro de bolha (d_b), a estimativa do fluxo superficial de bolhas (S_b) e o *bias*.

2.4.1. Velocidade Superficial de gás e de líquido

A velocidade superficial de gás (J_G) é a medida da capacidade de aeração da coluna e é um parâmetro que permite a comparação entre colunas com diferentes diâmetros. A velocidade superficial de gás (J_G) é definida pela Equação 2.3.

$$J_G = \frac{Q_{ar}}{A} \quad (2.3)$$

em que:

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

A é a área da seção transversal do equipamento.

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

A velocidade superficial máxima do ar utilizada em uma coluna de bolhas está limitada por:

- Arraste excessivo de líquido: um acréscimo da velocidade superficial do gás (J_G) acarreta num aumento do arraste de líquido para as seções superiores da coluna reduzindo o *holdup* de gás;

- Perda do regime de escoamento: o aumento da velocidade superficial do gás (J_G) pode acarretar a mudança de regime de escoamento da coluna de pistão (*plug flow*) para mistura perfeita;

- Insuficiência do aerador: o projeto do sistema de aeração prevê a operação em uma determinada faixa de vazão de gás. Em função disto, não é possível trabalhar com valores de velocidades superficiais de gás (J_G) superiores aos especificados no projeto;

- Aumento do tamanho de bolhas: o aumento da velocidade superficial de gás (J_G) acarreta em um acréscimo no diâmetro das bolhas geradas.

A velocidade superficial de líquido é definida como a razão entre a vazão da fase líquida e a área da seção transversal do duto por onde este escoar. Seu valor pode ser calculado pela Equação 2.4:

$$J_L = \frac{Q_L}{A} \quad (2.4)$$

em que:

Q_L é a vazão volumétrica de água

A é a área da seção transversal do equipamento.

2.4.2. Holdup

O deslocamento (aumento) do nível da fase líquida ocorre quando é introduzido ar no equipamento. A fração volumétrica deslocada, ou seja, a fração de ar na mistura ar-água, ou gás-líquido, é chamada de *holdup* (ϵ_o) e é definida como:

$$\epsilon_o = \frac{V_G}{V_G + V_L} \quad (2.5)$$

em que:

V_G = volume de gás (ar);

V_L = volume de líquido.

As medidas de *holdup* podem ser realizadas de diferentes maneiras. Conforme detalhado por Dobby *et al.* (1988), os métodos dividem-se em *holdup* total e *holdup* local (numa dada seção). Assim, segundo esses autores, o método da diferença de pressão (entre duas posições axiais) é o mais simples e para sistemas gás-líquido o ϵ_o pode ser calculado pela Equação 2.6:

$$\epsilon_o = 1 - \frac{\Delta P}{\rho_{SL} * g * L} \quad (2.6)$$

sendo que:

ΔP é a diferença de pressão entre dois pontos;

ρ_{SL} é a densidade da mistura entre esses pontos;

L é a distância entre os pontos das medidas de pressão;

g é a aceleração da gravidade.

A diferença de pressão ($\Delta P = P_A - P_B$) pode ser obtida através de transdutores de pressão, transistores de pressão diferencial ou manômetros de água. Se forem utilizados os manômetros de água, P_A e P_B podem ser calculados conforme mostram as equações 2.7 e 2.8 e de acordo com a Figura 2.5 tem-se:

$$P_A = L_3 \rho_f g \quad (2.7)$$

$$P_B = (L_4 - L_2) \rho_f g \quad (2.8)$$

Combinando as equações 2.6, 2.7 e 2.8 tem-se que o *holdup* nessas condições pode ser calculado pela Equação 2.9:

$$\varepsilon_0 = 1 - \frac{\rho_f}{\rho_{sl}} \left(1 - \frac{\Delta h}{L_2} \right) \quad (2.9)$$

em que Δh é a diferença entre os níveis nos manômetros diferenciais ($L_4 - L_3$), conforme mostrado na Figura 2.5.

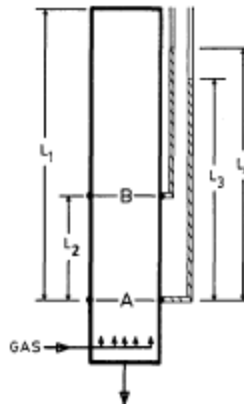


Figura 2.5: Medida de pressão em uma coluna de flotação (Fonte: DOBBY *et al.*, 1988).

2.4.3. Tamanho de bolhas

A distribuição do tamanho de bolhas (DTB) é a variável que mais influencia a fluidodinâmica dos sistemas gás-liquido.

Geralmente a distribuição do tamanho das bolhas é representada pelo diâmetro médio de Sauter (D_{32}) que pode ser calculado conforme mostra a Equação 2.10:

$$D_{32} = \frac{\sum_{i=1}^N n_i d_i^3}{\sum_{i=1}^N n_i d_i^2} \quad (2.10)$$

onde:

d_i = diâmetro de bolha;

n_i = número de bolhas com diâmetro d_i ;

N = quantidade de bolhas de diferentes diâmetros amostradas.

Outras medidas estatísticas, menos convencionais, também podem ser utilizadas para descrever uma DTB como a moda na qual será obtido o diâmetro que mais se repetiu na distribuição. A média aritmética ($D_{\text{médio}}$) também pode ser utilizada para descrever uma DTB, e é calculada conforme mostra a Equação 2.11:

$$D_{\text{médio}} = \frac{\sum_{i=1}^N d_i}{N} \quad (2.11)$$

onde:

d_i = diâmetro de bolha;

N = quantidade de bolhas de diferentes diâmetros amostradas.

2.4.4. Fluxo superficial de bolhas (S_b)

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

O S_b é definido como a razão entre a velocidade superficial da fase gasosa (J_g) e o diâmetro médio de Sauter (D_{32}), como mostra a Equação 2.12.

$$S_b = 6 \cdot \frac{J_g}{D_{32}} \quad (2.12)$$

2.4.5. Bias

Bias é a fração residual da água de lavagem adicionada ao topo da coluna que flui através da zona de limpeza. De forma geral, em condições operacionais, é quantificada pela diferença entre as vazões volumétricas de polpa, da fração não flotada, e da alimentação. Convencionalmente, é chamado de *bias* positivo quando a vazão volumétrica da polpa, da fração não flotada, é maior do que a vazão volumétrica de polpa da alimentação. O *bias* negativo ocorre quando o inverso é observado, ou seja, a vazão volumétrica da polpa, da

fração não flotada, é menor do que a vazão volumétrica de polpa da alimentação (SANTOS, E., 2010).

A Tabela 2.1 mostra os parâmetros operacionais e de projeto normalmente utilizados em coluna de flotação industriais:

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

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

* no ponto médio da zona de recuperação

2.5. Sistemas de aeração

Os dispositivos utilizados para aeração são componentes importantes em uma coluna de flotação e devem ser de fácil operação e manutenção, e produzidos com materiais resistentes ao desgaste. Os aeradores são responsáveis por promover a geração de bolhas, e o tipo de aerador está diretamente relacionado com o controle da DTB no equipamento. Os tipos de aeradores podem ser classificados em internos e externos (AQUINO *et al.*, 2010).

2.5.1. Aeradores internos

Os aeradores internos podem ser apresentar com uma estrutura rígida ou flexível.

- Rígido: são mais utilizados e de modo geral, são construídos a partir de materiais como: cerâmica, aço sinterizado, e polipropileno microporoso, como pode ser observado na Figura 2.6.

- Flexível: aeradores feitos de borracha perfurada e tela de filtro. O entupimento e a impossibilidade de manutenção quando em operação são as principais desvantagens desse tipo de sistema de aeração, e por isso tem sido utilizado apenas em colunas piloto.

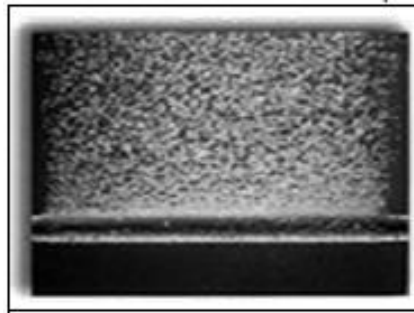


Figura 2.6: Aerador interno rígido – microporoso.

2.5.2. Aeradores externos

2.5.2.1. Aerador de lanças perfuradas

Os aeradores do tipo lanças perfuradas (Figura 2.7) foram os primeiros aeradores externos a serem utilizados em colunas de flotação. Eles apresentavam orifício com 0,9 mm de diâmetro, e para evitar seu desgaste eram revestidos com materiais tais como cerâmica ou carbeto de tungstênio. A geração das bolhas era possível através da passagem do fluxo de água e ar sob pressão, a uma velocidade supersônica pelos orifícios da lança, e na descompressão obtida na entrada da mistura à coluna. Embora sejam de fácil manutenção e limpeza, e gere bolhas menores e uniformes, esses aeradores são de difícil operação e apresentam entupimentos frequentes causados pelas impurezas da água as quais provocam a obstrução dos furos das lanças. Por isso, muitos aeradores desse tipo vêm sendo substituídos.

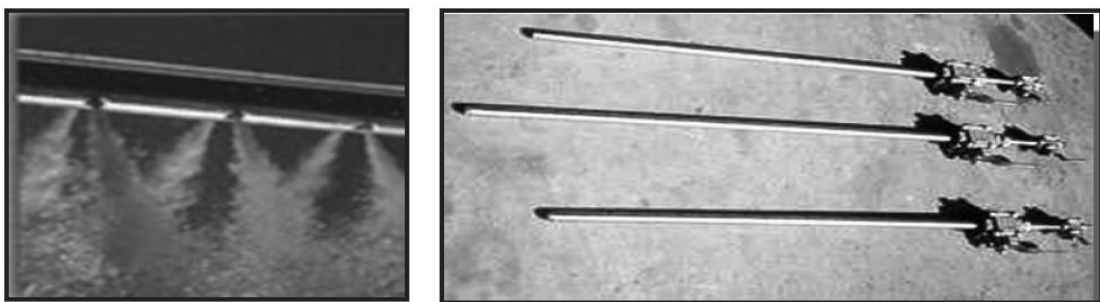


Figura 2.7: Aerador externo do tipo lanças perfuradas.

2.5.2.2. Aerador tipo SlamJet

Aeradores constituídos de um tubo simples, revestido de cerâmica para evitar o desgaste, com um orifício na extremidade. Similar ao anterior, as bolhas são formadas pela passagem de ar pelo orifício, a uma velocidade supersônica (Figura 2.8).



Figura 2.8: Aerador externo do tipo SlamJet.

Este sistema é de fácil operação e tem menor probabilidade de entupimento, vantagem em comparação com o aerador de lanças perfuradas. Porém, as bolhas geradas são maiores, e para diminuí-las a solução seria adicionar água (para aumentar a pressão) ou agentes tensoativos.

2.5.2.3. Aerador com contato polpa-ar

Nos últimos dez anos foram introduzidos novos sistemas de aeração nas colunas industriais, os quais promovem o contato entre a polpa e o ar (Figura 2.9). Nesses dispositivos, parte da polpa não-flotada é recirculada à coluna por meio de uma bomba centrífuga, porém antes de retornar à coluna, essa corrente passa por misturadores estáticos ou tubos Venturi. Nesses tubos ocorre aeração do sistema, a qual aliada à elevada condição de turbulência, gera microbolhas e aumenta o contato efetivo bolha-partícula.

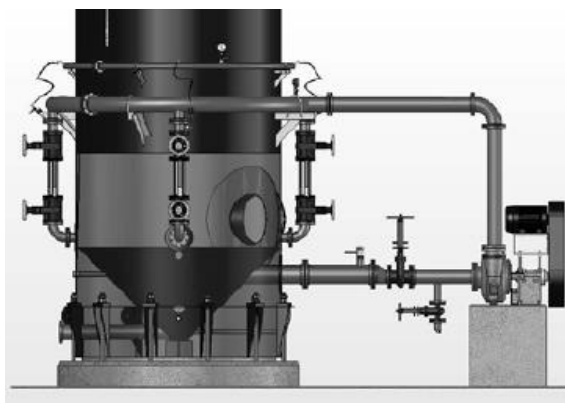


Figura 2.9: Esquema da utilização do sistema de aeração com contato polpa-ar

Os misturadores estáticos são tubos que possuem placas metálicas instaladas com 45° em relação ao eixo (Figura 2.10a) e os tubos Venturi (Figura 2.10b) apresentam uma redução

de diâmetro na região central. A vantagem apresentada pela utilização desse sistema de aeração é a redução do consumo de ar e reagentes coletores, alcançando maiores níveis de recuperação do mineral de interesse no produto flotado.

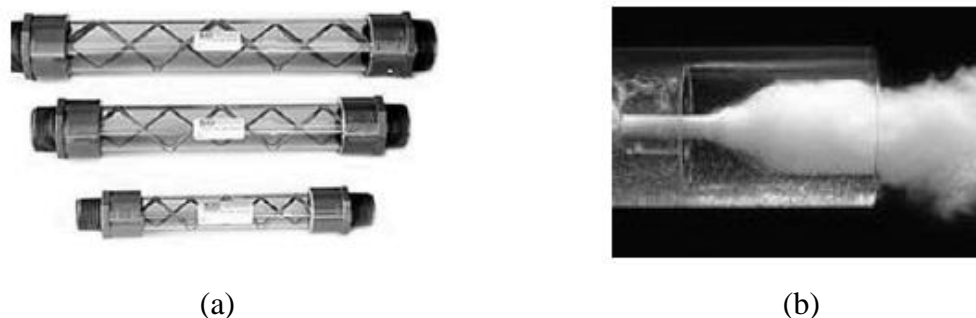


Figura 2.10: Aerador externo do tipo (a) misturador estático e (b) tubo Venturi

2.6. Tamanho de Bolha e Flotação

A importância do tamanho de bolhas no desempenho da flotação tem sido investigada e confirmada por diversos autores, além disso, também tem se apresentado como um importante indicador da eficiência da dispersão do gás. Portanto, o tamanho de bolha é uma variável física essencial e determinante na eficiência de flotação (ZHOU *et al.*, 1993; AHMED e JAMESON, 1985).

Quando se fala sobre tamanho de bolha é importante a compreensão de dois fenômenos que influem diretamente no tamanho das bolhas: a coalescência e a quebra de bolhas.

A coalescência é o processo pelo qual as bolhas se unem para formar uma nova bolha. Nesse processo se identificam três etapas: colisão (controlada pela hidrodinâmica da fase líquida), afinamento e ruptura do filme líquido. Ou seja, para a coalescência acontecer o filme líquido deve afinar até alcançar a ruptura total na qual as bolhas se unem. É importante destacar que, o tempo de adesão das bolhas deve ser maior que o tempo de afinamento do filme, caso contrário, a coalescência não ocorre. Já o último passo de ruptura é bem mais rápido se comparado com as outras etapas.

A quebra, geralmente, acontece resultante da colisão de bolhas em linhas turbulentas. No fenômeno de quebra das bolhas observa-se, como consequência, a formação de uma distribuição de tamanho de “bolhas filhas”, cujo volume é uma fração do volume da “bolha mãe”, ou seja, a bolha que sofreu a quebra (KRACHT E FINCH, 2009).

As bolhas podem ser classificadas de acordo com o seu diâmetro em microbolhas (30-100 μm), bolhas intermediárias (100-600 μm) e bolhas grandes (600-2000 μm), sendo as bolhas grandes mais comumente utilizadas nos equipamentos atuais de flotação (RODRIGUES, 2004).

As microbolhas geralmente são geradas através da flotação por ar dissolvido (FAD) processo no qual ar é saturado em água em vasos pressurizados (3-6 atm), e depois essa mistura é injetada na coluna por meio de bocais difusores ou válvulas-agulha, precipitando-se na forma de microbolhas devido à descompressão do sistema. O processo de formação das microbolhas geralmente é chamado de cavitação devido à formação de cavidades gasosas na fase líquida, ou também pode ser chamado de nucleação. Outro nome dado a esse processo é precipitação do ar dissolvido, em analogia ao processo de precipitação de substâncias sólidas. Vale ressaltar a importância de se distinguir nesse processo dois diferentes modos de geração de bolhas, pois a precipitação pode ocorrer na fase líquida (fase homogênea) ou na superfície do sólido (fase heterogênea). Para a formação de microbolhas é necessária uma diferença mínima de pressão no sistema para a injeção do ar saturado na água (DUPRE, 1998)

Bolhas com tamanho intermediário são geradas através da aeração de soluções contendo concentrações baixas de espumantes. Esses sistemas de aeração se constituem, por exemplo, de um misturador estático ou tubo Venturi, e uma bomba centrífuga. Assim, para geração das bolhas, parte da corrente de rejeitos é recirculada passando pelo Venturi ou misturador estático no qual gás é injetado, e a mistura desse gás com a polpa em condições de alto cisalhamento, resulta na formação de bolhas que são introduzidas próximas à base da coluna (PAIVA, 2012).

As células mecânicas, e colunas convencionais com sistemas de aeração internos como pratos perfurados, meios porosos, tem por característica a geração de bolhas grandes em seus processos de flotação.

A Tabela 2.2 mostra técnicas de flotação e suas principais aplicações agrupadas em função do tamanho médio de bolhas (RODRIGUES, 2004).

2.6.1. Tamanho de bolha e holdup

Uma variável que afeta o desempenho da flotação é o *holdup* do gás (ar). Diversos autores têm apresentado ideias divergentes a respeito da importância do *holdup* como medida da eficiência da dispersão do gás ou no desempenho da flotação.

Tabela 2.2: Diferentes sistemas de geração de bolhas e seus respectivos diâmetros (Fonte: Rodrigues 2004).

	<i>Técnica de flotação/equipamento</i>	<i>Sistema de geração de bolhas</i>	<i>Diâmetro de bolha (μm)</i>	<i>Referências</i>
Flotação com Microbolhas - Tratamento de Efluentes e de Minérios -	Eletroflotação	Eletrólise de soluções aquosas diluídas (bolhas de H_2 e O_2)	20-40	ZABEL (1992) ZOUBOULIS <i>et al.</i> (1992a, b)
	Gás aphrons	Agitação mecânica ou aspiração de ar por Venturi e reciclo de soluções de surfactante	10-100	SEBBA (1962) JAUREGI E VARLEY (1999)
	CAF* (<i>cavitation air flotation</i>)	Agitação mecânica (alta rotação)	40*	www.hydrocal.com
	Flotação por ar dissolvido (FAD)	Redução da pressão de água supersaturada com gás (ar) a altas pressões	10-100 (40*)	EDZWALD (1995)
Flotação com bolhas intermediárias - Tratamento de Efluentes e de Minérios -	ASH (air sparged hydrocyclone), BAF (bubble accelerated flotation)	Unidades centrífugas com injeção de ar através de um tubo poroso encamisado	200*	BEEBY E NICOL (1993) OWEN <i>et al.</i> (1999) COLIC <i>et al.</i> (2001)
	Flotação a Jato ou Jameson	Ar auto aspirado pela passagem de polpa por um Venturi e injeção em um tubo descendente (downcorner)	100-600 200-400*	JAMESON E MANLAPI (1991) CLAYTON <i>et al.</i> (1991) HONAKER <i>et al.</i> (1999)
	<i>MicrocelTM flotation</i>	Injeção de misturas água/ar através de misturadores estáticos	400*	YOON E LUTTRELL (1994) YOON <i>et al.</i> (1992)
	<i>Nozzle flotation</i>	Ar auto aspirado pela passagem de polpa por Venturi e injeção direta num tanque separador	400-800*	BENNETT (1988)
Flotação com bolhas grandes - Tratamento de Minérios -	Flotação em coluna	Aeração com spargers (placas porosas de diversos materiais)	1000*	FINCH e DOBBY (1990)
	Flotação por ar induzido (FAI)	Agitação mecânica	700-2500*	BENNETT (1988)

*Diâmetro Médio de Sauter

Na dispersão de gás, um maior *holdup* pode ser considerado como uma consequência de bolhas pequenas e de altas vazões de ar, exemplos de parâmetros que descrevem a dispersão de gás. Com relação ao desempenho da flotação, muitos autores sugerem que condições com maiores valores de *holdup* levam ao aumento da cinética do sistema produzindo um número maior de bolhas. Por outro lado, outras teorias afirmam que o aumento do *holdup* é prejudicial ao desempenho da flotação, pois aumenta o tempo de residência, resultando em uma maior probabilidade de que as partículas coletadas sejam drenadas das bolhas diminuindo assim a recuperação dos minerais de interesse (DEGLON *et al.*, 2000)

Tavera *et al.* (2001) utilizando uma coluna de bolhas com 50 cm de diâmetro, compararam a medida do valor de *holdup* calculada através da medida da diferença de pressão, e usando um sensor de condutividade. Os resultados mostraram uma boa correspondência entre as medidas. Vale ressaltar, que os experimentos foram feitos em um sistema ar-água, com e sem a adição de tensoativos. Observaram também, que há uma diferença radial no *holdup* que depende do desempenho do sistema de aeração. Notaram ainda, que a presença de tensoativos reduziu o diâmetro de bolhas e consequentemente aumentou o valor do *holdup*.

Burgess (1997) projetou uma célula de flotação do tipo tanque, que devido a sua geometria, apresentou uma hidrodinâmica similar à de uma coluna. Utilizou-se das técnicas desenvolvidas por Gorain *et al.* (1995) e Gorain *et al.* (1996) para medida de *holdup* e da velocidade superficial do gás, respectivamente. A determinação do tamanho de bolha foi realizada a partir da técnica do analisador de tamanho de bolhas *UCT*. Os resultados mostraram que o tamanho de bolha (D_{32} e D_{medio}) aumenta com o incremento da vazão de ar, pois, a coalescência entre as bolhas é intensificada, formando bolhas maiores, devido ao aumento da vazão de ar em um volume fixo de polpa. O mesmo comportamento foi observado para o *holdup*.

2.6.2. Tamanho de bolha e tensoativos

Em geral, a estrutura molecular dos tensoativos (espumantes) apresenta uma parte hidrofóbica (não polar) e uma hidrofílica (polar). Comumente a parte hidrofílica é representada pelo grupo OH (como no caso dos álcoois) e, a parte hidrofóbica é uma cadeia hidrocarbônica. Devido a sua bipolaridade, o espumante adsorve na superfície da bolha de

maneira a ficar com a parte hidrofílica voltada para a água e a hidrofóbica para a bolha (FINCH *et al.*, 2008).

A utilização de tensoativos no processo de flotação tem como principais funções controlar o tamanho de bolha, produzindo bolhas menores aumentando assim a probabilidade de colisão bolha-partícula, e prover a estabilização da espuma (CHO e LASKOWSKI, 2002; FINCH *et al.*, 2008; SOBHY e TAO, 2013; SANTOS, 2014). Porém o mecanismo em que o tamanho de bolha é controlado pela adição de espumantes ainda não é conhecido, o que já se tem observado é que essa ação do espumante não é diretamente relacionada apenas com a redução da tensão superficial.

Grau *et al.* (2005) estudaram a influência da concentração de diferentes tipos de espumantes e do uso de diferentes dispersores no tamanho de bolha e no índice de estabilidade de espuma. Os resultados mostraram que os espumantes controlaram o tamanho das bolhas evitando a coalescência entre elas. Observaram também, que o aumento da concentração de tensoativo resultou na diminuição do tamanho de bolha até a concentração crítica de coalescência (CCC). A partir dessa concentração as possíveis variações no tamanho da bolha eram devidas as diferentes características dos dispersores, pois para concentrações menores que a de CCC, o tamanho de bolha é determinado pela coalescência, e para concentrações maiores que a CCC, o sistema está mais estável e o fenômeno de coalescência é, então, desprezado.

Assim, a adição de tensoativos é utilizada para produzir bolhas menores e para a estabilização da espuma. Eles diminuem a coalescência de bolhas de ar e reduzem a taxa de ascensão das bolhas da zona de polpa para a fase de espuma, aumentando o tempo de residência das bolhas de ar, e consequentemente, a probabilidade de colisão bolha-partícula. Desta forma, tem um papel importante no início do processo, depois, com a ausência das partículas, sua ação torna-se menos significativa (FARROKHPAY, 2011).

O uso de espumantes atua também diminuindo o esforço inicial do sistema para a formação de espuma, já que o mesmo tem o efeito de diminuir a tensão superficial da solução. Observou-se também que cada espumante atua de uma forma para retardar o efeito de coalescência das bolhas e, por isso a coalescência se apresenta de forma diferente entre diversos tensoativos (ALDRICH e FENG, 2000).

Kracht e Finch (2009) projetaram um sistema para medir a fração de quebra e coalescência das bolhas, através de análise de imagens. Observaram que sem a presença de tensoativo as bolhas entravam em contato e logo coalesciam, o que não acontecia com o

sistema operando na presença de tensoativo, no qual as bolhas entravam em contato, ficavam juntas por um tempo e não coalesciam. Resumindo, suas observações confirmaram que o uso de espumantes previne a coalescência entre as bolhas.

Outra característica importante do espumante é que além de atuar diminuindo o tamanho da bolha também influencia na velocidade de ascensão da mesma, ou seja, a adição de espumante diminui a velocidade de ascensão das bolhas, ou seja, o tempo de residência das bolhas aumenta e, conseqüentemente há um aumento no valor do *holdup* (TAN *et al.*, 2013; PÉREZ-GARIBAY, *et al.* 2012).

Rodrigues (2004) gerou bolhas através de um Venturi e percebeu que a adição de tensoativo (DF 250), em concentrações de 5 a 20 mg/L, diminuiu a tensão superficial da solução de 71 para 68,2 mN/m. Essa variação da concentração de tensoativo também resultou em uma significativa redução da distribuição de tamanho de bolha, como por exemplo, a uma vazão de líquido de 0,8 L/min, na concentração de 5 mg/L, o D_{32} era de 1300 μm , e depois com a concentração maior (20 mg/L) diminuiu para 700 μm . De forma geral, neste trabalho, as bolhas geradas pelo Venturi estiveram na faixa de 200 a 1600 μm .

Filippov *et al.* (2000) testaram três diferentes aeradores do tipo externo (*Microcel*, *Flotaire* e *Imox*) para geração de bolhas (Figura 2.11) em uma coluna piloto de flotação com 75 mm de diâmetro e 3 m de altura.

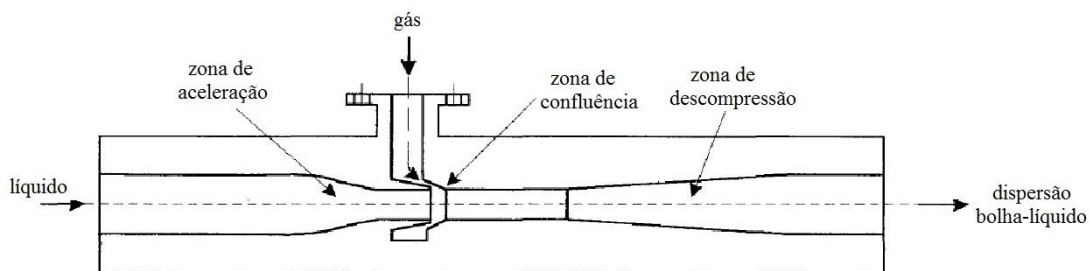


Figura 2.11: Esquema do aerador Imox utilizado na geração de bolhas com tamanho intermediário por Philippov *et al.* (2000).

O controle de bolhas foi feito pela variação da vazão de ar e de recirculação e pela utilização de diferentes tensoativos em diversas concentrações. Os resultados mostraram que o diâmetro de bolha foi uma função da vazão de ar, aumentando o tamanho de bolha com o incremento da vazão de ar (velocidade superficial do gás). Observou-se também, que o aumento da concentração de tensoativos reduziu o tamanho de bolhas, logo esse fato contribuiu para diminuir a coalescência das bolhas. As bolhas medidas estiveram na faixa de 0,3 a 1,2 mm, nas condições de velocidade superficial do gás entre 0,2 e 0,8 cm/s, vazão de

recirculação na faixa de 0,26 a 0,9 m³/h, e concentração de tensoativo entre 5 e 30 mg/L, para os três tipos de aeradores utilizados.

2.6.3. Tamanho de bolha e partículas finas

A adesão das partículas às bolhas de ar constitui o mais importante microprocesso da flotação, uma vez que a adesão irá determinar uma separação seletiva entre os minerais hidrofóbicos dos hidrofílicos. Este é o mecanismo base no processo de flotação, controlado pelas propriedades químicas e físico-químicas da superfície das partículas e das bolhas (STECHEMESSER e NGUYEN, 1999 *apud* SANTOS, 2014).

Da mesma forma que a distribuição do tamanho de partículas, o tamanho de bolhas é uma das variáveis físicas mais importantes do processo de flotação que influi diretamente no *holdup* e na eficiência de captura de partículas pelas bolhas. O sistema de flotação possui uma faixa de tamanho de partículas que exige uma determinada distribuição de tamanho de bolhas (DTB) para maximizar a captura das partículas pelas bolhas. Atualmente, nos processos industriais, principalmente na flotação de partículas finas e ultrafinas, essa condição não ocorre, e por isso, as recuperações nas flotações de minérios têm sido baixas.

Na produção de fertilizantes, por exemplo, o esgotamento dos depósitos minerais e a preocupação com os recursos não renováveis exige um maior processamento da rocha fosfática através de uma moagem excessiva para que ocorra uma liberação maior dos minerais de interesse. Porém, isso gera uma quantidade maior de finos, sendo necessário, também, o processamento desses (TABOSA, 2007).

Assim, um dos principais problemas da mineração atual é o pequeno aproveitamento das partículas finas por flotação. A flotação “convencional” destas frações é ineficiente devido aos fenômenos que derivam de suas características intrínsecas, como: pequena massa, alta superfície específica e alta energia superficial (SANTANA *et al.*, 2012, CAPPONI, 2005).

Diversos autores (RODRIGUES, 2004; ENGLERT, 2008; TABOSA, 2007) citam que, diante disso, muitos problemas têm sido relatados na flotação dessas partículas finas como: baixa probabilidade de colisão e adesão entre partículas e bolhas, dificuldade para superar a barreira energética, arraste mecânico (“*entrainment*” e “*entrapment*”), elevada adsorção de reagentes, rigidez da espuma e uma baixa seletividade na adsorção de reagentes. Embora uma menor recuperação e cinética de flotação e o alto consumo de reagentes sejam afetados por todos esses fatores, a pequena massa das partículas finas tem se apresentado

como sua maior limitação, pois, devido a isso elas têm dificuldade de deixar as linhas de fluxo, diminuindo, conseqüentemente, a probabilidade de colisão dessas partículas com as bolhas.

A literatura tem registrado o desenvolvimento de novos processos de beneficiamento para recuperação de partículas finas, a maioria deles fundamentados em modificações feitas na flotação convencional ou na flotação por micro e nanobolhas. Nesse caso, existem os métodos que se baseiam no aumento do diâmetro das partículas a serem flotadas (adição de óleos – flotação extender, flotação aglomerante ou flocoflotação, ultraflotação ou flotação transportadora). Enquanto a maioria destes métodos vem sendo testados exaustivamente, o efeito da diminuição do diâmetro da bolha coletora tem recebido crescente atenção na literatura técnica e científica.

Um modo efetivo de melhorar a flotação de particulado finamente dividido é reduzir o tamanho das bolhas. A redução do tamanho das bolhas de ar corresponde a um aumento na probabilidade de colisão com as partículas para uma determinada vazão de gás, e a um aumento na estabilidade dos aglomerados pela diminuição na velocidade de ascensão das mesmas (REAVY e RATCLIFF, 1973; AHMED e JAMESON, 1985; DIAZ-PENAFIEL e DOBBY, 1994; DOBBY *et al.*, 1988).

O trabalho de Reavy e Ratcliff (1973), usando bolhas de aproximadamente 100 µm de diâmetro, forneceu a primeira evidência experimental da capacidade de melhora da flotação de partículas finas pela diminuição do tamanho de bolha. Ahmed e Jameson (1985) reportaram que a constante cinética de flotação (k) é inversamente proporcional ao diâmetro de bolha. Foi reportado que a constante cinética é afetada pela eficiência de colisão (E_c) que é afirmada ser dependente da relação de tamanho das partículas (d_p) e bolhas (d_b) de acordo com a Equação 2.13:

$$E_c = \frac{(d_p)^m}{(d_b)^n} \quad (2.13)$$

Na qual m varia de 1 a 2 e n de 2,5 a 3,0.

O processo de flotação depende da capacidade das bolhas de carregar as partículas para a superfície onde a camada de espuma formada possa ser removida. Na flotação convencional, embora a utilização de bolhas muito pequenas aumente a probabilidade de colisão, não tem apresentado resultados eficientes devido à baixa velocidade de ascensão das

bolhas, limitando, severamente, os valores máximos de vazão de alimentação. Assim, o ideal para o processo de flotação seria a obtenção de uma variação grande na distribuição de tamanho de bolhas para se obter melhores taxas de colisão entre bolha e partícula (FILIPPOV *et al.*, 2000; RODRIGUES e RUBIO, 2003).

Desta forma, uma alternativa para aumentar a recuperação das partículas finas e ultrafinas é a injeção de bolhas intermediárias (100-600 μm) e pequenas (<100 μm) as quais aumentam a probabilidade de captura das partículas por possuírem um menor tempo de residência nas células de flotação. Outra alternativa, seria a utilização de métodos que promovam a agregação das frações de partículas finas e ultrafinas (RODRIGUES, 2004).

Capponi *et al.* (2006), estudaram a aplicação de uma coluna piloto de operação contínua na flotação de colóides sorventes no tratamento de efluentes diluídos com metais preciosos. Utilizaram uma coluna, do tipo Microcel modificada, com 2 m de altura e 0,17 m de diâmetro, na qual foram geradas bolhas com tamanho intermediário a partir da recirculação parcial do efluente através de um tubo Venturi de abertura regulável com auto aspiração e/ou injeção do ar externo. Os resultados de flotação com esse sistema de aeração se mostraram mais eficientes comparados com os resultados obtidos dos estudos realizados com microbolhas geradas pela FAD.

2.7. Determinação do tamanho de bolha

Como a distribuição de tamanho de bolhas é uma propriedade importante para a caracterização dos sistemas gás-líquido, a determinação precisa deste parâmetro torna-se essencial para a compreensão das interações físicas que governam esses sistemas (RIBEIRO, 2012).

Várias técnicas têm sido propostas para medida ou estimação do tamanho de bolha para o sistema ar-água e para o sistema trifásico, como: técnicas fotográficas, medidas a partir da eletrorresistividade, métodos ópticos, cálculo usando correlações empíricas e semi-empíricas.

Um método bastante utilizado por diversos autores (ITYOKUMBUL *et al.* 1995) foi o *drift flux* apresentado primeiramente por Wallis (1969). O drift flux é um modelo empírico que possibilita estimar o diâmetro médio das bolhas de ar em colunas, baseado essencialmente nos valores do *holdup* do ar e nas velocidades das fases presentes na coluna (DOBBY *et al.*, 1988). O diâmetro das bolhas é estimado a partir das seguintes equações:

$$d_b = \left[\frac{18 * \mu_{SL} * U_{\tau}}{g * \Delta \rho} * (1 + 0,15 * Re_p^{0,687}) \right]^{1/2} \quad (2.14)$$

$$U_{\tau} = \frac{J_G}{\epsilon_g * (1 - \epsilon_g)^m} - \frac{(J_G - J_L)}{(1 - \epsilon_g)^m} \quad (2.15)$$

$$m = (4,45 + 18 * (d_b / d_c)) * Re_b^{-0,1} \dots\dots\dots \text{para } 1 < Re_b < 200$$

$$m = 4,45 * Re_b^{-0,1} \dots\dots\dots \text{para } 200 < Re_b < 500$$

$$Re_b = \frac{d_b * J_{\tau} * \rho_{SL}}{\mu_{SL}} \quad (2.16)$$

em que:

d_b é o diâmetro médio da bolha;

d_c é o diâmetro da coluna;

U_{τ} é a velocidade terminal de ascensão das bolhas de ar;

ϵ_g é o *holdup*

μ_{SL} é a viscosidade da mistura;

ρ_{SL} é a densidade da partícula;

g é a aceleração da gravidade;

Re_p é o número de Reynolds das partículas;

Re_b é o número de Reynolds das bolhas isoladas;

$\Delta \rho$ é a diferença de densidade entre as fases partícula e bolha;

J_G é a velocidade superficial do ar;

J_L é a velocidade superficial do líquido.

A diversidade de técnicas mostra a dificuldade em se obter precisão nessa medida e, por isso, nenhuma dessas técnicas citadas são completamente satisfatórias. Porém, a técnica fotográfica, combinada com a análise de imagens, tem se apresentado como o método mais promissor, o qual tem sido também, base para o desenvolvimento de produtos comerciais (ZHOU *et al.*, 1993; ALDRICH e FENG, 2000; GRAU e HEISKANEN, 2003).

No desenvolvimento das técnicas fotográficas, vários métodos têm sido utilizados para obtenção da distribuição de tamanho de bolhas (DTB), no processo de flotação. Esses

métodos são caracterizados pela natureza do sensor como: intrusivos apresentando maiores valores para erros, pois influem diretamente da fluidodinâmica do sistema, e os não intrusivos que tem se mostrado mais eficientes nesse processo.

2.7.1. Técnicas de filmagem

Uma das dificuldades apresentadas nas técnicas de filmagem que envolve a captura de bolhas do sistema de flotação é o fenômeno de coalescência que ocorre nos tubos, dificultando a obtenção de dados confiáveis. Entretanto, Bailey *et al.* (2005) avaliaram a frequência do fenômeno de coalescência em uma técnica de filmagem com amostragem de bolhas e percebeu que a coalescência é um evento raro, 1 em 1000 bolhas filmadas em fluxo livre. Mostraram, então, que a coalescência não é o maior problema para sistemas com amostragem de bolhas inclusive, quando o sistema operar sem adição de tensoativo. Contudo, essa constatação foi feita para medidas de bolhas em condições com pequenas quantidades de bolhas presentes no sistema. Dessa forma, observou também que a coalescência acontece, em maior número, nas condições em que há uma concentração alta de bolhas próximas ao ponto de geração das bolhas, ou se acontecer uma população de bolhas na base do tubo amostrador.

Leiva *et al.* (2010) realizaram medidas de diâmetro de bolha utilizando a técnica MBSA (*Mc-Gill Bubble Size Analyzer*). Na amostragem de bolhas, observaram que uma quantidade maior de bolhas menores era contabilizada e isso era devido, provavelmente, à sua menor velocidade de ascensão comparada às bolhas maiores. Esse fato teve por consequência uma sobre-estimação da influência das bolhas menores na distribuição. Com o objetivo de corrigir as distribuições obtidas, a partir das imagens foi calculado a velocidade de ascensão das bolhas e esse valor foi utilizado como fator de correção da distribuição, obtendo-se assim uma nova distribuição de tamanho de bolhas. O erro entre as distribuições encontradas foi de 5-10%.

2.7.1.1. Técnicas não intrusivas

Diaz-Penafiel e Dobby (1994) determinaram o diâmetro de bolhas geradas em uma coluna de flotação de laboratório, feita em vidro com 2,5 cm de diâmetro e 250 cm de altura. A DTB foi obtida através da análise de *drift flux* (desenvolvida por DOBBY *et al.*, 1988), e validada com um método não intrusivo de medida fotográfica. Nesse método as bolhas eram contadas e medidas através da filmagem por uma câmera posicionada em frente à coluna, conforme mostra a Figura 2.12.

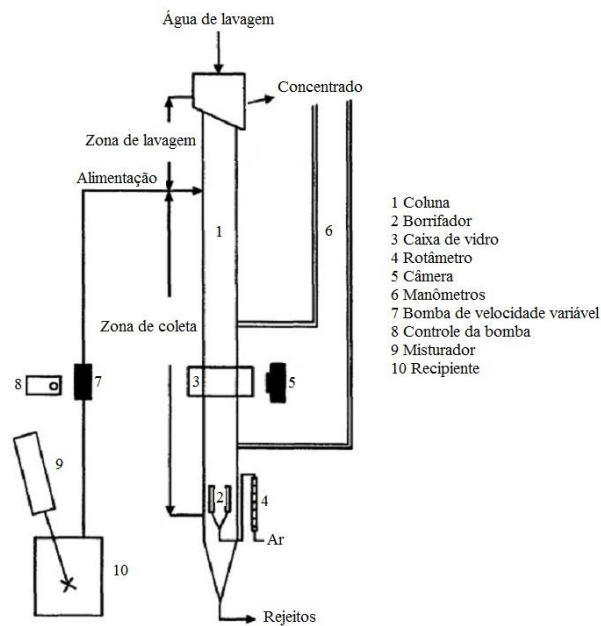


Figura 2.12 : Método de filmagem não intrusiva desenvolvida por Diaz-Penafiel e Dobby (1994)

A câmara estava conectada a um computador que registrava o tamanho da bolha e também fazia a contagem das bolhas filmadas. No processamento dos dados, um software calculava e fornecia os valores para tamanho médio de bolha e o desvio padrão do erro das medidas. As bolhas medidas nesse sistema apresentaram tamanho na faixa de 0,8 a 2,0 mm.

Busciglio *et al.* (2013) fizeram medidas de tamanho de bolha em um tanque cilíndrico agitado através da técnica *LIF-SABS* (*Laser-Induced Fluorescence with Shadow Analysis for Bubble Sizing*), conforme mostra o esquema de filmagem utilizado na Figura 2.13.

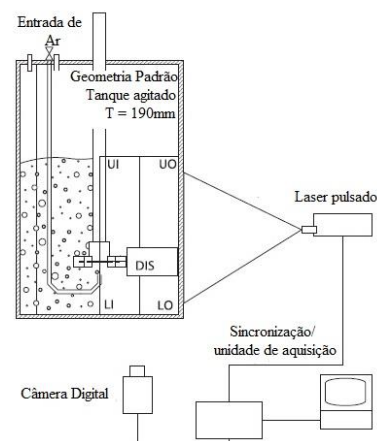


Figura 2.13: Esquema representativo da técnica de filmagem não-intrusiva *LIF-SABS* (Fonte: BUSCIGLIO *et al.* 2013)

Essa técnica é baseada na adição de um corante fluorescente na fase líquida. Dessa forma, quando o *laser* é direcionado para o tanque atravessando a fase líquida, a luz é refletida devido a presença do corante fluorescente. Enquanto isso, o sistema é filmado, e observa-se que é possível obter uma definição clara dos limites das bolhas facilitando o processo de determinação do tamanho das mesmas. Cumpre ressaltar que, o tanque foi imerso em um vaso retangular cheio de água para diminuir as distorções na imagem provocadas pela distorção cilíndrica,. A câmera foi posicionada perpendicular ao vaso.

2.7.1.2. Técnicas intrusivas

Grau e Heiskanen (2003) utilizaram a técnica de análise de tamanho de bolha HUT que consiste na amostragem de bolhas por um tubo conectado a uma câmara externa para visualização das bolhas, em um sistema ar-água com o uso de tensoativos. As bolhas nessa câmara eram filmadas através de uma câmera CCD monocromática, que capturava imagens em intervalos de tempo regulares. As imagens capturadas eram pré-processadas automaticamente em um software comercial (Matrox Inspector 4.1) e, depois, através de um algoritmo, a medida do tamanho das bolhas e contagem era feitas para obtenção das DTB e dos seus respectivos diâmetros médios de Sauter. Foram medidas bolhas com tamanhos na faixa de 1 a 7 mm. A Figura 2.14 mostra um esquema representativo do sistema de medida de bolhas e uma imagem obtida das filmagens.

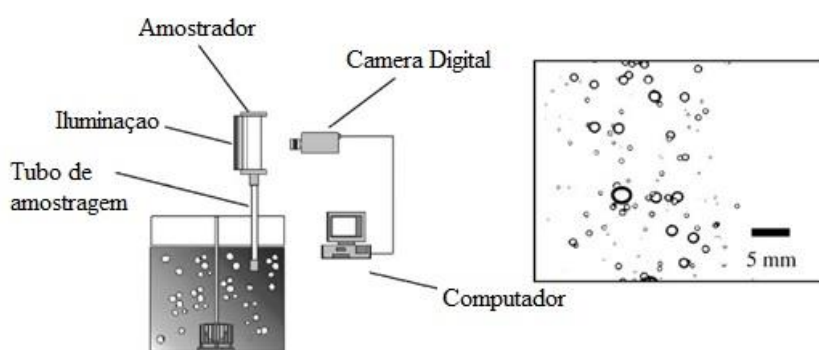


Figura 2.14: Esquema representativo do analisador de tamanho de bolhas HUT e uma imagem obtida a partir dessa técnica (Fonte: GRAU e HEISKANEN, 2003).

Veras *et al.* (2009) utilizaram a técnica desenvolvida pela TU Clausthal (Technische Universität Clausthal) da Alemanha para obtenção do tamanho de bolhas em uma coluna de flotação operando no sistema ar-água com a adição de espumantes. A técnica consiste em uma

sonda composta por um capilar de vidro responsável pela captura das bolhas de ar, e no qual essas bolhas são transformadas em elipsóides cilíndricos. Na sonda estão presentes também duas células luminosas e dois fototransistores para medir o sinal através dos índices de refração das fases: líquido e gás, como pode ser observado na Figura 2.15.

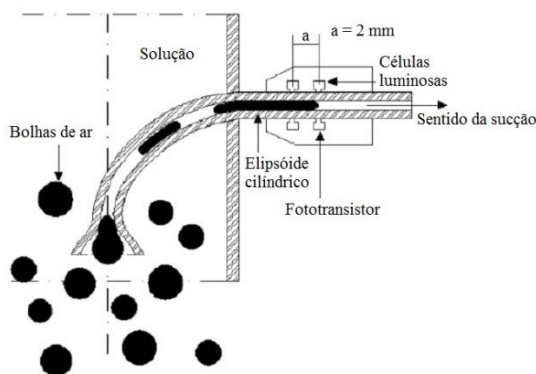


Figura 2.15: Sonda de sucção fotoelétrica para captura de bolhas de ar da técnica TUCLAUSTHAL. (Fonte: VERAS *et al.*, 2009)

A Figura 2.16 mostra o aparato experimental utilizado para medição das bolhas, no qual a sucção das bolhas era feita por meio de uma bomba de vácuo, e os dados obtidos pela sonda eram coletados e processados com o software do equipamento Hydromess® 1.40.

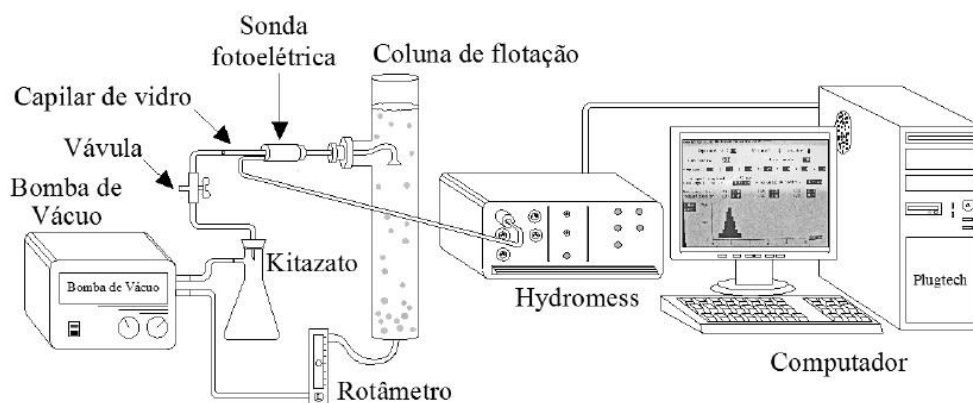


Figura 2.16: Aparato experimental técnica de medição de bolhas TUCLAUSTHAL. (Fonte: VERAS *et al.*, 2009)

Os capilares possuíam diâmetro interno de 0,6 e 0,8 mm e a velocidade de sucção ajustada na bomba de vácuo foi de 1,5 m/s. Com uma vazão de ar em 101,8 cm³/min e na ausência de espumante, o diâmetro médio das bolhas foi de 2,51 mm. A adição de espumante apresentou o resultado esperado da diminuição do tamanho médio das bolhas.

A técnica MBSA (*McGill Bubble Size Analyser*) utilizada para determinar o tamanho de bolhas nos testes realizados por Leiva *et al.* (2010) consiste em um tubo amostrador conectado a um visor para amostragem das bolhas, conforme mostrado na Figura 2.17.

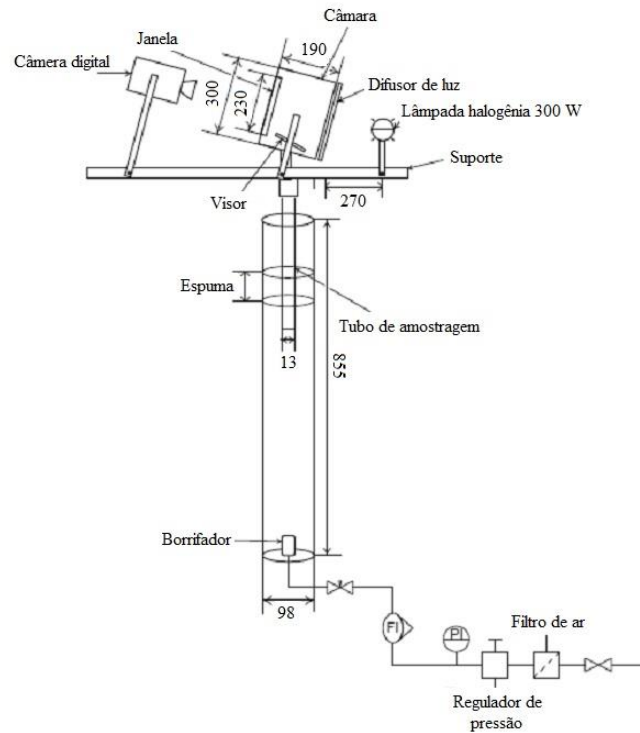


Figura 2.17: Diagrama representativo da técnica de filmagem intrusiva MBSA (Fonte: LEIVA *et al.*, 2010)

O tubo inserido no interior da coluna de bolhas permitia a sucção das bolhas até o visor. As bolhas que passavam pelo visor eram filmadas por uma câmera de alta velocidade, e depois de processadas as imagens, as DTB eram obtidas através de um algoritmo desenvolvido no *software Matlab 7.2*.

2.7.2. Medidas de tamanho de bolha na fase de espuma

Se a fase de interesse é a de espuma, a determinação do tamanho de bolha nesta fase está relacionada diretamente com o grau de eficiência da separação e, da mesma forma é relacionado com o teor de líquido. A estabilidade da espuma é determinada pela taxa de coalescência de bolha (XIE *et al.*, 2004).

A presença de partículas sólidas tem uma forte influência na estabilidade da espuma. Alguns trabalhos da literatura (ATA *et al.*, 2003; BHONDAYI e MOYS, 2014) observaram

que o diâmetro médio das bolhas aumenta com o aumento da distância da bolha da interface polpa-espuma indicando que o fenômeno de coalescência ocorre em todas as regiões da fase de espuma.

A estabilidade da espuma, dentre outras variáveis, depende do tipo e concentração de espumante, e da quantidade e natureza das partículas em suspensão (hidrofobicidade da partícula e tamanho). A compreensão do comportamento da espuma para sistemas ar-água ainda é pequena e não muito clara para indicar a relação, por exemplo, entre a estabilidade da espuma e o tipo de espumante. A estabilidade da espuma pode ser definida como a habilidade das bolhas, nessa região, de resistirem aos fenômenos de coalescência e quebra. (FARROKHPAY, 2011).

Ata *et al.* (2003) perceberam também que a estabilidade da espuma está relacionada com o grau de hidrofobicidade das partículas e que as partículas com um grau intermediário de hidrofobicidade apresentaram uma espuma com maior estabilidade, comparada com a espuma formada na presença de partículas com grau maior e menor de hidrofobicidade.

CAPÍTULO 3

MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Fluxograma do trabalho

De forma geral, o estudo da geração de bolhas em uma coluna de flotação foi realizado através da determinação do diâmetro das bolhas por meio de dois diferentes métodos. O primeiro método *offline* consistiu na utilização de duas técnicas para obter o tamanho de bolhas. Também foi medido o *holdup* para relacioná-lo com as distribuições de tamanho de bolhas (DTB) obtidas. O segundo método online consistiu na técnica FBRM (*Focused Beam Reflectance Measurement*) e PVM (*Particle Vision and Measurement*) que realizou a medida e filmagem das bolhas por meio de sondas de reflexão. Nesse método foi possível uma comparação do tamanho de bolhas no sistema ar-água com o sistema flotando minério de apatita.

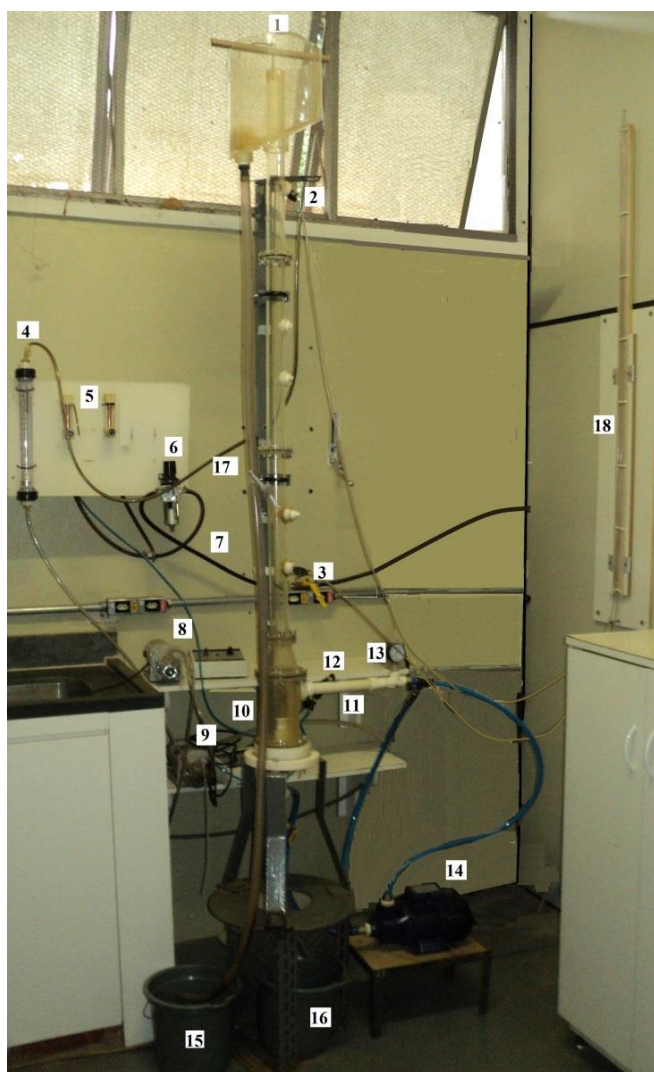
3.2. Unidade Experimental

As Figuras 3.1 e 3.2 representam, respectivamente, uma foto e um esquema da unidade experimental a qual se encontra no Laboratório de Sistemas Particulados da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia. A unidade consiste em uma coluna de flotação feita em acrílico dividida em três seções. Uma seção cilíndrica com 150 cm de comprimento e 4 cm de diâmetro, abaixo dessa a segunda seção, com formato tronco-cônica de 9,5 cm de altura e, logo após a terceira seção de formato cilíndrico com 12 cm de altura e 10 cm de diâmetro. No topo da coluna ficava um módulo no qual era recolhida a espuma e despejada em um reservatório.

A unidade foi projetada de forma a possibilitar a utilização de diferentes técnicas para geração das bolhas. A primeira técnica consistia na utilização de um aerador interno e rígido, um meio poroso cônico constituído de partículas finas de bronze sinterizado, que promovia a distribuição de ar. Portanto, esse aerador era fixado na base da coluna a partir de um suporte interno pelo qual era conduzida a alimentação de ar comprimido até o aerador. A alimentação de ar para esse sistema provinha de uma linha de ar comprimido.

A segunda técnica utilizada para gerar bolhas no interior da coluna é representada pelo acoplamento de um Venturi à seção cilíndrica com maior diâmetro, a uma distância de 12 cm da base.

Neste sistema a alimentação de ar era realizada no Venturi e a alimentação de água correspondia à corrente de recirculação bombeada até o Venturi por meio de uma bomba peristáltica. A vazão dessa recirculação era obtida através da medida da pressão na linha, por meio de um manômetro posicionado à jusante da bomba.



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

Figura 3.1: Unidade Experimental

O controle da pressão era realizado por um *by-pass*. A alimentação de ar era suprida por uma linha de ar comprimido e medida através de um rotâmetro. O Venturi foi construído em poliacetal e possuía um diâmetro na restrição de 2 mm. A Figura 3.3 mostra as dimensões e estrutura do Venturi utilizado.

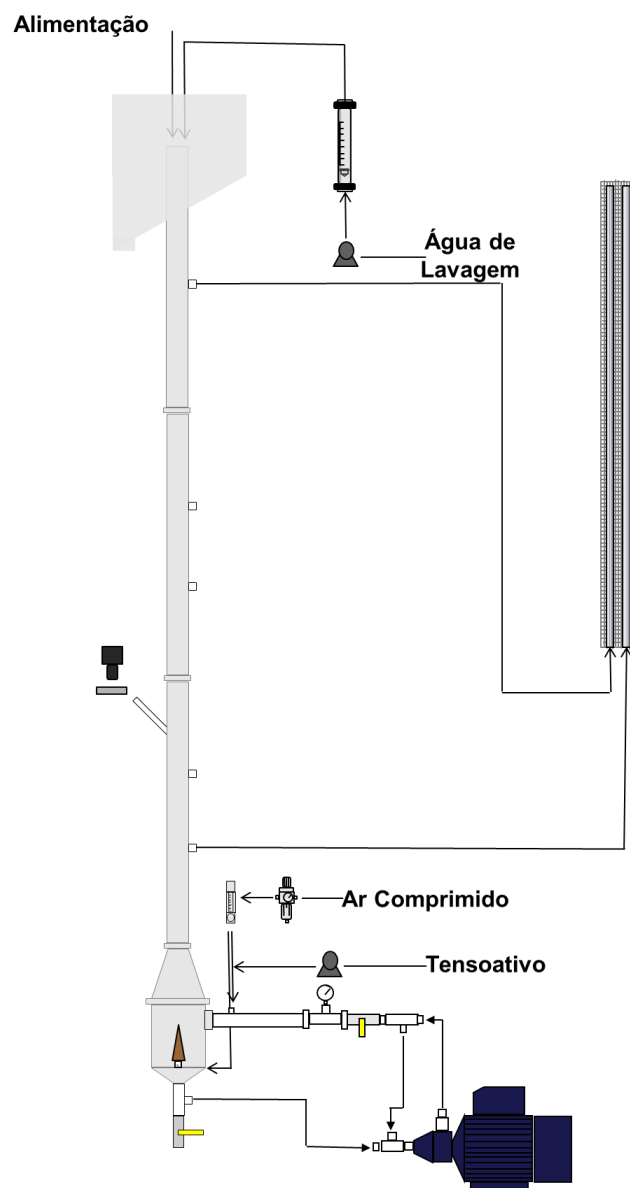


Figura 3.2: Representação Esquemática da unidade experimental.

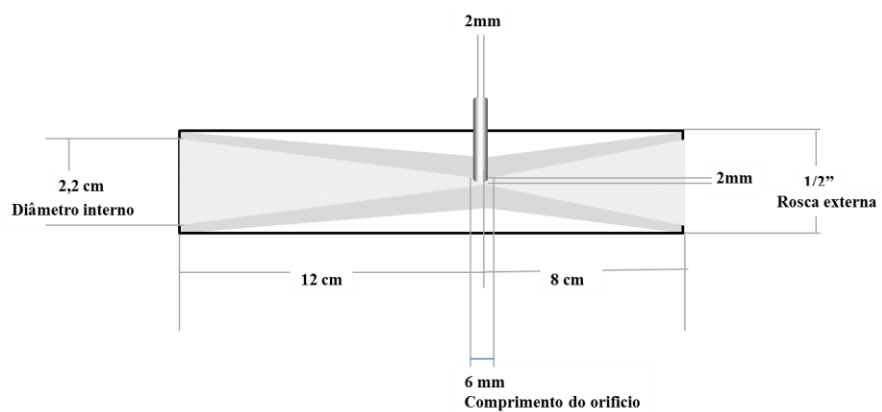


Figura 3.3: Dimensões do Venturi

Para os testes em que foi adicionado o tensoativo, a alimentação desse foi realizada no mesmo ponto de alimentação de ar, e sua alimentação era feita por uma bomba peristáltica com controle de vazão (item 9 da Figura 3.1).

Para os testes de medida de bolha na flotação de minério, foi adicionada água de lavagem, cuja alimentação era feita no topo da coluna através de uma bomba peristáltica, com a vazão de água medida por um rotâmetro conforme mostra o ponto 4 da Figura 3.1.

3.3. Método *offline*

Conforme mostrado no item 3.1, a determinação do diâmetro de bolhas foi realizada através de dois métodos diferentes. Neste primeiro método, para o sistema operando com ar-água, o estudo do controle do tamanho das bolhas foi possível através da avaliação e medida do diâmetro de bolha através de duas diferentes técnicas de filmagem. Esse controle do tamanho de bolhas foi relacionado com medidas obtidas para o *holdup* (ϵ_o). Assim, foi avaliado de que maneira as variáveis do processo influenciaram nestas medidas.

3.3.1. Metodologia para medida do diâmetro de bolha

Para obtenção do diâmetro das bolhas geradas na coluna de flotação, utilizou-se da técnica de análise de imagens. Com já dito anteriormente, neste método foram utilizadas duas diferentes técnicas para aquisição das imagens. Essas duas técnicas, a amostragem de bolhas e a filmagem direta, foram baseadas nas metodologias utilizadas por Ribeiro (2012).

3.3.1.1. Amostragem de Bolhas

Esta técnica consistia na filmagem estática de bolhas capturadas da coluna de bolhas. Para tal, o sistema de amostragem de bolhas era composto de um amostrador projetado por Ribeiro (2012), uma câmera de alta velocidade e um estereomicroscópio, conforme mostra a Figura 3.4. A amostragem era feita através de um tubo de aço, com 6 cm de diâmetro e 10 cm de comprimento posicionado no centro e com um ângulo de 45° com relação à coluna (ponto 17 da Figura 3.1). O tubo era conectado ao amostrador, e com o auxílio de uma bomba peristáltica, posicionada à jusante do amostrador, as bolhas eram succionadas do interior da coluna, com velocidade previamente controlada de forma a diminuir o efeito de coalescência das bolhas coletadas. Assim as bolhas coletadas que tocavam a superfície do visor do amostrador eram filmadas.

O sistema de filmagem de alta velocidade foi conectado a um computador através de uma placa de vídeo e os filmes obtidos eram gravados através do software *Power Director*.

O estereomicroscópio utilizado foi da marca *Nikon*, modelo SZM1000. Foi utilizada para iluminação do sistema de filmagem uma lâmpada de halogênio que acompanhava o microscópio. A câmera de alta velocidade, que foi acoplada ao microscópio, era da marca *MotionScope* modelo 2000S.

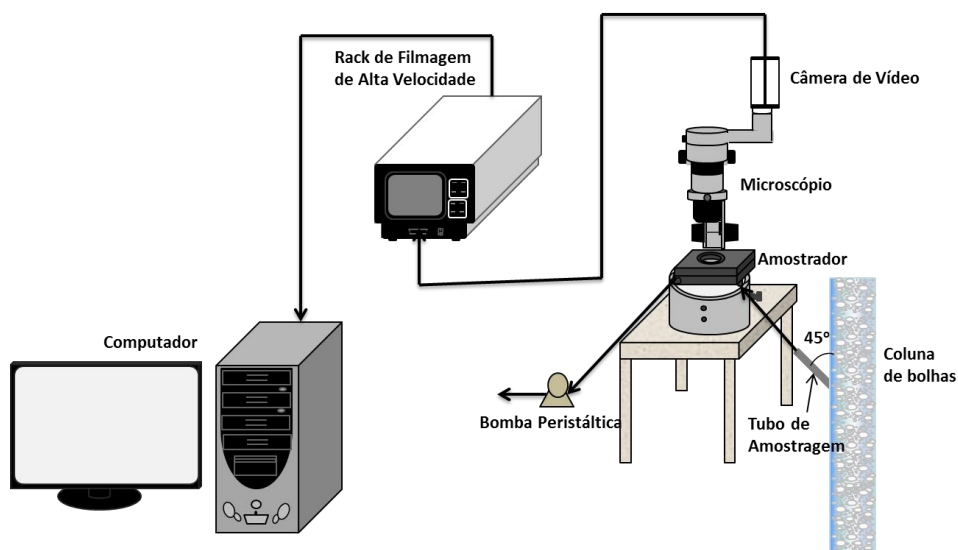


Figura 3.4: Esquema representativo da técnica de amostragem de bolhas

3.3.1.2. Filmagem Direta

A filmagem direta obtinha imagem das bolhas em estado dinâmico, ou seja, as bolhas em movimento na coluna eram filmadas, com a mesma câmera de alta velocidade utilizada no método anterior, posicionada em paralelo com a coluna, conforme mostra a Figura 3.5.

Como a coluna era feita em acrílico transparente e, utilizando-se de uma iluminação do sistema, foi possível observar o movimento de ascensão das bolhas ao longo da coluna e mensurar seus diâmetros.

As filmagens foram realizadas a 250 quadros por segundo e reproduzidas com uma velocidade de 5 até 250 quadros por segundo para serem gravadas, utilizando o mesmo *software* do método anterior.

Para compensar a deformação gerada pelo acrílico e formato da coluna das bolhas, foram filmadas esferas com diâmetro conhecido e a razão, entre seu diâmetro real pelo seu diâmetro observado no interior da coluna, foi utilizada como fator de correção para os valores de diâmetros obtidos.

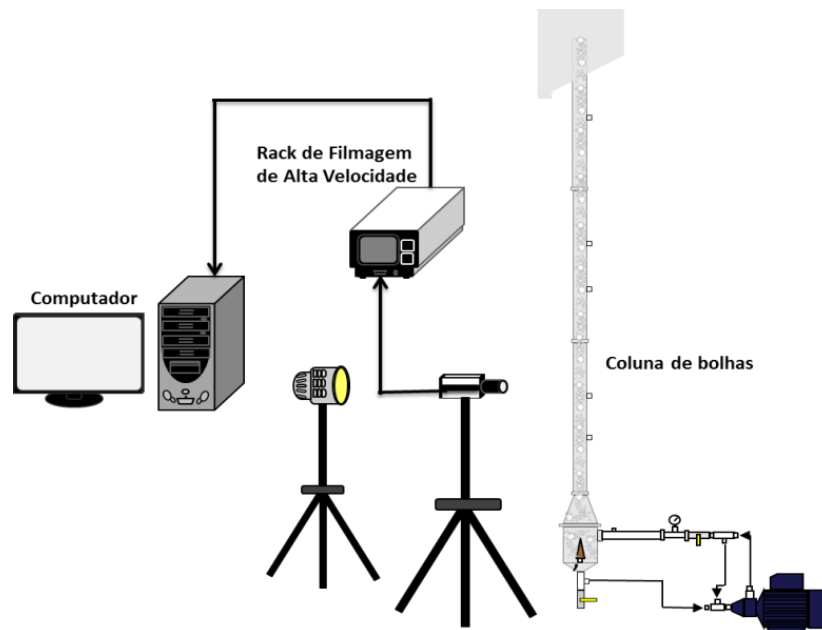


Figura 3.5: Esquema representativo da técnica de Filmagem Direta

3.3.1.3. Análise das Imagens

Filmes foram obtidos destas técnicas, amostragem das bolhas e filmagem direta. Para análise desses vídeos, através do software *ImageGrab*, era possível obter fotos das filmagens realizadas. Então, a partir dessas fotos, se tornava possível a medida do diâmetro das bolhas, a qual foi realizado através do software *ImageJ*. Neste último, a partir de uma calibração prévia com um padrão com comprimento conhecido, permitia a conversão de pixels para milímetros.

Foram medidas aproximadamente 500 bolhas para cada condição, visto que para essa quantidade de bolhas a variação do D_{32} era mínima. Vale ressaltar que o diâmetro medido correspondia ao diâmetro da esfera com mesma área projetada.

3.3.2. Metodologia para medida do holdup

O *holdup* de ar é a fração volumétrica de ar no interior da coluna. Assim, de posse desse conceito e em nível de simplificação, deste ponto em diante será utilizada a expressão reduzida *holdup* para se referir à esse termo no desenvolver de todo o texto. O valor de *holdup* foi determinado através de manômetros diferenciais ilustrados segundo a Figura 3.6 (item 18 da Figura 3.1).

A diferença de nível entre os manômetros era obtida quando não se observava uma variação significativa no *holdup* da coluna. Dessa forma o valor de *holdup* foi calculado segundo a Equação 3.1, na qual Δh se refere à diferença de nível entre os manômetros e L se refere à diferença entre os pontos utilizados para amostragem, ou seja, a distância entre os

pontos 2 e 3 mostrados na Figura 3.6. Essa equação é uma simplificação da Equação 2.9 apresentada no capítulo anterior. Nessa simplificação a densidade do fluido é igual à densidade da mistura, já que as medidas foram realizadas com a coluna operando apenas com ar-água.

$$\varepsilon_o = \frac{\Delta h}{L} \quad (3.1)$$

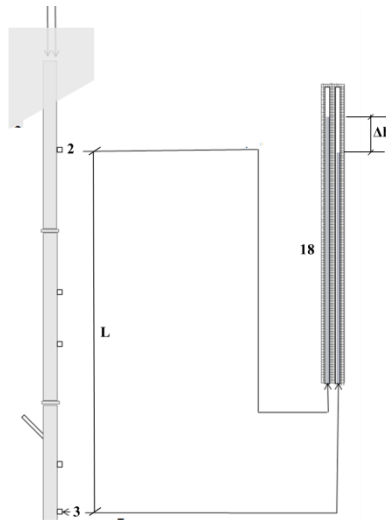


Figura 3.6: Metodologia para medida de *holdup*

3.3.3. Metodologia para medida da tensão superficial

Para verificar a influência da adição de tensoativo nas respostas de interesse (tamanho de bolha e *holdup*) foram realizadas medidas de tensão superficial da fase líquida com diferentes concentrações de tensoativo. Foi utilizado para as medidas um Tensiômetro Educacional K6 da marca *KRÜSS* conforme mostrado na Figura 3.7.



Figura 3.7: Tensiômetro utilizado para medida de tensão superficial

3.3.4. Planejamento experimental para o método off-line

O planejamento de experimentos aplica princípios e técnicas à etapa de coleta de dados, de modo a assegurar a geração de conclusões válidas, por isso, é uma abordagem sistemática e rigorosa para solução de problemas de engenharia. É possível, por meio dessa técnica, obter modelos estatísticos que representem o efeito de cada variável nas respostas de interesse visando assim à previsão de respostas e à otimização do processo. Portanto, a combinação da técnica de planejamento fatorial de experimentos com a metodologia de superfície de resposta foi utilizada para a predição do desempenho e otimização do processo.

O fluxograma representado na Figura 3.8 mostra como foram organizados os planejamentos.

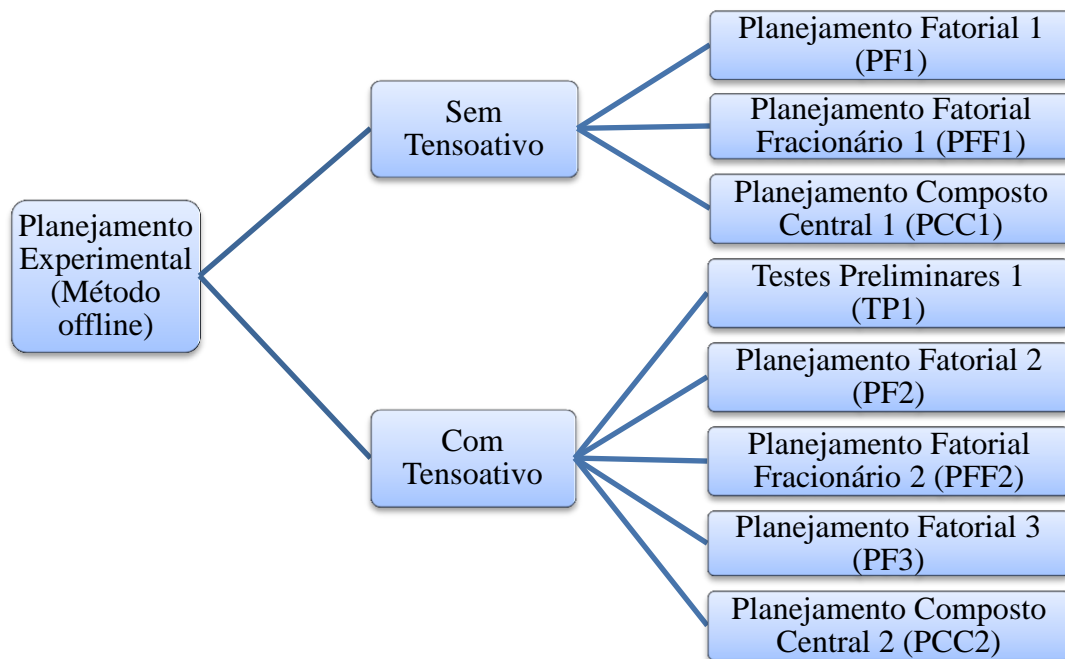


Figura 3.8: Esquema do planejamento experimental para o método *offline*

Este planejamento foi subdividido em duas etapas: na primeira etapa os testes foram realizados para o sistema ar-água sem a adição de tensoativos. Na segunda etapa, com o objetivo de avaliar a influência do tensoativo no comportamento hidrodinâmico do sistema, os testes foram conduzidos com a adição de tensoativo no processo.

Neste planejamento foram estudadas as seguintes variáveis para os testes sem adição de tensoativo: pressão do ar (P_{ar}) ajustada por um manômetro posicionado na linha de ar comprimido que alimentava o sistema, a vazão de ar (Q_{ar}) medida por um rotâmetro de ar; a

pressão na linha do Venturi (P_{Ve}) ajustada por um manômetro posicionado à montante do Venturi, e controlada por um *by-pass* na corrente de recirculação.

Para os ensaios, com a adição de tensoativo, as variáveis manipuladas foram: velocidade superficial do gás (J_G) com o auxílio de um rotâmetro de ar que media a vazão referente a tal velocidade; concentração de tensoativo (C); vazão de alimentação de tensoativo (Q_t) ajustada por uma bomba peristáltica, e tempo de operação (t) medido com o auxílio de um cronômetro.

As respostas analisadas para ambos os estudos, com e sem a adição de tensoativo, foram: o diâmetro de bolha que representasse as DTB para cada condição, *holdup* (ϵ_o) e a porcentagem de bolhas com tamanho intermediário (P_{BI}), ou seja, a porcentagem de bolhas da DTB com tamanho entre 100 e 1000 μm .

Desta forma, a partir das distribuições de tamanho de bolha (DTB) obtidas, foram calculados os seguintes diâmetros representativos: diâmetro médio de Sauter (D_{32}), diâmetro médio aritmético ($D_{médio}$) e o diâmetro que representa a moda da DTB (D_{moda}).

Os cálculos para obtenção do D_{32} e $D_{médio}$ foram obtidos conforme mostra as equações 3.2 e 3.3, respectivamente.

$$D_{32} = \frac{\sum_{i=1}^N n_i d_i^3}{\sum_{i=1}^N n_i d_i^2} \quad (3.2)$$

$$D_{médio} = \frac{\sum_{i=1}^N d_i}{N} \quad (3.3)$$

nas quais d_i equivale ao diâmetro da bolha i , n_i equivale ao número de bolhas com diâmetro d_i , e N a quantidade de bolhas amostradas.

3.3.4.1. Planejamento Fatorial 1 (PF1) – sem tensoativo

Nesta etapa inicial foi realizado um planejamento fatorial a dois níveis (2^k) com o objetivo de avaliar o tamanho de bolhas geradas pelo aerador (flotação com ar disperso). Assim as variáveis foram a pressão e a vazão de ar e os níveis utilizados foram de acordo com as condições recomendadas por Santos, M. (2010) e Santana (2011), conforme mostra a Tabela 3.1. O objetivo desse planejamento foi de se obter uma DTB do aerador para

comparação com as bolhas geradas pelo Venturi. As DTB foram obtidas a partir da filmagem direta.

Tabela 3.1: Planejamento Fatorial 1 (PF1)

Teste	P_{ar} (bar)	Q_{ar} (L/h)	x_1	x_2
1	3,5	60	+1	-1
2	3,5	80	+1	+1
3	2	60	-1	-1
4	2	80	-1	+1

3.3.4.2. Planejamento Fatorial Fracionário 1 (PFF1) – sem tensoativo

Este segundo planejamento fatorial fracionário a três níveis (3^{k-1}) avaliou o tamanho de bolhas geradas pelo sistema operando com o Venturi. Para a realização destes testes iniciais, os níveis utilizados foram de acordo com o observado em alguns trabalhos da literatura.

Desta forma, as variáveis estudadas foram: vazão de ar (Q_{ar}), pressão do ar (P_{ar}) e pressão na linha do Venturi (P_{Ve}). A Tabela 3.2 apresenta as variáveis e os níveis estudados nesse planejamento. As DTB foram obtidas a partir da amostragem de bolhas e da filmagem direta.

Tabela 3.2: Planejamento Fatorial 2 (PF2)

Teste	P_{ar} (bar)	Q_{ar} (L/h)	P_{Ve} (bar)	x_1	x_2	x_3
5	1,2	5	2	-1	-1	-1
6	1,2	15	4	-1	0	+1
7	1,2	25	3	-1	+1	0
8	2,6	5	4	0	-1	+1
9	2,6	15	3	0	0	0
10	2,6	25	2	0	+1	-1
11	4	5	3	+1	-1	0
12	4	15	2	+1	0	-1
13	4	25	4	+1	+1	+1

3.3.4.3. Planejamento Composto Central 1 (PCCI) – sem tensoativo

Com o objetivo de verificar a influência das variáveis de estudo e obter a região na qual havia a formação preferencial das bolhas intermediárias com um *holdup* na faixa operacional, foi realizado um Planejamento Composto Central com fator de ortogonalidade

igual 1,287 e 2 réplicas no ponto central. Os níveis e as variáveis para este planejamento são mostrados na Tabela 3.3 e foram definidos de acordo com o observado no Planejamento Fatorial 2 (PF2). As DTB foram obtidas a partir da amostragem de bolhas e da filmagem direta.

Tabela 3.3: Planejamento Composto Central (PCC1)

Teste	P _{ar} (bar)	Q _{ar} (L/h)	P _{ve} (bar)	x ₁	x ₂	x ₃
14	2,0	5,0	2,0	-1	-1	-1
15	2,0	5,0	4,0	-1	-1	+1
16	2,0	20,0	2,0	-1	+1	-1
17	2,0	20,0	4,0	-1	+1	+1
18	4,0	5,0	2,0	+1	-1	-1
19	4,0	5,0	4,0	+1	-1	+1
20	4,0	20,0	2,0	+1	+1	-1
21	4,0	20,0	4,0	+1	+1	+1
22	1,7	12,5	3,0	-1,287	0	0
23	4,3	12,5	3,0	1,287	0	0
24	3,0	3,0	3,0	0	-1,287	0
25	3,0	22,0	3,0	0	1,287	0
26	3,0	12,5	1,7	0	0	-1,287
27	3,0	12,5	4,3	0	0	1,287
28	3,0	12,5	3,0	0	0	0
29	3,0	12,5	3,0	0	0	0

3.3.4.4. Testes Preliminares 1 (TP1) – com tensoativo

Nesta etapa do trabalho o objetivo, além de verificar a influência das variáveis já em estudo, era avaliar a influência da adição de tensoativo no tamanho de bolhas, no *holdup* do ar e na porcentagem de bolhas intermediárias formadas. A partir destes ensaios foi realizada uma mudança de variáveis. As variáveis, pressão de ar e vazão de ar, foram correlacionadas conforme mostra a Equação 3.4, que foi utilizada para corrigir a leitura da vazão no rotâmetro, já que o mesmo foi calibrado para operar em condições de temperatura igual a 22°C e na pressão atmosférica. A correção foi feita apenas para a pressão, visto ser pequena a variação de temperatura.

$$Q_{ar}(P_1) = Q_{ar}(P_{calibração}) \times \frac{P_1}{P_{calibração}} \quad (3.4)$$

Dessa forma, a partir da Equação 3.5, foi calculada a velocidade superficial do gás (J_G), variável escolhida para ser analisada nos próximos planejamentos, visto que essa tem sido mais utilizada em vários trabalhos científicos. Outro motivo é o fato de que é uma referência para os processos de flotação, da qual muitos afirmam que uma boa eficiência no processo de flotação ocorre para J_G na faixa de 1-2 cm/s.

$$J_G = \frac{Q_{ar}}{A} \quad (3.5)$$

Com o objetivo de conhecer o comportamento do sistema com a adição de tensoativo e determinar qual a faixa de valores a ser utilizada para cada variável, foram realizados três testes com o sistema operando com condições máxima, intermediária e mínima das variáveis.

As variáveis estudadas foram a velocidade superficial do gás (J_G), a concentração de tensoativo (C), a vazão de alimentação do tensoativo (Q_t) cujos testes estão mostrados na Tabela 3.4.

Para estes ensaios, a pressão de ar foi fixada em 3 bar e as amostragens foram realizadas a cada 3 min durante o tempo total de 24 min em cada teste. Para estes testes foi utilizado o Genagen, como tensoativo. As DTB foram obtidas a partir da amostragem de bolhas e da filmagem direta.

Tabela 3.4: Testes Preliminares 1 (TP1)

Teste	J_G (cm/s)	C (ppm)	Q_t (mL/min)
30	2,5	50	100
31	1,5	30	50
32	0,5	5	14

3.3.4.5. Planejamento Fatorial 2 (PF2) – com tensoativo

Nesta fase dos estudos experimentais o objetivo era verificar se havia diferença entre os três tipos de tensoativos disponíveis para teste: Genagen, Flotigor e Lupromim. Desta forma, foi proposta a realização de um planejamento do tipo fatorial a dois níveis (2^k) para cada tipo de tensoativo a fim de verificar a influência das variáveis: velocidade superficial do gás (J_G), concentração de tensoativo (C), vazão de alimentação do tensoativo (Q_t) e tempo de operação (t) na DTB.

Tabela 3.5: Planejamento Fatorial (PF2) – (diâmetro de bolha)

Teste	J _G (cm/s)	C (ppm)	Q _t (mL/min)	t (min)	x ₄	x ₅	x ₆	x ₇
33	0,5	5	50	5	-1	-1	-1	-1
34	2,0	5	50	20	+1	-1	-1	+1
35	0,5	50	50	20	-1	+1	-1	+1
36	2,0	50	50	5	+1	+1	-1	-1
37	0,5	5	100	20	-1	-1	+1	+1
38	2,0	5	100	5	+1	-1	+1	-1
39	0,5	50	100	5	-1	+1	+1	-1
40	2,0	50	100	20	+1	+1	+1	+1
41	2,0	5	50	5	+1	-1	-1	-1
42	0,5	50	50	5	-1	+1	-1	-1
43	0,5	5	100	5	-1	-1	+1	-1
44	2,0	50	100	5	+1	+1	+1	-1
45	0,5	5	50	20	-1	-1	-1	+1
46	2,0	50	50	20	+1	+1	-1	+1
47	2,0	5	100	20	+1	-1	+1	+1
48	0,5	50	100	20	-1	+1	+1	+1

A Tabela 3.5 mostra o planejamento realizado para cada um dos três tensoativos, apresentando as variáveis e os níveis utilizados, os quais foram definidos a partir dos resultados observados nos testes preliminares. Sendo assim os testes 33 ao 48, equivalem à situação em que foi usado o Genagen como tensoativo e, os testes 49 ao 64, e 65 ao 80, correspondem as situações nas quais foi usado o Flotigor e o Lupromim, respectivamente, como tensoativo. Estes últimos não foram mostrados por apresentarem a mesma matriz de planejamento mostrada na Tabela 3.5. As DTB foram obtidas a partir da amostragem de bolhas.

3.3.4.6. Planejamentos Fatoriais Fracionários 2(PFF2) – com tensoativo

Este planejamento teve o mesmo objetivo do planejamento fatorial 2 (PF2), porém observou-se que, com metade dos experimentos para a resposta *holdup*, através de uma análise estatística, não foi encontrada estrutura de confundimento, ou seja, os parâmetros das variáveis isoladas não sofriam influência dos parâmetros de outras variáveis principais e esse mesmo fato acontecia para as interações dois a dois. Diante disso com o objetivo de diminuir a quantidade de experimentos realizados, a ausência de estruturas de confundimento permitiu que para o *holdup* fosse realizado um planejamento do tipo fatorial fracionário a dois níveis

com p igual a 1 (2^{k-1}), para cada tipo de tensoativo. A Tabela 3.6 mostra as variáveis e os níveis estudados nesse planejamento.

Tabela 3.6: Planejamento Fatorial Fracionário (PFF2) – (*holdup*)

<i>Teste</i>	J_G (cm/s)	C (ppm)	Q_t (mL/min)	t (min)	x₄	x₅	x₆	x₇
81	0,5	5	50	5	-1	-1	-1	-1
82	2,0	5	50	20	+1	-1	-1	+1
83	0,5	50	50	20	-1	+1	-1	+1
84	2,0	50	50	5	+1	+1	-1	-1
85	0,5	5	100	20	-1	-1	+1	+1
86	2,0	5	100	5	+1	-1	+1	-1
87	0,5	50	100	5	-1	+1	+1	-1
88	2,0	50	100	20	+1	+1	+1	+1

Sendo assim, os testes 81 ao 88, equivalem à situação em que foi usado o Genagen como tensoativo e os testes 89 ao 96 e 97 ao 104 correspondem as situações nas quais foi usado o Flotigor e o Lupromim, respectivamente, como tensoativo. Da mesma forma que no PF3, esses últimos testes, não foram mostrados por apresentarem a mesma matriz de planejamento mostrada na Tabela 3.6.

3.3.4.7. Planejamento Fatorial 3 (PF3) – com tensoativo

Uma verificação estatística foi proposta, para avaliar se havia diferença entre os diferentes tipos de tensoativos, de forma a obter um parâmetro para escolha do melhor tensoativo para ser utilizado nas etapas posteriores.

Vale ressaltar que o melhor tensoativo seria aquele que possibilitasse a formação de bolhas com tamanho intermediário mantendo o *holdup*, com valores dentro da faixa operacional viável.

Para isso, através de planejamentos fatoriais a dois níveis, com 5 variáveis (2^k), os tensoativos foram testados dois a dois, e também com os valores obtidos para os testes sem adição de tensoativo, nas mesmas condições de velocidade superficial do gás. Para esse planejamento foram utilizados os resultados dos planejamentos PF3 (Tabela 3.5) e PFF (Tabela 3.6), visto que as variáveis desses foram mantidas e adicionou-se a variável qualitativa (tipo de tensoativo).

Com isso, não foi necessária a realização de novos testes, mas apenas uma análise estatística através do planejamento 2^5 que permitia a comparação entre os tensoativos. A

matriz do planejamento obtida está mostrada na Tabela 3.7. Essa tabela exemplifica a comparação entre Genagen e Flotigor, porém foram feitas outras cinco comparações (Genagen x Lupromim, Flotigor x Lupromim, Genagen x Sem Tensoativo, Flotigor x Sem Tensoativo e Lupromim x Sem Tensoativo).

Tabela 3.7: Planejamento Fatorial 3 (PF3) – Efeito das variáveis no tamanho de bolhas

<i>Teste</i>	J_G (cm/s)	C (ppm)	Q_t (mL/min)	t (min)	<i>Tipo de tenso-ativo</i>	<i>x₄</i>	<i>x₅</i>	<i>x₆</i>	<i>x₇</i>	<i>x₈</i>
33	0,5	5	50	5	T1	-1	-1	-1	-1	+1
34	2,0	5	50	20	T1	+1	-1	-1	+1	+1
35	0,5	50	50	20	T1	-1	+1	-1	+1	+1
36	2,0	50	50	5	T1	+1	+1	-1	-1	+1
37	0,5	5	100	20	T1	-1	-1	+1	+1	+1
38	2,0	5	100	5	T1	+1	-1	+1	-1	+1
39	0,5	50	100	5	T1	-1	+1	+1	-1	+1
40	2,0	50	100	20	T1	+1	+1	+1	+1	+1
41	2,0	5	50	5	T1	+1	-1	-1	-1	+1
42	0,5	50	50	5	T1	-1	+1	-1	-1	+1
43	0,5	5	100	5	T1	-1	-1	+1	-1	+1
44	2,0	50	100	5	T1	+1	+1	+1	-1	+1
45	0,5	5	50	20	T1	-1	-1	-1	+1	+1
46	2,0	50	50	20	T1	+1	+1	-1	+1	+1
47	2,0	5	100	20	T1	+1	-1	+1	+1	+1
48	0,5	50	100	20	T1	-1	+1	+1	+1	+1
49	0,5	5	50	5	T2	-1	-1	-1	-1	-1
50	0,5	5	50	5	T2	+1	-1	-1	+1	-1
51	2,0	5	50	20	T2	-1	+1	-1	+1	-1
52	0,5	50	50	20	T2	+1	+1	-1	-1	-1
53	2,0	50	50	5	T2	-1	-1	+1	+1	-1
54	0,5	5	100	20	T2	+1	-1	+1	-1	-1
55	2,0	5	100	5	T2	-1	+1	+1	-1	-1
56	0,5	50	100	5	T2	+1	+1	+1	+1	-1
57	2,0	50	100	20	T2	+1	-1	-1	-1	-1
58	2,0	5	50	5	T2	-1	+1	-1	-1	-1
59	0,5	50	50	5	T2	-1	-1	+1	-1	-1
60	0,5	5	100	5	T2	+1	+1	+1	-1	-1
61	2,0	50	100	5	T2	-1	-1	-1	+1	-1
62	0,5	5	50	20	T2	+1	+1	-1	+1	-1
63	2,0	50	50	20	T2	+1	-1	+1	+1	-1
64	2,0	5	100	20	T2	-1	+1	+1	+1	-1

Cumpramos ressaltar que a Tabela 3.7 representa a matriz de planejamento para avaliar o efeito das variáveis no tamanho de bolha. Para o *holdup*, o efeito das variáveis foi verificado

através do planejamento fatorial fracionário (PFF), assim para essa etapa do trabalho, a matriz de planejamento utilizada para o *holdup* é mostrada na Tabela 3.8. Como na Tabela 3.7, a Tabela 3.8 exemplifica a comparação entre os resultados obtidos quando se utilizou o Genagen e o Flotigor, como tensoativos. Também foram feitas outras cinco comparações entre os testes realizados com diferentes tensoativos e com o sistema operando na mesma condição, mas sem adição de tensoativo (Genagen x Lupromim, Flotigor x Lupromim, Genagen x Sem Tensoativo, Flotigor x Sem Tensoativo e Lupromim x Sem Tensoativo).

Tabela 3.8: Planejamento Fatorial Fracionário 2 (PFF2) – Efeito das variáveis no *holdup*

<i>Teste</i>	V_G (cm/s)	C (ppm)	Q_t (mL/min)	t (min)	<i>Tipo de tenso- ativo</i>	<i>x4</i>	<i>x5</i>	<i>x6</i>	<i>x7</i>	<i>x8</i>
81	0,5	5	50	5	T1	-1	-1	-1	-1	+1
82	2,0	5	50	20	T1	+1	-1	-1	+1	+1
83	0,5	50	50	20	T1	-1	+1	-1	+1	+1
84	2,0	50	50	5	T1	+1	+1	-1	-1	+1
85	0,5	5	100	20	T1	-1	-1	+1	+1	+1
86	2,0	5	100	5	T1	+1	-1	+1	-1	+1
87	0,5	50	100	5	T1	-1	+1	+1	-1	+1
88	2,0	50	100	20	T1	+1	+1	+1	+1	+1
89	0,5	5	50	5	T2	-1	-1	-1	-1	-1
90	2,0	5	50	20	T2	+1	-1	-1	+1	-1
91	0,5	50	50	20	T2	-1	+1	-1	+1	-1
92	2,0	50	50	5	T2	+1	+1	-1	-1	-1
93	0,5	5	100	20	T2	-1	-1	+1	+1	-1
94	2,0	5	100	5	T2	+1	-1	+1	-1	-1
95	0,5	50	100	5	T2	-1	+1	+1	-1	-1
96	2,0	50	100	20	T2	+1	+1	+1	+1	-1

3.3.4.8. Planejamento Composto Central 2 (PCC2) – com tensoativo

A Tabela 3.9 apresenta o valor das variáveis e os níveis estudados no PCC2. Por fim, para verificar quantitativamente a ação do tensoativo (Genagen) e da velocidade superficial do gás no tamanho de bolha, *holdup* e porcentagem de bolhas intermediárias produzidas foi realizado um planejamento composto central. Foi utilizado um fator de ortogonalidade igual a 1,483 e duas réplicas do ponto central. As DTB foram obtidas a partir da amostragem de bolhas e da filmagem direta.

Tabela 3.9: Planejamento Composto Central 2 (PCC2)

<i>Teste</i>	J_G (cm/s)	C (ppm)	Q_t (mL/min)	t (min)	x₄	x₅	x₆	x₇
105	0,5	15	50	5	-1	-1	-1	-1
106	0,5	15	50	20	-1	-1	-1	+1
107	0,5	15	100	5	-1	-1	+1	-1
108	0,5	15	100	20	-1	-1	+1	+1
109	0,5	50	50	5	-1	+1	-1	-1
110	0,5	50	50	20	-1	+1	-1	+1
111	0,5	50	100	5	-1	+1	+1	-1
112	0,5	50	100	20	-1	+1	+1	+1
113	2,0	15	50	5	+1	-1	-1	-1
114	2,0	15	50	20	+1	-1	-1	+1
115	2,0	15	100	5	+1	-1	+1	-1
116	2,0	15	100	20	+1	-1	+1	+1
117	2,0	50	50	5	+1	+1	-1	-1
118	2,0	50	50	20	+1	+1	-1	+1
119	2,0	50	100	5	+1	+1	+1	-1
120	2,0	50	100	20	+1	+1	+1	+1
121	0,1	32,5	75	12,5	-1,483	0	0	0
122	2,4	32,5	75	12,5	1,483	0	0	0
123	1,25	6,6	75	12,5	0	-1,483	0	0
124	1,25	58,5	75	12,5	0	1,483	0	0
125	1,25	32,5	38	12,5	0	0	-1,483	0
126	1,25	32,5	112	12,5	0	0	1,483	0
127	1,25	32,5	75	1,4	0	0	0	-1,483
128	1,25	32,5	75	23,6	0	0	0	1,483
129	1,25	32,5	75	12,5	0	0	0	0
130	1,25	32,5	75	12,5	0	0	0	0

3.4. Método *online*

Neste segundo método o estudo do controle do tamanho das bolhas foi possível através da filmagem e medida do diâmetro das bolhas através das técnicas de filmagem PVM e de medida FBRM. Nesta etapa foi possível realizar também algumas medidas durante o processo de flotação de minério. As variáveis e as respostas utilizadas foram as mesmas presentes nos planejamentos do método *offline*.

3.4.1. Metodologia para medida do diâmetro de bolha

As técnicas utilizadas nesta etapa do trabalho foram a PVM e FBRM. Essas técnicas consistiam na utilização de duas sondas, uma para filmagem das bolhas do sistema (PVM) e

outra para a medição do tamanho das bolhas (FBRM). Essas sondas foram adaptadas à unidade experimental com um ângulo de aproximadamente 45° conforme mostra a Figura 3.9.

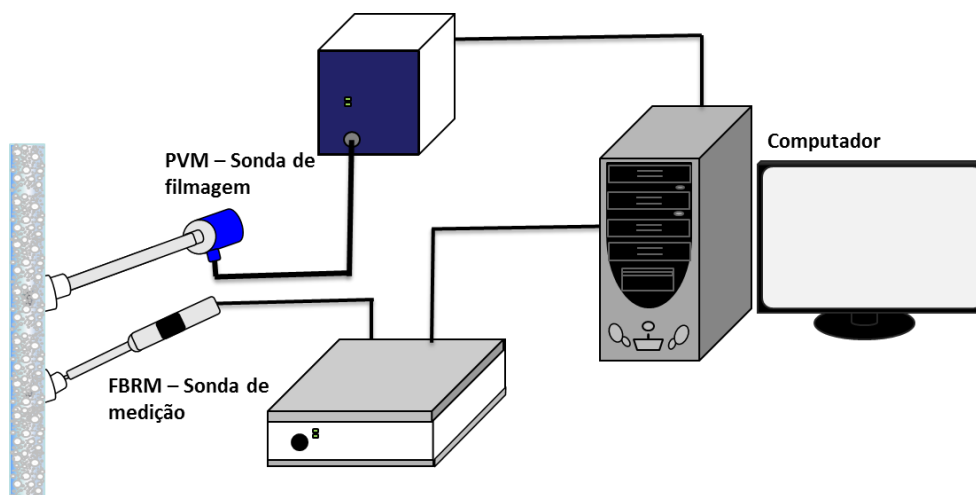


Figura 3.9: Esquema representativo do Método *Online* de filmagem e medida de bolhas.

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

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

3.4.2. Planejamento experimental para o método online

3.4.2.1. Sistema ar-água

Durante o período que as sondas estiveram disponíveis para a realização de testes experimentais, foram reproduzidos alguns testes realizados no planejamento experimental para o método off-line, mostrados na Tabela 3.10.

Tabela 3.10: Testes para o método online sistema ar-água

Teste	P _{ar} (bar)	Q _{ar} (L/h)	P _{Ve} (bar)	C (ppm)	Q _t (mL/min)
131	2,0	5,0	2,0	-	-
132	2,0	5,0	4,0	-	-
133	2,0	20,0	4,0	-	-
134	4,0	20,0	4,0	-	-
135	1,7	12,5	3,0	-	-
136	4,3	12,5	3,0	-	-
137	3,0	12,5	3,0	-	-
138	3,0	60	3,0	-	-
139	3,0	12,5	3,0	50	50
140	3,0	22,0	3,0	50	50
141	3,0	22,0	3,0	50	14
142	3,0	40,0	3,0	50	14
143	3,0	3,5	3,0	32,5	75
145	3,0	40,0	3,0	50	50

Assim como nos testes no método *offline*, foram estudadas as variáveis pressão na linha do ar (P_{ar}), vazão de ar (Q_{ar}) e pressão na linha do Venturi (P_{Ve}) para os testes sem adição de tensoativo. Quando foi considerada adição de tensoativo a P_{ar} e a P_{Ve} foram fixadas em 3,0 bar e, além de variar a Q_{ar}, variou-se também a concentração de tensoativo (C) e a vazão de alimentação de tensoativo (Q_t). Sendo assim a Tabela 3.10 mostra as variáveis e os valores das condições que foram estudadas.

3.4.2.2. Flotação de minério

O estudo do tamanho de bolhas, utilizando a técnica FBRM e PVM, também foi realizado em testes de flotação com minério. O minério utilizado para a realização deste trabalho foi fornecido pela Vale Fertilizante (unidade de Araxá-MG), cuja jazida fosfática faz parte da chaminé alcalina do Barreiro. As amostras do minério fosfático coletadas

correspondem à alimentação do circuito de flotação de finos gerados as quais foram secas, homogeneizadas e quarteadas antes de serem enviadas para a FEQUI-UFU. Esses testes, realizados em regime batelada, foram conduzidos de modo a se obter a cinética da flotação, ou seja, a variação do teor de P_2O_5 com o tempo de flotação.

Para isto, antes da alimentação da polpa à coluna, previamente condicionada com os reagentes (coletor e depressor), alguns procedimentos preliminares eram realizados.

Primeiramente, com a coluna cheia de água, era verificada a pressão da corrente de recirculação, e cujo ajuste se dava pelo sistema de *by-pass*. Com a bomba em funcionamento também era ajustada a vazão de ar no rotâmetro de ar.

Em seguida, a bomba peristáltica que fazia a alimentação de tensoativo era ligada para eliminar ar da tubulação e a vazão era ajustada no valor requerido. Depois, da mesma forma, a bomba peristáltica da água de lavagem também era ligada para verificar seu funcionamento e eliminar o ar da tubulação. Então, a vazão de água era ajustada ao valor requerido no rotâmetro. Por fim, a água era descarregada e a válvula de descarga fechada. Os recipientes para coleta do concentrado e do resíduo eram colocados nas posições adequadas.

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

Como eram testes de cinética, o material flotado foi coletado em diferentes recipientes para os tempos de 15, 30, 50, 90 e 150 s, contados a partir do momento de transbordo da espuma no topo da coluna. O restante do material flotado, após os 150 s, foi coletado em outro recipiente até o fim do teste o qual era determinado quando a interface polpa-espuma atingia o topo da coluna. Neste momento, a válvula de descarga era aberta e o rejeito coletado em um recipiente referente a este material. A coluna era lavada com água e o material residual (concentrado e rejeito) era coletado em seus respectivos recipientes.

Para este trabalho, nos testes de flotação de minério, utilizou-se a água de abastecimento público.

Reagentes de Flotação

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

Desta forma, foram utilizados nos testes de flotação como coletor o sabão de óleo de arroz, como depressor o fubá de milho gelatinizado e para regulação do pH foi utilizada solução de hidróxido de sódio a 10%. Os reagentes utilizados neste trabalho (coletor e depressor) foram fornecidos pela Vale Fertilizantes S.A.

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

Condicionamento do Minério

Antes da alimentação do minério à coluna de flotação, realizava-se o condicionamento desse minério de modo a promover o contato das partículas minerais com os reagentes, preparando uma polpa minério-reagentes-água. Esta etapa visou inibir a adsorção do coletor sobre a superfície da ganga (mantendo-a hidrofílica) e induzir hidrofobicidade à apatita. Assim, durante o preparo da polpa, primeiramente era adicionado o depressor que era adsorvido, seletivamente, sobre a superfície dos principais minerais de ganga, impedindo uma posterior interação destas espécies com o coletor, permanecendo hidrofílicas.

Em seguida, adicionava-se o coletor que era adsorvido sobre a superfície da apatita, tornando-a hidrofóbica, propriedade necessária para posterior adesão às bolhas de ar e coleta seletiva na coluna de flotação. O controle do pH foi feito de modo cauteloso, mantendo-o no valor estabelecido durante todo o condicionamento da polpa.

O procedimento detalhado desse condicionado é citado a seguir e segue a metodologia utilizada pelos trabalhos de flotação desenvolvidos no Laboratório de Sistemas Particulados da FEQUI/UFU (SANTANA, 2011; SANTOS, M., 2010).

Primeiramente, toda a água utilizada para cada teste era separada e dividida em 227 mL colocados em um béquer de vidro para a realização do condicionamento a 60% de sólidos. Em outro béquer 2067 mL de água para a diluição da polpa e, por fim, 200 mL de água colocadas em uma pisseta.

As massas de reagentes, coletor, depressor e do minério, definidas de acordo com o planejamento, eram pesadas nos respectivos béqueres.

Em seguida, uma hélice adequada era inserida no agitador e este era colocado no béquer juntamente com a referida massa do minério e 227 mL de água de processo. Montou-se então o suporte universal com a bureta contendo a solução de NaOH a 10 %. Após o início da mistura da suspensão (agitador *IKA Labortechnik RW20.n*) com rotação em torno de 1614 rpm, por meio da adição da solução de NaOH contida na bureta, ajustava-se o pH, no valor de 11,5, monitorando-o neste valor durante 5 min. As leituras de pH foram realizadas em um medidor pH-metro *Tecnal*, acoplado a um eletrodo combinado de vidro.

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

Decorrido este tempo, era feita a adição do coletor, enxaguando o béquer com água contida na pisseta. Continuava-se agitando a suspensão durante 5 min, mantendo-se o pH.

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

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

Caracterização química dos produtos de flotação

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

A determinação do teor das espécies químicas presentes nas amostras foi realizada utilizando-se o espectrômetro de fluorescência de raios-X, no Laboratório de Análises da Vale Fertilizantes em Tapira/MG.

A Tabela 3.11 mostra as condições operacionais que foram mantidas constantes durante a realização dos testes com a flotação de minério. Esses valores foram escolhidos tendo como base os testes anteriores e as melhores condições determinadas por Santos (2014) para a flotação de minério fino de apatita em coluna convencional operando com ar disperso.

Tabela 3.11: Condições operacionais na flotação de minério

<i>Condição</i>	<i>Valor</i>
Massa de minério	340g
Porcentagem de sólidos do condicionamento	60%
Porcentagem de sólido na flotação	12%
Concentração de coletor	120 g/t
Concentração de depressor	900 g/t
Tempo de condicionamento	5 min (cada reagente)
pH no condicionamento	11,5
Vazão de água de lavagem	0,15 L/min
Pressão na linha de ar	3 bar
Velocidade Superficial do gás	2 cm/s
Concentração de tensoativo	50 ppm
Vazão de alimentação de tensoativo	50 mL/min

CAPÍTULO 4

RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Resultados para o sistema ar-água – sem tensoativo

4.1.1. Resultados do Planejamento Fatorial 1 (PF1) e do Planejamento Fatorial 2 (PF2)

A Tabela 4.1 apresenta os resultados obtidos no planejamento fatorial 1 (PF1). Os resultados mostram a influência da pressão e vazão de ar (P_{ar} e Q_{ar} , respectivamente) no tamanho de bolha (avaliando diâmetro médio de Sauter - D_{32} , diâmetro médio aritmético - D_{medio} e diâmetro que representa a moda da DTB - D_{moda}) e no *holdup* (ϵ_o). Desta forma, foi possível conhecer a distribuição de tamanho de bolhas (DTB) produzidas na coluna operando em sistema convencional, ou seja, aeração feita através do cone poroso posicionado interiormente na base da coluna (flotação com ar disperso), nas condições operacionais utilizadas por Santos, M. (2010) e Santana (2011).

Tabela 4.1: Resultados do planejamento fatorial PF1 (flotação com ar disperso)

Teste	P_{ar} (bar)	Q_{ar} (L/h)	ϵ_o (%)	D_{32} (μm)	D_{medio} (μm)	D_{moda} (μm)
1	3,5	60	6,46	3284	3001	2481
2	3,5	80	8,43	3188	2944	2496
3	2	60	6,40	2985	2662	2368
4	2	80	8,48	3283	3109	3069

Logo, percebe-se que a flotação com ar disperso caracterizou-se pela geração de bolhas grandes, apresentando em média um diâmetro de Sauter igual a 3185 μm (3,2 mm aproximadamente) e um *holdup* na faixa de 6,4 a 8,5%. O D_{medio} e o D_{moda} apresentaram valores próximos ao valor do D_{32} , indicando que a maioria das bolhas possui diâmetro próximo ao do diâmetro médio de Sauter.

Os resultados obtidos para o planejamento fatorial 2 (PF2), o qual corresponde às bolhas geradas por meio da passagem forçada da corrente de recirculação através do Venturi, são mostrados na Tabela 4.2. Nesta tabela, observam-se os valores para D_{32} , D_{medio} , D_{moda} e ϵ_o para cada uma das condições, de pressão de ar (P_{ar}), vazão de ar (Q_{ar}) e pressão na linha do Venturi (P_{Ve}), inicialmente estudadas.

Tabela 4.2: Resultados do planejamento fatorial PFF1 (Venturi)

Teste	P _{ar} (bar)	Q _{ar} (L/h)	P _{Ve} (bar)	ε _o (%)	D ₃₂ (μm)	D _{medio} (μm)	D _{moda} (μm)
5	1,2	5	2	1,27	626	315	90
6	1,2	15	4	2,73	1306	898	1060
7	1,2	25	3	3,97	1843	1751	1774
8	2,6	5	4	1,05	1412	612	123
9	2,6	15	3	2,66	1492	1006	951
10	2,6	25	2	3,41	1961	1238	941
11	4,0	5	3	0,79	1138	485	127
12	4,0	15	2	2,28	1744	1370	1256
13	4,0	25	4	4,04	1839	1295	1010

Como relatado na literatura, é possível perceber uma tendência do aumento, tanto do tamanho de bolha quanto do *holdup*, com o incremento da vazão de ar (Q_{ar}). Percebe-se que as respostas também tiveram influência das outras variáveis P_{ar} e P_{Ve}, porém em menor escala.

Esses planejamentos iniciais, PF1 e PF2, foram realizados com o objetivo de verificar a capacidade do sistema operando com o Venturi em gerar bolhas com tamanho intermediário, as quais, segundo Rodrigues (2004), possuem diâmetro médio na faixa de 200 a 600 μm. Para isto, as DTB obtidas nas condições estudadas para o Venturi foram comparadas com as DTB obtidas para o sistema operando com ar disperso, no qual foram geradas bolhas grandes, características da flotação em coluna convencional.

A Figura 4.1 mostra a comparação entre os histogramas obtidos para cada um dos sistemas de aeração. A condição de operação do Venturi, na qual foi gerada uma maior quantidade de bolhas na faixa intermediária, correspondente ao teste 11.

O histograma da Figura 4.1 mostra que as bolhas geradas pelo Venturi foram menores do que as bolhas produzidas pelo ar disperso. Com o Venturi foram geradas bolhas na faixa do tamanho intermediário (maior parte das bolhas geradas com diâmetro menor que 1000 μm). De modo geral, as bolhas grandes foram produzidas pelo sistema convencional de flotação (ar disperso) na faixa de 1000 a 5000 μm, sendo a maior porcentagem delas ocorrendo na região com valores entre 2000 e 4000 μm.

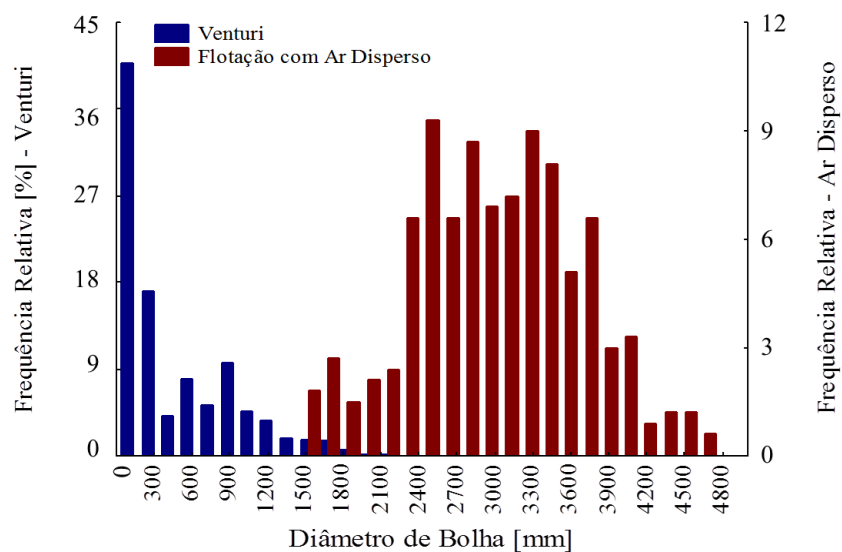


Figura 4.1: Histograma comparativo das DTB para as bolhas geradas pelo ar disperso e pelo Venturi.

Com a finalidade de validar as bolhas geradas pelo Venturi, como bolhas com tamanho intermediário, a DTB do Venturi foi comparada com as microbolhas geradas em um sistema com a coluna de flotação operada por ar dissolvido (FAD). Os dados da DTB da FAD foram obtidos por Santana *et al.* (2012), trabalho desenvolvido em coluna similar à deste trabalho. Desta forma, a Figura 4.2, mostra as comparações das bolhas geradas pelo Venturi com as microbolhas do FAD, na mesma condição da comparação anterior.

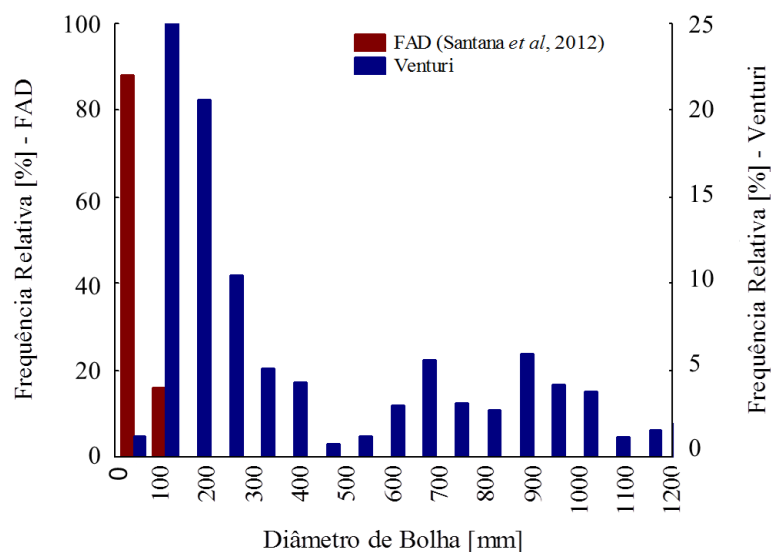


Figura 4.2: Histograma comparativo das DTB para as bolhas geradas pela FAD e pelo Venturi.

A análise do histograma da Figura 4.2 mostra que as bolhas geradas pelo Venturi foram maiores do que as microbolhas obtidas na FAD. Observa-se que o sistema, operando com o Venturi, produziu uma DTB bem diversa com uma porcentagem maior de bolhas na faixa de 100 a 400 μm (dentro da faixa indicada como tamanho intermediário na literatura), e uma segunda região caracterizando a presença considerável de bolhas maiores de 900 a 1100 μm , aproximadamente. Percebe-se que, embora em menor quantidade, foram geradas também microbolhas no sistema.

Desta forma, os resultados obtidos indicaram que, em condições específicas de vazão e pressão do ar, as bolhas geradas pelo Venturi foram menores do que as bolhas produzidas pelo ar disperso e maiores do que as microbolhas geradas na FAD. Portanto, pode-se afirmar, a partir desses resultados, que o sistema projetado para a produção de bolhas de ar através do Venturi gerou, satisfatoriamente, bolhas com tamanho intermediário, conforme um dos objetivos desse trabalho. As Figuras a seguir mostram as bolhas filmadas para cada um dos sistemas, FAD, Venturi e ar disperso.

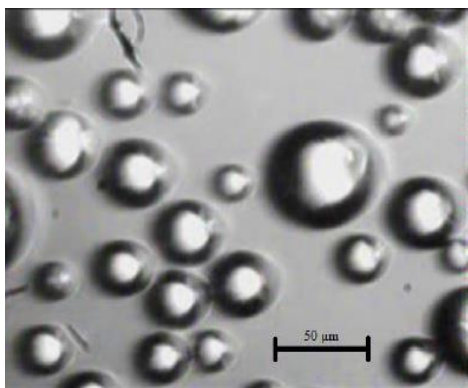


Figura 4.3: Bolhas geradas pela FAD

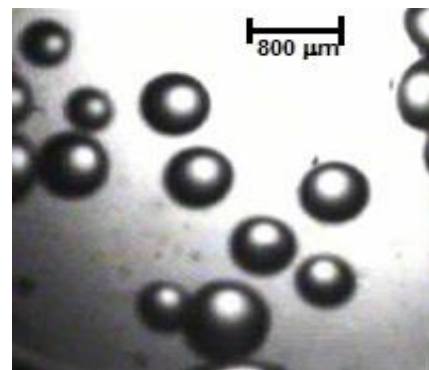


Figura 4.4: Bolhas geradas pela flotação com Venturi

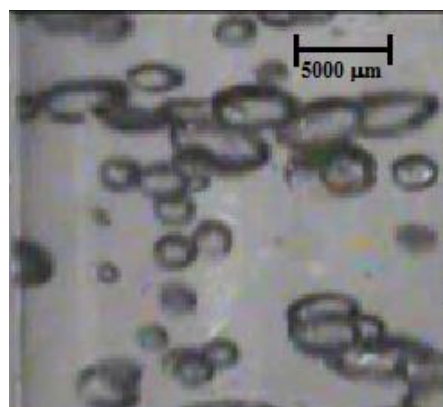


Figura 4.5: Bolhas geradas pela flotação com ar disperso

Assim, os resultados subsequentes a esses, foram referentes aos planejamentos que tiveram como objetivo estudar a influência das variáveis do processo de flotação no controle do tamanho de bolhas e no *holdup* ar, visando a uma produção efetiva de bolhas intermediárias. Neste trabalho considerou-se a faixa de 100 a 1000 μm para bolhas com tamanho intermediário, as bolhas de FAD com diâmetro menor que 100 μm , e as bolhas da flotação com ar disperso de 1000 a 5000 μm .

4.1.2. Planejamento Composto Central 1 (PCC1)

A partir dos resultados observados para os testes iniciais (PF2) e com o objetivo de quantificar as tendências e efeitos das variáveis nas respostas desejadas, foi realizado um PCC que estatisticamente permitiu realizar uma análise quantitativa do efeito das variáveis estudadas.

Assim, o Planejamento Composto Central 1 (PCC1) teve suas variáveis e níveis determinados a partir das condições estudadas no PF2. Na Tabela 4.3 são mostrados os resultados da influência da pressão de ar (P_{ar}), vazão de ar (Q_{ar}) e pressão na linha do Venturi (P_{Ve}) no tamanho de bolha (D_{32} , $D_{\text{médio}}$ e D_{moda}), *holdup* de ar (ϵ_o) e na porcentagem de bolhas intermediárias geradas (P_{BI}).

Tabela 4.3: Resultados do Planejamento Composto Central 1 (PCC1)

Teste	P_{ar} (bar)	Q_{ar} (L/h)	P_{Ve} (bar)	ϵ_o (%)	D_{32} (μm)	$D_{\text{médio}}$ (μm)	D_{moda} (μm)	P_{BI} (%)
14	2,0	5,0	2,0	0,75	1371	514	88	55,0
15	2,0	5,0	4,0	0,79	1409	631	109	54,0
16	2,0	20,0	2,0	2,25	3021	2626	3478	0,0
17	2,0	20,0	4,0	2,81	2964	2540	2118	0,1
18	4,0	5,0	2,0	0,37	1903	696	706	54,0
19	4,0	5,0	4,0	0,15	1547	622	130	66,0
20	4,0	20,0	2,0	2,10	2463	2191	1867	1,3
21	4,0	20,0	4,0	2,77	2366	1980	1645	4,0
22	1,7	12,5	3,0	1,39	2809	2416	1771	1,1
23	4,3	12,5	3,0	1,57	2416	2166	1303	0,0
24	3,0	3,0	3,0	0,30	1424	683	837	63,7
25	3,0	22,0	3,0	2,81	2634	2319	2212	2,7
26	3,0	12,5	1,7	1,31	3035	2512	1956	2,2
27	3,0	12,5	4,3	1,65	2427	2123	1231	2,8
28	3,0	12,5	3,0	1,54	2533	2106	993	9,0
29	3,0	12,5	3,0	1,54	2593	2198	1224	5,6

Analisando os dados da tabela de resultados observa-se, nitidamente, que as condições utilizadas definiram a formação de duas DTB bem diferentes e com características bastante específicas. Nota-se que, quando se utilizou valores baixos para a vazão de ar, foram obtidos valores menores para o tamanho de bolhas e para o *holdup*. Consequentemente, foram as condições que apresentaram uma maior quantidade de bolhas com tamanho intermediário. A segunda DTB caracterizou-se por apresentar os maiores valores obtidos para o tamanho de bolhas e para o *holdup*, porém indicou-se que não foram formadas bolhas de tamanho intermediário nessas condições. Tais condições se assemelharam mais com as DTB obtidas na flotação com ar disperso.

Os dados da Tabela 4.3 foram analisados através da técnica de regressão múltipla com o objetivo de quantificar os principais efeitos das variáveis P_{ar} , Q_{ar} e P_{ve} nas respostas, bem como avaliar também o efeito das interações e das contribuições quadráticas das variáveis. As variáveis independentes foram adimensionalizadas conforme mostram as Equações 4.1, 4.2 e 4.3 presentes na Tabela 4.4, a qual apresenta também as faixas dos valores experimentais.

Tabela 4.4: Variáveis adimensionalizadas e suas respectivas faixas experimentais para os planejamentos do sistema ar-água – sem tensoativo

Variável	Faixa Experimental	Adimensionalização
P_{ar}	1,7 bar a 4,3 bar	$x_1 = \frac{P_{ar}(\text{bar}) - 3}{1}$ (4.1)
Q_{ar}	3 L/h a 22 L/h	$x_2 = \frac{Q_{ar}(\text{L/h}) - 12,5}{7,5}$ (4.2)
P_{ve}	1,7 bar a 4,3 bar	$x_3 = \frac{P_{ve}(\text{bar}) - 3}{1}$ (4.3)

Foi adotado um nível de significância de 10% (percentagem máxima de erro do teste de hipótese) na análise de regressão dos parâmetros e os modelos matemáticos obtidos são mostrados nas equações 4.4 a 4.7. Nas equações empíricas apresentadas y_1 é o *holdup* (ϵ_o) com $R^2 = 0,99$, y_2 é o diâmetro médio de Sauter (D_{32}) com $R^2 = 0,96$, y_3 é o diâmetro médio aritmético ($D_{\text{médio}}$) com $R^2 = 0,95$ e y_4 é o diâmetro que representa a moda da DTB (D_{moda}) com $R^2 = 0,88$.

$$y_1 = 1,24 + x_1 b_1 + x_2 B_1 x_2 \quad (4.4)$$

$$\text{na qual: } b_1 = \begin{bmatrix} -0,08 \\ 0,98 \\ 0,13 \end{bmatrix} \text{ e } B_1 = \begin{bmatrix} 0 & 0,05 & 0 \\ 0,05 & 0 & 0,09 \\ 0 & 0,09 & 0 \end{bmatrix} \quad \underline{x} = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}$$

$$y_2 = 2660 + \underline{x}' b_2 + \underline{x}' B_2 \underline{x} \quad (4.5)$$

$$\text{na qual: } b_2 = \begin{bmatrix} -88 \\ 542 \\ -111 \end{bmatrix} \text{ e } B_2 = \begin{bmatrix} 0 & -114 & 0 \\ -114 & -425 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad \underline{x} = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}$$

$$y_3 = 2339 + \underline{x}' b_3 + \underline{x}' B_3 \underline{x} \quad (4.6)$$

$$\text{na qual: } b_3 = \begin{bmatrix} 0 \\ 794 \\ 0 \end{bmatrix} \text{ e } B_3 = \begin{bmatrix} 0 & 73 & 0 \\ 73 & -591 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad \underline{x} = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}$$

$$y_4 = 1292 + \underline{x}' b_4 + \underline{x}' B_4 \underline{x} \quad (4.7)$$

$$\text{na qual: } b_4 = \begin{bmatrix} 0 \\ 870 \\ -271 \end{bmatrix} \text{ e } B_4 = \begin{bmatrix} 0 & 170 & 0 \\ 170 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad \underline{x} = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}$$

Vale ressaltar que não foi possível obter uma superfície de resposta para a porcentagem de bolhas intermediária (y_5), pois, embora tenha apresentado um coeficiente de correlação quadrático bem próximo de um, a análise dos resíduos apresentou dados tendenciosos, devido provavelmente aos valores extremos encontrados nos resultados.

Analisando as equações empíricas obtidas, nota-se que vazão de ar (x_2) foi a variável que apresentou um maior efeito nas respostas avaliadas. Este efeito foi positivo em todas as respostas, como esperado. Pérez-Garibay *et al.* (2012) realizaram testes em um sistema ar-água com bolhas geradas por FAD. Observaram que no sistema, operando sem a adição de espumante, o incremento da vazão de ar aumentou o *holdup* pelo fato do maior acúmulo de ar na zona de recuperação, devido à maior quantidade de ar alimentada à coluna. Notou-se ainda que o incremento da vazão de ar proporcionou um regime turbulento na coluna, favoreceu a coalescência das bolhas e aumentou o diâmetro médio de Sauter das mesmas.

Outra observação clara, a partir da análise das equações, foi a alta interação entre as variáveis pressão da linha de ar (x_1) e vazão de ar (x_2).

A metodologia da técnica de superfície de resposta também foi utilizada para ilustrar os principais resultados no *holdup* (ϵ_o) e no tamanho de bolhas (D_{32} , $D_{\text{médio}}$ e D_{moda}). Desta forma, as Figuras 4.6 e 4.7 mostram as superfícies de resposta para o ϵ_o e o D_{32} , respectivamente, como função da pressão da linha de ar e a vazão de ar, para a pressão na linha do Venturi fixada em 3 bar, ou seja, o nível zero para a variável codificada.

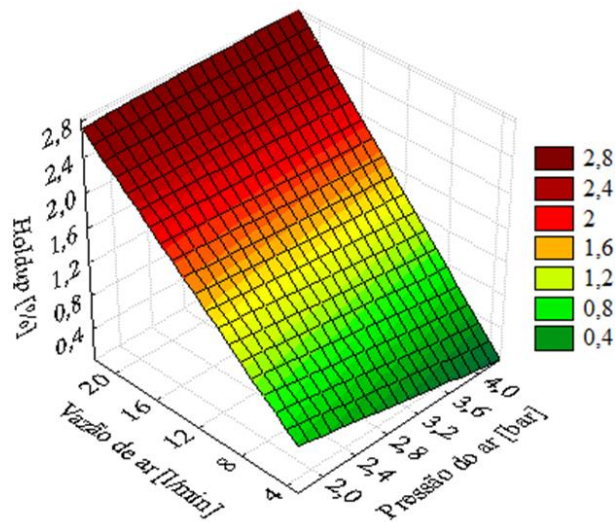


Figura 4.6: Superfícies de resposta para o *holdup* (ϵ_o) em função da pressão na linha de ar e vazão de ar.

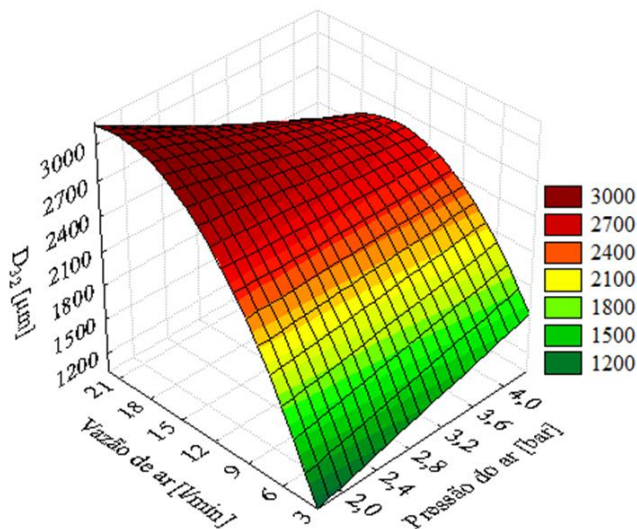


Figura 4.7: Superfícies de resposta para o D_{32} , em função da pressão na linha de ar e vazão de ar.

Segundo Takata (2006), a faixa operacional para o *holdup* é de 5% a 35%. Conforme pode ser observado na superfície de resposta da Figura 4.6, o valor mais alto de *holdup* obtido nessas condições foi de 2,8%, o qual corresponde a uma vazão de 20 a 22 L/h, sendo o efeito da pressão de ar nessa condição insignificante. Para essa faixa de valores de vazão e pressão de ar nota-se uma equivalência com os maiores valores para o D_{32} , caracterizando-se uma alta formação de bolhas grandes.

Por outro lado, a região da Figura 4.7 com vazões entre 3 e 6 L/h e pressões de ar de 1,8 a 3,6 bar, correspondeu aos menores valores para D_{32} . Essa região, com os menores valores de D_{32} , correspondeu também às condições nas quais foram obtidas as maiores porcentagens de bolhas intermediárias formadas. Portanto, essa maior produção de bolhas intermediárias, equivale simultaneamente a valores muito pequenos de *holdup* (ϵ_o), os quais são inadequados operacionalmente.

Percebe-se com relação ao aumento da pressão de ar que, enquanto ϵ_o aumenta, diminuiu o D_{32} , para altas vazões de ar. Nota-se que o inverso ocorre para baixas vazões de ar, fruto da interação entre essas duas variáveis. Vale ressaltar, que esse comportamento inverso entre o *holdup* e o diâmetro de bolha era esperado, pois conforme afirmou Finch *et al.* (2012) há uma relação entre a velocidade de ascensão da bolha com o seu diâmetro à medida que o diâmetro de bolha aumenta, maior é sua velocidade de ascensão e menor seu tempo de retenção no interior da coluna, causando, assim, uma redução no valor do *holdup*.

Outra consideração importante, também fruto do efeito de interação entre as variáveis, foi o comportamento distinto de uma variável nos níveis extremos da outra. Essa observação é nítida para as Figuras 4.6 e 4.7, nos quais se observa, por exemplo, esse comportamento distinto para o *holdup* (ϵ_o) nas condições de mínima e máxima vazão de ar. Nas condições com vazões de ar mais baixas, observa-se uma diminuição do ϵ_o enquanto se aumentava a pressão da linha de ar. Por outro lado, nas condições com vazões de ar maiores, nota-se o aumento do ϵ_o com o incremento da pressão da linha de ar.

Na Figura 4.8, pode-se observar de que maneira as variáveis vazão de ar (Q_{ar}) e pressão na linha do Venturi (P_{Ve}) influenciaram nos valores do *holdup* (ϵ_o) e do diâmetro médio de Sauter das bolhas (D_{32}). Essa análise foi realizada para a variável pressão do ar fixada no valor referente ao nível central, ou seja, no valor de P_{Ve} igual a 3 bar. Nota-se, na Figura 4.8, que a região que compreende o maior valor de *holdup* (3%) correspondeu à região com os maiores valores de vazão de ar estudados (entre 18 e 22 L/h), e a pressão no Venturi na faixa de 2,4 a 4,2 bar. A pressão no Venturi apresentou influência no ϵ_o para essa região

com maiores Q_{ar} , o que não se observa com a redução da Q_{ar} , situação na qual o ϵ_o variou em menor escala com a pressão na linha do Venturi, apresentando, os menores valores.

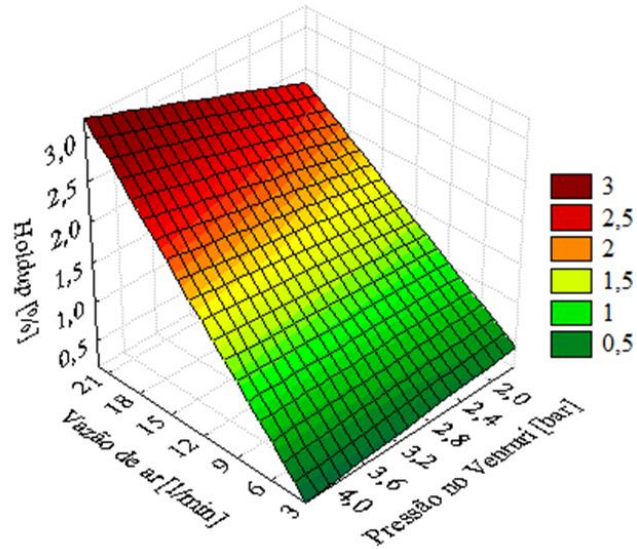


Figura 4.8: Superfícies de resposta para o *holdup* em função da pressão na linha de ar e vazão de ar.

A Figura 4.9 mostra o comportamento do D_{32} frente às variáveis estudadas, vazão de ar e pressão na linha do Venturi, e comparando-se com as regiões destacadas para o *holdup* (ϵ_o), tem-se que a região com os maiores valores de ϵ_o corresponde à região com os maiores valores de D_{32} .

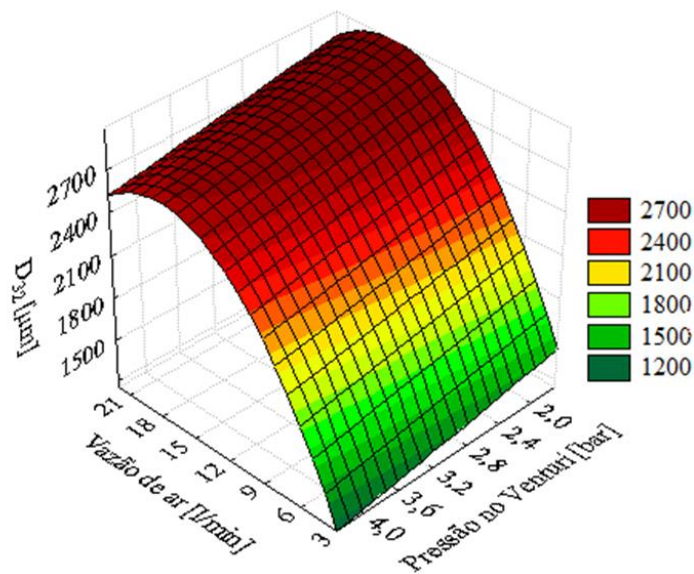


Figura 4.9: Superfícies de resposta para o D_{32} , em função da pressão na linha de ar e vazão de ar.

Por outro lado, a região que apresentou uma DTB com menor D_{32} , caracterizando a geração de uma maior quantidade de bolhas intermediárias, equivale a região com os *holdups* de ar mais baixos, repetindo a mesma situação observada na análise anterior. Como já mencionado anteriormente, esses baixos valores de *holdup* não são operacionalmente interessantes, logo é necessário um estudo de alternativas que viabilizem simultaneamente o aumento da produção de bolhas intermediárias e do *holdup*.

As superfícies de respostas obtidas para o $D_{\text{médio}}$, D_{moda} e D_{32} são mostradas na Figura 4.10. Nota-se que a influência das variáveis, nesse caso, pressão e vazão de ar no $D_{\text{médio}}$ e no D_{moda} , apresentou o mesmo comportamento observado em D_{32} . Essa mesma relação ocorreu quando avaliada a influência da pressão na linha do Venturi.

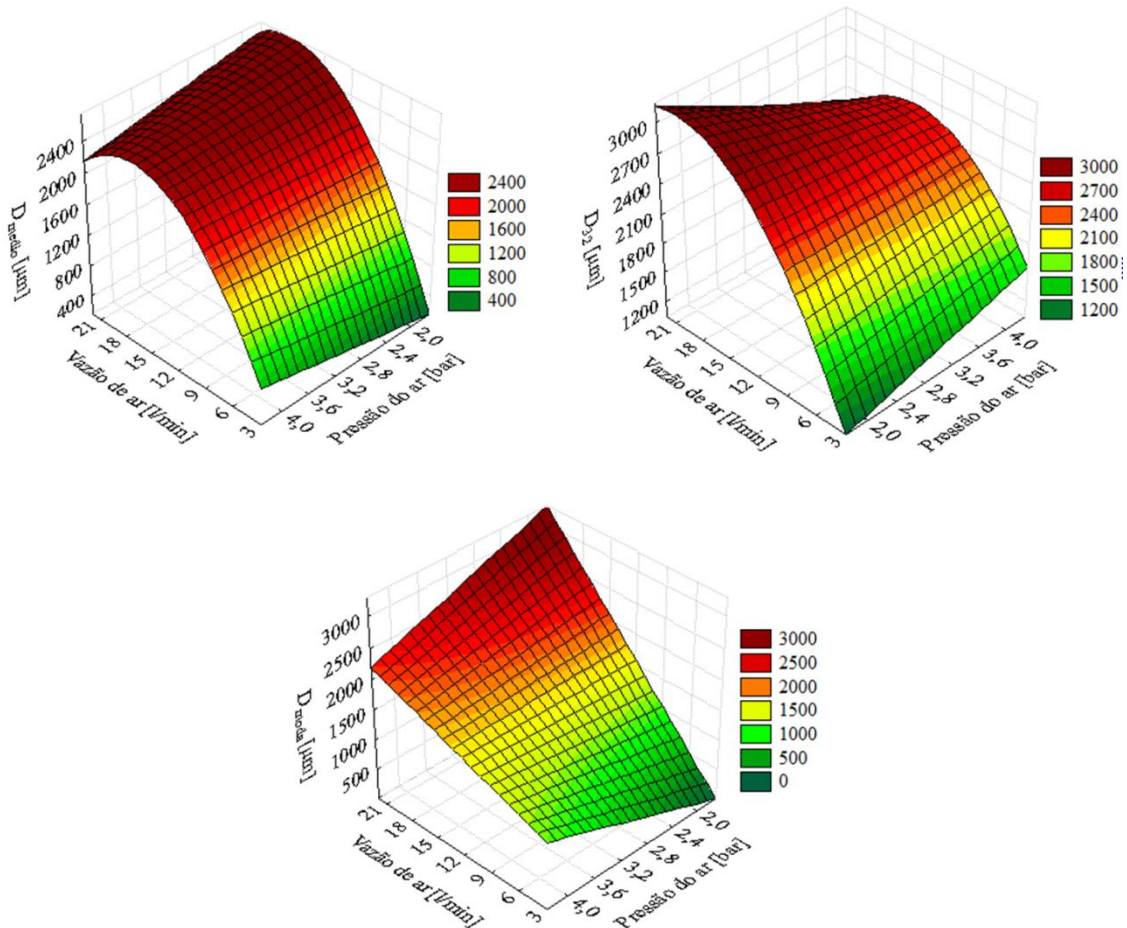


Figura 4.10: Superfícies de resposta para o $D_{\text{médio}}$, D_{moda} e D_{32} em função da vazão de ar e da pressão da linha de ar.

Logo, comparando-se os valores encontrados para cada uma dessas respostas, observa-se que, em condições de médias a baixas vazões há uma diferença significativa entre os valores de diâmetro médio calculado. Observa-se, nitidamente, que o $D_{\text{médio}}$ e o D_{moda}

alcançaram valores bem menores do que os de D_{32} , nas mesmas condições de operação. Isso retrata um fenômeno observado durante os testes experimentais de que, embora o D_{32} indique a presença de bolhas maiores no sistema, devido às características intrínsecas do seu cálculo, os menores valores para o D_{medio} e o D_{moda} indicam que também foi gerada uma quantidade considerável de bolhas menores, em diversas condições de operação.

Portanto, a partir dessas observações, concluiu-se que o sistema projetado com o Venturi apresentou uma DTB com uma variação grande entre o menor e o maior valor de tamanho de bolha encontrado. Por isso, em muitas DTB obtidas, observou-se um comportamento bimodal, ou seja, havia uma faixa com alta frequência de microbolhas e outra faixa com uma alta frequência de bolhas intermediárias.

Assim, como o objetivo deste trabalho foi avaliar o comportamento do tamanho de bolha diante das alterações nas variáveis estudadas, em muitos dos próximos resultados apresentados, serão discutidas as alterações observadas apenas para o D_{32} , já que as tendências observadas são equivalentes para o D_{medio} e o D_{moda} .

4.2. Resultados para o sistema ar-água – com tensoativo

4.2.1. Testes Preliminares (TPI)

A ação do tensoativo (Genagen) no diâmetro de bolha e no *holdup* ao longo do tempo pode ser observada através das Figuras 4.11 e 4.12. A Figura 4.11 mostra que, como mencionado na literatura por vários autores (SHUKLA *et al.*, 2010; LEIVA *et al.*, 2010; GRAU *et al.*, 2005; ALDRICH E FENG, 2000), o tensoativo atua de forma eficaz na diminuição do tamanho de bolha, ou melhor, sua presença no sistema diminuiu a ocorrência do fenômeno de coalescência, mantendo assim, as bolhas com diâmetros menores.

Observa-se também que a ação do tensoativo sobre o diâmetro de bolha tende a um valor fixo, mostrando que há uma estabilização do sistema. Desta forma, o tensoativo adicionado em um tempo maior atua apenas para manter o tamanho das bolhas.

Na Figura 4.12 é possível notar que a adição de tensoativo também agiu de maneira efetiva no valor do *holdup* (ϵ_o), tendo como consequência um aumento do *holdup* à medida que se passava o tempo e o tensoativo era adicionado. Observa-se que o aumento do ϵ_o tende a estabilizar, da mesma forma como aconteceu para o D_{32} , o que era esperado, já que existe uma relação direta entre tamanho de bolha e *holdup*.

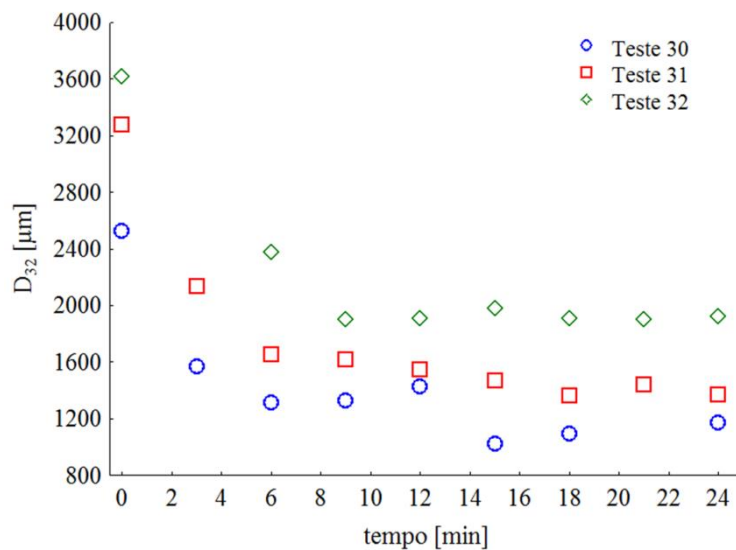


Figura 4.11: Influência ao longo do tempo da adição de tensoativo no D_{32} sendo: Teste 30 ($J_g=2,5\text{cm/s}$; $C=50\text{ ppm}$; $Q_t=100\text{ ml/min}$); Teste 31 ($J_g=1,5\text{cm/s}$; $C=30\text{ ppm}$; $Q_t=50\text{ ml/min}$); Teste 32 ($J_g=0,5\text{cm/s}$; $C=5\text{ ppm}$; $Q_t=14\text{ ml/min}$).

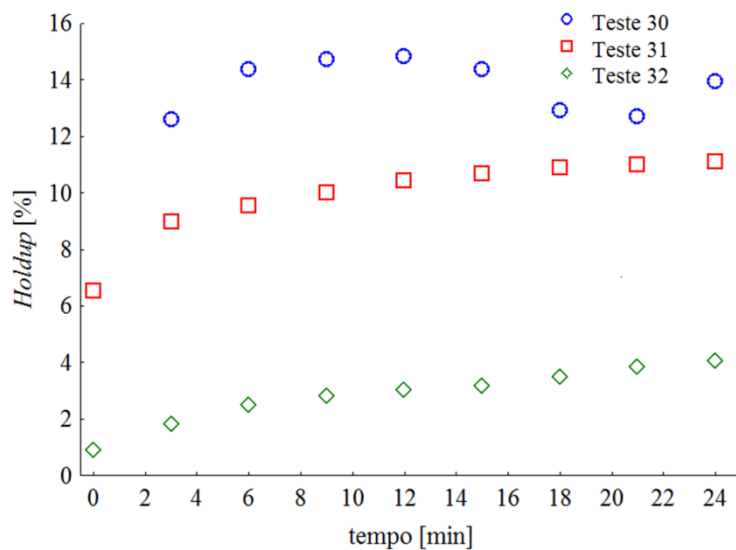
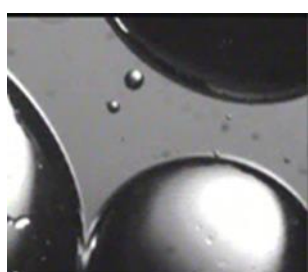


Figura 4.12: Influência ao longo do tempo da adição de tensoativo no *holdup* sendo: Teste 30 ($J_g=2,5\text{cm/s}$; $C=50\text{ ppm}$; $Q_t=100\text{ ml/min}$); Teste 31 ($J_g=1,5\text{cm/s}$; $C=30\text{ ppm}$; $Q_t=50\text{ ml/min}$); Teste 32 ($J_g=0,5\text{cm/s}$; $C=5\text{ ppm}$; $Q_t=14\text{ ml/min}$).

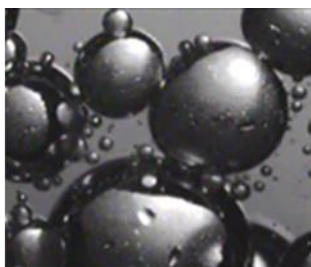
A partir destes resultados, foi possível observar que no Teste 32, no qual foram utilizadas as menores condições para vazão de ar, concentração e alimentação de tensoativo, obteve-se uma diminuição do tamanho de bolha, relativa ao tamanho inicial, próxima com os outros testes. Porém, mesmo com o aumento provocado pelo tensoativo, o valor do *holdup* continuou baixo comparado com o desejado (5-35%) e as bolhas continuaram grandes. Portanto, definiu-se a concentração de 5 ppm de tensoativo como o valor mínimo para os testes posteriores a esse.

A mesma análise foi feita para o Teste 30, no qual a vazão de ar, concentração e alimentação de tensoativo foram testadas com valores mais altos. Notou-se que essas condições foram suficientes para diminuir o diâmetro médio das bolhas a valores dentro da faixa de bolhas com tamanho intermediário. Com relação ao *holdup*, verificou-se que houve um aumento significativo alcançando o valor de 15%, valor médio na zona de recuperação da faixa especificada como favorável para o processo de flotação.

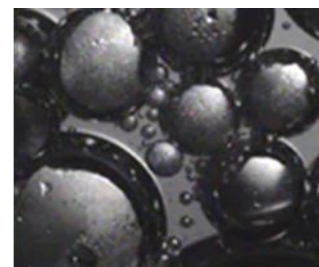
A Figura 4.13 mostra uma sequência de fotos, obtidas no método da amostragem de bolhas, relativa a cada um dos tempos amostrados. Essas fotos comprovam o efeito do tensoativo observado pelos gráficos, nas quais foi possível observar a diminuição do tamanho das bolhas e o aumento na concentração de bolhas, que diz respeito ao aumento do *holdup*.



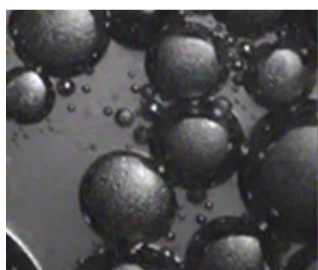
t = 0 min



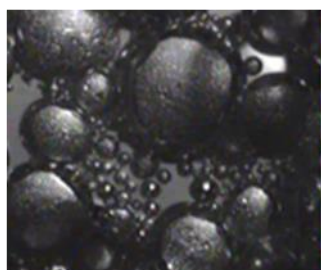
t = 3 min



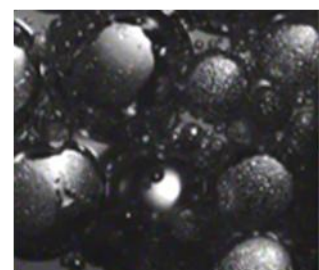
t = 6 min



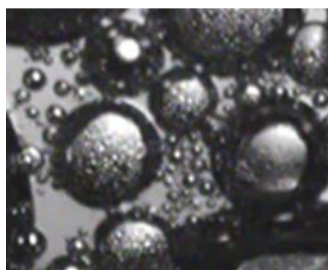
t = 9 min



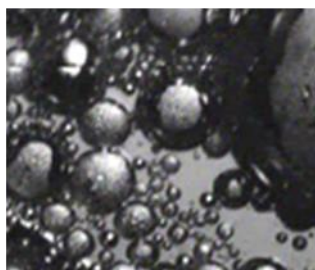
t = 12 min



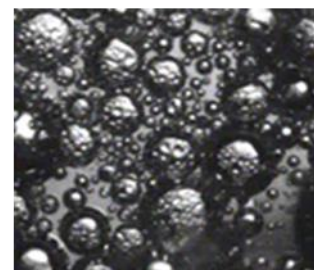
t = 15 min



t = 18 min



t = 21 min



t = 24 min

Figura 4.13: Fotos mostrando a ação do tensoativo no tamanho de bolha (D_{32}) e no *holdup* (ϵ_o).

4.2.2. Planejamento Fatorial 3 e Planejamento Fatorial Fracionário (PF3/PFF)

Os resultados dos testes preliminares (TP1) mostraram que a adição de tensoativo ao sistema ar-água foi uma boa alternativa, pois conseguiu diminuir o tamanho das bolhas e aumentar o valor do *holdup* na coluna.

As Tabelas 4.5, 4.6 e 4.7 mostram os resultados obtidos utilizando como tensoativo o Genagen, Flotigor e Lupromim, respectivamente. As tabelas apresentam o comportamento do tamanho de bolhas (D_{32} e D_{medio}) e do *holdup*, nas diversas condições de velocidade superficial do gás (J_G), concentração de tensoativo (C), vazão de alimentação de tensoativo (Q_t) e tempo (t), estudadas para avaliar a influência do uso de diferentes tipos de tensoativo.

Desta forma, uma análise estatística dos dados foi realizada para verificar quais as variáveis e interações seriam significativas em cada resposta, adotando-se um nível de significância de 10%. A Tabela 4.8 mostra o efeito, das variáveis em estudo, sobre as respostas analisadas, para cada um dos três tipos de tensoativos testados: Genagen, Flotigor e Lupromim. Logo, nessa tabela foi possível identificar as variáveis que apresentaram efeito significativo no diâmetro médio de Sauter (D_{32}), diâmetro médio aritmético (D_{medio}) e no *holdup* (ϵ_o). O efeito das variáveis isoladas ou das interações que não foram significativos nas respostas não foram mostrados, somente indicados pelo símbolo (-).

Tabela 4.5: Resultados para o Planejamento Fatorial (PF2) e Planejamento Fatorial Fracionário (PFF2) utilizando como tensoativo o GENAGEN.

<i>Teste</i>	J_G (cm/s)	C (ppm)	Q_t (mL/min)	t (min)	D_{32} (μm)	D_{medio} (μm)	ϵ_o (%)
33 (81)	0,5	5	50	5	1725	182	2,02
34 (82)	2,0	5	50	20	2561	1740	9,66
35 (83)	0,5	50	50	20	825	222	5,62
36 (84)	2,0	50	50	5	1575	297	10,67
37 (85)	0,5	5	100	20	310	185	4,27
38 (86)	2,0	5	100	5	2166	860	9,33
39 (87)	0,5	50	100	5	614	208	6,18
40 (88)	2,0	50	100	20	1101	230	15,39
41	2,0	5	50	5	2527	1716	-
42	0,5	50	50	5	884	224	-
43	0,5	5	100	5	1902	215	-
44	2,0	50	100	5	1107	362	-
45	0,5	5	50	20	2087	294	-
46	2,0	50	50	20	762	171	-
47	2,0	5	100	20	2336	1607	-
48	0,5	50	100	20	332	188	-

Tabela 4.6: Resultados para o Planejamento Fatorial (PF2) e Planejamento Fatorial Fracionário (PFF2) utilizando como tensoativo o FLOTIGOR.

<i>Teste</i>	J_G (cm/s)	C (ppm)	Q_t (mL/min)	t (min)	D_{32} (μm)	D_{medio} (μm)	ϵ_o (%)
49 (89)	0,5	5	50	5	1274	172	2,36
50 (90)	2,0	5	50	20	2310	1778	9,10
51 (91)	0,5	50	50	20	966	226	5,62
52 (92)	2,0	50	50	5	1895	405	11,35
53 (93)	0,5	5	100	20	1503	191	4,16
54 (94)	2,0	5	100	5	1946	915	10,00
55 (95)	0,5	50	100	5	607	429	6,35
56 (96)	2,0	50	100	20	691	194	16,18
57	2,0	5	50	5	2615	1339	-
58	0,5	50	50	5	969	276	-
59	0,5	5	100	5	1653	198	-
60	2,0	50	100	5	1177	451	-
61	0,5	5	50	20	1676	175	-
62	2,0	50	50	20	1064	210	-
63	2,0	5	100	20	2423	1698	-
64	0,5	50	100	20	774	222	-

Tabela 4.7: Resultados para o Planejamento Fatorial (PF2) e Planejamento Fatorial Fracionário (PFF2) utilizando como tensoativo o LUPROMIM.

<i>Teste</i>	J_G (cm/s)	C (ppm)	Q_t (mL/min)	t (min)	D_{32} (μm)	D_{medio} (μm)	ϵ_o (%)
65 (97)	0,5	5	50	5	848	180	2,13
66 (98)	2,0	5	50	20	2446	1701	9,89
67 (99)	0,5	50	50	20	741	429	5,73
68 (100)	2,0	50	50	5	1793	319	12,92
69 (101)	0,5	5	100	20	499	238	4,49
70 (102)	2,0	5	100	5	2286	1565	9,55
71 (103)	0,5	50	100	5	861	280	6,18
72 (104)	2,0	50	100	20	940	321	21,80
73	2,0	5	50	5	2403	1982	-
74	0,5	50	50	5	1150	214	-
75	0,5	5	100	5	1913	247	-
76	2,0	50	100	5	1224	867	-
77	0,5	5	50	20	2020	170	-
78	2,0	50	50	20	1926	440	-
79	2,0	5	100	20	1746	1242	-
80	0,5	50	100	20	1019	216	-

Percebe-se na Tabela 4.8 que, além de algumas interações, todas as variáveis isoladamente influenciaram tanto o tamanho de bolha (D_{32} e D_{medio}) quanto o *holdup* (ϵ_o). Porém, nota-se que o tempo (t) aparece significativo, e com um efeito pequeno, apenas para o ϵ_o , e quando foi utilizado o Genagen como tensoativo. Isso significa que, provavelmente, com 5 minutos de teste a DTB e o *holdup* já se apresentavam próximos à condição de estado estacionário, ou seja, momento a partir do qual já não havia variações de tamanho de bolha nem de ϵ_o com o tempo.

Tabela 4.8: Efeitos das variáveis no tamanho de bolha e no *holdup* para a adição de diferentes tipos de tensoativos.

Fator	GENAGEN			FLOTIGOR			LUPROMIM		
	D_{32}	D_{medio}	ϵ_o	D_{32}	D_{medio}	ϵ_o	D_{32}	D_{medio}	ϵ_o
Média	1426	544	7,9	1471	555	0,5	1488	650	9,1
J_G	682	658	6,7	587	638	0,9	714	808	8,9
C	-1051	-612	3,1	-907	-506	0,9	-563	-530	5,1
Q_t	-385	-	1,8	-	-	0,9	-355	-	-
t	-	-	1,7	-	-	-	-	-	-
$J_G \times C$	-	-604	-	-	-611	-	-	-606	-
$J_G \times Q_t$	-	-	-	-	-	-	-	-	-
$J_G \times t$	-	-	-	-	-	-	-	-	-
C x Q_t	-	-	-	-	-	-	-	-	-
C x t	-	-	-	-	-241	-	-	-	-
$Q_t \times t$	-	-	-	-	-	-	-377	-	-

Por outro lado, a velocidade superficial da fase gasosa (J_G) e a concentração de tensoativo (C) foram as variáveis que apresentaram maiores efeitos para D_{32} , D_{medio} e ϵ_o . A análise dos efeitos mostrou que ambas as variáveis, J_G e C, apresentaram um efeito positivo, para o *holdup*, ou seja, o aumento no ϵ_o foi favorecido tanto pelo incremento da vazão de ar quanto da concentração de tensoativo.

Entretanto, quando é analisado o efeito dessas variáveis no tamanho de bolha (D_{32} e D_{medio}), verifica-se que elas apresentam efeito contrário nas respostas, ou seja, o aumento da J_G contribui para o aumento do tamanho de bolha (sinal positivo do efeito), e o aumento da C contribui para diminuir o D_{32} e D_{medio} (sinal negativo do efeito).

Portanto, de maneira geral, observa-se que os planejamentos fatoriais realizados para cada tipo de tensoativo apresentaram os mesmos fatores significativos e valores quantitativos de efeitos bem próximos, revelando um comportamento similar.

4.2.3. Planejamento Fatorial 3 (PF3)

A comparação entre a ação dos diferentes tensoativos testados pode ser observada na Tabela 4.9, a qual apresenta os efeitos da mudança de tensoativo nas respostas avaliadas. A tabela apresenta também, o efeito da adição de tensoativo comparada com o sistema operando com ar-água sem a adição de tensoativo.

Os efeitos que foram significativos estão sinalizados em negrito na Tabela 4.9 referem-se à comparação dos resultados entre o sistema ar-água sem adição de tensoativo e o sistema com a adição de tensoativo. Percebe-se que esse efeito foi significativo em todas as respostas independente do tipo de tensoativo utilizado. Esse resultado serviu para validar aquilo que já foi observado nos testes preliminares e nos planejamentos fatoriais PF3 e PFF, nos quais a adição de tensoativo contribui de forma eficaz para diminuir o tamanho de bolha e aumentar o *holdup*.

Tabela 4.9: Efeito do uso de diferentes tensoativos no diâmetro de bolha (D_{32} e D_{medio}) e no *holdup* (ϵ_o).

Respostas	Tensoativo	GENAGEM	FLOTIGOR	LUPROMIM
ϵ_o	<i>FLOTIGOR</i>	-0,25	-	-
	<i>LUPROMIM</i>	-1,19	-0,95	-
	<i>SEM TENSOATIVO</i>	3,41	3,66	4,61
D_{32}	<i>FLOTIGOR</i>	-45,65	-	-
	<i>LUPROMIM</i>	-62,68	-17,02	-
	<i>SEM TENSOATIVO</i>	-1196,12	-1150,47	-1133,45
D_{medio}	<i>FLOTIGOR</i>	-11,19	-	-
	<i>LUPROMIM</i>	-106,90	-95,714	-
	<i>SEM TENSOATIVO</i>	-1726,97	-1715,78	-1620,07

Quando comparados os efeitos entre os diferentes tensoativos testados, observa-se que não houve efeitos significativos para nenhuma das comparações. Ou seja, para obter as condições de operação desejadas, bolhas com tamanho intermediário e *holdup* na faixa operacional (5-35%), poderia se utilizar qualquer um dos tensoativos, pois os mesmos não apresentaram diferenças entre si.

A Tabela 4.10 mostra os valores de tensão superficial em diferentes concentrações e para cada um dos tensoativos avaliados. Os valores observados mostram a semelhança na ação dos tensoativos, visto que apresentam valores muito próximos de tensão superficial, nas diferentes concentrações.

A variação da tensão superficial é um dos fatores que influem diretamente na ação do tensoativo sob o sistema. Como não houve diferença entre as tensões superficiais de um tensoativo para o outro, era de se esperar que também não fossem encontradas diferenças no tamanho de bolha e *holdup* entre eles, como foi obtido na análise dos efeitos.

Assim, para auxiliar a escolha de qual tensoativo seria utilizado nos testes seguintes, mesmo não apresentando significância, foi feita uma análise indireta dos efeitos. Notou-se assim, que quando se utilizou o Genagen no lugar do Flotigor ou do Lupromim, o tamanho de bolha diminuiu, porém, o *holdup* diminuiu também. Contudo, como o efeito da diminuição do tamanho de bolha representava uma ação mais efetiva do tensoativo, do que no *holdup*, visto que o efeito no *holdup* é uma consequência da variação do tamanho de bolha, optou-se por utilizar o Genagen nas etapas posteriores do trabalho.

Tabela 4.10: Valores de tensão superficial (N/m) em diferentes concentrações de tensoativo.

Concentração/Tipo de Tensoativo	GENAGEM	FLOTIGOR	LUPROMIM
5 ppm	61	65	59
10 ppm	53	52	51,5
20 ppm	47	47	46
30 ppm	44	44	43
40 ppm	42	41,5	42
50 ppm	42	42,5	41

O histograma mostrado na Figura 4.14 mostra uma comparação entre as DTB obtidas, nas mesmas condições de operação, para os três tipos de tensoativos testados. O histograma confirma aquilo que foi obtido através da análise dos efeitos no planejamento fatorial acima apresentado, pois se observa que as DTB são bem próximas e seguem a mesma tendência.

Na Figura 4.15 é mostrado um histograma comparativo das DTB para o sistema ar-água sem e com a adição de tensoativo (Genagen). Nesse, fica visualmente evidente o efeito na diminuição do tamanho de bolhas, provocada pela adição do tensoativo, conforme indicou o efeito significativo obtido no planejamento fatorial PF4.

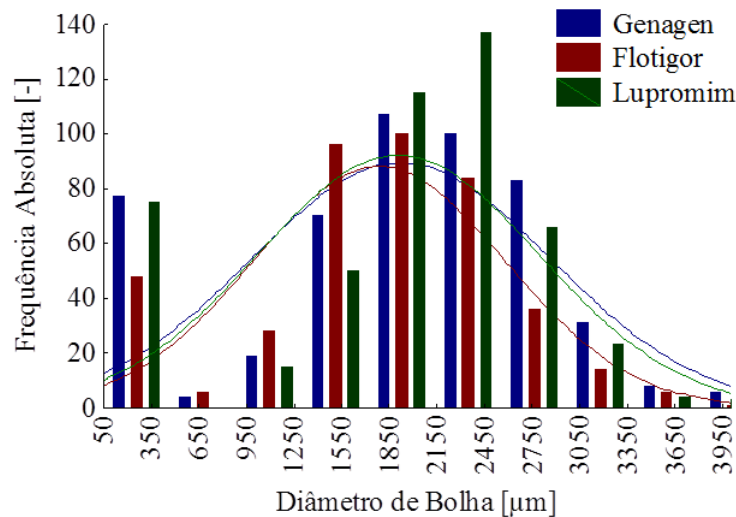


Figura 4.14: Histograma comparativo das DTB obtidas com a adição de diferentes tensoativos: Genagen, Flotigor e Lupromim.

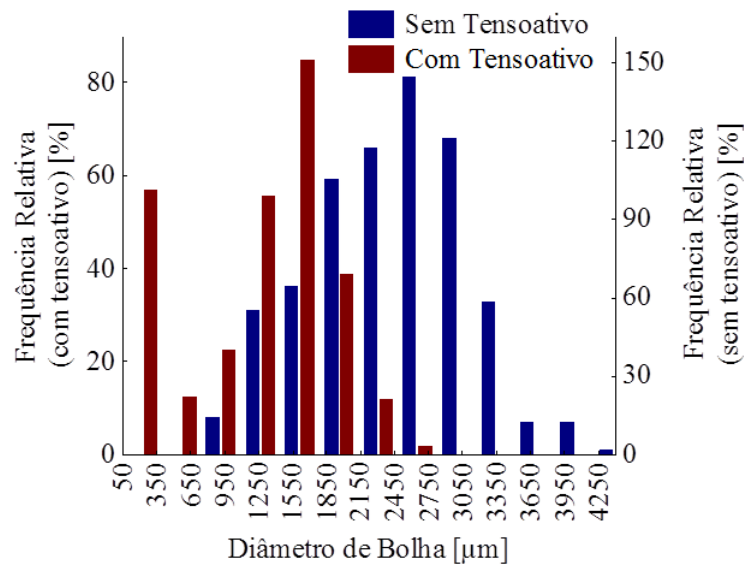


Figura 4.15: Histograma comparativo das DTB do sistema ar-água operando sem e com a adição de tensoativo.

4.2.4. Planejamento Composto Central (PCC2)

O Planejamento Composto Central 2 (PCC2) foi elaborado para avaliar quantitativamente a influência da adição de tensoativo na DTB (D_{32} , $D_{\text{médio}}$), no *holdup* de ar (ϵ_o) e na porcentagem de bolhas intermediárias formadas (P_{BI}). Esta influência foi obtida por meio das variáveis utilizadas nos planejamentos anteriores (TP, PF3, PF4, PFF): velocidade da fase gasosa (J_G), concentração de tensoativo (C), vazão de alimentação de tensoativo (Q_t) e tempo (t).

A Tabela 4.11 apresenta os valores obtidos para o segundo planejamento composto central. Os dados mostram que as condições estudadas produziram microbolhas, bolhas intermediárias e bolhas grandes, já que o D_{32} variou de 332 μm (que indica a presença forte de microbolhas) a 2107 μm (indicativo de que existem bolhas grandes no sistema).

Tabela 4.11: Resultados do Planejamento Composto Central (PCC2)

Teste	J_G (cm/s)	C (ppm)	Q_t (mL/min)	t (min)	ϵ_o (%)	D_{32} (μm)	D_{medio} (μm)	P_{BI} (%)
105	0,5	15	50	5,0	2,6	1627	855	50
106	0,5	15	50	20,0	4,8	1605	863	89
107	0,5	15	100	5,0	3,6	1289	706	58
108	0,5	15	100	20,0	5,2	1334	442	92
109	0,5	50	50	5,0	2,7	884	224	69
110	0,5	50	50	20,0	5,6	825	222	54
111	0,5	50	100	5,0	6,2	614	208	53
112	0,5	50	100	20,0	7,4	332	188	92
113	2,0	15	50	5,0	9,4	2083	1040	46
114	2,0	15	50	20,0	11,2	1944	991	43
115	2,0	15	100	5,0	10,6	1831	952	39
116	2,0	15	100	20,0	12,1	1964	1015	44
117	2,0	50	50	5,0	10,7	1575	297	73
118	2,0	50	50	20,0	12,7	762	171	65
119	2,0	50	100	5,0	15,2	1107	362	63
120	2,0	50	100	20,0	15,4	1101	230	71
121	0,1	32,5	75	12,5	2,2	859	249	80
122	2,4	32,5	75	12,5	20,4	1941	1044	41
123	1,25	6,6	75	12,5	8,1	2107	1316	26
124	1,25	58,5	75	12,5	12,5	1458	884	53
125	1,25	32,5	38	12,5	8,8	1478	724	50
126	1,25	32,5	112	12,5	12,0	1341	257	54
127	1,25	32,5	75	1,4	8,1	1781	906	35
128	1,25	32,5	75	23,6	11,0	1124	325	71
129	1,25	32,5	75	12,5	10,7	1368	628	57
130	1,25	32,5	75	12,5	11,0	1225	591	53

Da mesma forma, o *holdup* (ϵ_o) e a porcentagem de bolhas intermediárias (P_{BI}) variaram de 2,2% a 20,4%, e de 26% a 92%, respectivamente. Com isso, concluiu-se que o sistema permitiu um processo com variados tamanhos de bolhas através da manipulação das variáveis estudadas.

Observa-se que as bolhas menores de modo geral apresentaram-se em maior quantidade nos testes 109, 110, 111, 112 e 121 (médios e altos valores para P_{BI}), nos quais se

utilizou baixas velocidades superficiais da fase gasosa e concentrações maiores de tensoativo. Embora, o teste 118 apresente uma maior velocidade superficial da fase gasosa, obteve uma DTB com bolhas bem pequenas ($D_{32}= 762 \mu\text{m}$ e $D_{\text{medio}}= 171 \mu\text{m}$). Esse fato se deve pela alta concentração de tensoativo utilizada aliada a uma amostragem realizada depois de 20 min de operação do sistema, que contribuiu para diminuir consideravelmente o tamanho das bolhas.

Os testes 106, 108 e 112 apresentaram os maiores valores para a porcentagem de bolhas intermediárias (P_{BI}): 89, 92 e 92%, respectivamente. Esses maiores valores ocorreram em condições com baixas velocidades superficiais do gás, sendo dois testes (106 e 108) com baixa concentração de tensoativo e outro com alta concentração de tensoativo. Relacionando esse resultado com o tamanho de bolhas, nota-se que a P_{BI} foi influenciada por duas diferentes situações. A primeira relacionada ao teste 106 mostra, pelo valor do D_{medio} , que o alto valor da P_{BI} deve-se às bolhas como maior diâmetro próximas de $1000 \mu\text{m}$. Por outro lado, a segunda situação observada, nos testes 108 e 112, foi caracterizada pela formação de uma maior quantidade de bolhas pequenas, com diâmetros próximos a $100 \mu\text{m}$, e são essas bolhas pequenas que contribuem para o alto valor de P_{BI} . Esse fato pode ser validado analisando-se o valor do *holdup*, o qual nos testes 108 e 112 foi maior do que no teste 106, e como as vazões de ar eram as mesmas, esse maior valor foi devido à presença de bolhas menores.

O menor valor de P_{BI} foi de 26%, no Teste 123, no qual foram utilizadas condições intermediárias para a velocidade superficial do gás, vazão de tensoativo e tempo de operação ($J_G=1,25 \text{ cm/s}$; $Q_t= 75 \text{ mL/min}$ e $t= 12,5 \text{ min}$). Porém, foi utilizada uma concentração de tensoativo pequena (6,6 ppm). Observa-se que os valores de D_{32} e D_{medio} foram maiores nesse teste, indicando que a concentração de tensoativo utilizada não foi suficiente para diminuir o fenômeno de coalescência das bolhas e, conseqüentemente, o sistema favoreceu a produção de bolhas grandes.

Uma análise estatística foi realizada com as informações da Tabela 4.11 através da técnica de regressão múltipla com o objetivo de quantificar os principais efeitos das variáveis J_G , C , Q_t e t nas respostas, bem como para avaliar também o efeito das interações e das contribuições quadráticas das variáveis. As variáveis independentes foram adimensionalizadas conforme mostram as Equações 4.8, 4.9, 4.10 e 4.11 presentes na Tabela 4.12, a qual apresenta também as faixas dos valores experimentais.

Tabela 4.12: Variáveis adimensionalizadas e suas respectivas faixas experimentais para os planejamentos do sistema ar-água – com tensoativo

Variável	Faixa Experimental	Adimensionalização
Velocidade Superficial da Fase Gasosa (J_G)	0,14 cm/s a 2,36 cm/s	$x_4 = \frac{J_G (\text{cm/s}) - 1,25}{0,75}$ (4.8)
Concentração de Tensoativo (C)	6,6 ppm a 58,5 ppm	$x_5 = \frac{C (\text{ppm}) - 32,5}{17,5}$ (4.9)
Vazão de alimentação de tensoativo (Q_t)	38 mL/min a 112 mL/min	$x_6 = \frac{Q_t (\text{mL/min}) - 75}{25}$ (4.10)
Tempo de operação (t)	1,4 min a 23,6 min	$x_7 = \frac{t (\text{min}) - 12,5}{7,5}$ (4.11)

Nos ajustes apresentados pelas equações abaixo, y_1 é o *holdup* (ϵ_o) com $R^2 = 0,99$, y_2 é o diâmetro médio de Sauter (D_{32}) com $R^2 = 0,92$, y_3 é o diâmetro médio aritmético (D_{medio}) com $R^2 = 0,90$ e y_5 é a porcentagem de bolhas intermediárias (P_{BI}) com $R^2 = 0,87$. Vale ressaltar que, a análise de regressão dos parâmetros foi realizada com um nível de significância de 10%.

$$y_1 = 10,49 + \underline{x} b_1 + \underline{x} B_1 \underline{x} \quad (4.12)$$

$$\text{na qual: } b_1 = \begin{bmatrix} 3,66 \\ 1,11 \\ 1,01 \\ 0,88 \end{bmatrix} \text{ e } B_1 = \begin{bmatrix} -1,46 & 0,15 & 0 & 0 \\ 0,15 & 0 & 0,28 & 0 \\ 0 & 0,28 & 0 & -0,13 \\ 0 & 0 & -0,13 & -0,52 \end{bmatrix} \quad \underline{x} = \begin{bmatrix} x_4 \\ x_5 \\ x_6 \\ x_7 \end{bmatrix}$$

$$y_2 = 1383 + \underline{x} b_2 + \underline{x} B_2 \underline{x} \quad (4.13)$$

$$\text{na qual: } b_2 = \begin{bmatrix} 232 \\ -365 \\ -95 \\ -104 \end{bmatrix} \text{ e } B_2 = \begin{bmatrix} -225 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 160 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad \underline{x} = \begin{bmatrix} x_4 \\ x_5 \\ x_6 \\ x_7 \end{bmatrix}$$

$$y_3 = 662 + \underline{x} b_3 + \underline{x} B_3 \underline{x} \quad (4.14)$$

$$\text{na qual: } b_3 = \begin{bmatrix} 79 \\ -275 \\ -61 \\ -68 \end{bmatrix} \text{ e } B_3 = \begin{bmatrix} -167 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 186 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad \underline{x} = \begin{bmatrix} x_4 \\ x_5 \\ x_6 \\ x_7 \end{bmatrix}$$

$$y_5 = 50 + \underline{x}' b_5 + \underline{x}' B_5 \underline{x} \quad (4.15)$$

$$\text{na qual: } b_5 = \begin{bmatrix} -7 \\ 6 \\ 0 \\ 7 \end{bmatrix} \text{ e } B_5 = \begin{bmatrix} 11 & 4 & 0 & -3 \\ 4 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2,5 \\ -3 & 0 & 2,5 & 0 \end{bmatrix} \quad \underline{x} = \begin{bmatrix} x_4 \\ x_5 \\ x_6 \\ x_7 \end{bmatrix}$$

A regressão múltipla dos dados mostrou que foi significativo o efeito linear de todas as variáveis estudadas para todas as respostas avaliadas, com exceção da porcentagem de bolhas intermediárias (y_5) na qual, o efeito linear da vazão de alimentação de tensoativo (x_7) não foi significativo. Observa-se que, para o tamanho de bolha (y_2 e y_3), a variável que mais influenciou foi a concentração de tensoativo, visto que essa variável tem um efeito direto nessas respostas. A adição do tensoativo provoca a redução da tensão superficial do sistema o que contribui para diminuir a coalescência entre as bolhas, tendo como consequência a produção de bolhas com menor diâmetro (parâmetro negativo).

Por outro lado, quando analisado o modelo obtido para o *holdup* (y_1), nota-se que o parâmetro com maior valor, dentre os que representam o efeito linear das variáveis, foi o da velocidade superficial da fase gasosa (x_4). Como o *holdup* é a concentração de ar no interior na coluna, mesmo que o incremento da concentração de tensoativo eleve o seu valor, pela diminuição do tamanho das bolhas, a velocidade superficial da fase gasosa atua de forma mais eficiente nessa resposta. Esse fato é observado, pois, quanto maior é a velocidade superficial da fase gasosa, significa que uma quantidade maior de ar está sendo alimentada à coluna, consequentemente, há um maior acúmulo de ar na coluna resultando em maior *holdup*. O sinal positivo deste parâmetro verifica esse efeito positivo no valor da resposta y_1 , com o incremento na variável x_4 .

Observa-se que as interações não apresentaram influência para as medidas relacionadas com o tamanho de bolha, diâmetro médio de Sauter (y_2) e diâmetro médio (y_3). Isso indica que, para essas respostas, a análise da influência das variáveis pode ser feita de forma isolada. Para o *holdup* (y_1) e a porcentagem de bolhas intermediárias (y_5), a presença de interações significativa, mostra que uma variável apresentará comportamento distinto dependendo do nível da outra variável. Sendo assim, essas variáveis devem ser analisadas conjuntamente.

Desta forma, para facilitar a visualização dos efeitos lineares, quadráticos e as interações das variáveis, foi utilizada a técnica de superfície de resposta.

As Figuras 4.16 e 4.17 mostram a influência da velocidade superficial da fase gasosa (J_G) e da concentração de tensoativo (C) no *holdup* (ϵ_0) e no diâmetro médio de Sauter (D_{32}), respectivamente. Para essa análise, as variáveis vazão de alimentação de tensoativo e tempo de operação foram fixadas no valor do seu nível central do planejamento.

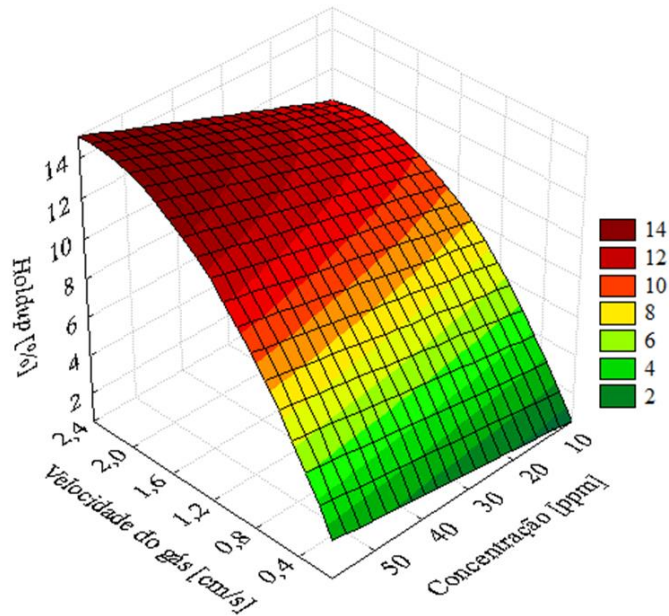


Figura 4.16: Superfícies de resposta para o *holdup* em função da velocidade superficial da fase gasosa e concentração de tensoativo.

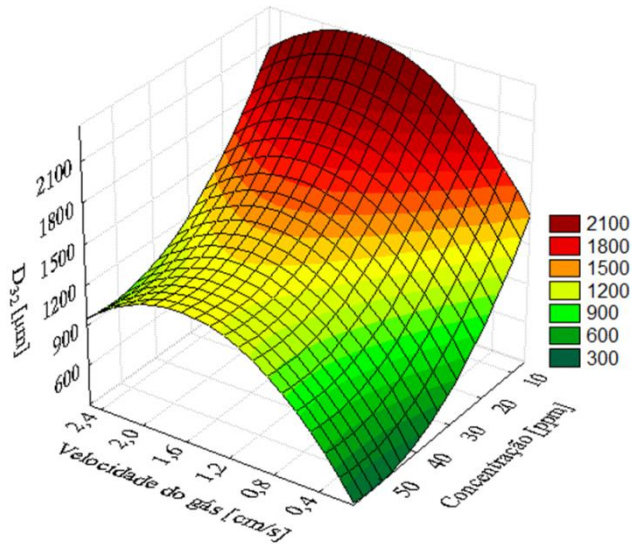


Figura 4.17: Superfícies de resposta para o D_{32} em função da velocidade superficial da fase gasosa e concentração de tensoativo.

Observa-se que os maiores valores de *holdup* (12-14%) foram alcançados em uma região determinada da superfície de resposta, a qual corresponde às velocidades superficiais

do gás entre 1,2 e 2,4 cm/s relacionadas a uma faixa de concentração de tensoativo a partir de 30 ppm.

Essa mesma região da velocidade superficial do gás na superfície obtida para o D_{32} , corresponde às bolhas grandes para baixas e médias concentrações de tensoativo, e para maiores concentrações de tensoativo os valores de D_{32} indicam uma DTB com bolhas provavelmente do tamanho intermediário.

Zhou et al. (1993) observaram esse mesmo comportamento e afirmaram que os maiores valores de *holdup* na coluna não são necessariamente indicação de que foram geradas bolhas com diâmetro médio pequeno. Tal comportamento pode ser explicado pelo efeito de retardamento na ascensão das bolhas causado pela adição de tensoativos e/ou devido às maiores velocidades superficiais do gás.

Da mesma forma como foi obtido nos resultados de Leiva et al. (2010), um aumento no D_{32} ocorre quando a J_G também aumenta, para uma mesma concentração de tensoativo. Neste trabalho, constatou-se que esse efeito também é válido para o *holdup* e que o aumento tanto do D_{32} quanto do ϵ_0 tem um valor de máximo a partir do qual essas variáveis tendem a se estacionar ou diminuir.

Esse ponto de máximo pode ser explicado pelo fenômeno de quebra das bolhas que é maior com uma quantidade maior de linhas de turbulência causadas pelo aumento da J_G , resultando na redução do tamanho das bolhas. Outra observação foi que mantendo J_G , a redução do D_{32} ocorre com o aumento da concentração de tensoativo.

Como relatado por diversos autores da literatura, o efeito esperado da diminuição do tamanho de bolha com o aumento da concentração de tensoativo foi observada. O comportamento inverso entre o *holdup* e o diâmetro médio de bolhas foi observado concordando com o relatado por Finch et al. (2012).

O comportamento da porcentagem de bolhas intermediárias (P_{BI}) frente às variações da velocidade superficial do gás (J_G) e da concentração de tensoativo (C) pode ser observado na superfície de resposta mostrada na Figura 4.18. O efeito quadrático da J_G e a sua interação com a concentração de tensoativo mostram que há duas regiões favorecendo a geração de bolhas com tamanho intermediário.

A primeira região com J_G na faixa de 0,3 a 0,8 cm/s apresentou altos valores para a P_{BI} devido à formação de muitas bolhas pequenas. Porém, como foram vazões baixas, corresponderam aos menores valores de *holdup* (2-8%). Nessa região observou-se que P_{BI} diminui com o aumento da concentração de tensoativos, pois, como nessas condições, sem a

adição de tensoativo, as bolhas geradas apresentavam tamanho intermediário a pequeno, se utilizada uma alta concentração de tensoativos será favorecida a produção de microbolhas (Figura 4.17).

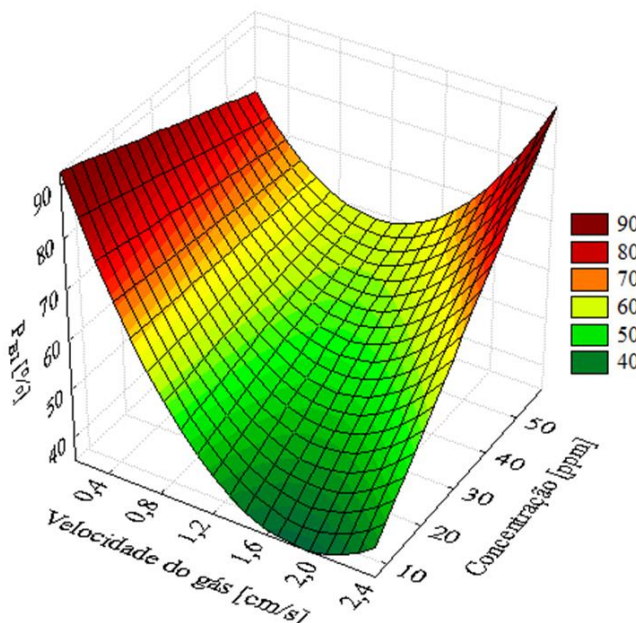


Figura 4.18: Superfícies de resposta para a porcentagem de bolhas intermediárias (P_{BI}) em função da velocidade superficial do gás e concentração de tensoativo.

A segunda região, com altos valores de P_{BI} , ocorreu quando se utilizou simultaneamente as maiores velocidades superficiais de gás e concentrações de tensoativo. Relacionando essa região com a superfície de resposta obtida para o *holdup* (ϵ_o), nota-se que corresponde aos maiores valores de ϵ_o encontrados (Figura 4.16).

Observou-se o aumento linear da P_{BI} com o aumento da concentração de tensoativo, para altas velocidades superficiais do gás. Essa situação inversa em relação à velocidade superficial do gás (J_G), se deve pelo fato de que nessas condições, sem a adição de tensoativo são geradas bolhas grandes, pois devido aos altos valores de J_G , a coalescência foi favorecida (regime turbulento). Portanto, para que se consiga otimizar a produção de bolhas intermediárias foi necessária a adição de soluções com maiores concentrações de tensoativo para que superem a CCC (concentração crítica de coalescência) e mantenham as bolhas com tamanho menor.

A partir das equações empíricas obtidas para o D_{32} (Equação 4.13) foi possível obter a curva do diâmetro médio de Sauter em função da concentração de tensoativo, como mostra a Figura 4.19. Para isso, fixou-se J_G em 2,4 cm/s e as demais variáveis no valor referente ao seu nível central ($Q_t=75$ mL/min e $t=12,5$ min).

Grau *et al.* (2005) apresentaram uma técnica para obter a CCC através do gráfico da concentração de tensoativo em função de D_{32} . Segundo os autores, a curva gerada apresenta duas regiões distintas: uma faixa de concentrações representada por um ajuste linear e outra região representada por uma reta horizontal. Dessa forma, a CCC é obtida pelo ponto de intersecção entre a reta horizontal com a reta do ajuste linear.

Assim, foi obtido então o valor de aproximadamente 38 ppm para a CCC. Segundo a literatura, para concentrações abaixo da CCC, o tamanho de bolha é determinado pela coalescência. Para concentrações acima da CCC, o fenômeno de coalescência é impedido e a atuação do tensoativo define o tamanho das bolhas (GRAU *et al.*, 2005). Por isso, esse valor da CCC coincidiu com o instante em que o sistema apresentou maiores P_{BI} , pois como explicado, ocorre a interrupção do fenômeno de coalescência, diminuindo assim, o tamanho das bolhas.

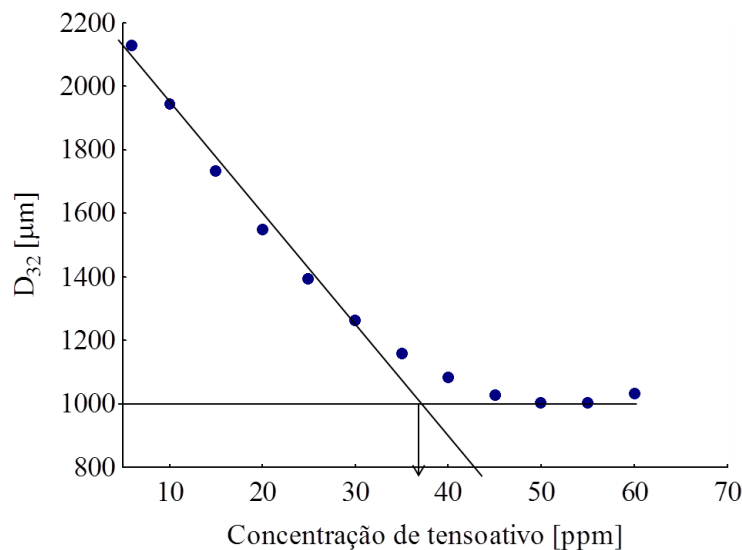


Figura 4.19: Curva do D_{32} em função da concentração de tensoativo para o cálculo da CCC.

Vale ressaltar que as regiões com baixas P_{BI} , observadas quando foram utilizadas simultaneamente baixas concentrações de tensoativo e altas velocidades superficiais de gás, correspondem à alta produção de bolhas grandes no sistema.

A fim de verificar também, a influência da vazão de alimentação de tensoativo (Q_t) e do tempo de operação (t) nas respostas estudadas, foram obtidas as superfícies de resposta para o *holdup* (ϵ_o) e o diâmetro médio de Sauter (D_{32}), mostradas nas Figuras 4.20 e 4.21.

Percebe-se que a região de máximo *holdup* (ϵ_o) coincide com a de mínimo D_{32} . Apesar de ser uma região de mínimo, não indica necessariamente que as bolhas são do

tamanho característico de microbolhas. Ao contrário, o diâmetro médio de Sauter mínimo, quando se avalia a influência da vazão de alimentação de tensoativo e do tempo de operação, foi de 1100 μm . Esse valor indica que, seguramente, a DTB, na região de mínimo, apresentou uma mistura de bolhas grandes com bolhas de tamanho intermediário.

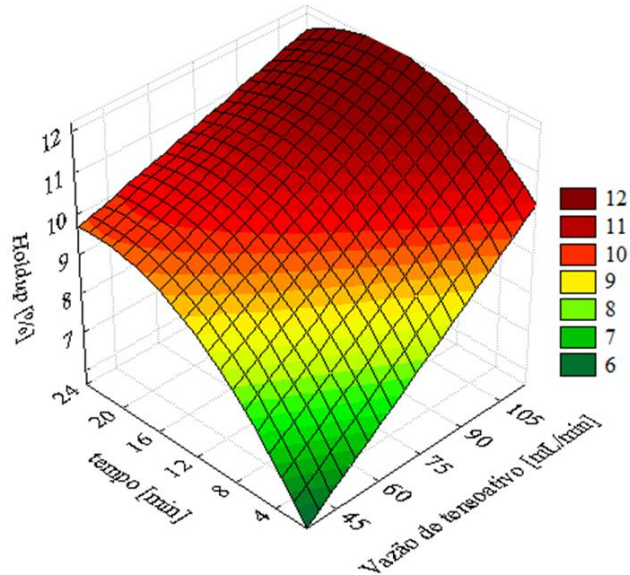


Figura 4.20: Superfícies de resposta para *holdup* em função da vazão de alimentação de tensoativo e do tempo de operação.

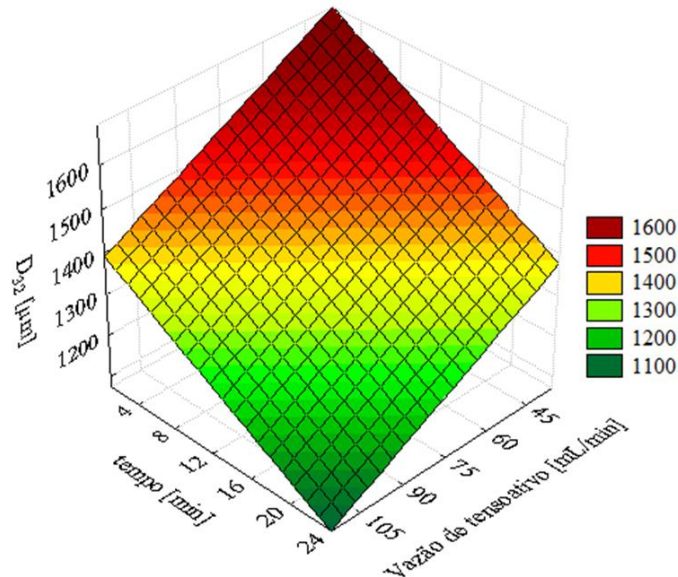


Figura 4.21: Superfícies de resposta para o D_{32} , em função da vazão de alimentação de tensoativo e do tempo de operação.

À medida que se aumenta simultaneamente a vazão de alimentação de tensoativo e o tempo de operação, notou-se a diminuição de D_{32} e o consequente aumento de ϵ_0 . Esse

comportamento foi devido à ação contínua do tensoativo nas bolhas que, ao longo do tempo, se adsorve na superfície de uma quantidade maior de bolhas evitando, de forma mais significativa, a coalescência entre as bolhas (atuando na diminuição do tamanho e da velocidade de ascensão).

O efeito quadrático da variável tempo de operação em ϵ_o mostra que o processo tende a um estado estacionário com relação a essa resposta, ou seja, a partir de certo tempo não existem mais diferenças significativas no *holdup* mesmo com a diminuição do tamanho das bolhas.

Comparando-se o efeito da vazão de tensoativo e do tempo de operação com as outras variáveis estudadas, observou-se que essas variáveis tiveram uma influência menor nas respostas, já que a variação entre o valor mínimo e máximo obtidos nas respostas foi menor.

Na Figura 4.22 é mostrada de que maneira a porcentagem de bolhas intermediárias (P_{BI}) variou diante das condições estudadas para a vazão de tensoativo (Q_t) e o tempo de operação (t).

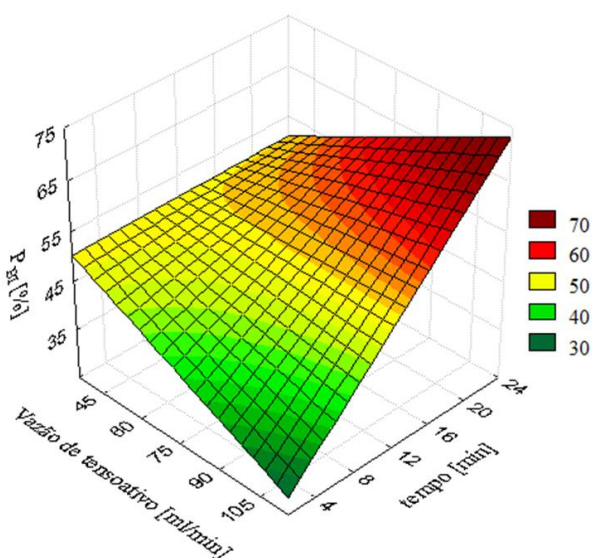


Figura 4.22: Superfícies de resposta para a porcentagem de bolhas intermediárias (P_{BI}) em função da vazão de alimentação de tensoativo e do tempo de operação.

Percebe-se que, a interação entre as variáveis proporciona comportamentos diferentes de uma variável nas extremos da outra. Por exemplo, a redução da vazão de tensoativo favoreceu a P_{BI} no início da operação, porém, prejudicou essa mesma resposta nos tempos finais (aumenta a geração de bolhas grandes).

Os maiores valores de P_{BI} obtidos foram equivalentes à vazão de tensoativo entre 60 a 115 mL/min, e ao tempo entre 16 a 24 min, com uma distribuição de tamanho de bolhas intermediárias apresentando uma maioria de bolhas pequenas pela análise das distribuições de

tamanho de bolhas obtidas nessas condições. O *holdup* esteve entre 11 a 12%, nessas mesmas condições (Figura 4.20).

A região com os mínimos valores de P_{BI} correspondeu ao início do processo em condições nas quais as bolhas formadas, em sua maioria, foram bolhas grandes.

Portanto, uma análise global dos resultados do método *offline*, mostra que foi possível gerar bolhas nas três faixas de tamanho apresentadas, com a unidade projetada com o sistema de aeração de contato polpa-ar, através do acoplamento externo de um tubo Venturi à coluna. Observou-se que no sistema ar-água, sem a adição de tensoativos, as bolhas formadas eram preferencialmente de tamanho grande, embora para condições de pequenas vazões de ar apresente bolhas menores, porém à custa de um valor de *holdup* muito abaixo da faixa operacional.

Assim, quando houve a adição de solução com tensoativo do sistema, esse se apresentou como uma boa alternativa para gerar bolhas menores (intermediárias e microbolhas) e, simultaneamente, para proporcionar maiores valores de *holdup*.

Shukla *et al.* (2010) estudaram também o comportamento do *holdup* e do tamanho de bolhas em uma coluna de flotação. Observaram e concluíram que o aumento da concentração de tensoativo aumentava o *holdup* e diminuía o tamanho das bolhas. Justificaram isso baseado no fato de que a diminuição do tamanho de bolhas aumentava o tempo de residência delas na coluna, resultando em uma maior quantidade de bolhas presente no interior da coluna.

4.2.4.1 .Análise Canônica dos Resultados Gerais

Com o objetivo de analisar as superfícies de resposta e determinar quantitativamente as melhores condições das variáveis independentes, foi feita uma análise canônica. A implementação do algoritmo para realizar a análise canônica foi feita no *software MAPLE®*.

O ajuste dos dados permitiu estimar uma equação empírica para o cálculo do *holdup* e do diâmetro médio de Sauter de acordo com as Equações 4.12 e 4.13. Para a transformação dessas equações obtidas para a forma canônica foi necessário, primeiramente, calcular as raízes características da matriz B e a resposta estimada no ponto estacionário. As condições do ponto estacionário foram obtidas a partir da Equação 4.16. Na Equação 4.17 é apresentada a função em termos das novas variáveis na forma canônica da superfície de resposta.

$$x_0 = -\frac{1}{2} B^{-1} b \quad (4.16)$$

$$y=y_0+\lambda_1 w_1^2+\lambda_2 w_2^2+\dots+\lambda_k w_k^2 \quad (4.17)$$

na qual:

y_0 : resposta estimada na nova origem (no ponto estacionário);

$\lambda_1, \lambda_2, \dots, \lambda_k$: raízes características da matriz B.

Para o *holdup* foram calculadas as raízes características da matriz B e também o ponto estacionário, assim substituindo esses valores na Equação 4.17, obteve-se a equação estimada para o *holdup* na forma canônica, dada pela Equação 4.18.

$$\text{Holdup} = 16,94 - 1,41w_1^2 - 0,61w_2^2 - 0,45w_3^2 + 0,12w_4^2 \quad (4.18)$$

Observa-se na Equação 4.18, que três raízes características apresentaram sinal negativo, ou seja, o *holdup* decresce ao movimento na direção de w_1 , w_2 e w_3 , mas cresce na direção de w_4 pelo sinal positivo da raiz característica que acompanha esse termo. Essa diferença de sinais nas raízes características indica a natureza do ponto estacionário e, neste caso, é um ponto de sela, ou seja, não é um ponto de máximo ($\lambda_i < 0$) e nem ponto de mínimo ($\lambda_i > 0$). Porém, é possível encontrar uma condição ótima encontrando os valores das variáveis canônicas que satisfaçam o objeto em análise.

Nesse trabalho, o objetivo era maximizar o *holdup* e a produção de bolhas intermediárias. Desta forma, o primeiro passo foi zerar os valores de w_1 , w_2 e w_3 , já que os mesmos apresentam uma contribuição negativa para o *holdup*. O segundo passo foi aplicar valores para w_4 de forma a se obter um maior valor de *holdup* com valores das variáveis independentes dentro da faixa experimental, que na forma codificada para todas as variáveis era de [-1,48 a 1,48].

Na Tabela 4.13 são mostrados os valores de x_4 (velocidade superficial do gás), x_5 (concentração de tensoativo), x_6 (vazão de alimentação de tensoativo) e x_7 (tempo de operação) em função do valor de w_4 estipulado. A tabela apresenta também os respectivos valores de *holdup*, D_{32} e P_{BI} calculados a partir dos valores encontrados para x_4 , x_5 , x_6 e x_7 . Cumpre ressaltar, que o cálculo do *holdup*, D_{32} e P_{BI} , foi feito a partir das equações empíricas obtidas, 4.12, 4.13 e 4.15, respectivamente.

Como já mencionado, a faixa experimental para as variáveis independentes é de [-1,48 a 1,48]. Notou-se que para w_4 menor que 8, ao menos uma das variáveis se encontrava

com valores fora da faixa experimental. Isso também aconteceu para w_4 com valor maior que 8,8. Nesta faixa de 8 a 8,8, apresentando valores validos para x_4 , x_5 , x_6 e x_7 , notou-se que o maior valor de *holdup* (16,90%) foi encontrado na condição em que w_4 foi igual a 8,8. Para os valores de x_4 , x_5 , x_6 e x_7 , calcularam-se também o D_{32} e o P_{BI} e foram obtidos valores satisfatórios, pois foi uma condição com alta produção de bolhas com tamanho intermediário, como desejado.

Tabela 4.13: Estimativa do fator canônico w_4 para o cálculo das variáveis independentes.

w_4	1	4	8	8,1	8,2	8,3	8,5	8,6	8,7	8,8	8,9
x_4	0,55	0,88	1,34	1,35	1,36	1,37	1,39	1,41	1,42	1,43	1,44
x_5	-3,63	-1,67	0,93	0,99	1,06	1,12	1,25	1,32	1,39	1,45	1,52
x_6	-4,72	-2,54	0,37	0,44	0,51	0,58	0,73	0,8	0,88	0,95	1,02
x_7	2,05	1,51	0,79	0,77	0,75	0,73	0,69	0,68	0,66	0,64	0,62
ϵ_0	14,66	11,32	15,04	15,24	15,46	15,67	16,15	16,39	16,66	16,90	17,17
D_{32}	5111	2552	971	959	948	938	922	912	907	904	903
P_{BI}	-22	18	78	79	81	82	85	87	89	90	92

Dessa forma, a análise canônica encontrou um ponto ótimo ($\epsilon_0=16,90$, $D_{32}=904 \mu\text{m}$ e $P_{BI}=90\%$) quando w_4 foi igual a 8,8 e $x_4=1,43$ ($V_G=2,32 \text{ cm/s}$), $x_5=1,45$ ($C=57,9 \text{ ppm}$), $x_6=0,95$ ($Q_t=98,75 \text{ mL/min}$) e $x_7=0,64$ ($t=17,3 \text{ min}$). Comparando-se esse resultado com as superfícies de resposta obtidas observou-se que coincidiu com a região de máximo *holdup* encontrado.

A comparação com os dados experimentais mostrou que na condição do teste 122 ($x_4=1,48$, $x_5=x_6=x_7=0$) foi obtido o maior *holdup* experimental de 20,4%. Porém, observou-se que nessa condição, a partir das equações 4.12 e 4.13, o valor maior para o D_{32} (1233 μm) foi alto e a porcentagem de bolhas intermediárias foi pequena (65%). Portanto, não representou uma boa condição para o objetivo do trabalho.

Desta forma, concluiu-se que o ponto encontrado na análise canônica foi realmente uma condição ótima, visto que atingiu um valor alto de *holdup* com as bolhas sendo geradas preferencialmente com o tamanho intermediário.

A análise canônica também foi realizada para o diâmetro médio de Sauter (D_{32}), porém não foi possível determinar um ponto ótimo com valores dentro da faixa experimental utilizada.

4.3. Resultados do método *online*

Como mencionado no capítulo anterior, a técnica FBRM permitia a medida de milhões de bolhas por segundo, e isso permitiu obter uma distribuição de tamanho de bolhas (DTB) a cada segundo da operação e, ao mesmo tempo, também era possível acompanhar as mudanças do tamanho das bolhas ao longo do tempo da flotação.

4.3.1. Resultados dos testes para o sistema ar-água

A Tabela 4.14 mostra os resultados obtidos para os testes realizados com as sondas para o sistema ar-água. A resposta obtida foi uma média volumétrica de tamanho das cordas medidas, que representa a DTB obtida depois de atingido o estado estacionário do sistema, o qual foi determinado quando não se observava mais variações significativas do tamanho de bolha médio com o tempo.

Tabela 4.14: Resultados dos testes para o método online no sistema ar-água

Teste	P _{ar} (bar)	Q _{ar} (L/h)	P _{Ve} (bar)	C (ppm)	Q _t (mL/min)	Média Volumétrica de Tamanho (μm)
131	2,0	5,0	2,0	-	-	51
132	2,0	5,0	4,0	-	-	137
133	2,0	20,0	4,0	-	-	718
134	4,0	20,0	4,0	-	-	728
135	1,7	12,5	3,0	-	-	623
136	4,3	12,5	3,0	-	-	672
137	3,0	12,5	3,0	-	-	600
138	3,0	60	3,0	-	-	639
139	3,0	12,5	3,0	50	50	277
140	3,0	22,0	3,0	50	50	357
141	3,0	22,0	3,0	50	14	537
142	3,0	40,0	3,0	50	14	790
143	3,0	3,5	3,0	32,5	75	233
145	3,0	40,0	3,0	50	50	658

Nota-se que as mesmas tendências obtidas com os resultados do método *offline* podem ser observadas nos resultados do método *online*. Por exemplo, percebe-se que o incremento da vazão de ar aumentou a média volumétrica do tamanho das bolhas, fato ocorrido entre os testes 132 e 133, 137 e 138 para o sistema sem adição de tensoativo. Mas também se observou esse comportamento quando o tensoativo foi adicionado, por exemplo,

com os testes 139 e 140 ou 141 e 142. Nestes testes variou-se apenas a vazão de ar, ou seja, as outras condições foram fixadas.

Outro fato, validado pelo método *online*, foi o efeito da adição do tensoativo no tamanho das bolhas. Essa diminuição ficou evidente quando se comparou, por exemplo, os testes 137 e 139 que possuíam as mesmas condições experimentais. Outra verificação foi a de que o aumento da vazão de alimentação de tensoativo teve como consequência a diminuição da média volumétrica do tamanho de bolhas, concordando com os resultados do método *offline*.

A Figura 4.23 mostra esse efeito da adição de tensoativo no sistema ar-água, através da DTB obtida para cada uma das condições testadas.

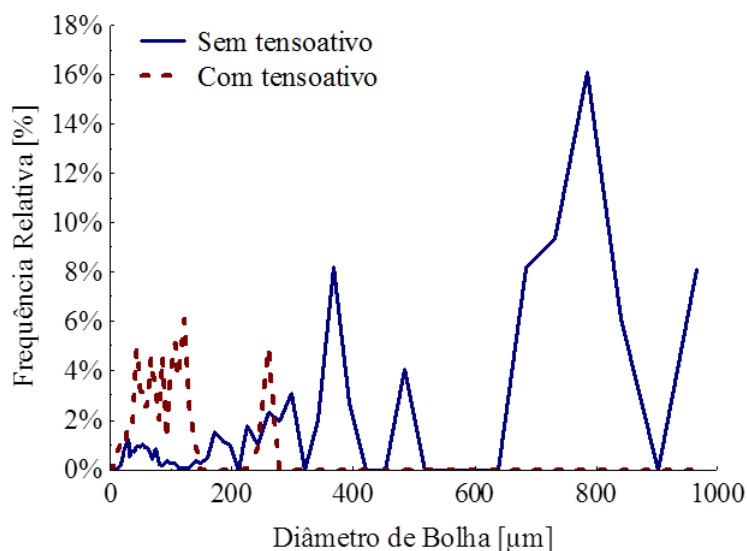


Figura 4.23: Método *online* - Comparação entre a DTB no sistema ar-água com e sem a adição de tensoativo.

Observou-se que, com a adição de tensoativo, as maiores frequências de bolhas obtidas estiveram na faixa de 0 a 300 μm , enquanto que, no sistema sem adição de tensoativo existe uma faixa larga de tamanho de bolhas presentes no sistema com tamanho entre 600 e 1000 μm . Portanto, a técnica FBRM também foi eficiente para registrar a atuação da adição de tensoativo no tamanho das bolhas.

4.3.2. Resultados para a flotação de minério

Como as técnicas FBRM e PVM permitiam obter imagens e informações sobre o tamanho das bolhas, sem a necessidade de amostragem do material, foram realizados alguns

testes de flotação a fim de se obter informações sobre o comportamento das DTB na presença de uma terceira fase, o minério.

4.3.2.1. Efeito da adição de tensoativo na DTB na presença de minério

A Figura 4.24 mostra um histograma comparativo das DTB obtidas para os testes durante a flotação de minério em condições com e sem a adição de tensoativo. Foi utilizada uma velocidade superficial do gás igual a 2,15 cm/s e tensoativo na concentração de 50ppm e alimentação de 50 mL/min.

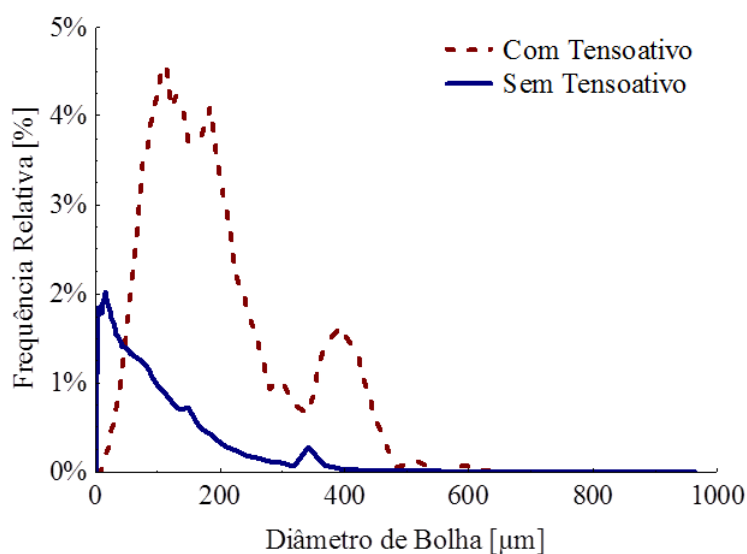


Figura 4.24: Método *online* - Comparação entre a DTB na flotação de minério com e sem a adição de tensoativo

Observa-se que, para a condição sem adição de tensoativo, há uma frequência significativa de microbolhas (tamanho de corda menor que 100 μm), mas também, embora de difícil visualização por apresentar baixas frequências, nota-se que há a presença de bolhas maiores no sistema. Essas bolhas maiores não foram quantitativamente registradas pela técnica, porque a FBRM fazia a contagem e medida das bolhas que passassem pelo visor da sonda e que apresentassem diâmetros menores que 1000 μm. Porém, cumpre ressaltar que, havia uma grande quantidade de bolhas maiores no sistema que não foram contabilizadas pela técnica.

Diante disso, pode-se afirmar que o efeito do tensoativo diminuindo o tamanho das bolhas também ocorre com a presença de uma terceira fase (minério). Observa-se, na Figura

4.24, que há uma frequência maior de bolhas na faixa de 0 a 500 μm , na condição com a adição de tensoativo e que não foram registrados tamanhos de cordas maiores que 600 μm .

Essa diferença pode também ser visualizada através das imagens da Figura 4.25, obtidas em cada uma das condições analisadas.

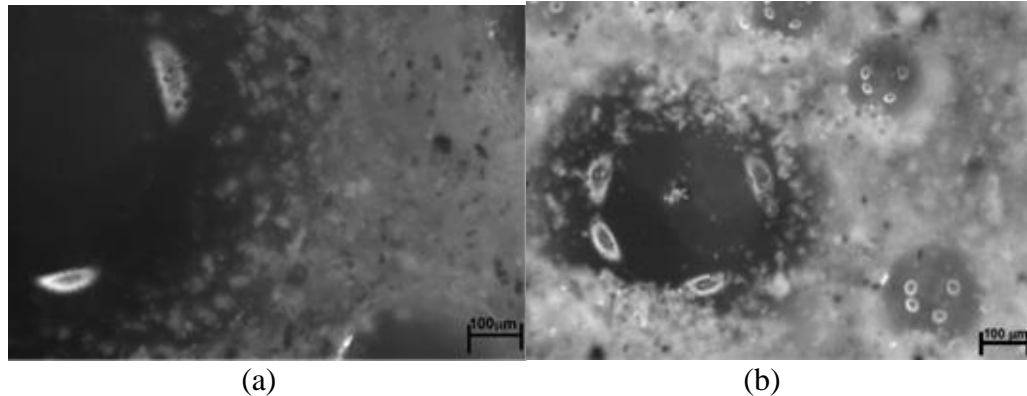


Figura 4.25: Imagens obtidas pela técnica PVM das bolhas na flotação de minério (a) sem e (b) com a adição de tensoativo.

4.3.2.2. Comparações da flotação de minério com o sistema ar-água

Uma informação importante obtida, a partir dos resultados do método *online*, foi a influência da presença da terceira fase, minério, na DTB. A Figura 4.26 mostra que, quando foi adicionado o minério, a média do tamanho das bolhas foi menor do que no sistema operando apenas com duas fases, ar-água. Nestes testes a velocidade superficial do gás foi igual a 2,3 cm/s e não foi adicionado tensoativo.

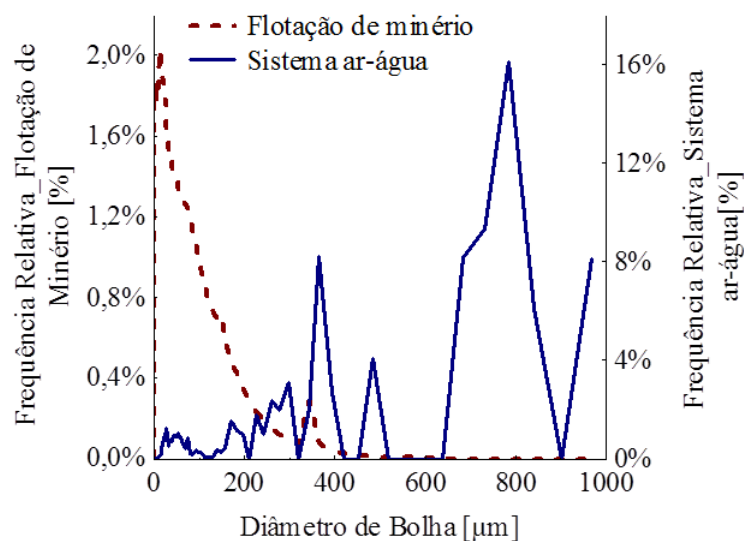


Figura 4.26: Método online – Comparação entre as DTB para o sistema ar-água e para a flotação de minério.

Pode-se concluir dessa diminuição do tamanho das bolhas, que a presença do minério adsorvido na superfície das bolhas ou em solução no líquido presente entre as bolhas, contribuiu para evitar a coalescência entre as bolhas, tendo por consequência a diminuição do tamanho das bolhas. Por isso, as bolhas presentes no sistema ar-água foram maiores, pois nessa situação não havia restrições para o contato entre elas e a coalescência então, ocorria com uma maior frequência. Essa diferença entre as bolhas para cada um dos sistemas pode ser visualizado através das imagens obtidas pela sonda, mostradas na Figura 4.27.

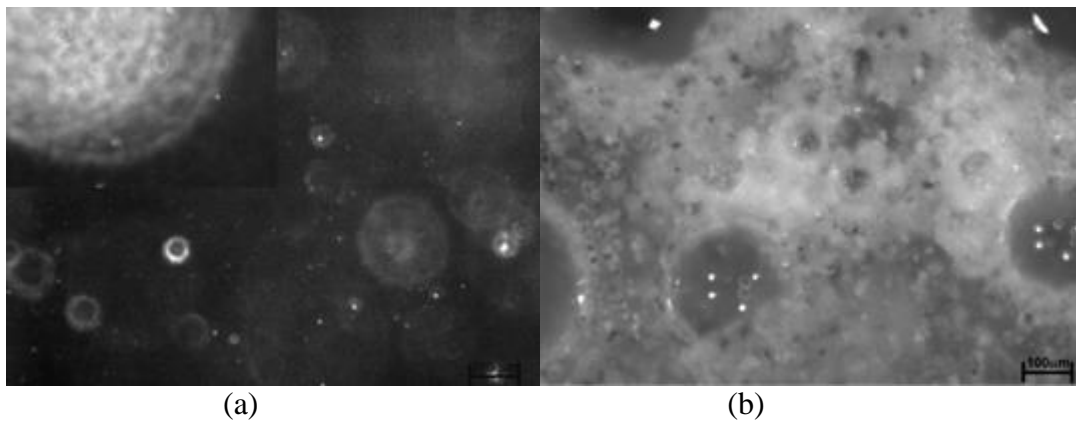


Figura 4.27: Imagens obtidas pela técnica PVM das bolhas no (a) sistema ar-água e na (b) flotação de minério

4.3.2.3. Testes de Cinética de Flotação

As curvas que representam a cinética de flotação com base no teor de P_2O_5 e a distribuição de tamanho de bolhas (DTB), para uma mesma condição de operação, são mostradas na Figura 4.28.

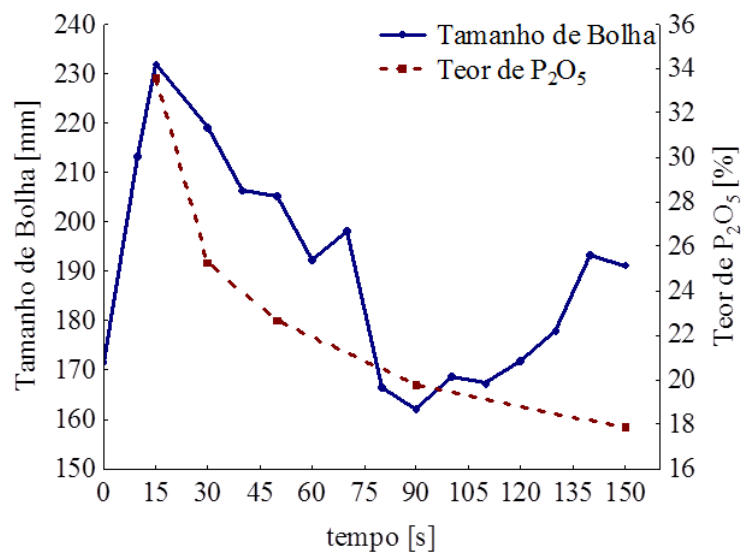


Figura 4.28: Variação do teor de P_2O_5 e do tamanho de bolha na flotação.

Observa-se que à medida que diminui o teor de P_2O_5 , há uma consequente diminuição também no tamanho de bolha até o instante $t=90$ s. Após esse tempo, observa-se que, embora o teor continue a diminuir, as bolhas começam a apresentar um tamanho médio maior do que o obtido nos instantes anteriores.

Para melhor compreensão do comportamento observado para as curvas de teor de apatita e DTB, a Figura 4.29 mostra imagens da espuma de flotação correspondente a cada um dos tempos amostrados no teste de cinética.

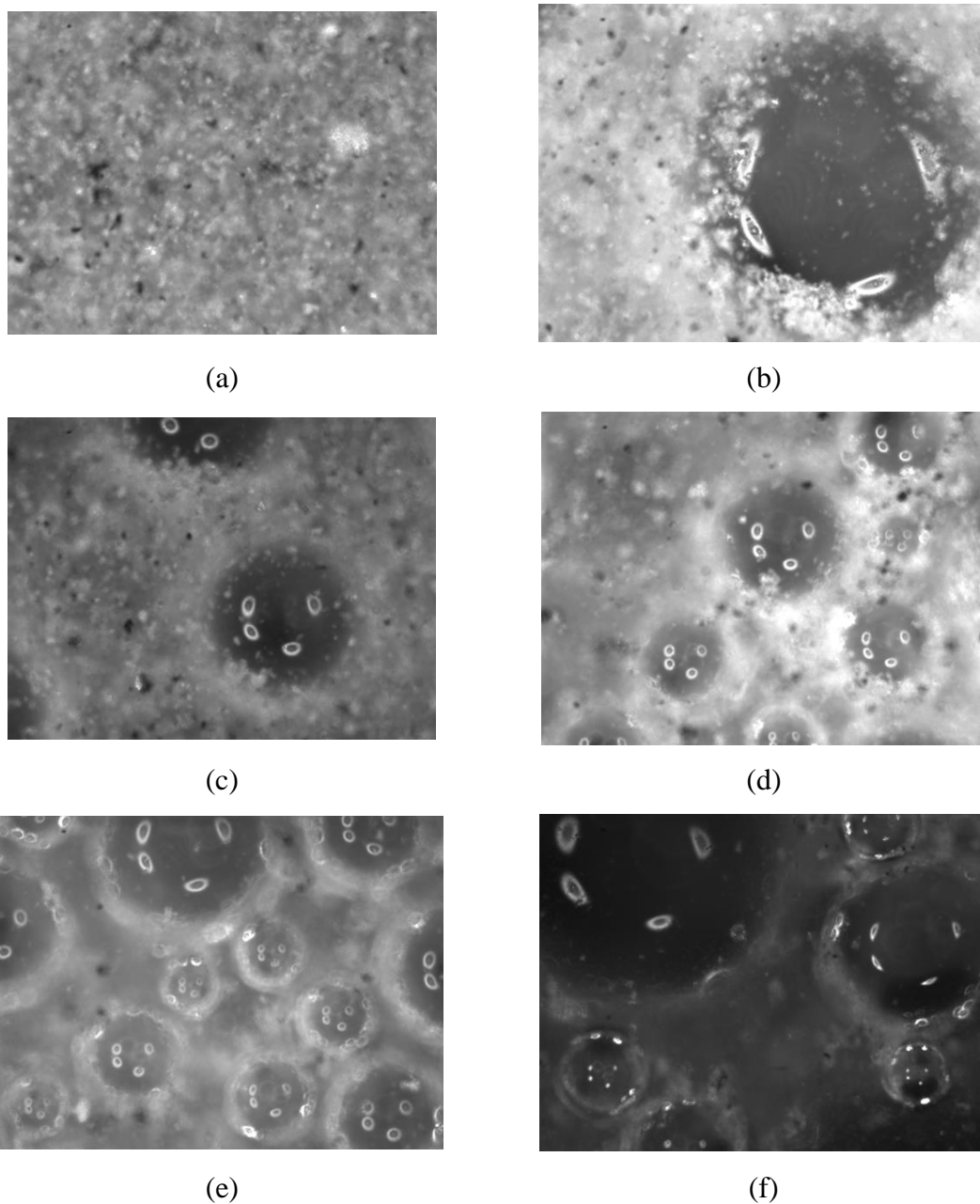


Figura 4.29: Imagens da fase de espuma na flotação de apatita no tempo de (a) 0 s (alimentação da polpa); (b) 15 s; (c) 30 s; (d) 50 s; (e) 90 s e (f) 150 s.

A Figura 4.29 (a), correspondente ao tempo $t=0$ s, mostra o instante em que a polpa era alimentada à coluna correspondente ao início da formação da camada de espuma. Após 15 s de teste, a Figura 4.29 (b) mostra que neste intervalo havia uma espuma rica em minérios, pois é possível identificar os aglomerados de minério aderidos à superfície da bolha e uma extensa camada formada em torno da bolha, constituída de minérios e agregados de microbolhas e partículas.

Comparando essa imagem (Figura 4.29b) com o gráfico da Figura 4.28, nota-se que, nesse instante, foi obtido o maior teor de P_2O_5 , e o maior tamanho de bolhas. O maior valor do teor de P_2O_5 se deve pelo fato de que nesses 15 segundos iniciais, havia uma espuma rica em minério observada na imagem, e que o mecanismo que prevalecia era o de adesão ou flotação verdadeira, ou seja, grande quantidade do mineral de interesse foi coletada pelas bolhas de forma seletiva, apresentando assim um maior teor. Quanto ao tamanho de bolha ter sido maior, isso ocorreu porque a sonda não distinguia bolha de minério, assim o diâmetro medido correspondia à bolha e tudo o que estava envolto à ela. Como se observa, nesse instante, a camada de minério em torno da bolha é grande, conseqüentemente, foram medidas cordas maiores das bolhas, e o tamanho médio volumétrico das bolhas também foi maior.

A Figura 4.29 (c) mostra a imagem da espuma para 30 segundos de flotação. Confrontando essa informação com o gráfico da Figura 4.28, observou-se que nesse momento houve uma diminuição no valor do teor de P_2O_5 e também do tamanho de bolhas. Observa-se na imagem, Figura 4.29 (c), que a espuma apresentou uma quantidade menor de aglomerados de partículas e a diminuição do teor indicou que houve uma flotação menos seletiva, ou seja, o mecanismo de adesão ocorre com uma menor frequência. O que se pode concluir, é que já se pode observar um empobrecimento da camada de espuma, pela diminuição da quantidade de minério presente. Por isso, o tamanho de bolhas também diminuiu, pois, como na medida foi considerada a bolha e a camada de minério aderida à superfície da bolha, com uma espuma mais pobre, conseqüentemente essa camada de minério em torno da bolha foi menor, logo, tamanhos menores de corda foram medidos.

Este efeito então se prolonga para os tempos de 50 e 90 s nos quais se observam pela Figura 4.28 que, simultaneamente, o teor e o tamanho de bolhas continuam a diminuir. Pelas imagens, correspondentes aos tempos de $t=50$ s e $t=90$ s das Figuras 4.29 (d) e 4.29 (e), observa-se de forma mais intensa o empobrecimento da espuma a qual, à medida que avança o tempo, se apresenta com uma quantidade menor de partículas. Logo, a coleta de partículas pelas bolhas torna-se um evento raro. Isso é comprovado pela diminuição do teor de P_2O_5

mostrando que provavelmente o mecanismo de arraste prevaleceu, aumentando a recuperação de ganga a qual prejudica o teor alcançado ao final do processo. A diminuição do tamanho de bolhas confirma o empobrecimento da espuma pela diminuição da camada de minério envolvendo as bolhas.

Por fim, a Figura 4.29 (f) mostra uma espuma composta praticamente apenas por bolhas de ar e a fase líquida, e o baixo teor obtido neste instante mostra que o minério que estava sendo flotado era consequência, praticamente, apenas do mecanismo de arraste. A imagem comprova isso, pois se observa que a quantidade de partículas aderidas as bolhas é mínima. O gráfico da Figura 4.28 mostra que nesse instante o tamanho de bolhas aumentou. Esse efeito pode ser explicado pelo fato de que a diminuição considerável de partículas na fase de espuma possibilitou um contato maior entre as bolhas e, conseqüentemente, aumentou o fenômeno de coalescência resultando no aumento do tamanho médio das bolhas.

Cumprе ressaltar, que este teste de cinética mostrou informações importantes que dizem respeito à determinação do tempo de encerramento do teste, visto que foi observado que há uma queda considerável do valor do teor de apatita com o tempo de flotação.

Geralmente, o histórico de estudos de flotação do grupo de pesquisa do Laboratório de Sistemas Particulados da FEQ-UFU tem como condição de encerramento do teste de flotação o momento em que a interface polpa-espuma alcança o topo do equipamento. Porém, os resultados deste teste de cinética mostraram ser necessário, com o novo sistema de aeração utilizando o Venturi, se fazer um novo estudo para verificar qual seria o melhor momento para encerrar o teste objetivando alcançar uma maior eficiência de flotação.

4.3.2.4. O Processo de Flotação em Regime Batelada

Da mesma forma como foram obtidas informações a respeito do comportamento das bolhas no intervalo de tempo referente ao teste de cinética, a Figura 4.30 mostra a curva representando a variação do tamanho médio das bolhas durante o tempo total de flotação. Vale ressaltar que essa curva diz respeito às mesmas condições do teste de cinética e que o comportamento apresentado foi, de modo geral, o mesmo para outras condições testadas.

É possível perceber que existem cinco regiões que representam mudanças no comportamento do tamanho de bolhas com o tempo. As regiões indicadas pelas letras a e b correspondem ao teste de cinética: alimentação da polpa e empobrecimento da espuma, respectivamente. Dessa forma, a análise segue para a região representada pela letra c. Nessa

região observa-se que houve um aumento do tamanho médio das bolhas, fato que foi pré-anunciado no último ponto amostrado no teste de cinética para $t=150$ s.

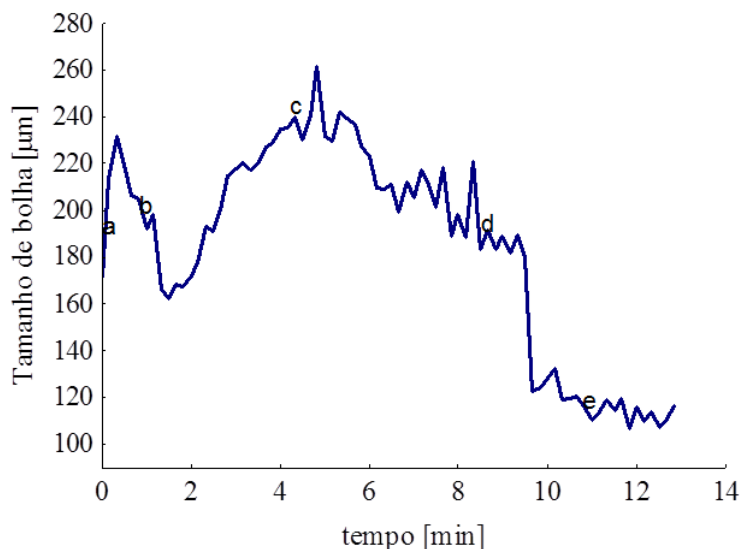


Figura 4.30: Curva da variação do tamanho médio de bolha ao longo do tempo total de flotação.

A imagem mostrada na Figura 4.31 foi obtida no tempo aproximado de 5 min de flotação e mostra que as bolhas realmente foram maiores (a concentração de partículas de minério diminuiu drasticamente). Esse aumento do tamanho das bolhas pode ser explicado, como já mencionado anteriormente, pela maior frequência de coalescência entre as bolhas, devido à diminuição de partículas minerais presentes na espuma.

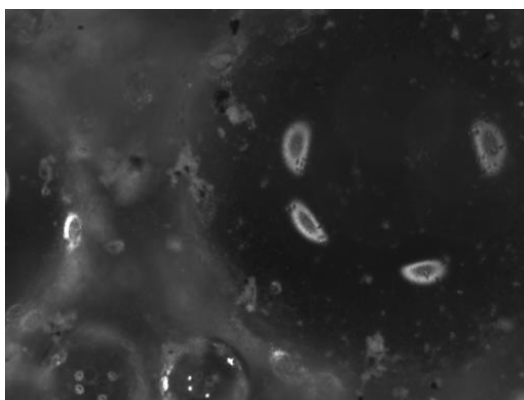


Figura 4.31: Imagem da fase de espuma correspondente à região 'c' da curva de distribuição do tamanho médio de bolhas no tempo total de flotação.

A quarta região, representada pela letra d no gráfico da Figura 4.30, mostra que as bolhas começam a diminuir de tamanho. Essa ação das bolhas provavelmente se deve ao

efeito do tensoativo que continuava a ser alimentado na coluna. Dessa forma, uma espuma pobre de minérios aliada com a adição de tensoativo, que agia de maneira a diminuir a coalescência entre as bolhas, implicou na diminuição do tamanho médio das bolhas.

A Figura 4.32 mostra uma imagem da fase de espuma neste instante em que se observa a diminuição do tamanho das bolhas.

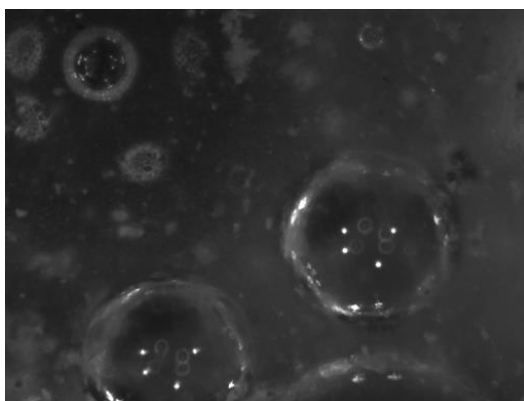


Figura 4.32: Imagem da fase de espuma correspondente à região ‘d’ da curva de distribuição do tamanho médio de bolhas no tempo total de flotação.

Essa diminuição do tamanho de bolhas, ao longo da camada de espuma, tem sido retratada por trabalhos da literatura científica os quais observaram que esse efeito também está associado pela proximidade com a interface polpa-espuma. Nesses trabalhos, foi reportado que há um aumento do tamanho de bolha em função da distância da interface polpa-espuma, ou seja, quanto mais distante da interface, maior o tamanho de bolhas observado, e este aumento é resultado de uma maior coalescência entre as bolhas na espuma (BHONDAYI e MOYS, 2014; ATA *et al*, 2003).

A Figura 4.33 representa a imagem da quinta região identificada com a letra “e” no gráfico da Figura 4.30. Essa região é marcada por uma queda brusca do tamanho médio de bolhas que representa o momento em que a interface polpa-espuma passa pela sonda e, a partir deste instante, são medidas e filmadas as bolhas presentes na fase de polpa.

A diminuição brusca do tamanho de bolhas observada se deve ao fato de que, na fase de polpa, a coalescência é menor do que na fase espuma, pois na fase de espuma o contato entre as bolhas é maior, favorecendo a coalescência entre elas. Outro fator influente na queda do tamanho médio de bolhas é devido a não diferenciação da técnica entre bolhas e partículas para a medição. Logo as partículas de ganga presentes em alta quantidade no sistema, como mostra a Figura 4.29, também são medidas, e como apresentam baixos valores de corda

contribuem significativamente para diminuir o tamanho médio das bolhas, que no caso representa o conjunto de bolhas e partículas presentes na solução.

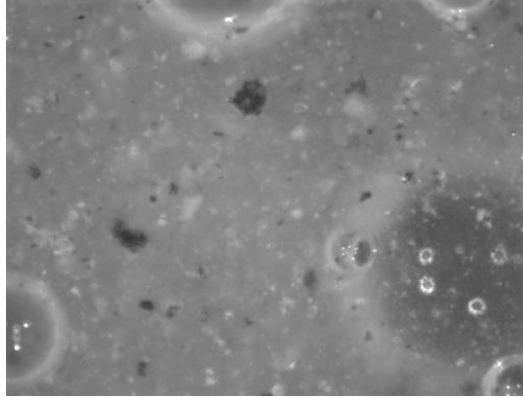


Figura 4.33: Imagem da fase de espuma correspondente à região ‘e’ da curva de distribuição do tamanho médio de bolhas no tempo total de flotação.

Portanto, observa-se que o processo de flotação de minério em batelada pode ser dividido em diversas regiões tendo como referência a variação do tamanho médio de bolhas. Essas regiões caracterizam etapas importantes do processo de flotação, cujo estudo mais detalhado pode resultar em alternativas viáveis e eficientes para aumentar a eficiência do processo, principalmente no tratamento de finos de apatita.

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES

5.1. Principais Conclusões

Diante dos resultados obtidos do estudo da caracterização e controle do tamanho de bolhas em uma coluna de flotação, pode-se concluir:

Do sistema ar-água sem adição de tensoativo:

- A comparação das DTB do sistema de aeração composto pelo Venturi, da flotação com ar disperso e da FAD, mostrou que o sistema com o Venturi gerou, satisfatoriamente, bolhas com tamanho intermediário, as quais nesse trabalho corresponderam à faixa de tamanhos de 100 a 1000 μm .
- Os resultados do planejamento composto central mostraram que a vazão de ar foi a variável que mais influenciou no tamanho de bolha e no *holdup*. Os efeitos das variáveis foram quantificados.
- Foram identificadas duas situações de bolhas geradas. Uma situação na qual foram geradas bolhas com tamanho intermediário com altos valores de porcentagem de bolhas, porém com valores de *holdup* muito pequenos. A segunda situação foram bolhas grandes com o *holdup* maior que os da primeira, porém ainda abaixo dos limites operacionais.

Do sistema ar-água com a adição de tensoativo:

- A adição de tensoativos no sistema ar-água resultou na diminuição do tamanho de bolhas e no aumento do *holdup*, efeito causado pela ação do tensoativo evitando os fenômenos de coalescência e retardando a ascensão das bolhas. Assim, concluiu-se que a adição de tensoativo foi uma boa alternativa para diminuir o tamanho de bolhas e, simultaneamente, aumentar o *holdup*.
- O estudo mostrou que não houve diferença significativa entre os tensoativos testados.
- No planejamento composto central os resultados mostraram que a velocidade superficial de gás e a concentração de tensoativo influem de maneira mais efetiva no tamanho de

bolhas e no *holdup*, comparadas com as outras variáveis estudadas. Observou-se também, que nas condições testadas, foi possível a geração de bolhas nas três faixas de tamanho, mostrando que a quantificação dos efeitos das variáveis permite controlar e determinar o tamanho de bolha desejado para a flotação.

- A formação de bolhas intermediárias foi favorecida em condições de médio a altos valores de vazão de ar e de concentração de tensoativo, situação na qual, também se obteve altos valores para o *holdup*.
- A análise canônica encontrou um ponto ótimo para o *holdup* (16,90%), situação para a qual simultaneamente foi encontrado um D_{32} na faixa intermediária e, conseqüentemente, maior geração de bolhas intermediárias (P_{BI}).

Da flotação de minério e o método online

- O método *online* validou os resultados obtidos no método *offline*, apresentando aquele as mesmas tendências observadas nesse.
- Foi possível avaliar a DTB durante o processo de flotação de minério e os resultados mostraram que as bolhas nessa condição foram menores do que as bolhas presente no sistema bifásico (ar-água).
- A comparação da DTB com um teste de cinética do teor de apatita permitiu observar que no processo batelada ocorreu um empobrecimento (redução de partículas minerais) da camada de espuma com o tempo de flotação, comprovado pela diminuição do teor observada no teste de cinética. Conclui-se que esse fato revela a necessidade de uma melhor definição da melhor condição de parada do teste de flotação.

5.2. Sugestões para trabalhos futuros

Como trabalhos futuros, sugere-se:

- Realizar ensaios de flotação nas mesmas condições estudadas, para comparação do tamanho de bolha e *holdup*, com o desempenho da flotação (teor e recuperação).
- Ampliar a faixa de valores das variáveis utilizadas, avaliando a influência dessas em outras condições de operação.

- Aprimorar a técnica de filmagem das bolhas, e desenvolver algoritmos para processamento das imagens e contagem das bolhas.
- Testar e desenvolver novas técnicas de medida de tamanho de bolha principalmente para as bolhas durante a flotação com minério (sistema trifásico).
- Avaliar a DTB com a coluna de flotação operando em regime contínuo e também em células mecânicas convencionais de flotação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AHMED, N.; JAMESON, G. J. The effect of bubble size on the rate of flotation of fine particles. **International Journal of Mineral Processing**, v. 14, n. 3, p. 195-215, 1985.
- ALDRICH, C.; FENG, D. The effect of mothers on bubble size distributions in flotation pulp phases and surface froths. **Minerals Engineering**, v. 13, n. 10, p. 1049-1057, 2000.
- AQUINO, J.A.; OLIVEIRA, M.L.M.; FERNANDES, M.D. **Flotação em Coluna**. In: LUZ, A.B.; SAMPAIO, J.A.; FRANÇA, S.C.A. Tratamento de Minérios. 5 ed. Rio de Janeiro, CETEM/MCT, 2010, p. 517-555.
- ATA, S.; AHMED, N.; JAMESON, G.J. A study of bubble coalescence in flotation froths. **International Journal of Mineral Processing**, v. 72, n. 1, p. 255-266, 2003.
- BAILEY, M.J.; TORREALBA-VARGAS, C.; GOMEZ, C.; FINCH, J. A. Coalescence of bubbles sampled for imaging. **Minerals Engineering**, v. 18, n. 1, p. 125-126, 2005.
- BHONDAYI, C.; MOYS, M. H. Measurement of a proxy for froth phase bubble sizes as a function of froth depth in flotation machines Part 1. Theoretical development and testing of a new technique. **International Journal of Mineral Processing**, V. 130, P. 8-19, 2014.
- BOUTIN, P.; TREMBLAY, R.J. Method and Apparatus for the Separation and Recovery of Ores. **Canadian Patent** No.694547 1964-09-15. *PATENTE
- BURGESS, F. L. OK100 tank cell operation at Pasminco—Broken Hill. **Minerals engineering**, v. 10, n. 7, p. 723-741, 1997.
- BUSCIGLIO, A.; GRISAFI, F.; SCARGIALI, F.; BRUCATO, A. On the measurement of local gas hold-up, interfacial area and bubble size distribution in gas–liquid contactors via light sheet and image analysis: Imaging technique and experimental results. **Chemical Engineering Science**, v. 102, p. 551-566, 2013.
- CAPPONI, F. N. **Avanços na recuperação de finos de minérios pelo processo de flotação "extensora", o caso da mina de Chuquicamata**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2005.
- CAPPONI, F.; SARTORI, M.; SOUZA, M.L.; RUBIO, J. Modified column flotation of adsorbing iron hydroxide colloidal precipitates. **International Journal of Mineral Processing**, v. 79, n. 3, p. 167-173, 2006.

- CAPPONI, F. **O estado da arte da flotação**. Mini-curso apresentado no VIII Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica (VIII COBEQ-IC), Uberlândia, MG. 2009.
- CHAU, T. T.; BRUCKARD, W. J.; KOH, P. T. L.; NGUYEN, A. V. A review of factors that affect contact angle and implications for flotation practice. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 150, p. 106-115, 2009.
- CHO, Y-S.; LASKOWSKI, J. S. Effect of flotation frothers on bubble size and foam stability. **International Journal of Mineral Processing**, v. 64, n. 2, p. 69-80, 2002.
- DEGLON, D. A.; EGYA-MENSAH, D.; FRANZIDIS, J. P. Review of hydrodynamics and gas dispersion in flotation cells on South African platinum concentrators. **Minerals Engineering**, v. 13, n. 3, p. 235-244, 2000.
- DIAZ-PENAFIEL, P.; DOBBY, G. S. Kinetic studies in flotation columns: bubble size effect. **Minerals engineering**, v. 7, n. 4, p. 465-478, 1994.
- DOBBY, G. S.; YIANATOS, J. B.; FINCH, J. A. Estimation of bubble diameter in flotation columns from drift flux analysis. **Canadian Metallurgical Quarterly**, v. 27, n. 2, p. 85-90, 1988.
- DUPRE, V.; PONASSE, M.; AURELLE, Y. SECQ, A. Bubble formation by water release in nozzles---I. Mechanisms. **Water Research**, v. 32, n. 8, p. 2491-2497, 1998.
- ENGLERT, A. H.. **Flotação por ar dissolvido (FAD) de micropartículas, caracterização de microbolhas e medidas de força de interação bolha-partícula**. Tese (Doutorado em Engenharia de Minas), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2008.
- ENGLERT, A. H.; RODRIGUES, R. T.; RUBIO, J.. Flotação de partículas ultrafinas: estado da arte e contribuição técnica sobre o ponto de mínimo na eficiência de captura bolha-partícula. **HOLOS-ISSN 1807-1600**, v. 5, p. 39-48, 2011.
- FARROKHPAY, S. The significance of froth stability in mineral flotation – A review. **Advances in Colloid and Interface Science**. v. 166, p. 1-7, 2011.
- FILIPPOV, L. O.; JOUSSEMET, R.; HOUOT, R. Bubble spargers in column flotation: adaptation to precipitate flotation. **Minerals Engineering**, v. 13, n. 1, p. 37-51, 2000.
- FINCH, James A.; NESSET, Jan E.; ACUÑA, Claudio. Role of frother on bubble production and behaviour in flotation. **Minerals Engineering**, v. 21, n. 12, p. 949-957, 2008.
- GORAIN, B. K.; FRANZIDIS, J.-P.; MANLAPIG, E. V. Studies on impeller type, impeller speed and air flow rate in an industrial scale flotation cell part 2: Effect on gas holdup. **Minerals Engineering**, v. 8, n. 12, p. 1557-1570, 1995.

- GORAIN, B. K.; FRANZIDIS, J.-P.; MANLAPIG, E. V. Studies on impeller type, impeller speed and air flow rate in an industrial scale flotation cell. Part 3: Effect on superficial gas velocity. **Minerals Engineering**, v. 9, n. 6, p. 639-654, 1996.
- GRAU, R. A.; HEISKANEN, K. Gas dispersion measurements in a flotation cell. **Minerals Engineering**, v. 16, n. 11, p. 1081-1089, 2003.
- GRAU, Rodrigo A.; LASKOWSKI, Janusz S.; HEISKANEN, Kari. Effect of frothers on bubble size. **International Journal of Mineral Processing**, v. 76, n. 4, p. 225-233, 2005.
- ITYOKUMBUL, M. T.; SALAMA, A. I. A.; AL Taweel, A. M. Estimation of bubble size in flotation columns. **Minerals engineering**, v. 8, n. 1, p. 77-89, 1995.
- KANTARCI, N.; BORAK, F.; ULGEN, K. O. Review Bubble column reactors, **Process Biochemistry** v.40, p.2263–2283, 2005.
- KRACHT, W.; FINCH, J. A. Bubble break-up and the role of frother and salt. **International Journal of Mineral Processing**, v. 92, n. 3, p. 153-161, 2009.
- LEIVA, J.; VINNETT, L.; CONTRERAS, F.; YIANATOS, J. Estimation of the actual bubble surface area flux in flotation. **Minerals Engineering**, v. 23, n. 11, p. 888-894, 2010.
- MONTE, M.B.M.; PERES, A.E.C. **Química de Superfície na Flotação**. In: : LUZ, A.B.; SAMPAIO, J.A.; FRANÇA, S.C.A. Tratamento de Minérios. 5 ed. Rio de Janeiro, CETEM/MCT, 2010, p. 399-457.
- NGUYEN, A. V.; EVANS, G. M. Movement of fine particles on the air bubble surface studied using high-speed video microscopy. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 273, p. 271-277, 2004.
- OLIVEIRA, M. L. M.; DE AQUINO, J. A. Aspectos relevantes das colunas de flotação. **HOLOS-ISSN 1807-1600**, v. 1, p. 44-52, 2006.
- OLIVEIRA, M. S. **Flotação em Coluna do Rejeito Remoído do Processo de Concentração da Apatita**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2004.
- PAIVA, M. P. **Caracterização e flotação de minério de fosfato da Mina Sofia-Chile**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2012.
- PÉREZ-GARIBAY, R.; MARTÍNEZ-RAMOS, E.; RUBIO, J. Gas dispersion measurements in microbubble flotation systems. **Minerals Engineering**, v. 26, p. 34-40, 2012.

- QUEIROZ, G. M. **Estudo da Cinética de Flotação da Apatita em Coluna**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2003.
- RAMIREZ, J.A., ZINCHENKO, A., LOEWENBERG, M. & Davis, R.H. The flotation rates of fine spherical particles under Brownian and convective motion. **Chemical Engineering Science**, v. 54, n. 2, p.149-157, 1999.
- REAVY, D.; RATCLIFF, G.A. Removal of fine particles from water by dispersed air flotation: effect of bubble size and particle size on collection efficiency. **Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 51, p. 178-185, 1973.
- RIBEIRO, J. A. **Contribuição ao estudo experimental e em CFD da fluidodinâmica de colunas de bolhas com aplicações na separação de misturas oleosas e processamento mineral por ar dissolvido**. Tese (Doutorado em Engenharia Química), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2012.
- RODRIGUES, R. T. **Desenvolvimento da técnica LTM-Bsizer para a caracterização de bolhas e avaliação de parâmetros no processo de flotação**. Tese (Doutorado em Engenharia de Minas), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2004.
- RODRIGUES, R. T.; RUBIO, Ja. New basis for measuring the size distribution of bubbles. **Minerals Engineering**, v. 16, n. 8, p. 757-765, 2003.
- SANTANA, R.C.; RIBEIRO, J.A.; SANTOS, M.A.; REIS, A.S.; ATAIDE, C.H.; BARROZO, M.A.S. Flotation of fine apatitic ore using microbubbles. **Separation and Purification Technology**, v. 98, p. 402-409, 2012.
- SANTANA, R.C. **Análise da influência do tamanho da partícula na flotação da apatita em coluna**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2007.
- SANTANA, R.C. **Efeito da altura da coluna na flotação de minério fosfático em diferentes granulometrias**. Tese (Doutorado em Engenharia Química), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2011.
- SANTOS, E. P. dos. Alternativas para o tratamento de ultrafinos de minério de ferro da Mina do Pico/MG por flotação em coluna. 2010.
- SANTOS, M.A. **Estudo da influência de íons contaminantes na flotação de apatita em coluna**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2010.
- SANTOS, M.A. **A flotação por ar dissolvido como alternativa ao tratamento de efluente mineral visando ao reuso da água e à melhoria do processo de flotação de apatita**.

Tese (Doutorado em Engenharia Química), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2014

SHUKLA, S.C.; KUNDU, G.; MUKHERJEE, D. Study of gas holdup and pressure characteristics in a column flotation cell using coal. **Minerals Engineering**, v. 23, n. 8, p. 636-642, 2010.

SILVA, A.A.M. **Estudo sobre a flotação de silicatos em coluna para o processo de concentração da apatita**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, 2005.

SOBHY, A.; TAO, D. Nanobubble column flotation of fine coal particles and associated fundamentals. **International Journal of Mineral Processing**, v. 124, p. 109-116, 2013.

STECHEMESSER, H.; NGUYEN, A.V. Time of gas-solid-liquid three-phase contact expansion in flotation, **International Journal of Mineral Processing**, v. 56, p. 117-132, 1999.

TABOSA, E.O. **Flotação com reciclo de concentrados (FRC) para recuperação de finos de minérios: fundamentos e aplicações**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2007.

TAKATA, L. A. Flotação em coluna. **Flotação: o estado da arte no Brasil**. Ed. Chaves, A. P. São Paulo: Signus, Vol. 4, pp. 45-71, 2006.

TAN, Y.H.; RAFIEL, A.A.; ELMAHDY, A.; FINCH, J.A. Bubble size, gas holdup and bubble velocity profile of some alcohols and commercial frothers. **International Journal of Mineral Processing**, v. 119, p. 1-5, 2013.

TAVERA, F. J.; ESCUDERO, R.; FINCH, J. A. Gas holdup in flotation columns: laboratory measurements. **International Journal of Mineral Processing**, v. 61, n. 1, p. 23-40, 2001.

VERAS, M.M.; BALTAR, C.A.M.; PAULO, J.B.A.; LEITE, J.Y.P Caracterização de Bolhas com Uso de Espumante MIBC e ALFA-TERPINEOL em Coluna de Flotação Aplicando Técnica de HYDROMESS. **HOLOS-ISSN 1807-1600**, v. 3, p. 42-51, 2009.

YIANATOS, J.B.; FINCH, J. A. Gas holdup versus gas rate in the bubble regime. **International Journal of Mineral Processing**, v. 29, p. 141-146, 1990.

YIANATOS, J.; CONTRERAS, F. Particle entrainment model for industrial flotation cells. **Powder Technology**, v. 197, n. 3, p. 260-267, 2010.

- YIANATOS, J.; BERGH, L.; CONDORI, P.; AGUILERA, J. Hydrodynamic and metallurgical characterization of industrial flotation banks for control purposes. **Minerals Engineering**, v. 14, n. 9, p. 1033-1046, 2001.
- WALLIS, G.B., One-Dimensional Two Phase Flow, **McGraw-Hill**, New York (1969).
- WILLS, B.A.; NAPIER-MUNN, T.J. An introduction to the practical aspects of ore treatment and mineral recovery. Ed. Butterworth-Heinemann. Wills' **Mineral Processing Technology**. n.7 444 p. , 2006
- XIE, W.; NEETHLING, S.J.; CILLIERS, J.J. A novel approach for estimating the average bubble size for foams flowing in vertical columns. **Chemical Engineering Science**, v. 59, p. 81-86, 2004
- ZHANG, H.; LIU, J.; WANG, Y.; CAO, Y.; MA, Z.; LI, X. Cyclonic-static micro-bubble flotation column. **Minerals Engineering**, v. 45, p. 1-3, 2013.
- ZHOU, Z. A.; EGIEBOR, N. O.; PLITT, L. R. Frother effects on bubble size estimation in a flotation column. **Minerals engineering**, v. 6, n. 1, p. 55-67, 1993