

Ministério da Educação
Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Escola de Engenharia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas,
Metalúrgica e de Materiais - PPGEM

**DESENVOLVIMENTO DA TÉCNICA LTM-BSizer PARA A CARACTERIZAÇÃO
DE BOLHAS E AVALIAÇÃO DE PARÂMETROS NO PROCESSO DE FLOTAÇÃO**

M.Sc. Rafael Teixeira Rodrigues
Engenheiro de Minas

Tese para obtenção do título de Doutor em Engenharia

Porto Alegre

Maio de 2004

Ministério da Educação
Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Escola de Engenharia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas,
Metalúrgica e de Materiais - PPGEM

**DESENVOLVIMENTO DA TÉCNICA LTM-BSizer PARA A CARACTERIZAÇÃO
DE BOLHAS E AVALIAÇÃO DE PARÂMETROS NO PROCESSO DE FLOTAÇÃO**

M.Sc. Rafael Teixeira Rodrigues
Engenheiro de Minas

Tese apresentada ao programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de
Materiais – PPGEM, como parte dos requisitos para a obtenção do título de
Doutor em Engenharia

Área de concentração: Metalurgia Extrativa e Tecnologia Mineral

Porto Alegre
Maio de 2004

Esta Tese foi julgada adequada para a obtenção do título de Doutor em Engenharia e aprovada em sua forma final pelo Orientador e pela Banca Examinadora do Curso de Pós-Graduação.

Orientador: Jorge Rubio – Ph.D.

Prof. Deptº. de Engenharia de Minas, UFRGS.

Prof. do PPGEM, UFRGS.

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Jaime Solari

Universidad de Chile, Santiago-Chile

Prof. Dr. Diosnel Rodriguez Lopez

Universidade de Santa Cruz do Sul

Prof. Dr. Ivo André Homrich Schneider

DEMET-PPGEM-UFRGS

Prof. Dr. Carlos Arthur Ferreira
Coordenador do PPGEM

AGRADECIMENTOS

Ao Professor Jorge Rubio pela orientação, amizade e principalmente pela confiança.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais (PPGEM).

Aos colegas do 5º andar em especial a Solange, Ziza, Cristina, Elvis, Alexandre...

A galera do “subsolo”, Capponi, Elves, Chico, Anão, Meise, Cristian, Manoela...

Aos colegas Érico Oliveira Tabosa e James José Varela pelo engajamento neste trabalho.

Ao Professor José Antônio Trindade Borges da Costa (UFSM), pelo Curso Microscopia Quantitativa Digital (06/2003), e pelas valiosas dicas referentes à análise de imagens digitais.

A Dona Julia e Seu Afonso, meus pais e a toda minha família.

A todos que colaboraram direta ou indiretamente na elaboração deste trabalho, o meu reconhecimento.

À Eliena,
com carinho.

SUMÁRIO

RESUMO.....	I
ABSTRACT	III
LISTA DE FIGURAS.....	V
LISTA DE TABELAS	X
1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1. O PROCESSO DE FLOTAÇÃO	4
2.1.1. A Influência do tamanho de partícula na flotação	7
2.1.1.1. Efeito do tamanho de partícula na colisão.....	8
2.1.1.2. Efeito do tamanho de partícula na adesão	10
2.1.1.3. Efeito do tamanho de partícula na estabilidade dos agregados	11
2.1.1.4. A flotação de finos e ultrafinos de minérios.....	12
2.1.2. A Influência do tamanho de bolha no processo de flotação	14
2.1.3. O papel do núcleo de gás e das microbolhas	16
2.2. A FLOTAÇÃO CONVENCIONAL E NÃO CONVENCIONAL.....	18
2.2.1. Flotação por ar induzido (FAI).....	18
2.2.2. Flotação por ar dissolvido (FAD).....	20
2.2.2.1. Dissolução do ar	21
2.2.2.2. Redução da pressão e a formação de microbolhas	24
2.2.2.3. Adesão bolha-partícula.....	27
2.2.3. Flotação não convencional.....	29
2.3. PROPRIEDADES DAS DISPERSÕES GÁS-LÍQUIDO.....	32
2.3.1. Determinação do tamanho de bolha no processo de flotação.....	34
2.3.2. O Método do tubo capilar – UCT (<i>University of Cape Town</i>)	37
2.3.3. Métodos baseados na análise de imagens	40
2.3.3.1. A técnica da McGill University.....	40
2.3.3.2. A técnica HUT (<i>Helsinki University of Technology</i>)	41
3. EXPERIMENTAL	44

3.1. DESCRIÇÃO DA TÉCNICA	44
3.1.1. Aquisição das imagens.....	44
3.1.2. Análise das imagens.....	49
3.2. ENSAIOS DE DETERMINAÇÃO DA DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE BOLHAS.....	50
3.2.1. Geração de microbolhas por despressurização de água saturada com ar	51
3.2.2. Geração de bolhas por venturi	51
3.2.3. Geração de bolhas em placa porosa.....	51
3.2.4. Geração de microbolhas com bomba centrífuga multifase (Edur)	51
3.2.5. Bolhas Geradas por Ar Induzido – FAI	52
3.3. ESTUDOS DE FLOTAÇÃO COM SISTEMA PARTICULADO.....	53
3.3.1. O Quartzo.....	53
3.3.2. Cominuição e classificação.....	53
3.3.3. Limpeza do quartzo	53
3.3.4. Determinação do tamanho de partícula	53
3.3.5. Modificação superficial	54
3.3.6. Determinação do potencial zeta.....	54
3.3.7. Ensaio de flotação	54
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	57
4.1 ASPECTOS RELEVANTES DA TÉCNICA LTM-BSizer	57
4.2 APLICAÇÕES DA TÉCNICA LTM-Bsizer.....	62
4.2.1. Microbolhas geradas por ar dissolvido.....	62
4.2.1.1. Efeito da pressão de saturação.....	62
4.2.1.2. Efeito da razão de reciclo	67
4.2.2. Bolhas geradas por venturi	69
4.2.2.1. Efeito da concentração de tensoativo DF 250	69
4.2.2.2. Efeito da razão ar-líquido (Qr)	72
4.2.2.3. Efeito da velocidade superficial de líquido (U_L)	77
4.2.3. Bolhas geradas por venturi + ar dissolvido.....	78
4.2.4. Aplicação da técnica a outros sistemas de geração de bolhas	78
4.2.4.1. Microbolhas geradas por ar dissolvido – bomba centrífuga multifase (Edur) ..	78
4.2.4.2. Bolhas geradas por ar induzido – FAI.....	82
4.2.4.3. Bolhas geradas por placa porosa	85

4.3. ESTUDOS DE FLOTAÇÃO COM SISTEMAS PARTICULADOS	88
4.3.1. Estudos de agregação.....	89
4.3.2. Efeito do tamanho de bolha	90
5. CONCLUSÕES.....	96
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	99
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	100
APÊNDICES	106
Apêndice I. Cálculo teórico da saturação de ar em água (Lei de Henry).....	106
Apêndice II. Desenho esquemático do visor de bolhas.....	107
Apêndice III. Campo de visão e diâmetro mínimo detectado das imagens digitais.....	108
Apêndice IV. Defeitos relacionados ao processo de segmentação pelo algoritmo <i>watershed</i>	109
Apêndice V. Distâncias em imagens digitais (diâmetro mínimo detectado)	110
Apêndice VI. Teorema de Pappus.....	111
Apêndice VII. Fotos em anexo.....	112
Apêndice VIII. Detalhes da bomba centrífuga multifase (Edur)	114

RESUMO

Este trabalho teve como objetivo o desenvolvimento de uma nova técnica para determinação do tamanho médio e da distribuição de tamanho de bolhas de ar em meio aquoso. A nova técnica, denominada de LTM-BSizer, uma vez otimizada, foi aplicada na caracterização das bolhas geradas por diversos métodos utilizados tanto na flotação para tratamento de efluentes líquidos quanto na flotação de partículas minerais e, principalmente, na investigação de parâmetros operacionais e do efeito do tamanho de bolhas na flotação de partículas minerais (quartzo como modelo) finas (40-10 μm) e ultrafinas (<10 μm).

A técnica LTM-BSizer é baseada no conceito da captura, ou seja, ao contrário das técnicas fotográficas até agora propostas, onde as imagens (fotos ou vídeos) das bolhas em movimento foram obtidas com visores verticais, este método obteve as imagens das bolhas estabilizadas em um visor disposto na horizontal. Entre as vantagens em relação aos métodos fotográficos existentes destacam-se a melhor qualidade das imagens e a capacidade de medir distribuições de tamanho de bolha com grande amplitude, desde microbolhas (<100 μm) até bolhas maiores (~ 1 a 3 mm).

Os métodos de geração de bolhas pesquisados foram: microbolhas geradas por depressurização de água saturada com ar em um vaso saturador (processo de flotação por ar dissolvido-FAD) ou por uma bomba centrífuga multifase (novo equipamento para geração de microbolhas), injeção de mistura ar-líquido através de um constritor tipo *venturi* (destaque na flotação não convencional), injeção de ar em cilindro inox poroso (comumente aplicado para dispersão de gás) e bolhas geradas em uma célula de flotação por ar induzido (FAI), convencional de bancada. Para todos os métodos citados, exceto o último, a distribuição de tamanho de bolha foi avaliada numa coluna em acrílico com 200 cm de altura e 72 mm de diâmetro, onde através de um ponto de amostragem parte do fluxo foi conduzida até o visor. Os resultados obtidos com esta técnica foram, para os diâmetros médios de bolha: 30 a 70 μm para FAD, 65 a 130 μm para bomba multifase, 200 a 1400 μm para *venturi*, 500 a 1300 μm para FAI e 500 a 1000 μm para o cilindro poroso.

A influência de alguns parâmetros operacionais na formação das bolhas foi estudada em detalhe e os resultados obtidos mostraram uma boa correspondência com os valores encontrados na literatura e em outros casos, elucidaram efeitos considerados contraditórios na literatura técnica. Este trabalho demonstrou que, o tamanho médio e a distribuição de tamanho das microbolhas, não são influenciados pela pressão de saturação no intervalo de 294 a

588 kPa, mas sim pela quantidade de bolhas e pelo tempo de retenção. Também foi constatado que a diminuição da tensão superficial da água (adição de 30 mg/L de oleato de sódio) aumenta consideravelmente (3 a 8 vezes) o número de microbolhas na FAD a baixas pressões de saturação (196 e 294 kPa). O tamanho e a distribuição de tamanho de bolhas geradas em constrições de fluxo tipo *venturi* variam em função dos parâmetros concentração de tensoativo, velocidade superficial de líquido (U_L) e razão gás/líquido (Q_r). Uma pequena diminuição da tensão superficial, de 73 para 68 mN/m, provocada pela adição de 20 mg/L do tensoativo DF 250, foi suficiente para diminuir consideravelmente o tamanho das bolhas geradas, permanecendo constante para concentrações maiores, sugerindo que esta seja a concentração crítica de coalescência (CCC) para este sistema. Um aumento de U_L (mantendo Q_r constante) e diminuição de Q_r (com U_L constante) levaram a distribuições com menor amplitude e diâmetro médio. No caso das microbolhas geradas através da bomba multifase, o tamanho de bolhas diminuiu com a pressão até atingir o limite de solubilidade teórico ar/líquido. O tamanho das bolhas gerados através de placa porosa e FAI apresentaram boa correspondência com os reportados na literatura e em ambas as técnicas foi, de novo, encontrada, para DF 250, a mesma CCC igual a 20 mg/L.

O sistema de flotação de partículas finas e ultrafinas, foi estudado via recuperação de finos de quartzo ($50\% < 10\mu\text{m}$) em coluna de laboratório. As variáveis estudadas foram; a distribuição de tamanho de bolhas e a concentração de coletor (amina). Os resultados obtidos mostraram que a recuperação das frações mais finas aumenta com a diminuição do tamanho de bolhas de acordo com os modelos existentes de flotação. Entretanto, foi encontrado, na captura de partículas ultrafinas pelas bolhas, um valor ótimo de tamanho de partícula. Assim, a captura diminui com o tamanho de partícula até 5-7 μm e aumenta, de novo, nas frações menores. Esses resultados são discutidos em termos de um mecanismo de difusão como fenômeno predominante nos mecanismos de adesão bolha-partícula.

ABSTRACT

The aim of this work was to develop of a new technique to determine the average size and the size distribution of the air bubbles in an aqueous environment. The new technique, named LTM-BSizer, after being optimized, was applied to the characterization of the bubbles generated by several methods used both in the liquid effluents treatment flotation and in the mineral particles flotation and mainly in the investigation of operational parameters and the bubble size effect in the flotation of fine (40-10 μm) and ultrafine (<10 μm) mineral particles (such as quartz).

The LTM-BSizer technique is based on the capture concept, that is, contrary to the photographic techniques proposed so far, where the images (photos or videos) of the bubbles in movement were obtained by vertical bubble viewers, this method acquired the image of the stabilized bubbles in a viewer placed in the horizontal position. Among the advantages in relation to the existing photographic methods, one should highlight the better quality of the images and the capacity to measure the bubble size distribution with wide amplitude, from microbubbles (<100 μm) to bigger bubbles (\sim 1 to 3 mm).

The studied methods of bubbles generating were: microbubbles generated by depressurization of the air water solution in a saturator tank (dissolved air flotation process – DAF) or by a multiphase centrifugal pump (new equipment for microbubble generation), injection of an air-liquid mixture through a venturi flow constrictor (emphasis in the non conventional flotation), air injection in porous stainless steel cylinder (usually used for gas dispersion) and bubbles generated in a standard induced air flotation cell (IAF). For all the cited methods except the last one, the bubble size distribution was evaluated in an acrylic column 200 cm height and 72 mm in diameter, where part of the flow was conducted to the bubble viewer through a sampling tube. Results obtained using this technique, for the average size of the air bubbles: 30 to 70 μm for DAF, 65 to 130 μm for multiphase pump, 200 to 1400 μm for venturi, 500 to 1300 μm for IAF and 500 to 1000 μm for porous cylinder.

The influence of some of the operational parameters in the bubbles formation was studied in detail and the results showed an appropriate agreement with the values found in the literature and in other cases, they have enlightened effects considered contradictory in technical literature. This work has shown that the average size and the size distribution of the microbubbles are not influenced by the saturation pressure in the interval of 294 to 588 kPa, but by the amount of bubbles and by the retention time. It was also observed that the decrease

in surface tension of the water (addition of 30 mg/L of sodium oleate) increases significantly (3 to 8 times) the number of microbubbles in DAF in low saturation pressures (196 and 294 kPa). The size and the size distribution of the bubbles generated in *venturi* flow constrictions vary with the surfactant concentration, superficial liquid velocity (U_L) and gas-liquid injection rate (Q_r). A small decrease in the surface tension, from 73 to 68 mN/m, due to the addition of 20 mg/L of the frother DF 250, was enough to decrease significantly the size of the generated bubbles remaining constant for bigger concentrations. It suggests that this is the critical concentration of coalescence (CCC) for this system. An increase of U_L (keeping Q_r constant) and the decrease of Q_r (with U_L constant) have led to distributions with smaller amplitude and an average diameter. In the case of the micro-bubbles generated through the multiphase pump, the bubble size decreased with pressure until it reached the air/liquid theoretical solubility. The size of the bubbles generated through the porous plaque and IAF have shown an appropriate correspondence with the ones reported in literature and they both suggest a CCC for DF 250 of 20 mg/L.

The studied flotation system of fine particles has involved the recovery of quartz fines ($50\% < 10\mu\text{m}$) in a laboratory column. The studied variables were the bubbles size distribution and the collector concentration (amine). The obtained results have shown that the recovery of the thinnest fractions increases with the decrease of the bubbles size and an optimum value for the particles size was found by the bubbles capture. The capture decreases with the particle size down to 5-7 μm and increases again in the smaller fractions. These results are discussed in terms of the diffusion as a predominant phenomenon in the mechanisms of bubble-particle adhesion.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1. Efeito do diâmetro de partícula na recuperação e cinética de flotação.	8
Figura 2.2. Fenômeno da “captura” (colisão + adesão) de uma partícula dentro do raio crítico R_c e trajetórias de partículas de vários tamanhos e densidades, (1) não-inercial, (2) Browniana, (3) fracamente inercial, (4) fortemente inercial, (5) linha de fluxo.	9
Figura 2.3. Problemas associados ao tratamento de partículas finas (Subrahmanyam e Forssberg, 1990).	13
Figura 2.4. O papel do núcleo de gás e microbolhas na adesão bolha-partícula.	18
Figura 2.5. Valor teórico, previsto pela Lei de Henry, do volume de ar precipitado por litro de água saturada em função da pressão e da temperatura, segundo Rodrigues (1999), (vide Apêndice I).	23
Figura 2.6. Mecanismos responsáveis pela adesão microbolha-partícula na FAD.	28
Figura 2.7. Construção tipo <i>venturi</i>	30
Figura 2.8. Analisador de bolhas UCT (Tucker et al., 1994).	38
Figura 2.9. Sequência de imagens de bolhas succionadas por um tubo capilar segundo o mecanismo 1 (Grau e Heiskanen, 2002).	39
Figura 2.10. Sequência de imagens de bolhas grandes succionadas por um tubo capilar segundo o mecanismo 2 (Grau e Heiskanen, 2002).	39
Figura 2.11. Analisador de bolhas <i>McGill University</i> (Hernandez-Aguilar et al., 2003).	41
Figura 2.12. Representação esquemática do <i>HUT bubble size analyser</i> (Grau e Heiskanen, 2003).	42
Figura 2.13. Imagens capturadas pelo <i>HUT bubble size analyser</i> (ambas imagens com mesma escala), segundo Grau e Heiskanen (2002).	43
Figura 3.1. Detalhes do amostrador, visualizador de bolhas horizontal e dos sistemas de geração de bolhas.	46
Figura 3.2 - Etapas de processamento realizadas. 1 - Conversão para tons de cinza (256 tons); 2 - Limiarização; 3 - Edição do fundo; 4 - Subtração das imagens 2 e 3; 5 - Segmentação (“watershed”); 6 - Identificação e análise dos objetos.	47

Figura 3.3. Fluxograma empregado na determinação da distribuição de tamanho de bolha em coluna (bolhas geradas por venturi e FAD).....	50
Figura 3.4. Montagem experimental para caracterização de bolhas por ar induzido.....	52
Figura 3.5. Fluxograma empregado nos estudos de flotação.....	55
Figura 4.1. Típico histograma de uma imagem (da Fig. 4.2a), obtido segundo a técnica LTM-BSizer.....	57
Figura 4.2. Típica imagem obtida com a técnica LTM-BSizer e dois níveis de limiarização. (a) imagem em tons de cinza – 8 bits; (b) nível de limiarização = 70; (c) nível de limiarização = 130.....	58
Figura 4.3. Variação do diâmetro de bolha em função do tom de cinza aplicado na limiarização (<i>threshold</i>).....	59
Figura 4.4. Procedimento utilizado para obtenção de imagens de bolhas lateralmente.....	60
Figura 4.5. Forma adquirida por bolhas de diferentes diâmetros ao repousar debaixo da lâmina de vidro do visor (A=290 μ m; B=595 μ m; C=950 μ m; D=1,91 mm e E=3,24 mm).....	60
Figura 4.6. Comparação entre os diâmetros reais (diâmetro de uma esfera com volume igual ao da bolha deformada calculado segundo teorema de Pappus) e os diâmetros medidos (experimentalmente) para diferentes concentrações de DF 250.....	61
Figura 4.7. Variação do erro em função do diâmetro de bolha.....	61
Figura 4.8. Efeito da pressão de saturação na distribuição de tamanho de bolha geradas por ar dissolvido e exemplos de imagens analisadas.....	63
Figura 4.9. Efeito da pressão de saturação no diâmetro médio de bolha gerada por ar dissolvido para diferentes concentrações de Oleato de Sódio.....	64
Figura 4.10. Variação do número de microbolhas em função da concentração de Oleato de Sódio, $P_{SAT} = 196$ kPa. (a) sem Oleato de Sódio; (b) 10mg/L; (c) 20 mg/L; (d) 30 mg/L.....	66
Figura 4.11. Variação do número de microbolhas em função da concentração de Oleato de Sódio, $P_{SAT} = 294$ kPa. (a) sem Oleato de Sódio; (b) 10mg/L; (c) 20 mg/L; (d) 30 mg/L.....	66

Figura 4.12. Efeito da razão de reciclo (Q_{SAT} / Q_{REC}) na distribuição de tamanho de bolha geradas por ar dissolvido ($P_{SAT} = 196$ kPa, $Q_{SAT} = 0,8$ L/min) e exemplos de imagens analisadas.	68
Figura 4.13. Efeito da razão de reciclo (Q_{SAT} / Q_{REC}) no diâmetro médio de bolha gerada por ar dissolvido para diferentes pressões de saturação.....	69
Figura 4.14. Variação do diâmetro médio de bolha geradas por <i>venturi</i> em função da concentração de DF 250, para diferentes vazões de líquido (Q_L), ($Q_{Ar} = 0,2$ L/min).	71
Figura 4.15. Variação do diâmetro médio de bolha geradas por <i>venturi</i> em função da tensão superficial, para diferentes vazões de líquido (Q_L), ($Q_{Ar} = 0,2$ L/min).	71
Figura 4.16. Efeito da concentração de tensoativo DF 250 na distribuição de tamanho de bolhas geradas por venturi ($Q_{Ar} = 0,2$ L/min, $Q_L = 1,2$ L/min, $Q_R = 14,3$ %) e exemplos de imagens analisadas.	73
Figura 4.17. Variação do diâmetro médio de bolha em função da razão gás/líquido (Q_R) para diferentes concentrações de DF 250 ($Q_L = 1,2$ L/min, $U_L = 11,3$ m/s).	74
Figura 4.18. Efeito da razão gás/líquido (Q_R) na distribuição de tamanho de bolha geradas por venturi com 20 mg/L de DF 250 ($Q_L = 1,2$ L/min, $U_L = 11,3$ m/s) e exemplos de imagens analisadas.	75
Figura 4.19. Efeito da velocidade superficial no venturi (U_L) no diâmetro médio de bolha para diferentes concentrações de DF 250 ($Q_R = 20$ %).	77
Figura 4.20. Bolhas geradas por venturi (concentração de DF 250 = 10 mg/L, $Q_{Ar} = 0,2$ L/min, $Q_L = 1,2$ L/min).	79
Figura 4.21. Bolhas geradas por venturi + FAD (Concentração de DF 250 = 10 mg/L, $Q_{Ar} = 0,2$ L/min, $Q_L = 1,2$ L/min, $Q_{SAT} = 300$ mL/min, $P_{SAT} = 392$ kPa).	79
Figura 4.22. Detalhe das microbolhas geradas por venturi + FAD (concentração de DF 250 = 10 mg/L, $Q_{Ar} = 0,2$ L/min, $Q_L = 1,2$ L/min, $Q_{SAT} = 300$ mL/min, $P_{SAT} = 392$ kPa) e exemplos de imagens analisadas.	79
Figura 4.23. Efeito da pressão de operação (saturação) no diâmetro médio de bolha gerada por uma bomba multifase (Edur).	80

Figura 4.24. Comparação entre o valor teórico, previsto pela Lei de Henry, do volume de ar precipitado e o volume de ar injetado na bomba Edur, por litro de alimentação, a 25°C.	80
Figura 4.25. Efeito da pressão de operação na distribuição de tamanho de bolha gerada por uma bomba Edur e exemplos de imagens analisadas ($Q_L = 6$ L/min, $Q_{Ar} = 0,8$ L/min, concentração de DF 250 = 20 mg/L).	81
Figura 4.26. Efeito da concentração de tensoativo no diâmetro médio de bolha gerada por FAI.	83
Figura 4.27. Efeito da concentração de DF 250 na distribuição de tamanho de bolha gerada por FAI e exemplos de imagens analisadas.	83
Figura 4.28. Efeito da concentração de DF 250 na distribuição de tamanho de bolha gerada por um tubo poroso e exemplos de imagens analisadas.	85
Figura 4.29. Efeito da concentração de DF 250 no diâmetro médio de bolha gerada por um tubo poroso.	87
Figura 4.30. Distribuição de tamanho das partículas de quartzo empregadas nos ensaios de flotação.	88
Figura 4.31. Potencial zeta do quartzo em função do pH do meio.	88
Figura 4.32. Potencial zeta do quartzo em função da concentração de amina a pH 7,0.	89
Figura 4.33. Efeito da concentração de amina na recuperação de quartzo, para diferentes concentrações de DF 250.	90
Figura 4.34. Recuperação de quartzo por tamanho de partícula, para diferentes concentrações de amina (concentração DF 250 = 5 mg/L, d_{32} bolha = 1490 μ m).	91
Figura 4.35. Distribuição de tamanho de bolha gerada por venturi nos ensaios de flotação de quartzo (concentração de DF 250 = 5 mg/L, $d_{32} = 1490$ μ m, $Q_{Ar} = 0,2$ L/min).	91
Figura 4.36. Recuperação de quartzo por tamanho de partícula, para diferentes concentrações de amina (concentração DF 250 = 10 mg/L, d_{32} bolha = 650 μ m).	92

Figura 4.37. Distribuição de tamanho de bolha gerada por venturi nos ensaios de flotação de quartzo (concentração de DF 250 = 10 mg/L, $d_{32} = 650 \mu\text{m}$, $Q_{\text{Ar}} = 0,2 \text{ L/min}$).....	92
Figura 4.38. Recuperação de quartzo por tamanho de partícula, para diferentes concentrações de amina (concentração DF 250 = 20 mg/L, $d_{32} \text{ bolha} = 350 \mu\text{m}$).....	93
Figura 4.39. Distribuição de tamanho de bolha gerada por venturi nos ensaios de flotação de quartzo (concentração de DF 250 = 20 mg/L, $d_{32} = 350 \mu\text{m}$, $Q_{\text{Ar}} = 0,2 \text{ L/min}$).....	93
Figura 4.40. Recuperação de quartzo por tamanho de partícula, para diferentes concentrações de amina (concentração DF 250 = 30 mg/L, $d_{32} \text{ bolha} = 278 \mu\text{m}$).....	94
Figura 4.41. Distribuição de tamanho de bolha gerada por venturi nos ensaios de flotação de quartzo. (concentração de DF 250 = 30 mg/L, $d_{32} = 278 \mu\text{m}$) e $Q_{\text{Ar}} = 0,2 \text{ L/min}$	94

LISTA DE TABELAS

Tabela I. Aplicações do processo de flotação.....	5
Tabela II. Diâmetro médio de bolha produzido pelos diferentes sistemas de geração de bolhas.....	6
Tabela III. Métodos utilizados para medição da distribuição de tamanho de bolha.	36
Tabela IV. Variação do diâmetro médio e do número de objetos de uma imagem (da Fig. 4.2) em função do nível de limiarização (<i>threshold</i>).	58
Tabela V. Efeito da concentração do surfactante oleato de sódio na tensão superficial de soluções aquosas.	62
Tabela VI. Variação do número de microbolhas em função da concentração do tensoativo oleato de sódio.....	65
Tabela VII. Efeito da concentração do surfactante DF 250 na tensão superficial de soluções aquosas.....	70
Tabela VIII. Variação da velocidade superficial do líquido no venturi (U_L) e da pressão para diferentes vazões (Q_L).....	77

1. INTRODUÇÃO

O progressivo esgotamento dos depósitos minerais e o aumento da preocupação com a conservação dos recursos não-renováveis têm forçado o setor mineral a recuperar minérios de baixos teores e finamente disseminado. A disseminação dos minerais requer uma moagem excessiva para liberação dos minerais e tornar possível a separação seletiva. Isto leva a geração e, conseqüentemente, a necessidade de processamento de partículas finas.

O tamanho das bolhas, assim como a distribuição de tamanho das partículas, são umas das variáveis físicas de maior impacto no processo de flotação, afetando, principalmente, a eficiência de captura de partículas pelas bolhas e o *holdup* de ar. O efeito da distribuição de tamanho de bolha também é relevante em várias aplicações da aeração com bolhas, entre outras, na separação sólido-líquido, remoção de gases e compostos voláteis por aeração e aeração de lagoas de digestão aeróbica.

Em qualquer sistema de flotação (minérios ou efluentes), existe uma faixa de tamanho de partículas, portanto, deve-se dispor de uma determinada distribuição de tamanho de bolhas (DTB) para que a “captura” de partículas por bolhas seja maximizada. Para uma ampla distribuição granulométrica de partículas minerais de valor, teoricamente necessita-se de uma correspondente distribuição (ampla) de tamanho de bolhas. Isto não ocorre nas condições atuais de flotação em usinas de tratamento de minérios e por isso a recuperação das partículas minerais finas (F) e ultrafinas (UF) é normalmente baixa. No tratamento de efluentes onde a flotação opera como uma separação sólido-líquido, líquido/líquido ou sólido/líquido/líquido, o tamanho médio e a DTB são fundamentais para garantir a compacidade de processamento (taxa de aplicação) ou a capacidade de carregamento (*lifting power*) das bolhas.

As duas alternativas de maior potencial para aumentar a eficiência de coleção de partículas F-UF consistem em otimizar a distribuição de tamanho de bolhas, com sistemas adequados de injeção de bolhas médias (100-600 μm) e pequenas (<100 μm) e métodos baseadas na agregação das frações F-UF. As bolhas menores que as geradas em sistemas convencionais (células atuais) possuem um maior tempo de residência nas células de flotação o que aumenta a probabilidade de captura de partículas.

O processo de flotação “convencional” no tratamento de minérios e no tratamento de efluentes incluem a flotação por ar induzido ou autoaspirado (FAI) e a flotação por ar dissolvido (FAD), respectivamente. Na área de tratamento de efluentes líquidos por flotação

para o aumento da capacidade (taxa de aplicação) das unidades existentes, ao contrário do que ocorre no tratamento de minérios, é necessário o uso de bolhas maiores de tamanho intermediário (entre 100 e 600 μm), além das microbolhas ($<100 \mu\text{m}$). Assim, os processos de flotação não convencionais, que empregam métodos alternativos de geração de bolhas, como a flotação a Jato ou Jameson, a Microcel, entre outras, têm comprovado as pesquisas a nível piloto e sua viabilidade econômica com inúmeras aplicações industriais, tanto na recuperação de minérios quanto no tratamento de águas e efluentes. Estes processos de flotação são creditados como geradores de bolhas menores que as geradas na flotação convencional e, em função disto, é necessário investigar, de forma precisa, a geração e a distribuição de tamanho de bolhas produzidas pelos diversos mecanismos envolvidos.

Entre os métodos utilizados para determinação da distribuição de tamanho de bolha na flotação (0,1-3 mm) destacam-se as análises de imagens, contadores de partículas baseados na condutividade ou através de fibra ótica para medir a velocidade da bolha quando sensibiliza os sensores; métodos óticos baseados na medida de comprimento de um cilindro de volume equivalente formado quando as bolhas são aspiradas por um tubo capilar - UCT, determinação da velocidade de ascensão das bolhas e cálculo do diâmetro segundo a Lei de Stokes; aproximações como o cálculo, a partir de medidas de vazão de gás e *holdup*, usando equações derivadas da análise do *drift flux*. Todavia, as avaliações experimentais nesta área são bastante difíceis de serem realizadas exigindo, via de regra, a utilização de equipamentos caros e sofisticados.

O objetivo geral desta tese é o desenvolvimento e caracterização de um novo sistema para determinação do tamanho médio e da distribuição de tamanho de bolha de ar geradas por diversos mecanismos em meio aquoso. Como aplicação desta técnica, a tese também visou a caracterização das bolhas geradas por diversos métodos aplicados tanto na flotação para tratamento de efluentes líquidos quanto na flotação de partículas minerais e a investigação do efeito do tamanho de bolha na flotação de partículas minerais (quartzo como modelo) finas (40-10 μm) e ultrafinas ($<10 \mu\text{m}$).

Os objetivos específicos visaram:

1. Desenvolvimento de uma técnica para captura de bolhas, aquisição de imagens e processamento, para determinação do tamanho médio e da distribuição de tamanho de bolhas em meio aquoso, geradas por diversos mecanismos.

2. Caracterização dos métodos de geração de bolhas empregados na flotação de minérios e de efluentes.
3. Avaliação de parâmetros operacionais, como pressão de saturação, concentração crítica de coalescência e tensão superficial na geração de bolhas de diferentes tamanhos.
4. Estudos de flotação em laboratório para avaliação da recuperação de partículas finas para diferentes distribuições de tamanho de bolhas.

As metas técnicas pretendidas são o desenvolvimento de uma técnica, a avaliação da geração de bolhas de distintos tamanhos, avaliação de parâmetros operacionais de flotação e a obtenção de avanços na recuperação de frações minerais finas e ultrafinas por flotação.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. O PROCESSO DE FLOTAÇÃO

A flotação é um processo físico-químico de separação de partículas (ou agregados) de uma suspensão pela adesão a bolhas de ar. As unidades formadas por bolhas e partículas apresentam uma densidade aparente menor do que o meio aquoso e flutam até a superfície de um reator (célula de flotação) ou interface líquido-ar, onde são removidos. O processo de flotação, conhecido a mais de um século, teve sua origem na indústria de processamento mineral. Atualmente a flotação é o processo mais importante na recuperação/concentração de minerais além de apresentar aplicações imprescindíveis nas mais diversas áreas (Rubio et al. 2002), conforme apresentado na Tabela I.

A flotação baseia-se na diferença da capacidade de partículas aderirem a uma interface. Devido a este fato, os reagentes que controlam esta propriedade, como reagentes hidrofobizantes (coletores), coagulantes, floculantes e modificadores de carga, desempenham um papel importante na otimização de vários microprocessos envolvidos. A flotação de partículas em suspensão é, portanto, um fenômeno cinético composto por diversas etapas (ou micro-fenômenos). O modelo probabilístico desta tecnologia pode se expresso pela seguinte equação (Ek, 1992):

$$P_f = P_c \cdot P_a \cdot P_p \cdot P_r \quad (\text{Eq. 1})$$

onde:

P_f = probabilidade de flotação;

P_c = probabilidade de colisão;

P_a = probabilidade de adesão;

P_p = probabilidade de permanência (resistência);

P_r = probabilidade de remoção.

O processo de flotação pode ser classificado de acordo com o método empregado para dispersar a fase gasosa. A Tabela II apresenta as principais técnicas de flotação para os diferentes métodos de geração de bolhas, assim como o tamanho de bolha atribuído na literatura.

Tabela I. Aplicações do processo de flotação.

MINERAÇÃO E METALURGIA

Tratamento de Minérios (Separação seletiva de partículas minerais):

- Minérios sulfetados: Cu, Pb, Zn, Mo, Fe, Ni;
 - Oxi-Minerais: Óxidos de Mn, Nb, Mn, Cr, Ti, Fe, Al, Si, Argilas, etc;
 - Minerais semisolúveis (não metálicos, industriais): Fosfatos, CaF₂ (fluorita), CaWO₄ (chelita), Magnesita (MgSO₄), Barita (BaSO₄), Calcita (CaCO₃);
 - Metais nativos: Au, Ag, Hg;
 - Carvão “metalúrgico”;
 - Sais solúveis: KCl, NaCl;
 - Beneficiamento (adequação) de matérias primas (remoção de impurezas em feldspatos, caulim, argilas para cerâmicos, tintas e outros);
 - Outros: Iodo, Ácido Bórico, Betume mineral.
-

Meio Ambiente (separação sólido/líquido, sólido/líquido/líquido ou líquido/líquido):

- Efluentes de usinas de tratamento por flotação de minérios, espessadores ou de concentração gravimétrica de finos (ciclones, espirais, mesas concentradoras);
 - Tratamento de compostos orgânicos (plantas de extração por solvente), óleos, graxas e corantes (ágatas);
 - Tratamento de efluentes contendo metais pesados (Ag⁺¹, Sn⁺², As⁺³, Cr⁺³ / Cr⁺⁶, Au⁺²/Au⁺⁴, Be⁺², Cd⁺², Co⁺², Ga⁺², Ge⁺⁴, Hg⁺², Pb⁺², Mn⁺², Ni⁺², Cu⁺², Zn⁺², Sb⁺³, Se⁺²) e ânions (CN, CrO₄, S⁻², AsO₄, SO₄, PO₄, MoO₄, F⁻¹);
 - Reciclo de águas (filtros): Remoção de ânions e íons cálcio;
 - Tratamento de DAM – Drenagens Ácidas de Minas.
-

PROCESSOS INDUSTRIAIS

- Separação de proteínas;
 - Impurezas na indústria do açúcar de cana;
 - Separação de óleos, graxas, tensoativos (surfactantes, detergentes), remoção de odor e resíduos sólidos de indústria alimentícia;
 - Reciclo de plásticos, pigmentos, corantes e fibras;
 - Separação tinta-papel, borracha, resinas, pigmentos dos “tonners” de impressoras;
 - Remoção de óleos emulsificados na indústria química e petroquímica;
 - Espessamento (adensamento) de lodos ativados;
 - Reuso (reciclo) de águas de processo (PET, lavagem de veículos, aviões).
-

OUTROS

- Separação-remoção de microorganismos (algas, fungos, bactérias);
 - Separação de metais em química analítica;
 - Tratamento de solos: remoção de pesticidas, óleos e elementos radioativos;
 - Tratamento de águas de processo no controle de corrosão, remoção de detergentes;
 - Tratamento de águas para uso industrial e doméstico;
 - Tratamento de esgotos domésticos (remoção de flocos biológicos, sólidos suspensos).
-

Tabela II. Diâmetro médio de bolha produzido pelos diferentes sistemas de geração de bolhas.

	Técnica de flotação/equipamento	Sistema de geração de bolhas	Diâmetro de bolha (μm)	Referências
Flotação com Microbolhas - Tratamento de Efluentes -	Eletroflotação	Eletrólise de soluções aquosas diluídas (bolhas de H_2 e O_2)	20–40*	Zabel (1992) Zouboulis et al. (1992a, b)
	Gás aphyrons	Agitação mecânica ou aspiração de ar por <i>venturi</i> e reciclo de soluções de surfactante	10-100	Sebba (1962) Jauregi and Varley (1999)
	<i>CAF</i> [®] (<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 Minérios e Efluentes -	<i>ASH</i> (<i>air sparged hydrocyclone</i>), <i>BAF</i> (<i>bubble accelerated flotation</i>)	Unidades centrífugas com injeção de ar através de um tubo poroso encamisado	200*	Beeby and Nicol (1993) Owen et al. (1999) Colic et al. (2001)
	Flotação a Jato ou Jameson	Ar autoaspirado pela passagem de polpa por um <i>venturi</i> e injeção em um tubo descendente (downcomer)	100-600 200-400*	Jameson and Manlapig (1991) Clayton et al. (1991) Honaker et al. (1999)
	<i>Microcel</i> TM <i>flotation</i>	Injeção de misturas água/ar através de misturadores estáticos	400*	Yoon and Luttrell (1994) Yoon et al. (1992)
	<i>Nozzle flotation</i>	Ar autoaspirado pela passagem de polpa por <i>venturi</i> e injeção direta num tanque separador	400 – 800*	Bennett (1988)
Flotação com macrobolhas - Tratamento de Minérios -	Flotação em coluna	Aeração com spargers (placas porosas de diversos materiais)	1000*	Finch and Dobby (1990)
	Flotação por ar induzido (FAI)	Agitação mecânica	700-2500*	Bennett (1988)

* Diâmetro médio de Sauter

As técnicas de flotação apresentadas na Tabela II foram agrupadas em função do tamanho médio de bolha e das principais aplicações (tratamento de efluentes e/ou minérios). Neste trabalho foram pré-estabelecidas três faixas de tamanho de bolha, definido como:

flotação com microbolhas ($d_{32} < 100 \mu\text{m}$), flotação com bolhas intermediárias ($100 \mu\text{m} < d_{32} < 600 \mu\text{m}$) e flotação com macrobolhas ($d_{32} > 600 \mu\text{m}$).

O termo microbolhas, nos mais variados processos industriais, refere-se as bolhas geradas pelo processo de FAD (10 a 100 μm), já na área de tratamento de minérios a expressão flotação por microbolhas (*microbubble flotation*) é normalmente empregado para flotação com bolhas uma ordem de magnitude menores que a flotação convencional, ou seja bolhas com diâmetro entre 70 e 250 μm (Luttrell et al. 1988).

2.1.1. A Influência do tamanho de partícula na flotação

A prática tem mostrado que tanto as partículas grossas quanto as partículas muito finas apresentam uma baixa eficiência de flotação, enquanto que os tamanhos de partículas intermediários apresentam uma ótima flotação.

O efeito do tamanho de partícula na flotação tem sido investigado experimentalmente através dos parâmetros cinética de flotação (K) e medidas de eficiência de coleção (E_{col}). Os estudos experimentais relativos ao efeito do tamanho de partícula na cinética de flotação tem apresentado resultados contraditórios, embora geralmente indiquem uma diminuição na cinética de flotação com decréscimo do tamanho de partícula.

As curvas de eficiência de flotação em função do tamanho de partículas têm a forma de um “sino” onde existe um máximo para um certo intervalo e ineficiência nos dois extremos (Figura 2.1). No intervalo de partículas grossas isto se explica pela capacidade de transporte das bolhas e as perdas de F-UF são função de uma série de microfenômenos que diminuem a captura de partículas por bolhas.

A baixa flotação das partículas grossas está relacionada ao estágio de ascensão. Se o tamanho de partícula for de tal ordem que as forças de ruptura (*detachment*) bolha-partícula forem superiores as forças de adesão (*attachment*), as partículas não permaneceram aderidas a superfície da bolha. Segundo Klassen e Mokrousov (1963), a força de ruptura depende do peso da partícula na terceira potência, enquanto que a força de adesão, aumenta em primeira ordem.

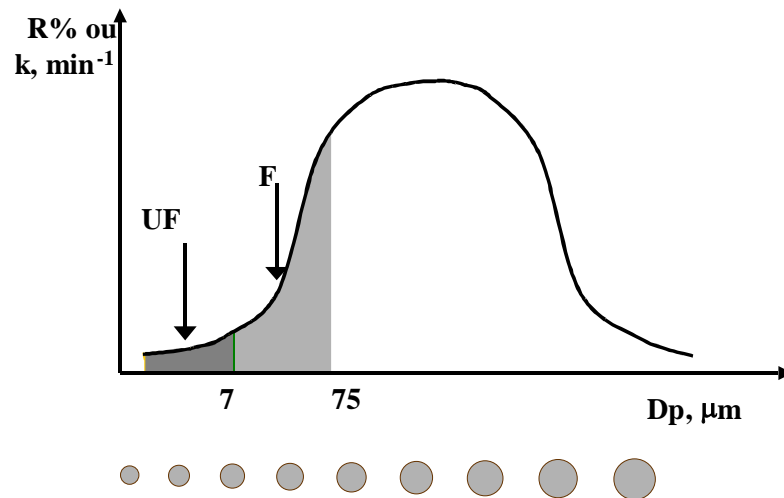


Figura 2.1. Efeito do diâmetro de partícula na recuperação e cinética de flotação.

Segundo Anfruns (1976), os estágios de adesão e ascensão podem ser favorecidos pela redução do tamanho de partícula. O estágio de colisão, ao contrário, é favorecido por um aumento no tamanho de partícula. A probabilidade de flotação, que é obtida pela combinação destes três estágios, apresentará uma recuperação ineficiente nos dois extremos da faixa de tamanho de partículas, ou seja, para partículas pequenas a flotação pode ser prejudicada pela baixa eficiência no estágio de colisão, enquanto que para partículas grossas, a baixa eficiência nos estágios de adesão e/ou ascensão é fator responsável pelo baixo desempenho da flotação.

Os estágios de colisão e adesão são particularmente importantes visto que o primeiro determina a máxima cinética de flotação (transferência de partículas da polpa para espuma) e o segundo representa um estágio onde alguma redução deste máximo pode ser esperada.

A agregação de partículas (coagulação, floculação), dependendo do objetivo da flotação, pode prejudicar ou melhorar a flotação. No tratamento de águas, esgotos, e efluentes em geral, a agregação leva ao aumento da eficiência de coleta e conseqüentemente ao aumento da cinética do processo. A agregação é importante na flotação quando se trata da remoção de partículas finas, as quais apresentam baixa eficiência de coleta. No caso da flotação para enriquecimento de minerais a agregação de partículas de tipos diferentes (heterocoagulação) é prejudicial ao processo.

2.1.1.1. Efeito do tamanho de partícula na colisão

Na teoria da flotação, 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. Esta aproximação deve-se principalmente a forças de natureza mecânica e hidrodinâmica para partículas maiores do que 10 μm . Não existe 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 laminar ou turbulento. Experimentalmente tem sido possível medir esta “probabilidade” através da eficiência de colisão (E_c), definida pela equação:

$$E_c = \frac{N_c}{N_o} \quad (\text{Eq. 2})$$

Segundo Anfruns (1976), este parâmetro é igual à razão entre o número de partículas que realmente colidiram com a bolha (N_c) e o número de partículas disponíveis para a colisão (N_o), localizadas acima da bolha e dentro de uma coluna de raio crítico, R_c (Figura 2.2). A E_c define a capacidade de uma bolha de "capturar" ou coletar partículas dentro do R_c . Esta definição para eficiência de colisão não é estritamente o termo probabilidade porque pode assumir valores maiores do que 1, pois o termo N_o somente inclui as partículas que estão verticalmente acima da bolha.

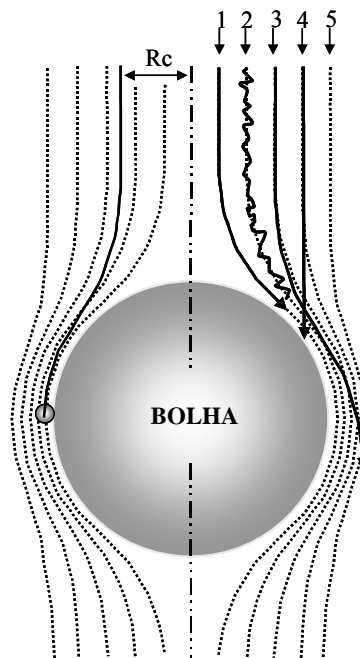


Figura 2.2. Fenômeno da “captura” (colisão + adesão) de uma partícula dentro do raio crítico R_c e trajetórias de partículas de vários tamanhos e densidades, (1) não-inercial, (2) Browniana, (3) fracamente inercial, (4) fortemente inercial, (5) linha de fluxo.

Por definição, a linha de fluxo crítica (trajetória limite ou crítica) é aquela em que uma partícula se movimenta segundo a mesma e apenas tangencia, sem colidir, a superfície da bolha. Supõe-se que todas as partículas localizadas dentro deste raio crítico (R_c) colidirão com a superfície da bolha.

A Figura 2.2 mostra as linhas de fluxo (5) e a trajetória de partículas de vários tamanhos próximo a uma bolha em ascensão. Se a partícula for pequena e(ou) a sua densidade pouco diferir da densidade do líquido, esta seguirá as linhas de fluxo ao redor da bolha (trajetória 1) ou, então, a colisão ocorrerá via mecanismo de interceptação, ou seja, somente quando as partículas seguirem as linhas de fluxo que levam ao contato com a superfície da bolha. No caso de partículas coloidais, o movimento Browniano pode sobrepor-se a trajetória, como mostrado pela trajetória 2. Quando os efeitos inerciais começam a aparecer as partículas desviam suavemente da trajetória definida pelas linhas de fluxo (curva 3). Finalmente, as partículas grandes e(ou) mais densas possuem inércia suficiente para vencer as linhas de fluxo e colidir com a superfície da bolha pelo impacto direto, também chamado de colisão inercial, como mostra a curva 4.

A probabilidade de colisão é, portanto, função do movimento relativo de partículas e bolhas, controlado pelos seguintes fatores:

2. Força de cisalhamento produzido pelo movimento relativo entre o líquido e as partículas (F_d).
3. Força de atração gravitacional (g), com maior importância para partículas densas, de tamanho intermediário e partículas grossas.
4. A inércia e/ou momentum das partículas (partículas grossas).
5. A difusão ou movimento browniano (partículas ultrafinas).

2.1.1.2. Efeito do tamanho de partícula na adesão

A adesão bolha-partícula é a etapa (microprocesso) mais importante da flotação e depende de uma série de características do sistema de flotação, incluindo tamanho de bolha, tamanho de partícula, propriedades superficiais da fase dispersa, temperatura, propriedades físico-químicas da fase contínua e condições hidrodinâmicas. Para que ocorra a adesão é necessário o deslocamento do filme hidratado da superfície mineral pela bolha de ar. Este fenômeno ocorre somente se a força resultante entre a superfície e a bolha de ar é de caráter

atrativo, condição que é determinada pela hidrofobicidade da superfície. No entanto, além deste critério puramente termodinâmico, existe uma condição de tipo cinética para que ocorra a adesão, isto é, que o tempo de contato entre bolha e partícula seja maior que o tempo de indução (tempo necessário para o afinamento e deslocamento do filme hidratado da superfície).

A adesão envolve as seguintes etapas:

1. Indução, tempo que leva após a colisão de se localizar no ponto onde ocorre a adesão propriamente dita. t_i = tempo de indução é da ordem de milisegundos e depende do ângulo de contato θ , das forças interfaciais e da energia de colisão e inclui o adelgaçamento inicial do filme ou película líquida.
2. Ruptura do filme ou película líquida. t_r = tempo de ruptura é da ordem de microssegundos e depende basicamente do ângulo de contato.
3. Deslocamento do filme até o ponto de equilíbrio (restauração do equilíbrio) (ou tempo de expansão da linha trifásica). O tempo t_d de deslocamento do filme é da ordem dos milisegundos e depende do θ , do tipo de tensoativo e da rugosidade (“roughness”) das partículas.

A "captura" portanto aumenta com a diminuição do tamanho de bolhas e com o aumento do tamanho de partículas, depende do fluxo da área superficial de bolhas disponível (“lifting power”), de parâmetros hidrodinâmicos (peso no campo gravitacional, pressão hidrostática e capilaridade, tensão, compressão e forças de cisalhamento), fatores termodinâmicos associados à interação hidrofóbica entre bolhas e partículas e de fatores cinéticos como a energia mínima de colisão para destruir a camada líquida de água que antecede a adesão.

2.1.1.3. Efeito do tamanho de partícula na estabilidade dos agregados

Este fator inclui os subprocessos que seguem à captura, ou seja, os de ascensão das unidades bolha-partícula e sua recuperação como produto flotado. Dois são os principais fatores nesta etapa: um fator relacionado com a resistência ao cisalhamento na ascensão entre as próprias partículas, e outro, com o fenômeno de ruptura via colapso das unidades bolha-partícula. Nesta capacidade de transferência, influem o tamanho dos flocos ou coágulos formados (quanto maior, menor é a probabilidade de permanecer no produto flotado), a

concentração de sólidos, viscosidade e densidade da polpa, a altura da camada flotada, a turbulência, fricção, velocidade de ascensão das bolhas e o tipo de célula, convencional ou coluna.

2.1.1.4. A flotação de finos e ultrafinos de minérios

Um dos principais problemas da mineração atual é a baixa recuperação das partículas finas e grossas por flotação. Enquanto na prática as partículas mais grossas possam sofrer uma remoagem, grande parte das partículas minerais finas são perdidas nos rejeitos. O tamanho de partícula crítico, abaixo do qual a recuperação cai, depende da espécie mineral e do sistema de flotação, mas a literatura sugere tamanhos da ordem de 10 μm . Estima-se que 1/3 da produção mundial de fosfatos, 1/6 da de cobre, 1/5 da de tungstênio, 1/2 da produção boliviana de estanho, 1/10 da produção americana de ferro, junto com milhões de toneladas de outros minerais são perdidas nas frações finas (Subrahmanyam e Forssberg, 1990).

Diversos autores (Collins e Read, 1971; Trahar e Warren, 1976; Trahar, 1981; Sivamohan, 1990) têm demonstrado as dificuldades encontradas no processamento de partículas finas e ultrafinas. A flotação “convencional” destas frações é ineficiente por fenômenos que derivam de suas características intrínsecas, como: pequena massa, alta superfície específica e alta energia superficial. A Figura 2.3 mostra os principais problemas derivados das características inerentes às partículas finas e ultrafinas.

Os principais problemas que se observam na flotação são: 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. Todos estes fatores contribuem para uma diminuição da cinética de flotação, uma menor recuperação e um maior consumo de reagentes. A principal característica das partículas finas responsável por sua baixa recuperação tem sido creditado a sua baixa massa, o que torna difícil para elas deixar as linhas de fluxo e colidir com a superfície da bolha.

Os problemas relacionados a flotação de partículas finas não se restringem apenas a sua baixa recuperação, mas também em relação ao efeito negativo que as partículas finas induzem na recuperação das partículas de ótima flotabilidade (recobrimento por ultrafinos, “slime coating”). As partículas grossas por sua vez apresentam o problema contrário derivado de sua elevada massa e do grau de liberação (baixa hidrofobicidade).

As alternativas para o aumento de recuperação de F-UF são diversas e apresentam um grau diferenciado de eficiência. A literatura tem registrado o desenvolvimento de novos processos de beneficiamento para recuperação de partículas “finas” de minérios, a maioria deles fundamentados em modificações feitas na flotação convencional. Neste caso, há 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 menos atenção na literatura.

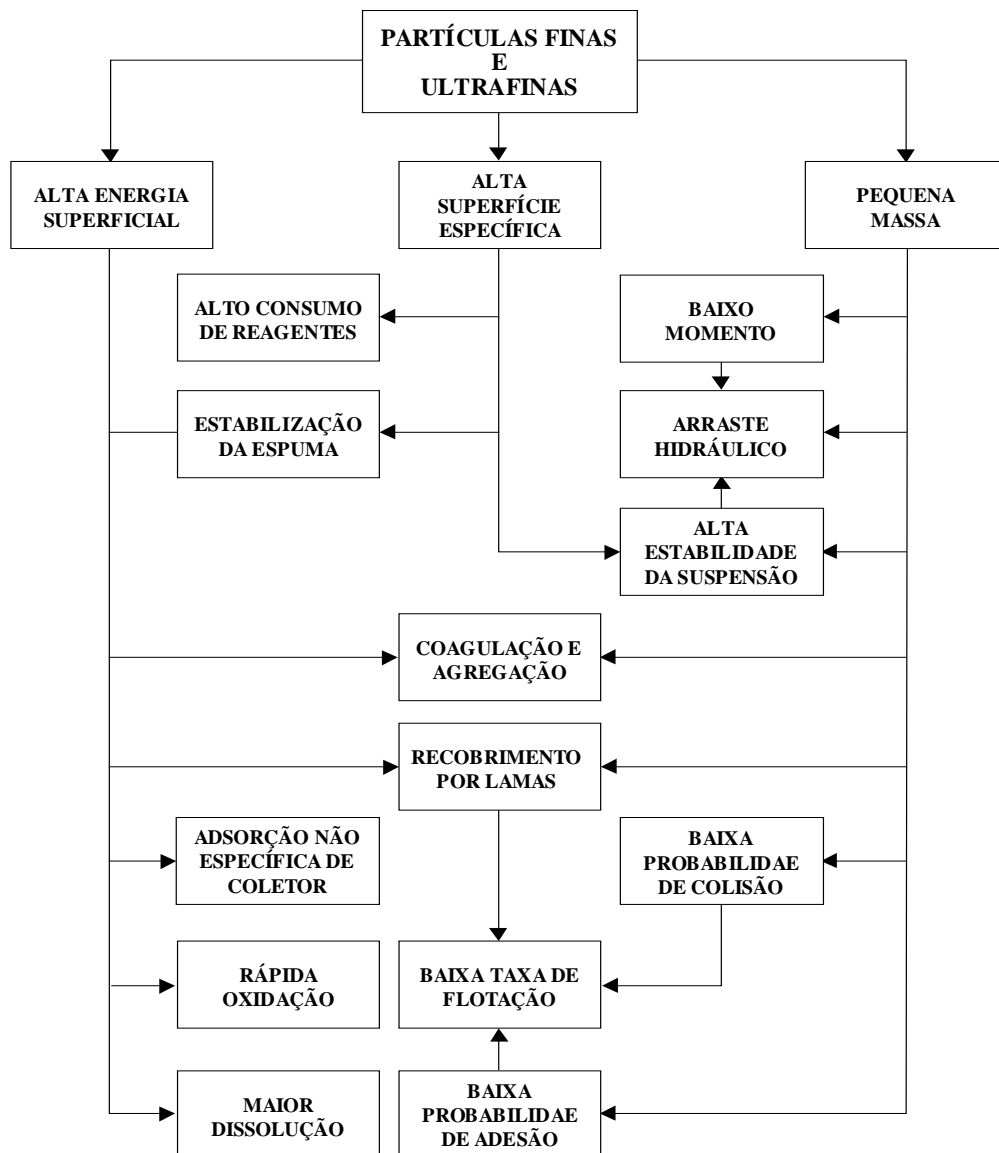


Figura 2.3. Problemas associados ao tratamento de partículas finas (Subrahmanyam e Forsberg, 1990).

As técnicas com maior potencial são as que empregam condicionamento em alta intensidade seguida de flotação transportadora, tratamento fracionado por tamanhos, flotação com maior *holdup* de ar, flotação *extender* otimizada (com emulsificantes), com uso de bolhas (com ou sem modificação de carga) de menor tamanho em células convencionais e novos desenhos de plantas de tratamento de rejeitos.

2.1.2. A Influência do tamanho de bolha no processo de flotação

Um modo efetivo de melhorar a flotação das partículas finas é reduzir o tamanho das bolhas, o que corresponde a um aumento na área superficial de bolhas e portanto num aumento da probabilidade de colisão com as partículas, para uma determinada vazão de gás (Reay and Ratcliff, 1973; Ahmed and Jameson, 1985; Diaz-Penafiel and Dobby, 1994; Luttrell et al. 1988).

O trabalho de Reay 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. A geração de bolhas pequenas ($< 100 \mu\text{m}$) é particularmente importante para flotação de partículas finas (5-30 μm) (Ahmed e Jameson, 1985). Anfruns (1976) estudou o modelo de uma única bolha (0,5 – 1,0 mm) ascendendo através de uma polpa diluída de partículas com diâmetros variando entre 10 e 40 μm e observou que a eficiência de coleção é maior quando as partículas são maiores e quando as bolhas são menores.

Ahmed e Jameson (1985) reportaram que a constante cinética de flotação (K) é inversamente proporcional ao diâmetro de bolha (d_b). Foi reportado que a constante cinética é afetada pela eficiência de colisão que é afirmada ser dependente da relação de tamanho das partículas e bolhas de acordo com a equação:

$$E_c = (d_p)^m / (d_b)^n \quad \text{Eq. (3)}$$

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

A partir da equação da constante cinética, tem sido discutido que a cinética de flotação aumenta cerca de 100 vezes quando o tamanho de bolha é reduzido de 655 para 75 μm (Ahmed e Jameson, 1985). Esta é a razão pela qual a geração de bolhas pequenas permanece um objetivo para qualquer flotação eficiente, especialmente quando estamos lidando com

partículas finas. Estas constatações tem sido exploradas e comprovadas em processos como flotação por ar dissolvido, eletroflotação, flotação em coluna e o uso de coloidal gás aphyrons.

Cilliers e Bradshaw (1996) realizaram estudos comparativos entre a flotação convencional e a flotação CGA (*colloidal gas aphyrons*) com um minério artificial formado por pirita e quartzo (-38 μm) e concluíram que o sistema CGA pode ser aplicado para flotação seletiva de finos de minério. Em suas investigações a flotação CGA alcançou teores mais elevados em relação a flotação convencional (50% e 35%, respectivamente), embora a cinética de flotação seja mais lenta, mas sem diminuição da recuperação final. Segundo Cilliers e Bradshaw, a cinética de flotação mais baixa pode ser atribuída, em parte, ao fato de que as bolhas pequenas devem coalescer ou ocorrer a adesão de mais de uma bolha por partícula para serem capaz de flotar.

Gu et al. (2003), quantificando a adesão de uma bolha a uma gota de betume, observaram que o tempo de indução (tempo mínimo necessário para adelgaçamento e ruptura do fino filme entre as duas fases em questão para formar um agregado estável) é consideravelmente reduzido quando o tamanho da bolha é reduzido (de 500 para 120 μm) e a velocidade de impacto bolha-gota de betume é aumentada. Em termos de aplicação industrial no processo de flotação, condições mais favoráveis à flotação seriam obtidas com uma ampla distribuição de tamanho de bolha caracterizada por um pequeno diâmetro médio e uma zona de mistura turbulenta (para promover maior velocidade de impacto bolha-gota).

Luttrell et al. (1988) em seus estudos de flotação de fino de carvão atribuiu uma diminuição na recuperação (de 95% para menos 40%) ao aumento do diâmetro médio de bolha de aproximadamente 0,35 para mais de 1,2 mm.

Embora a eficiência de coleção das bolhas seja melhorada com o aumento da área superficial de bolhas provocado pela diminuição do tamanho de bolha, este benefício pode não resultar em melhora da flotação. Bolhas menores possuem menor capacidade de carregamento e menor velocidade de ascensão, podendo ser arrastadas pelo fluxo. Segundo Filippov et al (2000), um fator limitante na flotação com microbolhas é o arraste, pela bomba de recirculação e/ou rejeito, de bolhas (ou agregados bolha-partícula) cuja velocidade de ascensão seja menor do que a velocidade superficial do líquido no interior da coluna, ou seja, a diminuição excessiva do tamanho de bolha pode levar a diminuição da flotação das partículas mais grossas e portanto a mistura de bolhas de tamanhos variados (produzidas por métodos diferentes) pode ser necessária para produzir melhores condições de flotação.

Cilliers e Bradshaw (1996) concluíram que o sistema de flotação ideal (flotação seletiva de minérios) para alcançar altos teores e recuperação deve possuir bolhas pequenas na polpa (zona de coleção) para aumentar a coleção, e uma espuma não muito estável (que coalesça) constituída de bolhas grandes para promover a drenagem.

Embora o tamanho de bolha seja de grande importância na flotação, deve ficar claro que este efeito também depende de outras variáveis, especialmente do grau de agitação ou turbulência, a densidade das partículas ou agregados e do diâmetro de partículas ou agregados.

2.1.3. O papel do núcleo de gás e das microbolhas

O papel de núcleos de gás em acelerar a adesão bolha-partícula, melhorando a flotação, foi explicado por Wrobel (1952). Ele distinguiu a existência de gás (ar) em água de duas formas, isto é, gás nucleado (dimensões submicroscópicas) e gás dissolvido (dispersão molecular). Ele propôs que a adsorção de núcleos de gás no mineral condicionado era responsável pela rápida adesão de bolhas grandes produzidas por máquinas de flotação.

A nucleação de uma bolha na superfície de uma partícula elimina a necessidade do estágio de colisão para coleta de partículas que é frequentemente a etapa limitante na flotação convencional. Por conseguinte, cavitação e nucleação podem proporcionar um mecanismo explorável para coleção de partículas na flotação. Klassen (1963), citado por Zhou (1994) e Zhou (1996, 1997), mostraram a importância da combinação de núcleos de gás e bolhas para acelerar a coagulação e flotação. Mostraram que a flotação combinada por supersaturação com ar e bolhas geradas mecanicamente resultam em recuperação mais alta do que para os casos separados. Isto suporta o modelo de duplo estágio (Figura 2.4) como uma explicação do aumento do desempenho da flotação.

Segundo Zhou (1997), os seguintes aspectos devem ser analisados no modelo de duplo estágio:

1. Comparado com outros mecanismos de adesão bolha-partícula, cavitação/nucleação é um processo rápido. Sua possível aplicação na aceleração da cinética de flotação é consequentemente atrativa.
2. Gerando uma grande quantidade de núcleos de gás na polpa pode ser benéfico ao desempenho da flotação. Núcleos de gás (cavidades) e bolhas muito pequenas

podem ser geradas, de acordo com os princípios da cavitação, por forte cisalhamento ou turbulência e alta velocidade do fluido que criam as flutuações de pressão necessárias de modo que alguns pontos ou zonas a pressão cai a pressão de vapor.

3. Alto conteúdo de gás dissolvido, presença de partículas sólidas no líquido e rugosidade da superfície do recipiente e das partículas facilitam a iniciação das cavidades.
4. O comportamento do núcleo de gás (estabilização, crescimento ou colapso) é determinado pela resistência mecânica do filme de surfactantes adsorvido na superfície e da velocidade de difusão do gás.
5. Alto conteúdo de gás dissolvido no líquido aumentará a velocidade de difusão do gás para as cavidades prevenindo seu colapso imediato. A adsorção de surfactantes na superfície da bolha retarda o fluxo de gás que entra ou sai da bolha, assim reduzindo as velocidades de crescimento ou colapso e aumentando o tempo de vida da bolha no líquido.
6. Aumentando a adsorção de surfactante, pela adição de sais ou aumentando a concentração, possui um efeito marcante na redução da velocidade de difusão do gás, gerando, assim, bolhas menores. Enquanto ao mesmo tempo, o filme de surfactantes adsorvido fornece resistência mecânica e faz o núcleo de gás mais estável.

Entretanto, um núcleo de gás sozinho não pode flotar, devido ao seu pequeno tamanho e força ascensional. Cavitação hidrodinâmica causada por alta velocidade do fluxo ($>2\text{m/s}$) na presença de surfactantes pode converter um número limitado de núcleos muito pequenos a bolhas maiores suficiente para flotar as partículas. A tentativa mais conveniente é produzir bolhas relativamente grandes em outro lugar e por em contato com as partículas nucleadas com gás. Estas bolhas podem ser geradas por meios mecânicos, *spargers* o por sucção de ar. Entretanto, tanto os núcleos de gás, como as bolhas para flotação, são necessárias para melhorar a eficiência da flotação.

Stearnes (2001) estudou a flotação de partículas finas ($<10\mu\text{m}$) na presença de gás (CO_2) dissolvido, o qual apresentou um aumento na eficiência de coleção. Foi atribuído ao

CO₂ dissolvido na solução o aumento das forças atrativas, evidenciado pela presença de moléculas de gás CO₂ na superfície das partículas hidrofobizadas.

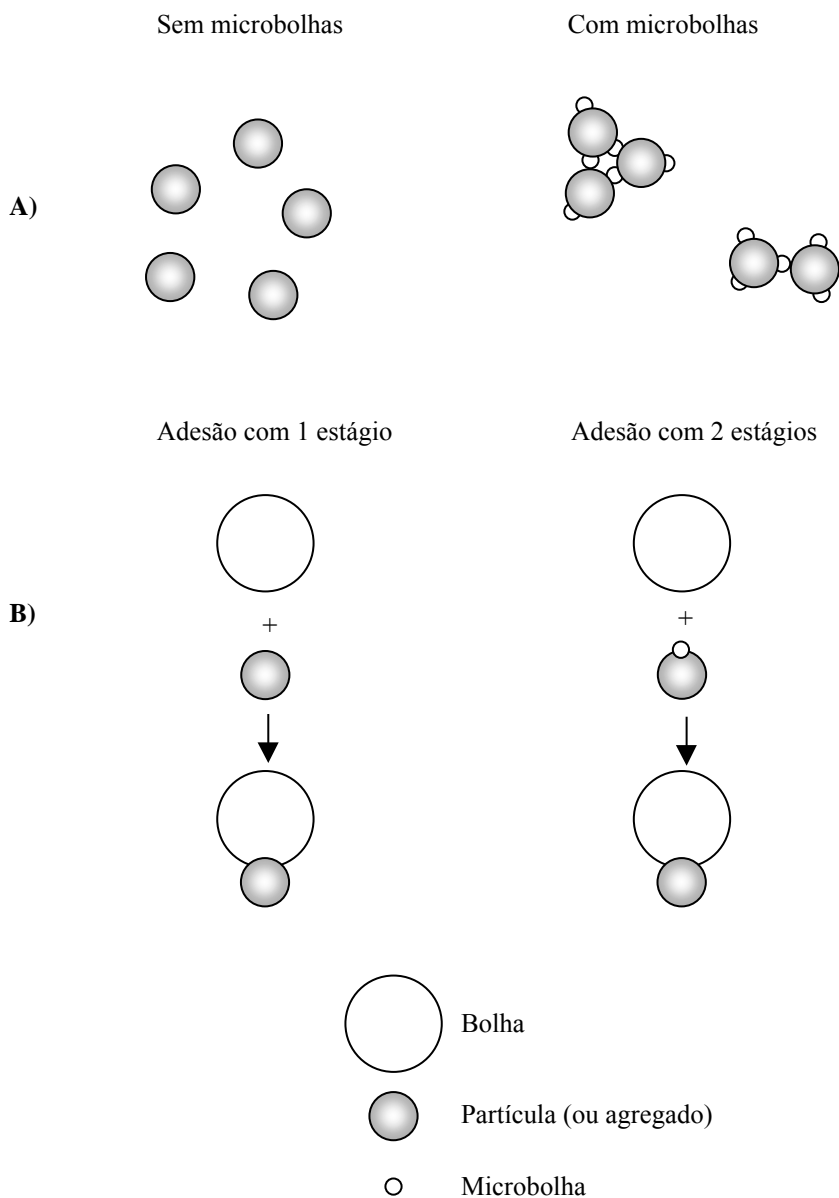


Figura 2.4. O papel do núcleo de gás e microbolhas na adesão bolha-partícula.

2.2. A FLOTAÇÃO CONVENCIONAL E NÃO CONVENCIONAL

2.2.1. Flotação por ar induzido (FAI)

O processo de FAI vem sendo utilizado no beneficiamento de minérios desde 1900 e desde então tornou-se o principal processo. Nos sistemas de flotação por ar induzido ou disperso as bolhas são geradas mecanicamente por meio de um *impeller* (FAI convencional). As unidades podem ser de um ou múltiplo estágio. Os sistemas de multiestágios (3 a 4) são

normalmente empregados na indústria, pois são mais versáteis e eficientes. Este sistema consiste de uma câmara de flotação e um sistema *impeller-edutor* de alta velocidade de rotação, que cisalha o ar formando bolhas com diâmetro médio entre 700 e 2500 μm . A relação gás/água (*holdup*) pode ser incrementado pela injeção de mais gás. O regime hidrodinâmico turbulento, a alta cinética de flotação (resultando em no curto tempo de retenção, 4 a 10 min.) e a elevada razão gás/líquido são as principais características do processo FAI.

Gorain et al (1995, 1995b, 1996, 1997) em uma série de trabalhos, investigaram o efeito do tipo de *impeller*, velocidade de rotação e vazão de ar no *holdup* de gás, distribuição de tamanho de bolha, velocidade superficial de gás (J_g) e no fluxo superficial de bolhas (S_b). Os estudos foram realizados numa célula de flotação industrial de 2,8 m^3 na etapa de flotação *cleaner* de minério de zinco. O aumento da velocidade de rotação resultou na diminuição do tamanho médio de bolha e aumento do *holdup*. A elevação da vazão de ar causou o aumento do tamanho médio de bolha e do *holdup*.

A FAI convencional foi introduzida no tratamento de efluentes somente no final dos anos 60 e desde então tem sido pesquisado novas aplicações nos diversos setores industriais, como por exemplo na remoção de óleos emulsificados.

Leech (1987) estudou parâmetros como a velocidade, profundidade de submersão e tipo de *impeller*, os quais mostraram razoável importância na eficiência de remoção de óleo. Segundo o autor, a remoção de óleo aumenta com o aumento da velocidade do *impeller* para altas profundidades de submersão, mas diminui para pequenas profundidades, provavelmente devido a turbulência na zona de flotação. Leech também estudou dois tipos de células de flotação, tipo mecânica e tipo hidráulica, e observou uma eficiência maior para célula mecânica.

Santander (1998) também estudou a FAI, em escala de bancada, aplicado ao tratamento de águas oleosas (emulsões petróleo/água). A remoção de óleo atingiu valores de 98 % quando foi utilizado um polímero floculante não iônico (álcool polivinílico) e a concentração de óleo residual atingiu 10 mg/L. Segundo o autor, as elevadas eficiências de remoção com polímeros floculantes devem-se ao regime turbulento e as grandes quantidades de macrobolhas.

2.2.2. Flotação por ar dissolvido (FAD)

O processo de flotação por gás dissolvido (FGD) refere-se a flotação realizada na presença de gás dissolvido, como fonte geradora de bolhas. Na prática, qualquer gás pode ser usado, mas devido ao custo, o ar é comumente empregado na maioria das aplicações industriais. Assim, a flotação por gás dissolvido é denominada mais especificamente como flotação por ar dissolvido (FAD).

O processo de FGD caracteriza-se pela produção de um elevado número de microbolhas com diâmetro entre 10 e 100 μm . O ar é dissolvido em água num saturador sob pressão (300-600 kPa) e quando esta água saturada com gás é injetada, a pressão atmosférica, na câmara de flotação, o gás em excesso é liberado sob a forma de microbolhas, as quais aderem à fase em suspensão promovendo a sua flotação. Segundo Solari (1981), o pequeno tamanho das bolhas produzidas na FAD é a sua principal vantagem com respeito aos processos de flotação que utilizam geração mecânica de bolhas.

A FAD é amplamente empregada em diversos setores industriais, destacando-se na indústria do papel, indústria de processamento de alimentos, indústria petroquímica, unidades de tratamento de água potável e sistemas de espessamento de lodos industriais e municipais (Bratby e Marais, 1977, Solari, 1981). Entre as diversas aplicações destacam-se a remoção de sólidos, íons, precipitados, macromoléculas, microorganismos, tintas, fibras, óleos e outros materiais da água, redução de DBO e DQO e para espessamento de lodo.

Os processos de flotação que empregam microbolhas despertaram interesse, em nível de laboratório, no beneficiamento de finos de minérios e misturas sintéticas de minerais. (Solari, 1980, Shimoizaka e Matsuoka, 1982, Guerra, 1985), mas ainda não atingiu aplicação em escala industrial para o beneficiamento de minérios.

A maior desvantagem da FAD, quando se considera sua aplicação no beneficiamento de finos de minérios reside na sua baixa capacidade de tratamento expressa em termos de teor de sólidos da polpa. É conhecido da literatura de FAD que a percentagem de sólidos é um fator limitante para sua eficiência, tal limitação decorre do baixo conteúdo ($\sim 3\%$ v/v) de ar que esta técnica consegue injetar no sistema quando comparado ao da flotação convencional ($\sim 20\%$ v/v). Shimoizaka e Matsuoka (1982) encontraram que a percentagem de sólido ótima na FAD de rejeito de carvão foi de 1% em peso, de sólidos. Já quando se fez o uso da

pressurização direta da polpa, obteve-se boa recuperação para concentrações de sólidos até 5% (p/v).

No entanto, para este caso houve uma diminuição da seletividade. Embora a FAD apresentasse desempenho satisfatório, os melhores resultados foram obtidos mediante flotação convencional da polpa após pressurização no saturador. Isto significa que as microbolhas desempenham um papel importante na flotação de partículas finas e podem ser conjugadas com bolhas da flotação convencional.

Segundo Guerra (1985), a flotação por ar dissolvido, no beneficiamento da fração ultrafina de carvão (97,2% - 37 μm , $d_{50} = 7,56 \mu\text{m}$), apresentou eficiência similar a flotação convencional, com respeito aos parâmetros de recuperação (91%) e seletividade do processo (13-14% de cinzas). As principais desvantagens do processo são sua baixa capacidade de tratamento (menor do que 3% de sólidos), o elevado consumo de óleo (~12 Kg/t) e um maior consumo de espumante com a relação a flotação convencional.

As três etapas fundamentais em um sistema de FAD são:

1. Dissolução do ar na água.
2. Redução da pressão com formação de microbolhas.
3. Adesão bolha-partícula.

2.2.2.1. Dissolução do ar

Esta etapa controla a disponibilidade de ar (gás) na flotação. O ar é normalmente utilizado como escolha do gás, entretanto outros gases como o CO_2 , N_2 e CH_4 tem sido testados (Bennett, 1988). A escolha do gás utilizado dependerá do tipo de efluente a ser tratado e o destino da água tratada e do gás liberado. Ellis e Fischer (1973) citam que o ar é mais eficiente em alguns casos, pois oxida e remove grande parte dos sulfatos, tornando mais fácil a remoção de parte do óleo que adsorveu na superfície do precipitado de sulfato de ferro. O uso do ar também aumenta o conteúdo de oxigênio do efluente.

A quantidade teórica de gás que pode ser dissolvida na água é determinada pela lei de Henry, a qual estabelece que a solubilidade de um gás em um líquido é proporcional à pressão parcial do gás. Assim, a quantidade teórica de ar disponível para flotação quando a água

saturada com ar a uma pressão nominal P é injetada na câmara de flotação, a pressão atmosférica, é dada pela seguinte equação:

$$V_a = K P_{SAT} \quad \text{Eq.(4)}$$

onde:

V_a - volume teórico de ar disponível para flotação por litro de água saturada;

K - constante de Henry, expressa a solubilidade do gás por litro de água à pressão atmosférica em função da temperatura;

P_{SAT} - Pressão de saturação.

Os sistemas de dissolução não são 100% eficientes, de modo que um fator que expresse a eficiência de saturação (f) é normalmente inserido na equação (3). A eficiência de um saturador é medida em relação ao valor teórico predito pela Lei de Henry (Figura 2.5).

Os sistemas de flotação por gás dissolvido são compostos pelas seguintes unidades: bomba pressurizadora, sistema de injeção de gás, vaso saturador, válvula despressurizadora, vaso de flotação e sistema de adição de reagentes (Rodrigues, 1999).

Diversos tipos de saturadores são empregados em unidades de FGD, entre os quais os mais empregados são:

1. Saturadores com sistemas de difusão do gás (borbulhamento).
2. Saturadores com sistema de injeção de gás na sucção da bomba pressurizadora.
3. Saturadores com leito de percolação.

A eficiência de saturação para sistemas que empregam métodos de difusão do gás dentro do saturador é dependente da vazão de gás injetado e do tempo de retenção da água no saturador. Normalmente valores próximos do teórico são alcançados para tempos de retenção maiores que 30 minutos e vazões de ar acima de 50 L/min.

No sistema de injeção de gás na sucção da bomba pressurizadora, o gás é imediatamente misturado com a água pela ação cisalhante do rotor. A mistura gás/água passa pelo vaso saturador o tempo necessário para dissolução. Com este método somente cerca de 25% do gás necessário para saturação é injetado devido ao risco de cavitação. A saturação completa pode ser alcançada pela injeção de mais gás após a bomba ou difusão no saturador.

O método que apresenta melhor desempenho é o do sistema de leito de percolação (“packed saturators”). Neste sistema utiliza-se um leito de percolação através do qual a água percola a uma atmosfera mantida à pressão de saturação. O gás é introduzido no topo do saturador a uma vazão suficiente para repor o que foi dissolvido.

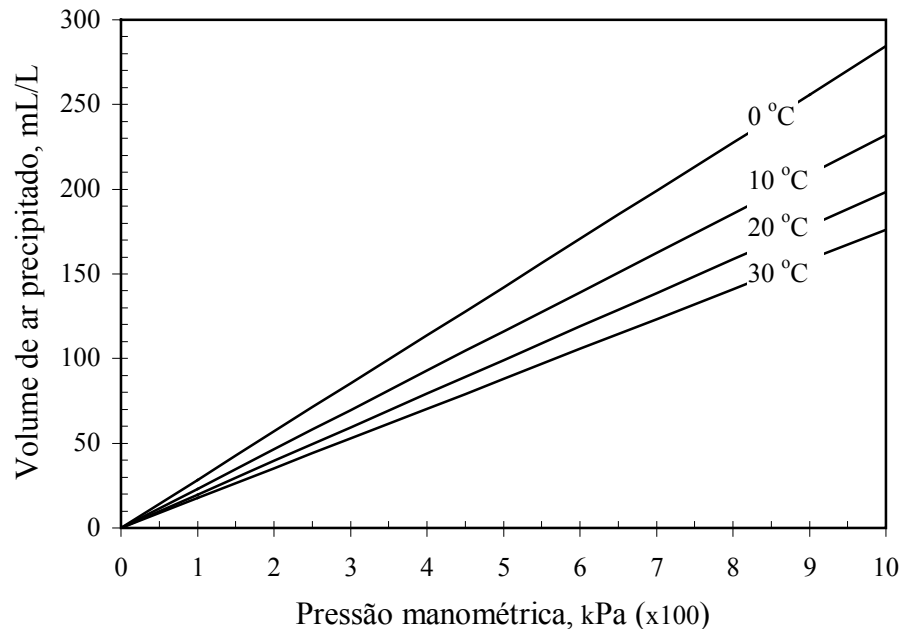


Figura 2.5. Valor teórico, previsto pela Lei de Henry, do volume de ar precipitado por litro de água saturada em função da pressão e da temperatura, segundo Rodrigues (1999), (vide Apêndice I).

De acordo com o modo de compressão do efluente, os processos de FAD podem ser classificados como (Solari, 1981):

1. Sistema de compressão total do efluente.
2. Sistema de compressão parcial do efluente.
3. Sistema de compressão parcial do efluente clarificado.

No sistema de compressão total todo efluente é pressurizado e saturado com gás. Este modo requer pressões menores de saturação pois a probabilidade de adesão bolha-partícula é maximizada. Por outro lado não é aconselhado nos casos em que o efluente precisa uma etapa de pré-floculação devido ao rompimento dos flocos causado pelo efeito cisalhante da bomba e válvula controladora de pressão.

Na seqüência de compressão parcial do efluente, parte do efluente é direcionado para o sistema de pressurização para saturação com gás. A redução do custo de bombeamento (para

saturação), menor suscetibilidade a variações do fluxo e menor ruptura dos flocos são as vantagens em relação ao sistema de compressão total do efluente.

O sistema de compressão parcial do efluente clarificado evita este problema, mas acarreta um aumento da carga hidráulica, necessitando de uma célula de flotação de maior capacidade. Normalmente o efluente reciclado constitui de 20 a 50% do efluente total alimentado à célula. O tempo de residência na câmara de flotação é de 20 a 50 minutos e o efluente reciclado é saturado com gás a pressões entre 2 e 5 Kgf/cm² durante 1 a 5 minutos (Alkhatib e Thiem, 1991).

O sistema de compressão do efluente reciclado vem sendo preferencialmente utilizado para o tratamento de efluentes de refinarias. Segundo Bennett (1988) e também Alkhatib e Thiem (1991) os outros métodos possuem a desvantagem de promover a emulsificação do óleo durante o bombeamento e na descompressão do fluxo. Outro fator preponderante é a necessidade do estágio de desestabilização do óleo emulsificado (coagulação/floculação).

2.2.2.2. Redução da pressão e a formação de microbolhas

O volume de ar que pode precipitar por volume de água saturada depende de praticamente três fatores:

1. A eficiência de saturação (depende principalmente, entre outras coisas, do tipo de saturador).
2. A composição do ar no saturador. Devido ao aumento da pressão parcial do nitrogênio no ar a quantidade teórica de ar que pode ser dissolvida é reduzida cerca de 9%.
3. A eficiência da liberação do ar.

A formação de microbolhas na FGD é o resultado da cavitação da água saturada com gás a altas pressões quando ocorre a brusca queda de pressão no estreitamento no dispositivo redutor de pressão. O desenho do dispositivo de redução de pressão é um fator crítico na formação das bolhas. Industrialmente utilizam-se dispositivos como válvulas (agulha), bicos ou estreitamentos, placas de orifícios simples ou multiperfurados. O objetivo deles é aumentar a velocidade do fluxo e iniciar a cavitação seguida da nucleação de bolhas.

O número e tamanho das bolhas formadas em um determinado volume de água é função das características físicas do sistema (pressão de saturação, temperatura, tipo de válvula) e das características químicas do efluente (tensão superficial e presença de eletrólitos). Katz, citado por Bennett (1988), em estudos de FAD, reportou que a diminuição da tensão superficial resulta na precipitação de bolhas com diâmetros menores.

Após a pressão ser reduzida na constrição, as cavidades formadas necessitam de tempo para atingir o tamanho de microbolhas. O regime de fluxo após a constrição é fator crítico no crescimento e tamanho final da bolha, tubulações longas após a constrição permitem a coalescência das bolhas.

A formação de microbolhas na FAD é o resultado da cavitação da água saturada com ar a alta pressão quando flui através de aparelhos, causando quedas de pressão bruscas, como constrições do tipo venturi ou “nozzles”. A cavitação dos líquidos devido ao fluxo através de válvulas ou tubos tem sua origem na queda da pressão no líquido até o nível da pressão de vapor do mesmo. Na FAD onde o líquido é água com um alto conteúdo de gás dissolvido, a formação de bolhas é facilitada pela difusão do gás desde o líquido altamente sobre-saturado na constrição às cavidades gasosas que de outro modo se haveriam re-dissolvido além da constrição (Solari, 1981). O processo de formação de bolhas envolve duas etapas: nucleação e crescimento (Rikaart, 1995).

Os mecanismos responsáveis pela formação das microbolhas ainda não estão bem compreendidos. O fenômeno de “dessorção” do gás dissolvido com formação de bolhas é freqüentemente chamado cavitação num amplo sentido da palavra, isto é, formação de “buracos” (cavidades) no meio líquido, ou seja, vazios preenchidos de gás e/ou vapor. Pode ser chamado também de nucleação de bolhas, embora este termo seja referido ao primeiro estágio da cavitação, isto é, a criação ou “nascimento” das cavidades. Por analogia com o mecanismo da precipitação de substâncias sólidas, a expressão precipitação de gás dissolvido é também utilizada de modo geral para descrever o fenômeno da transformação do ar em supersaturação da fase líquida para fase gasosa.

Em outras palavras, cavitação/nucleação é o processo pelo qual a estrutura líquida é rompida para formar um “buraco” por meio de forças externas. É evidente que qualquer ruptura deve ser iniciada em um local de “fraqueza” onde as forças intermoleculares momentaneamente se aproximam de zero.

A nucleação pode ser explicada com base na Lei de Henry, que mostra que a quantidade de gás dissolvido em uma determinada quantidade de água a temperatura constante é proporcional a pressão parcial do gás. Quando uma solução aquosa é sujeitada a pressão de um gás, mais e mais moléculas do gás são dissolvidas na água com o aumento da pressão.

Zhou et al (1994) estudaram a aplicação da cavitação e nucleação de gás na flotação. Segundo esses pesquisadores a base teórica da flotação por precipitação de gás foi proposta por Klassen et al a mais de 30 anos atrás. Eles mostraram que, particularmente para partículas fortemente hidrofóbicas, a energia necessária para gerar uma nova bolha em uma superfície é consideravelmente menor do que a energia gasta na formação de uma bolha no seio da água e depois aderir em uma partícula mineral. Conseqüentemente, postularam que a coleção de partículas minerais ocorrerá preferivelmente pela formação de uma microbolha no mineral, preferivelmente do que adesão de bolhas já existentes em partículas suspensas. Entretanto, esta teoria foi estabelecida principalmente em raciocínio termodinâmico. Este raciocínio é falho em considerar que é fisicamente possível para bolhas ser formadas pela precipitação do gás na superfície das partículas em condições usuais de FAD (3-5 atm). Além disso, questões relacionadas com a interação do gás dissolvido com o líquido e o sólido não foram discursadas.

Estudos do crescimento e nucleação de bolhas reportados por Takahashi et al. (1979), mostraram que a energia mínima, ΔF , a ser transferida para fase líquida para formar bolhas pelo fenômeno da cavitação (surgida da turbulência do líquido) é dada pela seguinte equação:

$$\Delta F = \frac{16}{3} \frac{\pi \gamma^3}{(P_o - P_a)^3} \quad (\text{joules}) \quad (\text{Eq. 5})$$

onde:

γ = Tensão interfacial ar/água (mN/m);

P_a = Pressão Atmosférica (atm);

P_o = Pressão de Saturação (atm).

Esta equação mostra que a energia a ser transferida para formar as microbolhas será menor quando a tensão interfacial ar/líquido for menor e a diferença de pressão da fase líquida maior com respeito a tensão atmosférica.

Segundo F ris (1999), a otimiza o no est gio de gera o de bolhas diminuindo a tens o superficial com o uso de um surfactante (coletor) no saturador, torna vi vel a FAD (com alta efici ncia) a baixas press es (cerca de 2 atmosferas).

2.2.2.3. Ades o bolha-part cula

Estudos feitos por Solari (1980), sobre os aspectos fundamentais da aplica o desta t cnica na separa o seletiva de min rios mostraram que os princ pios termodin micos, cin ticos e os mecanismos a que obedecem s o semelhantes aos que regem a flota o convencional.

Os dois principais mecanismos propostos para forma o dos agregados bolha-part cula na flota o s o o encontro direto entre part culas e bolhas (colis o + ades o) e a precipita o de g s da solu o na superf cie das part culas. Estes dois casos ocorrem, dependendo das condi es em que   realizado o processo de flota o, em diferentes propor es. Para o caso em que g s   for ado no sistema de flota o (como nas c lulas convencionais, pneum ticas e colunas)   sugerido que a hip tese do encontro direto   o mecanismo predominante, embora novos trabalhos (Zhou et al. 1996 e 1997; Stearnes, 2001) registrem que a precipita o de g s na superf cie das part culas desempenhe um papel importante.

O mecanismo de ades o bolha-part cula no processo de FAD tem sido bastante discutido na literatura. De acordo com Leech (1987), os materiais suspensos em meio aquoso podem aderir as bolhas de g s pelos mecanismos apresentados na Figura 2.6.

Em ambos os casos (a) e (b),   constitu do um sistema trif sico, que pode ser caracterizado pela tens o superficial e um  ngulo de contato.   comum na pr tica industrial adicionar agentes como coletores, coagulantes e floculantes nos processos de FAD para aumentar a efici ncia de separa o, uma vez que o aumento da hidrofobicidade e a da agrega o leva a um aumento na probabilidade de colis o bolha-part cula, incrementa a cin tica de flota o e aumenta a efici ncia da utiliza o do ar. Os mecanismos (c) e (d) ocorrem independentes das caracter sticas superf ciais da fase dispersa, mas dependentes das caracter sticas f sicas da estrutura do floco. Na inclus o de bolhas de ar dentro dos flocos as for as de ades o n o s o importantes, porque as bolhas est o inclu das na estrutura do floco. A ocorr ncia deste mecanismo ser  mais acentuada se os flocos forem maiores e possuir uma forma mais irregular. Na captura de flocos por bolhas a ades o pode ser efetuada porque o floco serve como um n cleo na forma o da bolha ou pela intera o bolha-floco.

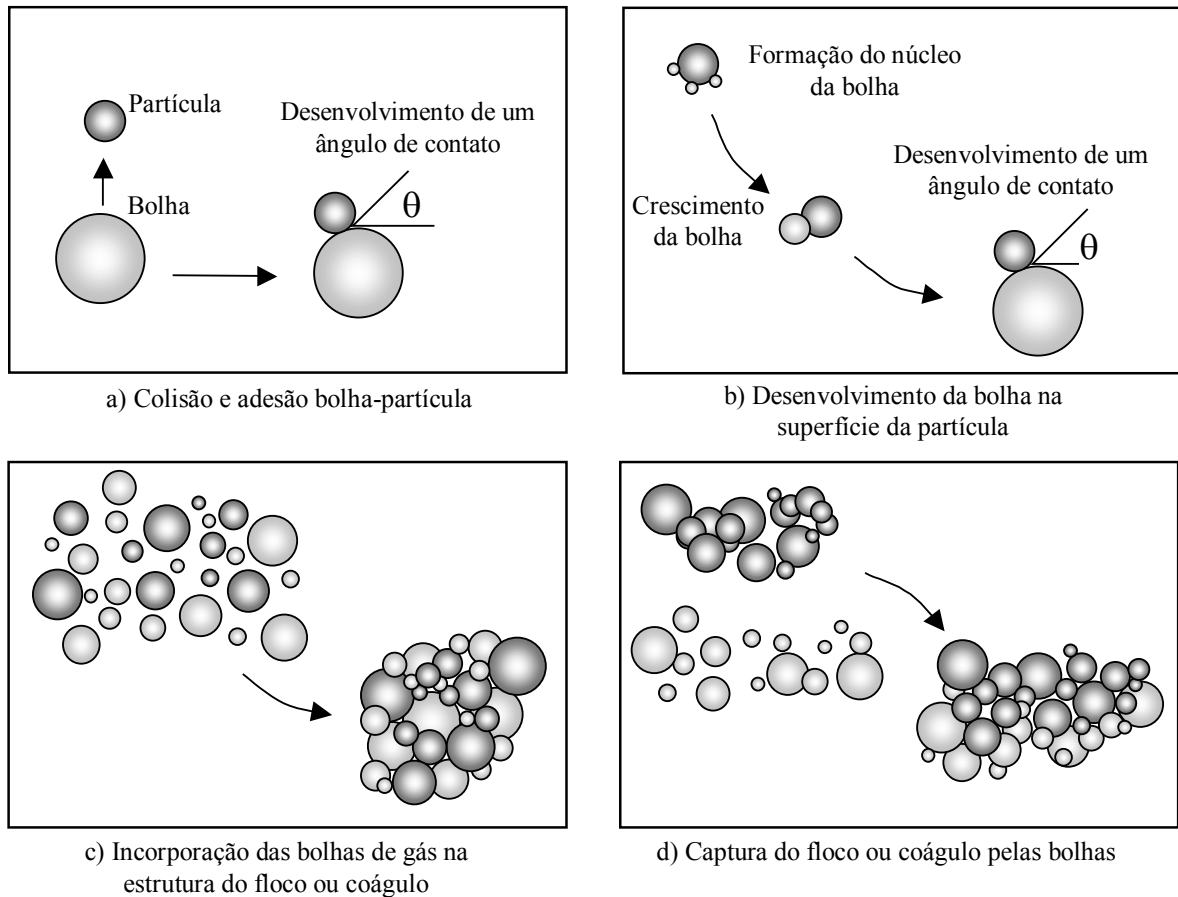


Figura 2.6. Mecanismos responsáveis pela adesão microbolha-partícula na FAD.

Solari (1980) estudou os fundamentos da flotação por ar dissolvido (FAD) e sua aplicação na flotação seletiva de suspensões cassiterita/quartzo. O trabalho mostrou que finos de cassiterita podem ser recuperados seletivamente de suspensões de quartzo por FAD. O trabalho apresentou evidências de que o mecanismo fundamental de captura seja o de adesão das bolhas em partículas hidrofóbicas após colisão. As partículas hidrofílicas não foram flotadas por FAD independente do seu grau de agregação. A flotação através da formação (nucleação) de bolhas na superfície da fase sólida foi estudada por Solari e apresentou pequena importância como mecanismo de captura bolha-partícula. Os fatores identificados como responsáveis pela recuperação de cassiterita e pela seletividade do processo foram as características químicas superficiais de ambos os minerais na presença do coletor e parâmetros associados com a operação do sistema de FAD.

Entretanto, Zhou et al (1994, 1996, 1997) e Stearnes (2001) reportaram a importância do núcleo de gás formado na superfície das partículas a partir da suspensão saturada com gás como ponte para adesão bolha-partícula.

2.2.3. Flotação não convencional

Segundo Jameson (1999) a flotação por ar induzido (não convencional) possui vantagens com relação a flotação por ar dissolvido (FAD), a qual tem sido largamente utilizada para remoção de sólidos finamente dispersos nos mais variados setores industriais, e tem sido muito efetivo quando o efluente é corretamente condicionado com respeito ao controle do pH e floclulantes. O uso de bolhas maiores, como as originadas na flotação por ar induzido, pode levar ao desenvolvimento de sistemas de flotação muito mais compactos. Entretanto devem ser fornecidas condições para que as partículas ou flocos sejam flotadas, geralmente através da utilização de floclulantes. Entre as aplicações da flotação Jameson destacam-se a remoção de óleos emulsificados (Santander, 1998), remoção de algas e fósforo e no tratamento de solos contaminados com óleo (Jameson, 1999).

Entre os novos sistemas de geração de bolhas que recentemente vêm sendo aplicados na flotação destacam-se:

1. Passagem forçada de um líquido por constrição tipo venturi ou orifício com auto-aspiração de gás (*nozzles*) (Bennett, 1988; Santander, 1997), Figura 2.7.
2. Injeção de misturas ar-líquido por constrições, orifícios, elementos cisalhantes e misturadores estáticos (MicrocelTM) (Gebhardt et al., 1994); tubos perfurados (*standard Cominco air sparger system*) (Wyslouzil, 1994).
3. Passagem forçada de ar através de placas ou cilindros perfurados (Van Ham e colaboradores, 1983; Gutkowski et al, 1981).
4. Injeção de ar por tubos porosos (*Air Sparged Hydrocyclone*) (Lelinski, 1993).
5. Passagem forçada de ar ou mistura ar/água através de abertura anelar ajustável (Minnovex S.A.) (Aliaga, 1996).

Entre os processos que empregam sistemas alternativos de geração de bolhas destacam-se:

Flotação com Nozzle (*Nozzle flotation*): Uma inovação no campo da flotação não convencional foi o desenvolvimento de processos que utilizam bocais para injeção/aspiração de gás, cuja patente foi editada para Degner e Colbert em 1979 (Bennett, 1988). Neste sistema o efluente tratado é parcialmente reciclado por uma bomba centrífuga fazendo-o passar por uma constrição tipo *venturi* (Fig. 2.7), onde o gás é misturado na água para formação das

bolhas (efeito *venturi*). Este tipo de equipamento também é chamado de célula de flotação por gás induzido tipo edutor (Bradley, 1985), tipo hidráulica (Leech, 1987) ou flotação *nozzle* (Bennett, 1988).

O *holdup* é função da pressão no edutor (taxa de reciclo), tamanho do orifício de entrada do gás que pode ser controlada por uma válvula. O tamanho de bolha por sua vez é afetado pelo *holdup* e dissipação de energia através do edutor.

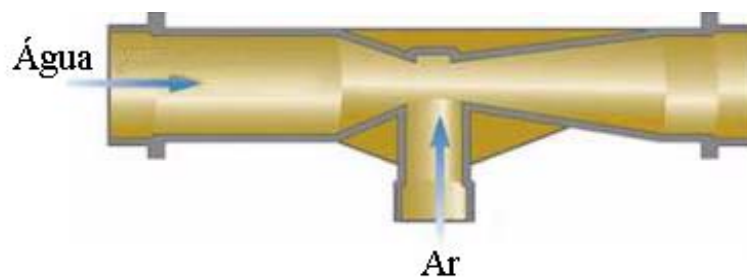


Figura 2.7. Constricção tipo *venturi*.

Bennett (1988) reporta que as principais vantagens da flotação *nozzle* sobre o processo de FAI convencional é o menor consumo de energia, baixo custo de manutenção e maior vida útil devido à ausência de partes móveis.

Flotação em coluna (Microcel): Na coluna de flotação o efluente é alimentado a um terço da altura total, a partir do topo, em contracorrente com o fluxo de bolhas de ar, que são geradas na parte inferior da coluna por um *sparger* ou elemento poroso.

A coluna de flotação MicrocelTM utiliza dispersões de bolhas com 100 a 400 μm de diâmetro geradas pelo *sparger* MicrocelTM. Este consiste de um misturador estático em linha e uma bomba centrífuga. O efluente tratado é reciclado da base da coluna e introduzido no misturador estático, onde o gás injetado e o líquido são misturados em condições altamente cisalhantes resultando na dispersão de bolhas. A mistura ar(bolhas)-líquido é introduzida próximo a base da coluna. Davis, citado por Gebhardt et al. (1994), reporta que o tamanho de bolha é controlado pela velocidade do fluxo através do *sparger*, vazão de gás e concentração de tensoativo. Filippov et al (2000) concluíram nos seus estudos de flotação de precipitados em coluna que ocorre o rompimento de flocos, causado pelo elevado tamanho de bolha gerada em determinadas condições.

Gutkowski et al. (1994) também consideram a vazão de ar e concentração de eletrólito uma variável importante, especialmente quando *spargers* são utilizados para geração das bolhas de ar. Segundo Marrucci e Nicodemo (1967) o efeito da vazão de fluxo de ar na coalescência pode ser atribuído ao grande número de bolhas por unidade de volume, aumentando assim a frequência de colisões, principalmente junto a placa onde é gerado uma forte corrente de “convecção”.

Air Sparged Hydrocyclone (ASH) – Este equipamento consiste num cilindro de parede interna porosa, um cabeçal de ciclone convencional e um pedestal localizado no fundo do cilindro poroso.

Na flotação ASH o efluente é alimentado tangencialmente através do cabeçal (*header*) de ciclone convencional dentro do tubo poroso, o qual desenvolve um fluxo em redemoinho de certa espessura na direção radial (*swirl layer*). A alta velocidade do fluxo cisalha o ar injetado pela parede do tubo poroso em pequenas bolhas que deslocam-se rapidamente para a parte central do cilindro. As partículas colidem com essas bolhas e, após aderirem, são transportadas radialmente para espuma formada na região axial. A espuma formada é suportada pelo pedestal e move-se verticalmente ao longo do eixo do ciclone na direção do tubo *vortex finder* sendo descarregado (*overflow*). A água oleosa tratada é descarregada pelo fundo (*underflow*) através de uma abertura anelar fornecida entre a parede do tubo e o pedestal.

Nos últimos anos a flotação ASH tem sido objeto de pesquisa em vários outros campos além da indústria mineral, tais como a indústria do papel, alimentícia, petroquímica, etc. A alta capacidade de processamento do ASH, de 100 a 300 vezes a capacidade de uma célula de flotação convencional, deve-se ao curto tempo de residência, menos de um segundo em um sistema de duas polegadas (Lelinski, 1993).

Célula Jameson ou a Jato – Neste sistema o ar autoaspirado por um venturi e o efluente são misturados em um tubo vertical (*downcomer*), onde ocorre a formação dos agregados bolhas-gota. A mistura é descarregada num tanque separador, onde os agregados bolha-gota ascendem a superfície e a efluente tratado é descarregado pela parte inferior do mesmo.

Santander (1998) estudou a separação de óleos emulsificados por flotação a jato. O pesquisador desenvolveu um sistema de flotação a jato modificada baseado na otimização das condições hidrodinâmicas da floculação/coalescência e minimizando problemas de curto

circuito. A eficiência deste novo processo é da ordem de 97 %, com capacidade de tratamento de 592 m³/m²dia. Devido a simplicidade de seu design, apresenta um grande potencial para o tratamento de efluentes oleosos.

2.3. PROPRIEDADES DAS DISPERSÕES GÁS-LÍQUIDO

O desenvolvimento e automação de métodos precisos e fidedignos para avaliação da dispersão do gás em equipamentos de flotação é de grande importância para o projeto e desenvolvimento de novos equipamentos mais eficientes. As propriedades das dispersões gás/líquido na flotação incluem a velocidade superficial de gás (J_g), o tamanho de bolha (normalmente o diâmetro médio de Sauter, d_{32}), o *holdup* de gás (ϵ_g) e a estimativa do fluxo superficial de bolhas (S_b) (Finch et al., 2000). A velocidade superficial de gás (J_g), normalmente expressa em cm/s, é definida como:

$$J_g = \frac{Q_{ar}}{A} \quad (\text{Eq. 6})$$

onde Q_{ar} = vazão de gás (ar) e A = área da seção transversal do equipamento de flotação.

O J_g é a medida da capacidade de aeração do equipamento de flotação e é um importante parâmetro devido a sua influência no desempenho do processo. Em outras palavras, a medida local da velocidade superficial é um indicativo de como o ar que entra na célula de flotação é dispersado (Gorain et al. 1996). O J_g é um parâmetro conveniente pois pode ser comparado para colunas de diferentes diâmetros. As medições do J_g tem sido realizadas principalmente pela captura do gás em um cilindro graduado (Gorain et al., 1996; Burgess, 1997; Deglon et al., 2000) ou com métodos alternativos para quantificação do volume de gás capturado pelo cilindro (Yianatos et al., 2001; Grau e Heiskanen, 2003).

Quando o gás (ar) é introduzido no equipamento de flotação ocorre o deslocamento (aumento) do nível do tanque. A fração volumétrica deslocada, ou seja, a fração de gás na mistura gás-líquido ou gás-polpa, é chamada de *holdup* de gás (ϵ_g) e é definida como:

$$\epsilon_g = \frac{V_{gas}}{V_{total}} \quad (\text{Eq. 7})$$

onde: V_{gas} = volume de gás e V_{total} = volume total (gás + líquido).

O *holdup* de gás é uma das variáveis determinantes da cinética de flotação. Além disso, Finch et al. (2000) tem sugerido que há uma relação linear entre o fluxo superficial de bolhas e o *holdup* de gás, tanto em colunas de flotação, quanto em células convencionais (mecânicas).

As medidas de *holdup* de gás podem ser realizadas de diferentes maneiras. Para colunas de flotação, conforme detalhado por Dobby (1989), os métodos dividem-se em *holdup* total, *holdup* local (numa dada seção). Segundo Dobby o método da diferença de pressão (entre dois pontos da zona de coleção) é o mais simples e para sistemas gás-líquido o ε_g pode ser calculado pela equação:

$$\varepsilon_g = \frac{\Delta h}{\Delta L} \quad (\text{Eq. 8})$$

onde: Δh = diferença de pressão e ΔL = distância entre os pontos de tomada de pressão.

Em células mecânicas o ε_g local tem sido comumente determinado usando um conjunto cilindro-pistão duplo operado manualmente ou a vácuo (Gorain et al. 1995b; Deglon et al., 2000; Yianatos et al., 2001). Grau e Heiskanen (2003) apresentaram novos métodos para medição do J_g e do ε_g locais para células de flotação por ar induzido (FAI). O método para medição do J_g provou ser viável para medições de forma contínua e o método para ε_g destacou-se pela simplicidade.

Combinando a área superficial de bolhas (função do tamanho de bolha) com o J_g obtém-se o parâmetro fluxo (ou taxa) superficial de bolhas (S_b) que pode ser obtido segundo a equação:

$$S_b = \frac{6J_g}{d_{32}} \quad (\text{Eq. 9})$$

onde: $S_b = ((\text{cm}^2 \text{ bolha/s})/\text{cm}^2 \text{ de equipamento})$.

O S_b é um parâmetro emergente para descrever o desempenho das células de flotação (Gorain et al., 1997). O fluxo superficial de bolhas indica a capacidade do equipamento de flotação de transportar sólidos para a zona de espuma. Entretanto a determinação do S_b nos equipamentos de flotação é bastante complexa, pois depende da determinação precisa de

outros parâmetros como o J_g e o d_{32} . Estimativas do S_b para uma célula FAI de 50L realizadas por Grau e Heiskanen (2003) indicaram que os valores estão limitados em uma estreita faixa de 27 a 36 m^2/m^2s , estes valores estão em contradição com os valores encontrados na literatura. Por exemplo, Gorain e colaboradores reportaram em seus trabalhos que o S_b variou de 36 a 200 m^2/m^2s . Estudos recentes sugerem que o S_b em células de flotação industrial varia de 50 a 70 m^2/m^2s (Deglon et al., 2000). Segundo Finch et al. (2000) existe uma relação linear entre o S_b e o ϵ_g . Esta observação sugere que o holdup de gás pode substituir o S_b como fator característico do equipamento, pois apresenta a vantagem de ser facilmente determinado.

O tamanho das bolhas na flotação é normalmente representado pelo diâmetro médio de Sauter (d_{32}) é definido como um diâmetro médio volume/superfície, ou seja:

$$d_{32} = \frac{\sum n_i d_{bi}^3}{\sum n_i d_{bi}^2} \quad (\text{Eq. 10})$$

onde: d_{bi} = diâmetro de bolha, n_i = número de bolhas. É a representação mais consistente do diâmetro médio para bolhas obtido a partir de várias técnicas.

2.3.1. Determinação do tamanho de bolha no processo de flotação

A distribuição de tamanho de bolhas é uma variável determinante da eficiência do processo de flotação, assim a determinação precisa do tamanho de bolhas torna-se essencial para entender as interações físicas que governam os sistemas da flotação.

Nos últimos anos, diversas técnicas e aproximações para avaliação do tamanho de bolhas têm sido reportados (Tabela III). Alguns métodos mais importantes para a faixa de tamanho de bolha encontrados na flotação de minérios e efluentes (0,01-3 mm) incluem: análise de imagens adquiridas com células (visores) especiais para captura de bolhas, contadores de partículas e outros métodos baseados na condutividade, ou através de fibra ótica para medir a velocidade da bolha quando sensibiliza os sensores; métodos óticos baseados na medida de comprimento de um cilindro de volume equivalente formado quando as bolhas são succionadas por um tubo capilar - UCT, determinação da velocidade de ascensão das bolhas e cálculo do diâmetro segundo a Lei de Stokes; aproximações como o cálculo, a partir de medidas de vazão de gás (J_g) e do *holdup*, usando equações derivadas da análise do *drift flux*. Todavia, avaliações experimentais nesta área são bastante difíceis de serem realizadas exigindo, via de regra, a utilização de equipamentos caros e sofisticados.

Os métodos apresentados na Tabela III vem sendo aplicados para sistemas bifásicos (gás-líquido). A determinação do tamanho de bolha em sistemas trifásicos (polpas) ainda é um desafio e está longe de ser uma tarefa trivial. Embora algumas técnicas tenham sido propostas, um método prático e confiável ainda necessita ser desenvolvido. Além do mais, somente um número limitado de técnicas pode ser empregado em qualquer escala (laboratório e planta). Na maioria dos casos é coletada uma amostra das bolhas para medir *off-line*. O equipamento desenvolvido pela Universidade de *Cape Town* (UCT) e pela Universidade *McGill* (método capilar e análise de imagens, respectivamente) são dois métodos que vêm sendo testados tanto em laboratório quanto em planta.

Os métodos fotográficos em combinação com o processamento de imagens digitais parece, entretanto, ser uma solução promissora para medições de tamanho de bolha em sistemas trifásicos. Entretanto, esta técnica necessita ser melhorada em vários aspectos, como por exemplo:

1. O método usado para reconhecimento das bolhas no processamento das imagens digitais necessita ser adaptado a novos padrões, como agregados bolha-partícula. Um método baseado nas técnicas de processamento de imagem digital que permita a distinção automática entre bolhas e partículas necessita ser desenvolvido. Wang (1998) destacou uma série de algoritmos para segmentação de objetos e apresentou um novo algoritmo de grande potencial.
2. O conjunto amostrador/visor deve incluir uma etapa de limpeza para evitar o acúmulo de partículas.
3. O método deve ser melhorado para medição da distribuição de tamanho de bolhas de diferentes tamanhos e com grande amplitude, o que não ocorre com os métodos apresentados na Tabela III.

Na realidade, o processamento de imagens digitais não é uma ferramenta desconhecida na área da flotação, diversas técnicas tem sido aplicadas na caracterização de espumas (Aldrich e Feng, 2000; Moolman et al., 1996; Sadr-Kazemi and Cilliers, 1997).

Tabela III. Métodos utilizados para medição da distribuição de tamanho de bolha.

Método	Características	Método de geração de bolhas	Faixa de tamanho de bolhas (μm)	Referências
Análise de imagens (fotografias, imagem digital e vídeos)	<i>Viewing box</i>	Placa de orifício	300-2000	Unno and Inoue (1979)
	<i>Flat cell</i>	Placa porosa	75-655	Ahmed and Jameson (1985)
	<i>Cuvette cell</i>	FAD	10-300	De Rijk et al (1994)
	<i>Measuring module (with air filter)</i>	FAD	29-77*	Rykaart and Haarhoff (1995)
	<i>Luba Tube</i>	**	130-2840	Malysa et al (1999)
	<i>Bubble viewer</i>	FAI Placa porosa	350-1750 400-1200	Chen et al (2001) Chen et al (2002)
	<i>Viewing chamber (HUT bubble size analyser)</i>	FAI	200-7800 1500-3600*	Grau and Heiskanen (2002 e 2003) Zhou et al (1993)
	<i>Viewing chamber (McGill University technique)</i>	Capilares FAI	1300-2650* 1190*	Hernandez-Aguilar et al. (2004)
	<i>USM bubble size sampler</i>	FAI	880*	Yianatos et al. (2001)
Eletroresistividade	Contadores de partículas	FAD	13-96	Han et al (2002)
Ótico (visual)	Bolhas succionadas por um capilar	Camisa de filtro	300-2000	Biswal et al (1994)
Ótico (sensores)	Contadores de partículas (laser)	FAD EF	15-85 15-65	Han et al (2002)
	Fibra ótica	Placa perfurada Placa porosa	3700-4100*	Saberi et al (1995)
	Bolhas succionadas por um capilar (método UCT)	- FAI FAI Placa porosa Capilares FAI FAI FAI FAI	2800-3100* 390-2230* 530-1450* 1620-3340* 1300-2650* 1340* 1200-2700* 1680-3260* 960*	Randall et al (1989) Tucker et al (1994) Gorain et al (1995) O'Connor et al (1990) Hernandez-Aguilar et al. (2004) Hernandez-Aguilar et al. (2004) Deglon et al. (2000) Burgess (1997) Yianatos et al. (2001)
Análise Drift Flux	Cálculo a partir de medidas de velocidade superficial de gás e hold-up	-	1200-1700*	Dobby et al (1988)
		<i>Venturi</i>	420-900*	Filippov et al (2000)
		<i>Static mixer (Microcel)</i> <i>Porous tube</i>	350-1100* 320-770*	

* Diâmetro médio; ** Agregado bolha-partícula.

2.3.2. O Método do tubo capilar – UCT (*University of Cape Town*)

O método UCT (*University of Cape Town*) consiste em um tubo amostrador conectado a um reservatório de água no qual possui um tubo capilar (Figura 2.8). As bolhas ascendem pelo tubo amostrador até o reservatório. Uma fração das bolhas que alcançam o reservatório são succionadas pelo tubo capilar (~ 0,5 a 1 mm de diâmetro) onde são convertidas em cilindros e seus comprimentos e velocidades determinados por dois detectores óticos. O volume total de gás coletado pelo tubo capilar é determinado e o tamanho individual das bolhas é determinado como uma fração deste volume total. Uma descrição detalhada deste equipamento foi apresentada por Randall et al. (1989). Segundo Hernandez-Aguilar (2004), calculando o tamanho individual das bolhas como frações do volume total de gás coletado é mais preciso do que outras técnicas similares que usam somente a geometria do capilar e do comprimento do cilindro de gás formado pela sucção da bolha.

Dependendo da vazão de sucção (controlada por uma bomba peristáltica) as bolhas podem ser coletadas em condição isocinética no tubo capilar, ou seja, quanto maior a vazão de sucção, mais próximo desta condição. A amostragem isocinética é desejável porque reduz a possibilidade das bolhas interagirem quando entram ou fluem no capilar. De fato, a amostragem com esta técnica é uma combinação de não-isocinética (no tubo amostrador) e isocinética (no reservatório).

Também tem sido observado que maiores vazões de sucção diminuem a atração preferencial por bolhas de tamanhos específicos. Entretanto, esta sucção excessiva pode causar o cisalhamento das bolhas. Grau e Heiskanen (2002) mostraram que bolhas maiores de 3 mm quebram quando succionadas por um tubo capilar de 1 mm de diâmetro interno a uma vazão não especificada.

Nos estudos comparativos de medição de tamanho de bolha entre a técnica do tubo capilar (UCT) e a análise de imagens, realizado por Grau e Heiskanen (2002), Hernandez-Aguilar (2004), foi constatado que as discrepâncias são resultado da quebra das bolhas ao entrarem no capilar, devido aos seguintes mecanismos (aparentemente relacionado ao tamanho da bolha):

1. O primeiro mecanismo envolve bolhas de tamanho médio, que ao entrar no tubo capilar é quebrada e como resultado é formada uma segunda bolha (pequena) dentro do tubo capilar (Figura 2.9a). A Figura 2.9b apresenta uma segunda sequência onde a bolha succionada pelo capilar se divide em três, onde a terceira bolha não é detectada.
2. O segundo mecanismo envolve principalmente as bolhas grandes e como resultado a bolha ao atingir o capilar é dividida em duas e somente uma é succionada e detectada. Conforme mostra a Figura 2.10a uma bolha com 4,5 mm é dividida em duas e como resultado é detectado uma bolha de 3,3 mm. Este resultado está em acordo com o tamanho de bolha limite sugerido por Yianatos et al. (2001), para um tubo capilar de 1 mm de diâmetro interno e bocal de 3 mm. Na Figura 2.10b, segunda sequência, observa-se que somente uma pequena parte da bolha é succionada pelo capilar.

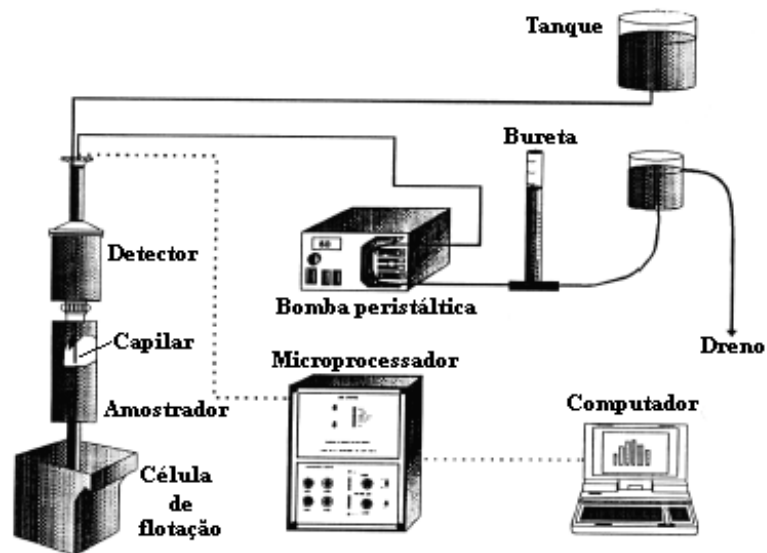


Figura 2.8. Analisador de bolhas UCT (Tucker et al., 1994).

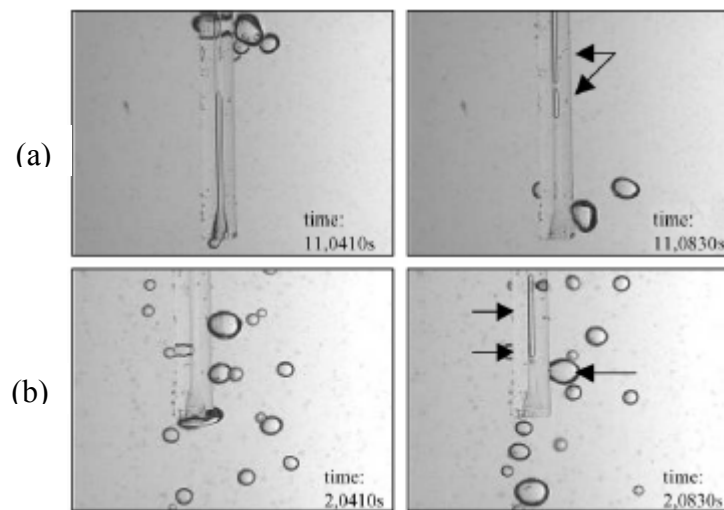


Figura 2.9. Sequência de imagens de bolhas succionadas por um tubo capilar segundo o mecanismo 1 (Grau e Heiskanen, 2002).

Yianatos et al. (2001) também ressaltaram que as bolhas menores do que 0,3-0,5 mm possuem baixa probabilidade de serem detectadas quando passam através do tubo capilar.

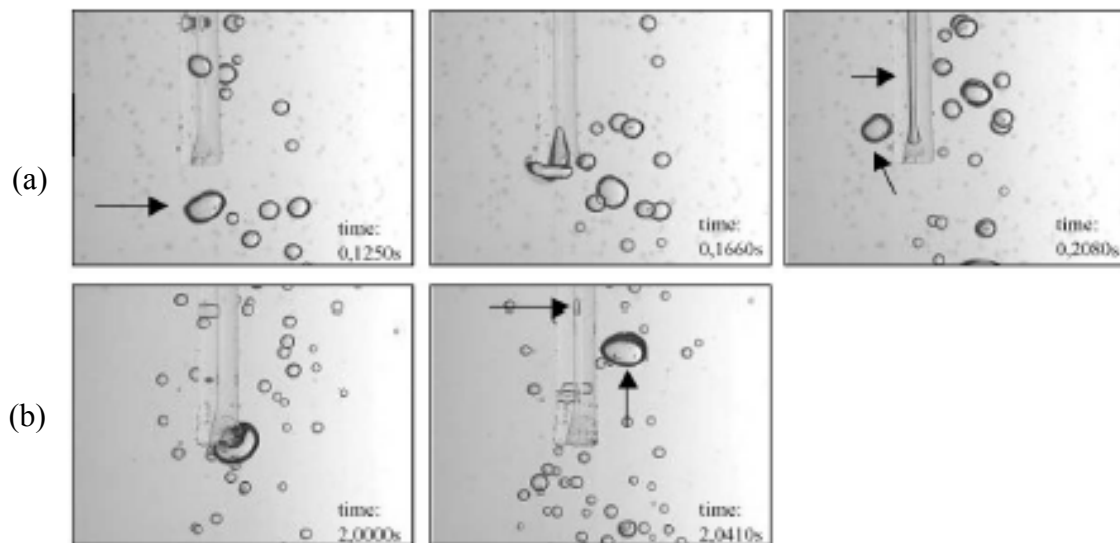


Figura 2.10. Sequência de imagens de bolhas grandes succionadas por um tubo capilar segundo o mecanismo 2 (Grau e Heiskanen, 2002).

Fenômenos similares também foram observados quando bolhas de ar são forçadas a entrar em um tubo capilar em um fluxo concorrente (de Tezanos Pinto et al., 1997). A quebra de bolhas e a alta probabilidade de segregação são normais na operação do medidor de bolha UCT, o que leva este método a subestimar o tamanho de bolha.

2.3.3. Métodos baseados na análise de imagens

Dentre os métodos empregados para determinação do tamanho de bolhas, o mais direto e comum é o fotográfico com processamento e análise de imagens digitais, usado diretamente ou para calibração de métodos alternativos. Neste caso, o tamanho, a forma geométrica e até a velocidade da bolha pode ser precisamente determinada se uma imagem nítida for obtida. Para obtenção das imagens normalmente necessita-se de um arranjo experimental complicado. Além as dificuldades inerentes ao método destacam-se a restrição a vasos com paredes transparente, relativamente baixas concentrações de bolhas (normalmente as colunas apresentam elevado holdup) e não aplicável para medição de tamanho de bolha para polpas Dobby (1988).

2.3.3.1. A técnica da McGill University

O princípio de funcionamento desta técnica está baseado na amostragem de bolhas em um visor externo onde são fotografadas com uma câmera digital (Figura 2.11).

Um procedimento de análise de imagem automatizado é utilizado para medir as bolhas. O sistema compreende em um tubo conectado ao fundo do visor de bolhas. Como no método UCT, as bolhas ascendem por um tubo amostrador, em condições não-isocinéticas. O visor é manufaturado em plástico (PVC) com duas janelas de vidro. Para aumentar o contraste da imagem um difusor foi colocado na janela voltada para a fonte de luz. O visor possui um ângulo de 15° para compactar as bolhas e uma camada para diminuir a sobreposição e melhorar o foco.

Hernandez-Aguilar et al. (2003) realizaram estudos comparativos com os métodos UCT e McGill para bolhas de tamanho conhecido (determinado pelo método da bureta). As duas técnicas apresentaram uma boa correlação apesar dos procedimentos de amostragem e análise serem bastante diferentes. Em medidas de tamanho de bolha geradas por capilares (*single bubble regime*), o método UCT (conectado a um capilar com 0,5 mm ID) apresentou uma pequena tendência de superestimar (~ 1%) bolhas com diâmetro de 1,3 e 1,96 mm. Esta tendência foi atribuída em parte ao fato de que a forma real das bolhas no capilar não ser exatamente a de um cilindro perfeito devido aos seus extremos convexos e a espessura do filme líquido que envolve a bolha. Já para bolhas com diâmetro de 2,65 mm este erro passou para ≈ -5%, causado pela quebra das bolhas ao entrar no capilar. Randall et al. (1989) usaram um capilar com 1 mm ID para medir bolhas de 2,8 mm.

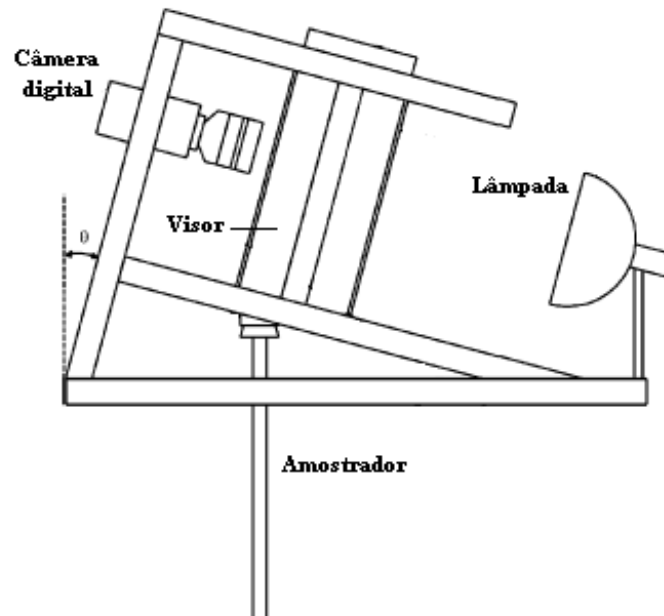


Figura 2.11. Analisador de bolhas *McGill University* (Hernandez-Aguilar et al., 2003).

Já a técnica McGill apresentou uma leve tendência de subestimar ($\approx -4\%$ para bolha com 1,3 mm) embora as informações sejam insuficientes para determinar se o erro é aleatório e independente do tamanho da bolha. Medidas comparativas em uma célula de flotação industrial revelaram que $Db^{UCT} > Db^{McGill}$ da ordem de 11%, mas a razão D_{32}/D_{10} foi a mesma.

Neste tipo de técnica, onde uma nuvem de bolhas ascendem em um tubo amostrador até um visor, onde são fotografadas, a distribuição do tamanho de bolha pode ser influenciada pelas bolhas pequenas. Bolhas pequenas apresentam uma baixa velocidade de ascensão comparado com bolhas maiores. Hernandez-Aguilar et al. (2004) concluíram que o tempo necessário para estabilização do sistemas com a técnica McGill foi de 45 s (após medidas aproximadamente 5000 bolhas), devido ao que as bolhas de tamanhos diferentes apresentam distintas velocidades, ou seja, as bolhas grandes alcançam primeiro o visor. Este pesquisador argumenta que o diâmetro médio continua diminuindo para tempos maiores (>2 min.), entretanto o procedimento deve ser interrompido devido ao acúmulo de partículas no visor.

2.3.3.2. A técnica HUT (*Helsinki University of Technology*)

Este método foi desenvolvido baseado no equipamento sugerido por Chen et al. (2001) e combina amostragem de bolhas em um visor externo onde são obtidas as imagens com uma câmera CCD (Figura 2.12). O equipamento descrito por Grau e Heiskanen (2002) e recentemente modificado (Grau e Heiskanen, 2003) consiste de um visor 20 x 20 cm e 5 cm de profundidade confeccionado em acrílico. Este visor (*viewing chamber*) é conectado a um

tubo amostrador de comprimento variável e com 5 cm de diâmetro, também confeccionado em acrílico. A outra extremidade do tubo é conectada a uma válvula pneumática. Uma segunda válvula, localizada na parte superior do visor, serve para retirada do ar acumulado e também para inserção de um fio de diâmetro conhecido que é utilizado como escala para calibração das medidas. A fonte de luz (500 W e posteriormente uma *LED backlight*), foi posicionada atrás do visor e como consequência somente a silhueta das bolhas são capturadas nas imagens. As imagens são capturadas, com resolução de 768 x 576 pixels, em intervalos de tempo regulares e são diretamente armazenadas, em formato tiff, em um computador. O campo de visão praticado foi de cerca de 26 x 35 mm. Esta alta magnificação adotada implica em baixa “profundidade focal”, o que facilita na identificação de estruturas sobrepostas, mas torna o método seletivo para bolhas de maior diâmetro, pois dificulta a visualização das bolhas menores (Fig. 2.13). Nos experimentos de Grau e Heiskanen (2002) a faixa de tamanho de bolha detectada variou de 0,2 a 7,8 mm.

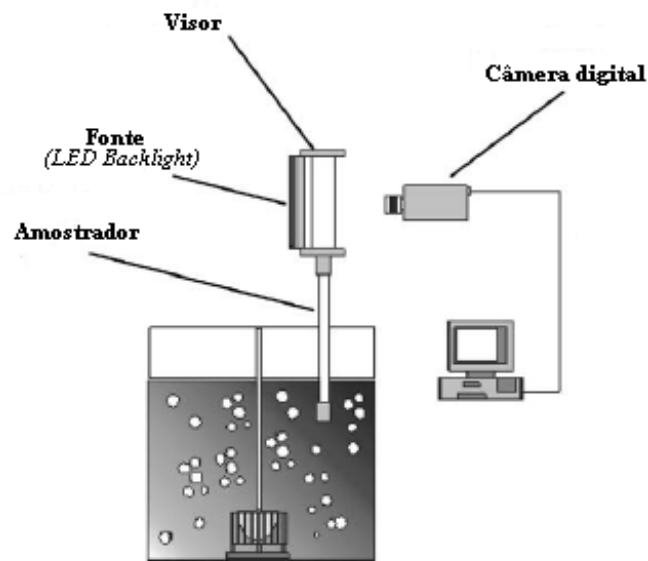


Figura 2.12. Representação esquemática do *HUT bubble size analyser* (Grau e Heiskanen, 2003).

Stearnes (2001) relatou em seus experimentos que uma das dificuldades encontradas no método fotográfico para avaliação da distribuição de tamanho de bolha é que bolhas menores do que 100 μm normalmente estão presentes nos experimentos de flotação convencional (macrobolhas), entretanto as dificuldades de capturar uma imagem nítida duma nuvem de bolhas dificulta uma determinação precisa de todos os tamanhos de bolhas presentes.

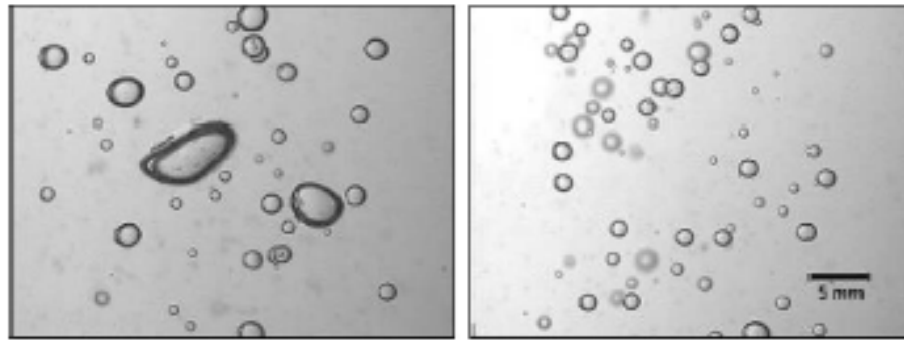


Figura 2.13. Imagens capturadas pelo *HUT bubble size analyser* (ambas imagens com mesma escala), segundo Grau e Heiskanen (2002).

Outra questão importante no método HUT refere-se a forma das bolhas. Bolhas ascendendo em meio líquido podem adotar basicamente duas formas na faixa de tamanho (diâmetro equivalente) entre 0,2 e 15 mm (Clift et al., 1978 – Cap.7). Até 1 mm as bolhas apresentam forma esférica e de 1 até 15 mm a forma adquirida é de um elipsóide cada vez mais achatado. A forma das bolhas devem ser aproximadas a esferas e elipsóides oblato (Raymond and Rosant, 2000), para o cálculo de um diâmetro médio equivalente.

3. EXPERIMENTAL

A parte experimental deste trabalho foi realizada no Laboratório de Tecnologia Mineral e Ambiental (LTM-DEMIN-UFRGS). O objetivo principal foi desenvolver uma nova técnica (análise de imagens) para avaliação a distribuição de tamanho de bolhas. Foram avaliados em detalhe a geração de bolhas geradas por injeção de mistura água-ar em *venturi* e bolhas geradas por despressurização de água saturada com ar (FAD), além da combinação destes dois métodos. Também foi estudado a distribuição de tamanho de bolhas geradas por outros métodos como: placa porosa, bomba centrífuga multifase Edur e FAI. A avaliação do tamanho de bolhas em todos os métodos, exceto o FAI, foi determinada em uma coluna de flotação. Como potencial aplicação desta técnica foram realizados estudos de flotação em coluna para avaliar a influência da distribuição de tamanho de bolha na recuperação de partículas finas. A seguir são descritos os materiais e métodos empregados na parte experimental deste trabalho.

3.1. DESCRIÇÃO DA TÉCNICA

Ao contrário da maioria das técnicas fotográficas até então propostas (Unno e Inoue, 1979; Ahmed e Jameson, 1985; Zhou et al., 1993; Rykaart e Haarhoff, 1995; Malysa et al., 1999; Chen et al., 2001; Grau e Heiskanen, 2002), onde as imagens (fotografias, imagens digitais ou vídeos) das bolhas em movimento foram obtidas com visores externos verticais, este método obteve as imagens das bolhas estabilizadas em um visor disposto na horizontal. Esta técnica apresenta características conjugadas das técnicas propostas por Anfruns (1976) e De Rijk (1994). De Rijk utilizou um visor (*Cuvette cell*) disposto na horizontal e Anfruns teve a habilidade de fotografar bolhas estabilizadas (uma de cada vez) sob uma lâmina de vidro.

3.1.1. Aquisição das imagens

O sistema utilizado na captura (amostrador) e visualização (visor) de bolhas foi projetado para evitar mudanças abruptas de direção do fluxo e turbulência no interior da coluna (Fig. 3.1). O amostrador constitui de um tubo de aço de 10 mm de diâmetro por 12 cm de comprimento, disposto a 45°, que se estende até o centro da coluna. O diâmetro do tubo amostrador foi dimensionado de acordo com a teoria de amostragem descrita por Gy (1979), que estabelece que o diâmetro do orifício amostrador deve ser pelo menos três vezes o tamanho da maior partícula para prever amostragem parcial. O visor, confeccionado em alumínio, era facilmente desmontado para limpeza (Apêndice II). A parte central da célula

constituía de duas paredes planas (placas de vidro) com uma área útil de 25 x 25 mm e com 3 mm de espaçamento entre as mesmas. As placas de vidro foram meticulosamente limpas antes de cada ensaio, primeiramente com detergente e após com solução concentrada de HCl.

Para obtenção das fotografias, um fluxo de no máximo 1 L/min (velocidade superficial igual a 21 cm/s) drenado pelo visor foi interrompido por uma válvula localizada na saída do mesmo, assim as bolhas permaneciam aprisionadas na célula, em contato com a placa de vidro superior. Logo após todas as bolhas tocarem a placa de vidro superior foi capturada a imagem. Desta forma conseguiu-se eliminar as principais dificuldades associadas à obtenção de imagens de uma nuvem de bolhas em movimento, como: foco das bolhas menores e sobreposição das bolhas (Rodrigues e Rubio, 2003).

A máxima área fotografada foi de 461,2 mm² (24,8 x 18,6 mm) e a mínima de 1,42 mm² (1,38 x 1,03 mm), ver aumentos no Apêndice III. De modo geral procurou-se manter uma razão de aproximadamente 20 vezes entre a maior dimensão da imagem e o diâmetro médio de bolha (Sauter). Antes da sessão de fotos foi fotografado um retículo de 1 mm (com divisões de 10 µm) ou as pontas de um paquímetro digital (precisão de 0,01 mm) com abertura de 2 e 5 mm, que foram utilizadas como referência para calibração espacial no software de análise das imagens.

As fotografias foram obtidas com o auxílio de uma máquina fotográfica digital (Cyber-Shot DSC-S75, SONY) acoplada a um stereomicroscópio (Zeiss Stemi SV 11) e uma placa de captura de vídeo Matrox Meteor II. As imagens de alta resolução foram salvas com 3,1 Megapixels (2048 x 1536 pixels), extensão TIFF e com 24 bits (colorida). O arquivo contendo as imagens, armazenadas no *memory stick* da máquina digital, foi transferido para o computador (Pentium 4 – 1,6Mhz) para o processamento e análise. As medidas de tamanho de bolhas foram realizadas através do software analisador de imagens Image Tool, versão 3.00, desenvolvido pela University of Texas Health Science Center in San Antonio - UTHSCSA (disponível para download na web). Entre 1000 e 5000 bolhas (5 a 25 fotos) foram analisadas para determinação da distribuição de tamanho.

A iluminação foi provida por meio de fibra ótica (iluminação fria) com uma fonte de 150 W (Schott KL 2500 LCD) ou uma fonte de 100 W (Moritex, MHF-D100LR) com uma placa de 60x60 mm de iluminação homogênea (*backlight*). A fonte luminosa foi posicionada no lado oposto da máquina fotográfica em relação à célula, ou seja, diretamente apontada para a objetiva, a uma distância de aproximadamente 15 cm. Esta técnica permitiu a visualização

das bolhas com alto contraste em relação ao *background*, pois a luz é totalmente refletida numa interface água-ar, quando o ângulo de incidência (φ) exceder $48,7^\circ$. Quando as bolhas são iluminadas lateralmente ocorre uma forte reflexão, tornando difícil a definição do contorno da bolha.

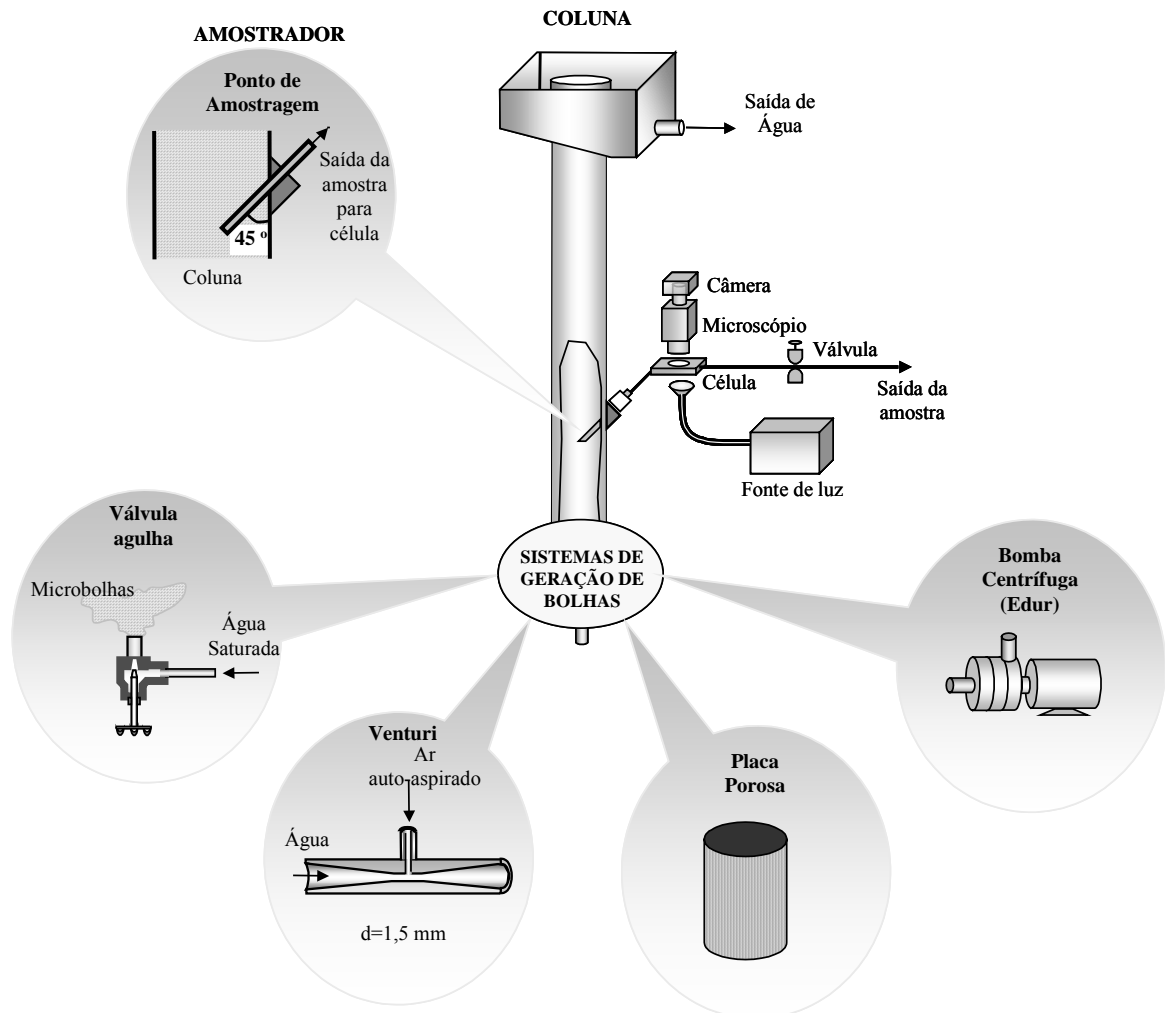


Figura 3.1. Detalhes do amostrador, visualizador de bolhas horizontal e dos sistemas de geração de bolhas.

3.1.2. Processamento das imagens

A Figura 3.2 apresenta as etapas de processamento realizadas para identificação e análise dos objetos. O processamento consistiu na conversão da imagem original (colorida com 24 bits) para tons de cinza (256 tons – 8 bits), limiarização, subtração (para preenchimento do interior das bolhas) e a segmentação (“watershed”).

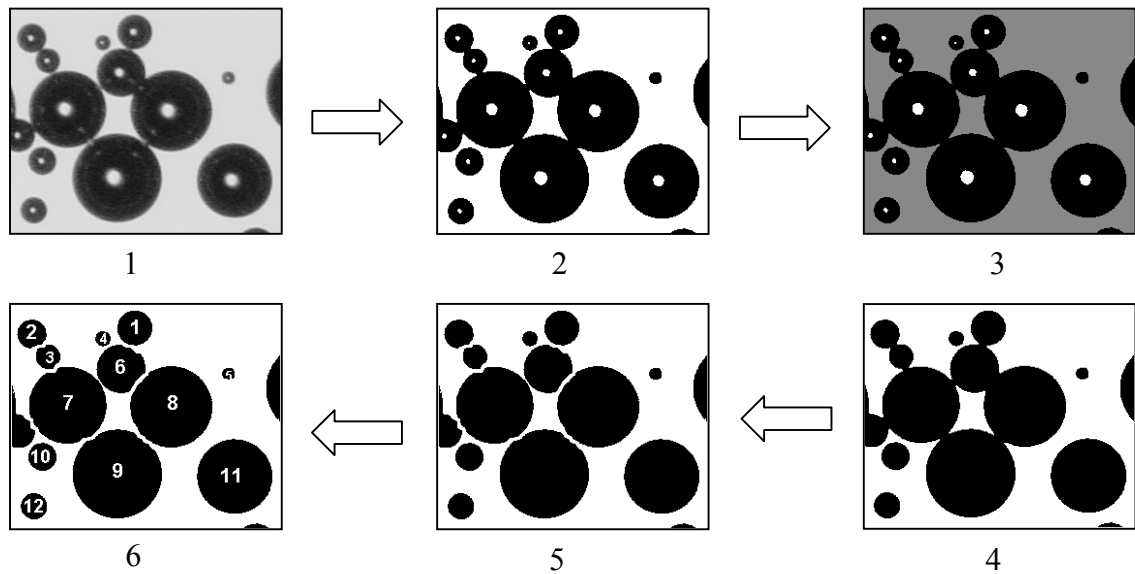


Figura 3.2 - Etapas de processamento realizadas. 1 - Conversão para tons de cinza (256 tons); 2 - Limiarização; 3 - Edição do fundo; 4 - Subtração das imagens 2 e 3; 5 - Segmentação (“watershed”); 6 - Identificação e análise dos objetos.

A seguir faz-se uma breve descrição das etapas de processamento.

Transformação de uma imagem colorida para monocromática (tons de cinza)

Existem duas razões principais para que seja conveniente a conversão de imagens coloridas em monocromáticas (tons de cinza). Primeiro alguns filtros podem processar somente imagens em tons de cinza, assim, se a imagem original for colorida, é necessário convertê-la. Segundo, as imagens coloridas ocupam muito espaço para armazenamento. A razão pela qual as imagens coloridas ocupam muito espaço é que cada uma das três componentes de cor, normalmente RGB, é armazenada para cada pixel.

Em uma imagem em tons de cinza cada pixel possui valor variável de 0 (preto) a 255 (branco). A transformação é baseada na equação:

$$\text{Ton de cinza} = 0,299*r + 0,587*g + 0,114*b \quad (\text{Eq. 11})$$

onde r,g,b são os valores de um pixel da imagem colorida (Russ, 1999).

Segmentação de objetos de uma imagem

A seleção dos objetos de uma imagem é um pré-requisito importante para a maioria dos tipos de análises. A segmentação de imagens em tons de cinza em regiões para o

reconhecimento dos objetos é provavelmente o principal problema na análise de imagens e uma das etapas mais utilizadas durante o processo de transformação de imagens em informação. A limiarização (*thresholding*) é o modo tradicional e consiste em definir uma faixa de valor de brilho (tom de cinza) na imagem original, de modo que os pixels desta faixa serão interpretados como sendo os objetos (*foreground*) e todos os outros pixels serão o fundo (*background*). Como resultado obtém-se uma imagem binária (branco e preto). O objetivo da binarização é separar os objetos do background de modo que possa ser realizado a análise como contagem e medidas.

Watershed Segmentation

Na maioria dos casos após a binarização de uma imagem em tons de cinza a imagem resultante não é satisfatória porque os objetos se sobrepõem ou se tocam e portanto não podem ser identificados separadamente. Na literatura existem uma série de algoritmos para separação de objetos em imagens binárias nas mais diversas aplicações. Eles são freqüentemente baseados no tamanho, forma e no tom de cinza (brilho) das partes sobrepostas. Um método de separação de tais objetos, preferencialmente convexo, de uma imagem é conhecido como *watershed segmentation*. O algoritmo se baseia no fato de que o processo de erosão (remoção de qualquer pixel que esteja em contato com outro pixel do background; levando a redução dos objetos) de imagem binária normalmente causa a separação dos objetos que se tocam antes de desaparecerem. O método clássico para realização desta separação é um método interativo. A imagem é repetidamente erodida, e a cada passo é designado o último ponto erodido de cada objeto (UEP) e salvo como uma imagem, ao longo de cada interação. O salvamento é necessário porque os objetos são normalmente de tamanhos diferentes e poderão não desaparecer com o mesmo número de interações. O processo continua até que todos os objetos da imagem sejam totalmente erodidos. Então, começando com a imagem final de UEPs, a imagem é dilatada, mas com uma condição lógica que nenhum novo pixel pode ser implementado ao objeto se este causa a conexão com outros objetos previamente separados ou se ele não existia na imagem original. Wang (1998) apresentou um novo algoritmo de segmentação automática baseado nas propriedades geométricas dos agregados (concavidades) que parece de grande importância para aplicação na área da flotação de partículas e minerais.

3.1.2. Análise das imagens

Após as etapas de processamento descritas acima, necessárias para o reconhecimento de cada bolha individualmente, os objetos da imagem foram caracterizados segundo o parâmetro diâmetro maior. Com este parâmetro foi determinado a distribuição de tamanho de bolha e o diâmetro médio.

O diâmetro médio de bolha adotado foi o diâmetro médio de Sauter, d_{32} , definido como diâmetro médio volume-superfície, calculado pela equação:

$$d_{32} = \frac{\sum n_i d_{bi}^3}{\sum n_i d_{bi}^2} \quad (\text{Eq. 12})$$

onde:

d_{bi} = diâmetro de bolha;

n_i = número de bolhas.

Esta é a representação mais utilizada e coerente de tamanho médio de bolhas obtidas a partir de várias técnicas. Também foi determinado o desvio padrão entre os diâmetros médios (Sauter) de cada imagem que serve como um indicador da reprodutibilidade da técnica.

Foi usado um critério de fator de forma (*compactness*), para análise das bolhas individuais em virtude de falhas inerentes aos procedimentos de aquisição e processamento das imagens (ver apêndice IV), definido como:

$$SF = \frac{\sqrt{\frac{4A}{\pi}}}{d_{m\acute{a}x}} \quad (\text{Eq. 13})$$

onde A e $d_{m\acute{a}x}$ são a área e o diâmetro maior do objeto (bolha), respectivamente. Com esta definição todos os objetos da imagem somente foram analisados caso o valor de SF fosse superior a 0,7.

O tamanho mínimo dos objetos detectados nas imagens foi fixado em 30 pixels, o que corresponde a um diâmetro de 6,3 vezes o tamanho de um pixel. O tamanho mínimo do objeto detectado é determinado pelo aumento praticado e variou entre 4,3 a 76,5 μm (apêndice V).

3.2. ENSAIOS DE DETERMINAÇÃO DA DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE BOLHAS

Foram realizados estudos com quatro sistemas de geração de bolhas em coluna (venturi, 2 sistemas de produção de microbolhas geradas por despressurização de água saturada com ar e placa porosa) e em célula convencional de bancada. A distribuição de tamanho de bolha e o diâmetro médio foram avaliados em função de parâmetros operacionais e da concentração dos surfactantes oleato de sódio ($C_{17}H_{33}NaO_2$) e do espumante comercial Dowfroth 250 - DF 250 (“polyglycol” - $CH_3(OC_3H_6)_4OH$ com $PM = 264,37$). As medidas de tensão superficial das soluções de surfactante foram realizadas com um tensiômetro Kruss (modelo 8451). Todos os experimentos foram realizados com água potável da rede de abastecimento e a temperatura ambiente ($25 - 30^\circ C$).

A Figura 3.3 apresenta o fluxograma empregado para determinação da distribuição de tamanho de bolhas geradas em coluna. A coluna, confeccionada em acrílico, possuía 200 cm de altura e 72 mm de diâmetro. As bolhas foram geradas na base da coluna e o ponto de amostragem para determinação do tamanho de bolha localizava-se a 80 cm acima do ponto de geração das bolhas, exceto para microbolhas geradas por despressurização de água saturada com ar em vaso saturador, que foram produzidas a 35 cm abaixo do ponto de amostragem.

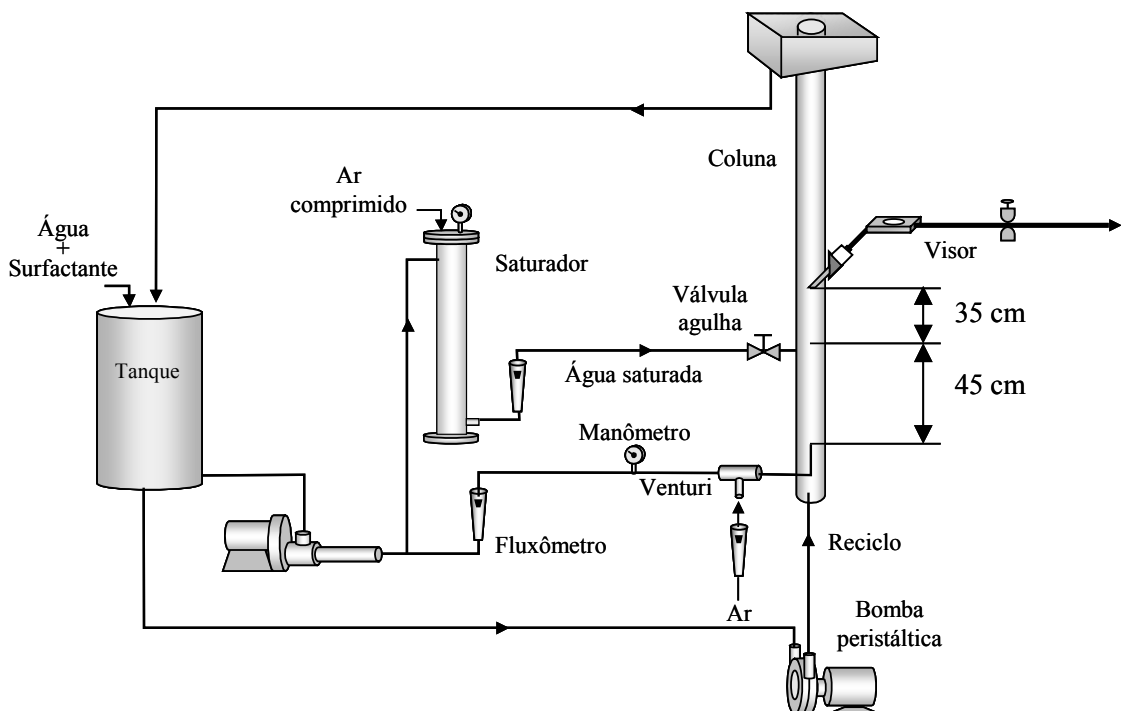


Figura 3.3. Fluxograma empregado na determinação da distribuição de tamanho de bolha em coluna (bolhas geradas por venturi e FAD).

3.2.1. Geração de microbolhas por despressurização de água saturada com ar

Neste sistema a água, ou solução de surfactante, provida de um tanque com volume útil de 45 L (300 mm de diâmetro) foi conduzida por uma bomba helicoidal até o vaso saturador tipo leito de percolação (70 cm de *Pall rings*), de 7 litros de capacidade (100 mm de diâmetro e 1200 mm de altura). A vazão de água no venturi foi variável de 0,8 a 2,4 L/min e foi controlada com um fluxômetro (CALQFLO - Blue White Ind. de escala 0,4 a 4 L/min.). No vaso saturador foi injetado ar comprimido e a pressão estudada foi variada de 196 a 588 kPa, controlada por um filtro-regulador (*Bell air*). Após a água ser saturada com ar foi injetada na parte inferior da coluna através de uma válvula agulha de 6,35 mm (1/4"). A vazão de água recirculada variou de 0 a 6 L/min.

3.2.2. Geração de bolhas por venturi

Para as bolhas geradas por *venturi* (confeccionado em aço inox e com 2,5 mm) a água foi previamente condicionada com espumante DF 250 para diminuição da tensão superficial líquido/ar, conduzida por uma bomba helicoidal e injetada na base da coluna através do venturi. As concentrações de DF 250 utilizadas foram 5, 10, 20 e 30 mg/L. A pressão e a vazão de ar injetado no venturi foram controladas por um manômetro digital (Druck, modelo DPI 705) e por um fluxômetro (Omel, 0,05 a 1 L/min), respectivamente. A vazão de líquido no venturi foi variável entre 0,8 e 2,4 L/min e a de ar entre 0,1 e 1 L/min. A água recirculada variou de 0 a 11,2 L/min e foi utilizada para diminuir a concentração de bolhas quando necessário (normalmente para vazão de ar a partir de 0,4 L/min).

3.2.3. Geração de bolhas em placa porosa

A geração de bolhas foi avaliada em um cilindro de aço inox poroso de 40 mm de diâmetro por 10 cm de altura, aclopado à base da coluna. Foi avaliado o efeito da concentração do tensoativo DF 250 (5 a 40 mg/L). A vazão de ar foi de 0,15 L/min e a de água recirculada igual a 0,2 L/min.

3.2.4. Geração de microbolhas com bomba centrífuga multifase (Edur)

Foi avaliado a produção de microbolhas através da saturação da água com ar por uma bomba *Edur* (bomba centrífuga multiestágios). A variável estudada foi a pressão de operação ("saturação") e foi variável de 196 a 784 kPa. Outras condições operacionais foram, vazão de

ar igual a 0,8 L/min, vazão de água saturada (com tensoativo DF 250 a 20 mg/L) igual a 6 L/min e vazão de água recirculada até 15 L/min.

3.2.5. Bolhas Geradas por Ar Induzido – FAI

A distribuição de tamanho de bolhas geradas por ar induzido- FAI foi avaliada em uma máquina de flotação Denver de laboratório, modelo LA 500, com uma célula de acrílico com 3 litros de capacidade, em função da concentração de espumante DF 250. O ponto de amostragem localizava-se centralizado a 7 cm do fundo da célula e a 5 cm do estator (Fig. 3.4). A velocidade de rotação foi fixa em 1000 rpm (diâmetro do estator = 98 mm e diâmetro do rotor = 71 mm) e a vazão de ar aspirado foi de 6 L/min. A vazão de água recirculada variou de 0 a 11,2 L/min.

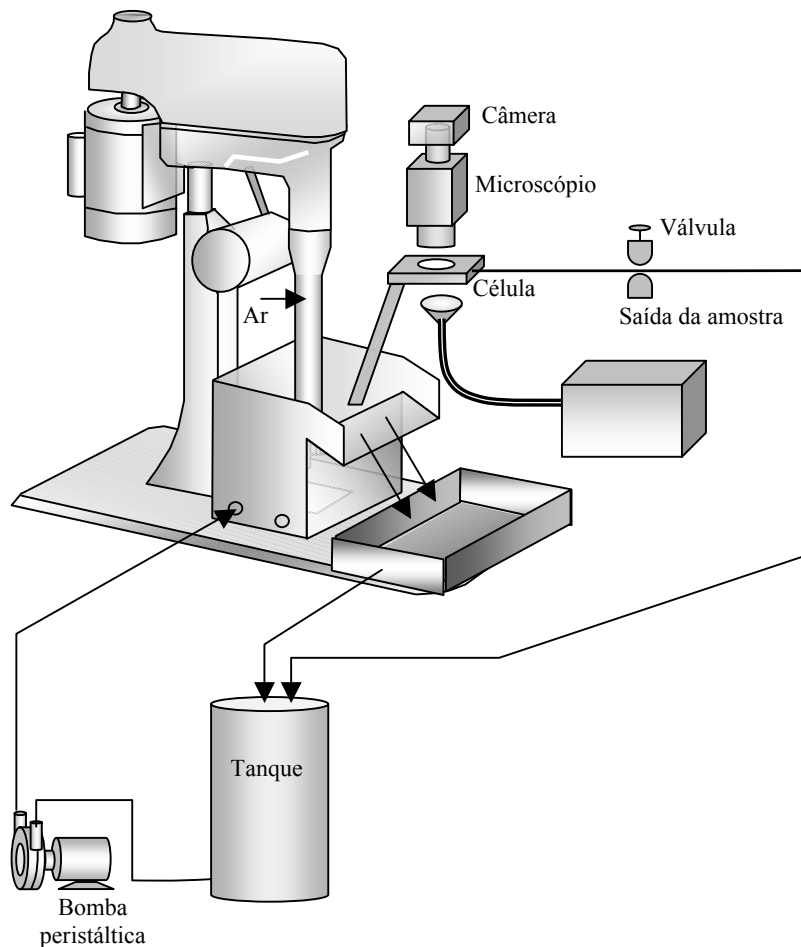


Figura 3.4. Montagem experimental para caracterização de bolhas por ar induzido.

3.3. ESTUDOS DE FLOTAÇÃO COM SISTEMA PARTICULADO

3.3.1. O Quartzo

O mineral utilizado para os estudos de flotação foi o quartzo - SiO₂ (cristal de rocha). Este material foi selecionado porque pode ser obtido facilmente, pelo seu elevado grau de pureza e porque existem coletores e métodos bem estabelecidos para tornar sua superfície hidrofóbica (Laskowski e Kitchener, 1969; Anfruns, 1976; Stearnes, 2001).

3.3.2. Cominuição e classificação

A cominuição do quartzo foi realizada através da britagem em moinho de rolos até 100% < 1 mm, seguida da moagem a seco, em um moinho de cerâmica, com corpos moedores do próprio cristal de rocha até 100% < 37 µm (400 mesh).

3.3.3. Limpeza do quartzo

Após a cominuição e classificação o material foi submetido a um tratamento químico de limpeza. A limpeza das partículas de quartzo fez-se necessária para remover a contaminação, principalmente por Ferro, resultante dos processos de britagem, moagem e classificação, assim como, qualquer impureza básica como traços de dureza da água da torneira usada na classificação. O quartzo foi lavado em solução concentrada (50% v/v) de ácido clorídrico (37 % P.A.). Este procedimento de limpeza continuou até que a solução ácida não alterasse sua coloração, indicando que a contaminação tenha sido removida da superfície do quartzo. Esta foi seguida por um enxágüe intenso com água (destilada e deionizada) até que o pH da água atingisse 6,0. Após a limpeza o material foi seco em estufa a 100 °C por 24 h. O quartzo foi finalmente homogeneizado, quarteado e acondicionado em amostras de 50g. De cada amostra foi retirado 1,5 g para determinação do tamanho de partícula e 3 amostras de 10g para ensaios de flotação em triplicata.

3.3.4. Determinação do tamanho de partícula

A análise de tamanho de partícula das amostras referente a alimentação e ao material flotado foi determinada através do equipamento Cilas (Compagnie Industrielle des Lasers). O tipo de distribuição adotado foi em volume passante.

3.3.5. Modificação superficial

Nos ensaios de flotação de finos de quartzo foi utilizado como coletor uma amina comercial, Flotigam EDA, fornecida pela Clariant S.A. Este coletor é utilizado industrialmente para flotação de quartzo e minérios de silicato com características ácidas. O Flotigam EDA é uma alquilamina (sal de amina graxa) neutralizada parcialmente com ácido acético ($[R - O - (CH_2)_3 - NH_3]^+ CH_3COO^-$).

3.3.6. Determinação do potencial zeta

O potencial zeta foi determinado usando o equipamento Zeta Plus (Brookhaven Instruments Corporation). Foi determinado o potencial zeta do quartzo em função do pH e da concentração de amina. O quartzo foi disperso numa solução salina com $10^{-3}M$ de KNO_3 com concentração de quartzo igual a 0,01% v/v e o pH ajustado com HNO_3 e KOH . O tamanho de partícula foi 100% menor que $37 \mu m$.

3.3.7. Ensaios de flotação

A Figura 3.5 apresenta o fluxograma empregado para os ensaios de flotação. Nos experimentos procurou-se minimizar ao máximo os efeitos de aglomeração, rompimento (*detachment*), competição e sobre-carregamento que ocorre na prática da flotação de minérios, favorecendo as condições de “flotação livre”, através das condições operacionais de preparação de polpas dilutas e de regime de borbulhamento.

A coluna de flotação, descrita no ítem 3.1., foi utilizada para os experimentos de flotação. Para cada experimento foi preparado 1,5 litros de uma polpa diluta de concentração igual a 6,7 g/L em uma célula cilíndrica (10 cm de diâmetro x 30 cm de altura). A agitação necessária para o condicionamento com o coletor (amina) foi provida por um agitador magnético (baixa rotação para não formar bolhas e conseqüentemente a flotação de material na célula de condicionamento). Esta baixa concentração da “polpa” foi adotada por três razões. A primeira está relacionada com o processo de captura, quando uma suspensão apresenta-se num estado diluído as condições de “flotação livre” prevalecem, e assim, a taxa de colisão partícula-bolha pode ser diretamente proporcional à concentração das mesmas. A segunda para que o tamanho das bolhas não se altere significativamente, bolhas muito carregadas a ponto de prejudicar a sua ascensão e por último, prevenir a agregação, a probabilidade de agregação é reduzida diminuindo-se a quantidade de partículas em suspensão.

A geração de bolhas foi realizada por venturi (o mesmo dos estudos de tamanho de bolha) e antes de cada ensaio de flotação foram realizadas medições de tamanho de bolha. O tamanho de bolha foi variado através da concentração de tensoativo DF 250. Conforme ilustrado na Figura 3.5 para geração de bolhas por venturi nos ensaios de flotação não foi empregado reciclo por três razões:

1. Não haver ação *scavenger*.
2. Não alterar a tensão superficial (maior controle no tamanho de bolha).
3. Para não danificar o venturi.

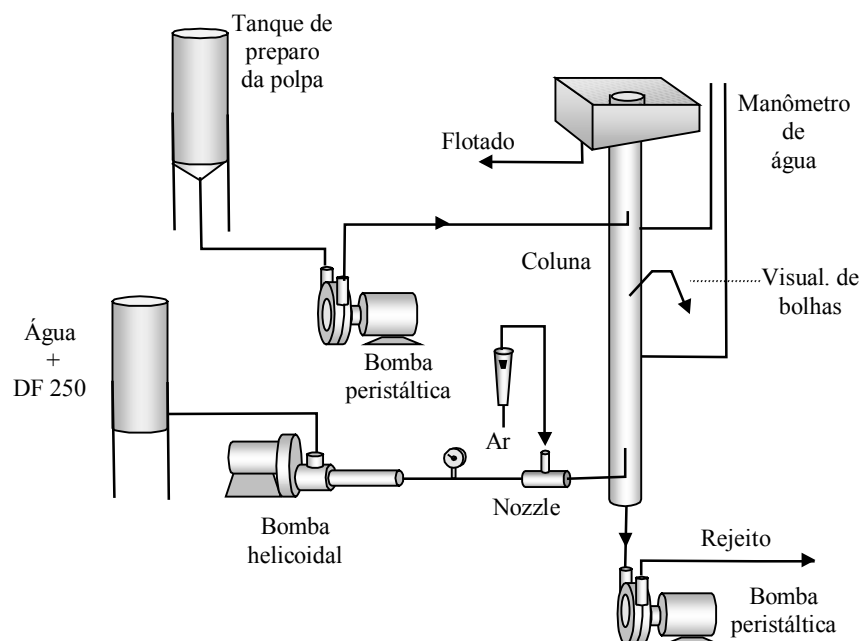


Figura 3.5. Fluxograma empregado nos estudos de flotação.

Os procedimentos para partida da coluna foram os seguintes:

1. Preparo de uma solução (45 L) de tensoativo DF 250 na concentração desejada (5 a 30 mg/L).
2. Preenchimento da coluna com solução de DF 250 (\cong 8 litros).
3. Preparação 1,5 L da polpa diluta de quartzo (6,7 g/L).
4. Posto em operação o sistema de geração de bolhas (*venturi*) e a bomba de rejeito (o nível da coluna foi mantido constante).

5. Condicionamento (5 min.) com reagente coletor (anima).
6. Alimentação da coluna (a 1/3 do topo) a uma vazão de 1,0 L/min (mais 0,2 L da solução de tensoativo foi utilizada para lavar o tanque de condicionamento).
7. Tempo total de flotação 4 minutos (incluindo o tempo de alimentação).

Todos os ensaios de flotação foram realizados a pH natural (6,5-7,0) e a temperatura ambiente (25-30 °C). Após o término da flotação, a amostra flotada foi coletada em um tanque para homogeneização de onde foi coletada uma alíquota (250 mL) para análise de tamanho de partícula. Após a análise de tamanho de partícula toda a amostra foi filtrada em papel filtro previamente pesado, secas em estufa a 100 °C e pesadas.

Para determinar o grau de arraste, foram realizados ensaios de flotação sem adição de coletor. Foram realizados três ensaios de flotação para cada condição e o desempenho da flotação foi avaliado em função da distribuição de tamanho de bolha e concentração de coletor.

As curvas de distribuição granulométrica ($V_{pi} = f(pi)$) obtidas da análise granulométrica, foram convertidas em curvas de massa x tamanho de partícula, $W_{pi} = f(pi)$, através da equação:

$$W_{pi} = V_{pi} \times W_{total} \quad (\text{Eq. 14})$$

onde W_{pi} e V_{pi} são a massa e o volume em percentual das partículas de tamanho p_i , respectivamente. W_{total} é a massa total das partículas em cada amostra. A recuperação em percentagem versus tamanho de partícula $\%R_{pi} = f(pi)$ foi calculada com a seguinte expressão:

$$R_{pi} (\%) = \frac{100 \times W_{pi}}{W_{total}} - R_{pi}^{arraste} (\%) \quad (\text{Eq. 15})$$

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 ASPECTOS RELEVANTES DA TÉCNICA LTM-BSizer

O erro global cometido nas medidas de distribuição de tamanho de bolha deve-se a dois fatores principais. O primeiro está relacionado a qualidade da imagem e é inerente aos procedimentos de aquisição e processamento das imagens empregados segundo a técnica. Este pode ser avaliado a partir do histograma de brilho (Fig. 4.1) que reflete a qualidade da imagem adquirida. O histograma de brilho de uma imagem é uma ferramenta muito útil para realização de ajustes e serve principalmente como parâmetro para operações de segmentação por limiarização. Este gráfico representa o número de pixels da imagem que possuem um determinado nível de brilho (tons de cinza para imagem monocromática). No caso das imagens monocromática com 8 bits utilizadas neste trabalho os tons de cinza são no total de 256 (ou seja, 2^8). O tom de cinza escolhido para limiarização foi o menor valor entre os dois picos referente as bolhas e ao *background*. A Figura 4.1 mostra que as imagens adquiridas segundo esta técnica apresentam um excelente contraste, pois os dois picos referentes aos objetos e ao *background* são bem definidos e separados. A Tabela IV mostra que o diâmetro médio de sauter (d_{32}) das imagens mostrou-se pouco dependente do nível de limiarização (*threshold*) selecionado, entretanto o número de bolhas (e conseqüentemente o diâmetro médio aritmético, $d_{\text{médio}}$) apresentou-se mais sensível, principalmente devido às bolhas menores (Figura 4.2).

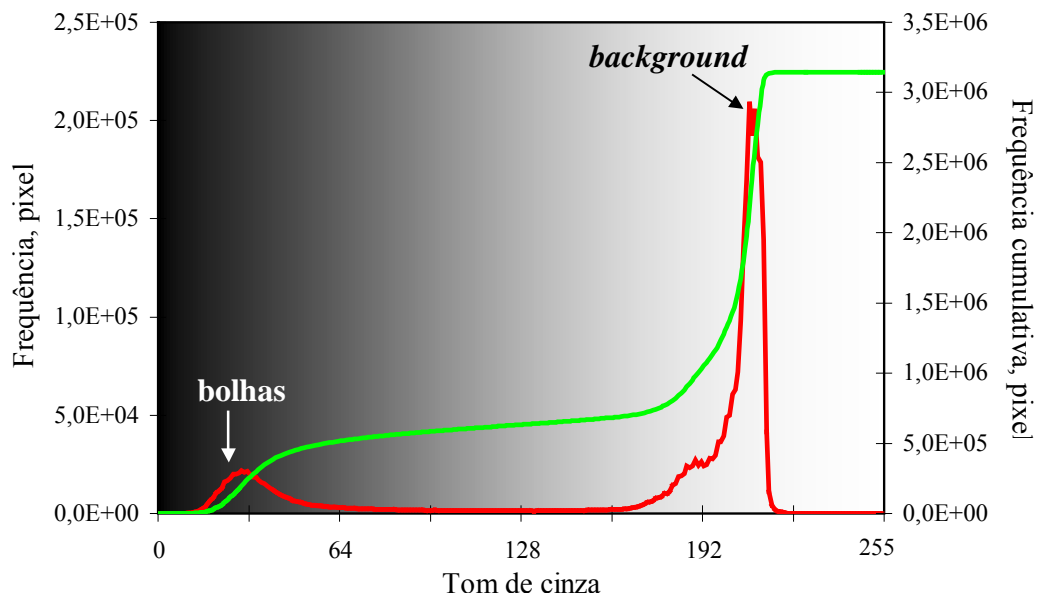


Figura 4.1. Típico histograma de uma imagem (da Fig. 4.2a), obtido segundo a técnica LTM-BSizer.

Tabela IV. Variação do diâmetro médio e do número de objetos de uma imagem (da Fig. 4.2) em função do nível de limiarização (*threshold*).

Nível de limiarização (tom de cinza)	d_{32} (μm)	$d_{\text{médio}}$ (μm)	Número de bolhas detectado
70	634	402	203
80	633	345	253
90	629	298	312
100	625	274	351
110	629	263	377
120	628	256	395
130	628	251	407

A Figura 4.2 também mostra que as imagens não apresentam objetos (bolhas) sobrepostas, como normalmente ocorrido com as técnicas que obtêm imagens de bolhas em movimento em visores verticais, entretanto, freqüentemente as bolhas tendem a formar *clusters*, necessitando a aplicação de algoritmos para segmentação. Outra vantagem significativa desta técnica é que todas as bolhas (principalmente as menores) apresentam-se no mesmo plano, melhorando muito o foco e conseqüentemente a sua identificação.

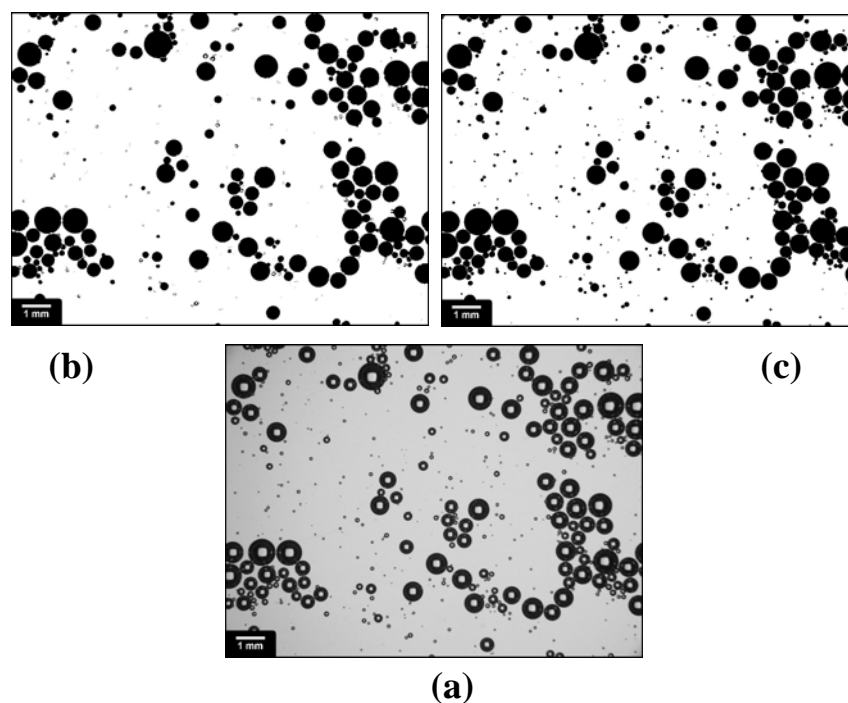


Figura 4.2. Típica imagem obtida com a técnica LTM-BSizer e dois níveis de limiarização. (a) imagem em tons de cinza – 8 bits; (b) nível de limiarização = 70; (c) nível de limiarização = 130.

A Figura 4.3 mostra que, para o caso de imagens de microbolhas, a variação de ± 20 tons de cinza na limiarização em torno do mínimo (140) pouco altera o diâmetro da bolha ($\pm 1 \mu\text{m}$).

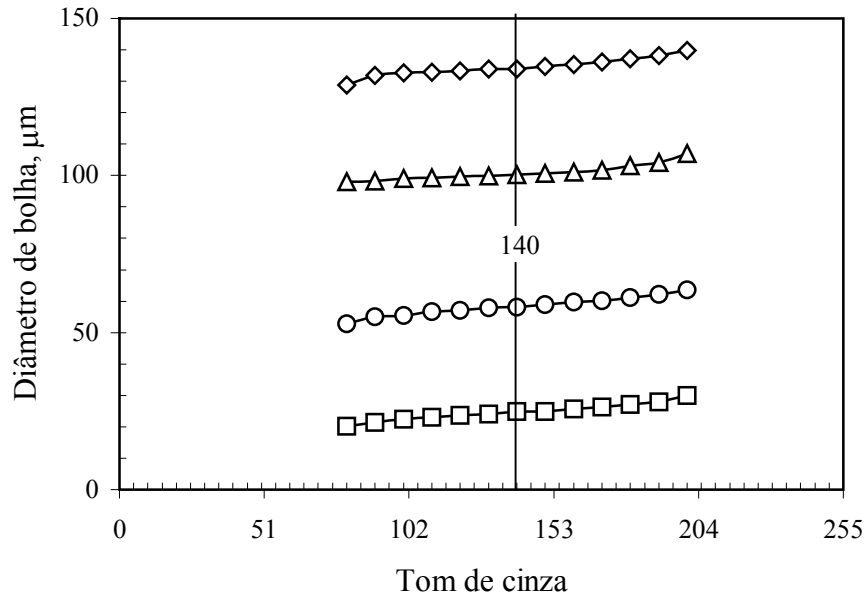


Figura 4.3. Variação do diâmetro de bolha em função do tom de cinza aplicado na limiarização (*threshold*).

A segunda fonte de erro está relacionado com a forma adquirida pela bolha ao repousar debaixo de uma superfície (lâmina de vidro). A partir deste fato dois aspectos devem, então, ser considerados. O primeiro é a divergência da forma esférica das bolhas devido à pressão hidrostática. Este erro foi avaliado através de imagens adquiridas lateralmente (Figs. 4.4 e 4.5) e é função do diâmetro da bolha. As Figura 4.6 e 4.7 mostram que para diâmetros de bolha até 1,5 mm o diâmetro real (diâmetro de uma esfera de volume equivalente ao da bolha deformada calculado segundo Teorema de Pappus – Apêndice VI) é praticamente igual ao medido pela técnica e também apresentou-se independente da concentração de DF 250 entre 5 e 30 mg/L. Para diâmetros superiores a aproximadamente 1,5 mm a bolha começa a apresentar uma deformação e com 3,6 mm o erro atinge 6,4%. O segundo aspecto é quando a bolha apresenta um ângulo de contato finito com a placa de vidro. A forma que a bolha adquire, normalmente é de uma esfera com sua porção superior cortada por um plano horizontal. Assim, o diâmetro medido pode ser maior do que o de uma bolha livre, considerando que ambos tem o mesmo volume. Este comportamento foi observado somente

quando o visor apresentava-se sujo, assim as bolhas aderiam fortemente ao vidro, aumentando abruptamente o diâmetro, ao invés de “deslizarem” sob a lâmina de vidro.

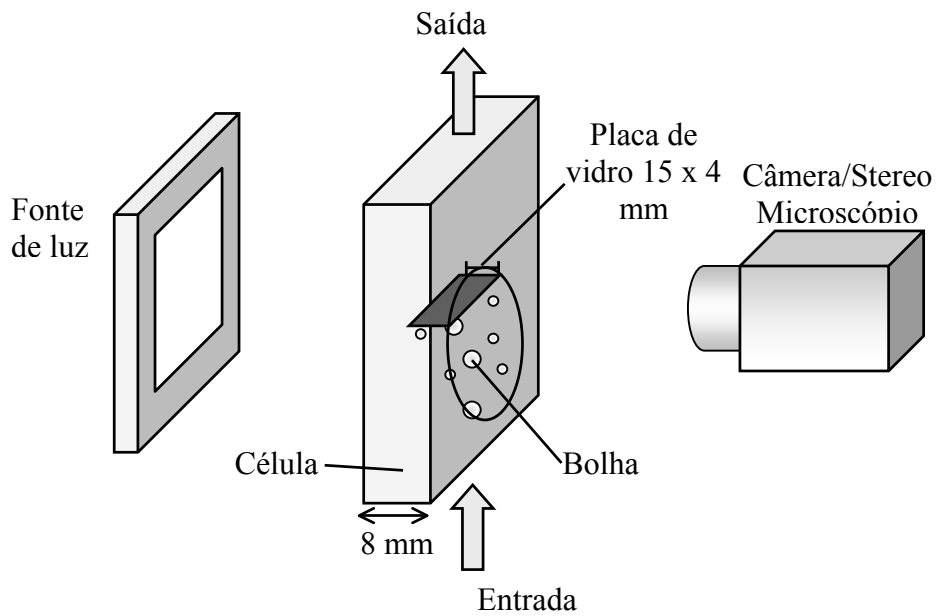


Figura 4.4. Procedimento utilizado para obtenção de imagens de bolhas lateralmente.

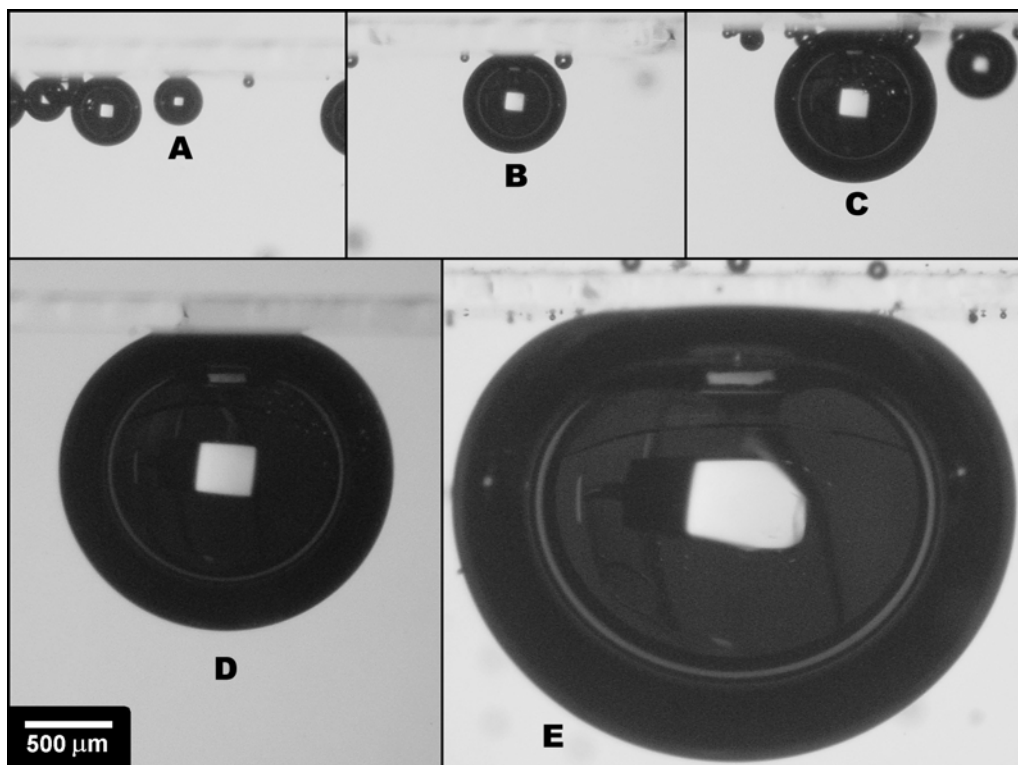


Figura 4.5. Forma adquirida por bolhas de diferentes diâmetros ao repousar debaixo da lâmina de vidro do visor (A=290 μm ; B=595 μm ; C=950 μm ; D=1,91 mm e E=3,24 mm).

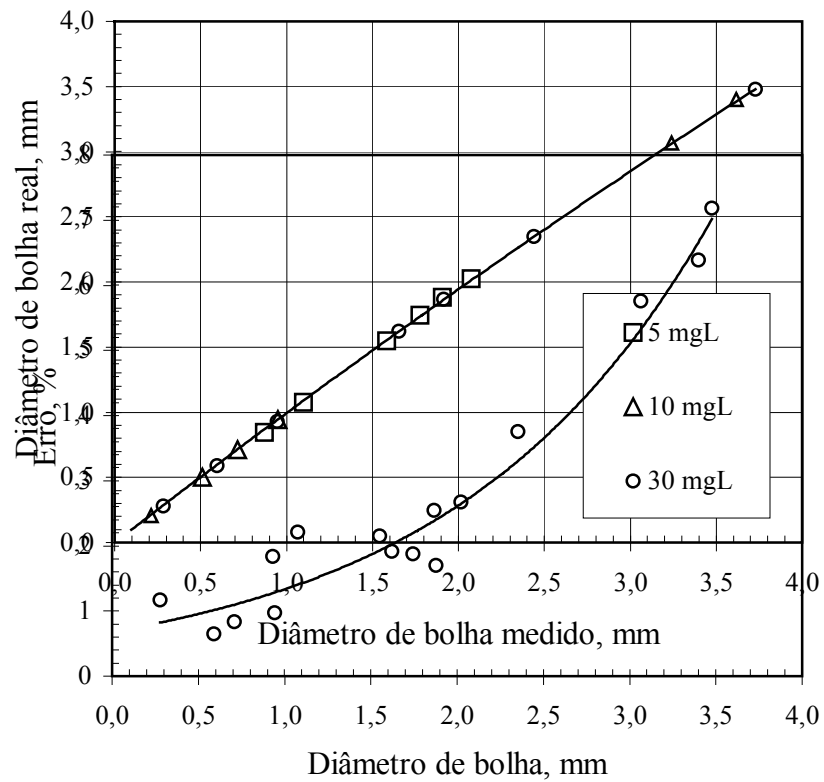


Figura 4.6. Comparação entre os diâmetros reais (diâmetro de uma esfera com volume igual ao da bolha deformada calculado segundo teorema de Pappus) e os diâmetros medidos (experimentalmente) para diferentes concentrações de DF 250.

Figura 4.7. Variação do erro em função do diâmetro de bolha.

4.2 APLICAÇÕES DA TÉCNICA LTM-Bsizer

4.2.1. Microbolhas geradas por ar dissolvido

4.2.1.1. Efeito da pressão de saturação

A Figura 4.8 apresenta a distribuição de tamanho de bolhas geradas por ar dissolvido para diferentes pressões de saturação. Os resultados mostraram que o diâmetro médio de bolha permanece constante entre 33 e 38 μm para faixa de pressão estudada (196 a 588 kPa), com todas as bolhas menores do que aproximadamente 120 μm . A Figura 4.9 mostra também que o diâmetro médio de Sauter (d_{32}) das microbolhas geradas com soluções aquosas de oleato de sódio ($\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{NaO}_2$) não foi alterado significativamente, embora a tensão interfacial das soluções aquosas diminua consideravelmente (Tabela V). Nestes ensaios a vazão de água saturada (Q_{SAT}) foi de 1,2 L/min e a de água recirculada (Q_{REC}) igual a 6 L/min (razão $Q_{\text{SAT}} / Q_{\text{REC}} = 20\%$). Nesta condição a velocidade superficial de líquido foi de 2,95 cm/s e o tempo de retenção do líquido até o amostrador foi de aproximadamente 12 s.

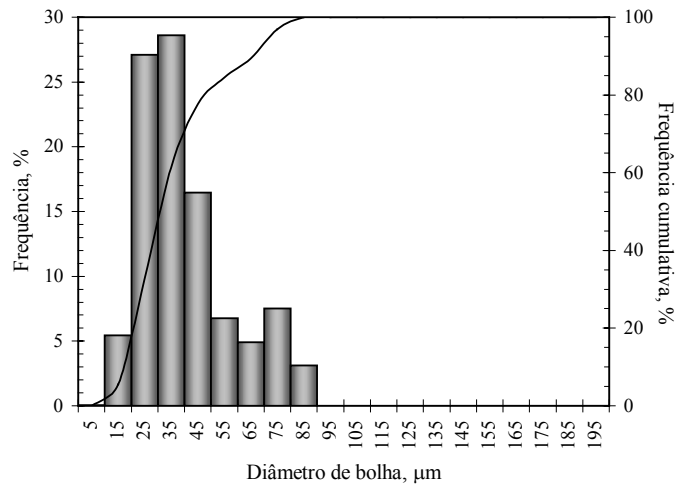
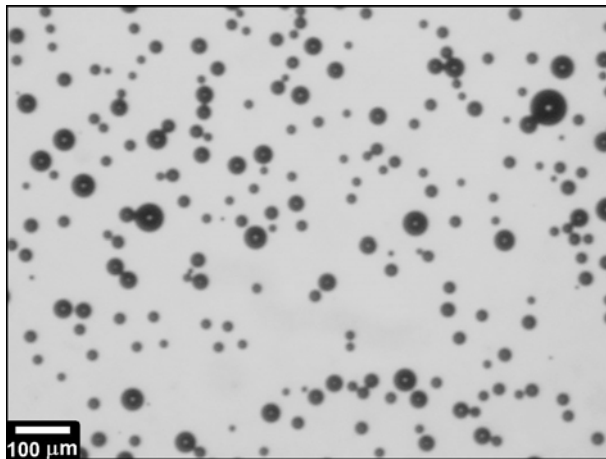
Tabela V. Efeito da concentração do surfactante oleato de sódio na tensão superficial de soluções aquosas.

Concentração de oleato de sódio (mg/L)	Tensão Superficial (mN/m)
0	72,6
10	38,7
20	38,5
30	37,2

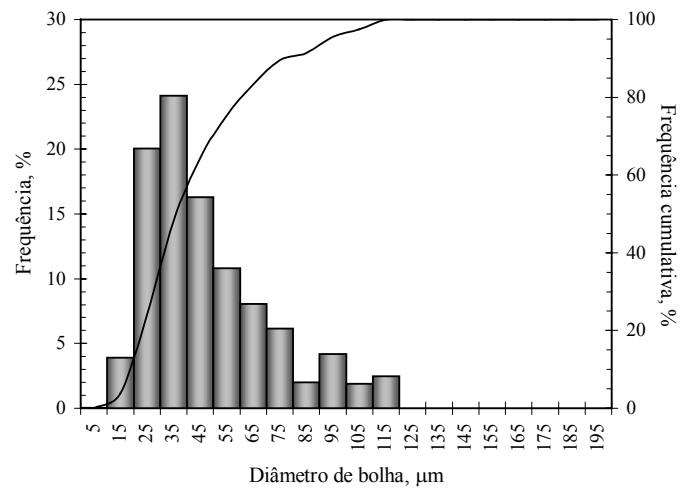
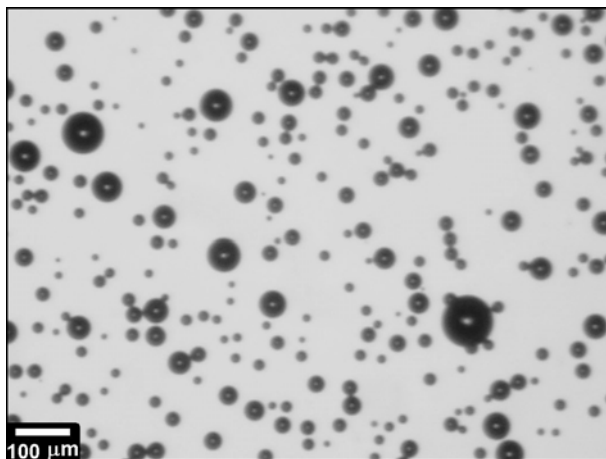
De Rijk et al (1994) encontraram que o tamanho de bolha diminuiu com o aumento da pressão de saturação de 3,5 bar (350 kPa) para 6,2 bar (620 kPa), mas nenhuma explicação teórica plausível foi feita. É aceito que, aumentando a pressão de saturação, está sendo dissolvido mais ar e, por conseguinte, mais alto será o número de bolhas.

Estes resultados são diferentes de valores como 40 a 70 μm de diâmetro médio encontrado para sistemas de FAD em vários trabalhos (de Rijk et al, 1994; Rykaart e Haarhoff, 1995). As diferenças podem ser explicadas, pelas seguintes razões:

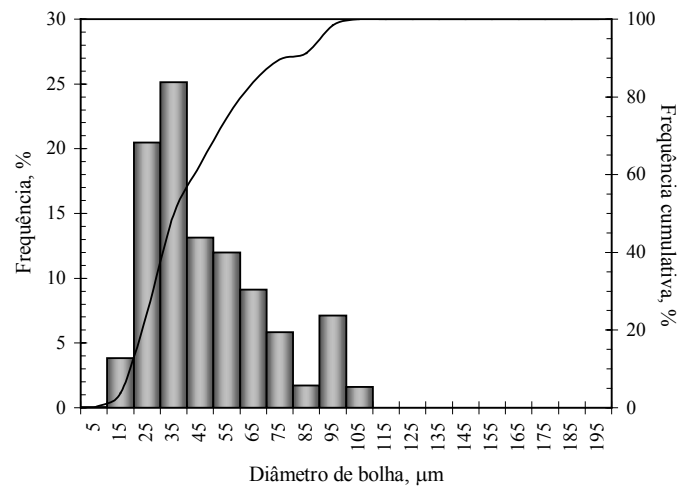
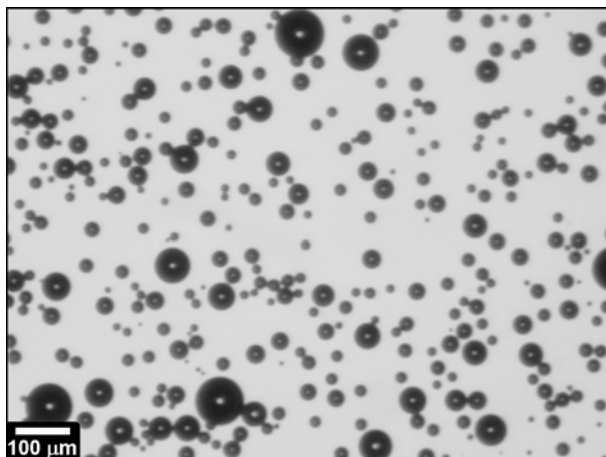
1. Coalescência de bolhas enquanto em movimento e durante o transporte para o sensor.



A. Pressão de saturação = 294 kPa (3 kgf/cm²).

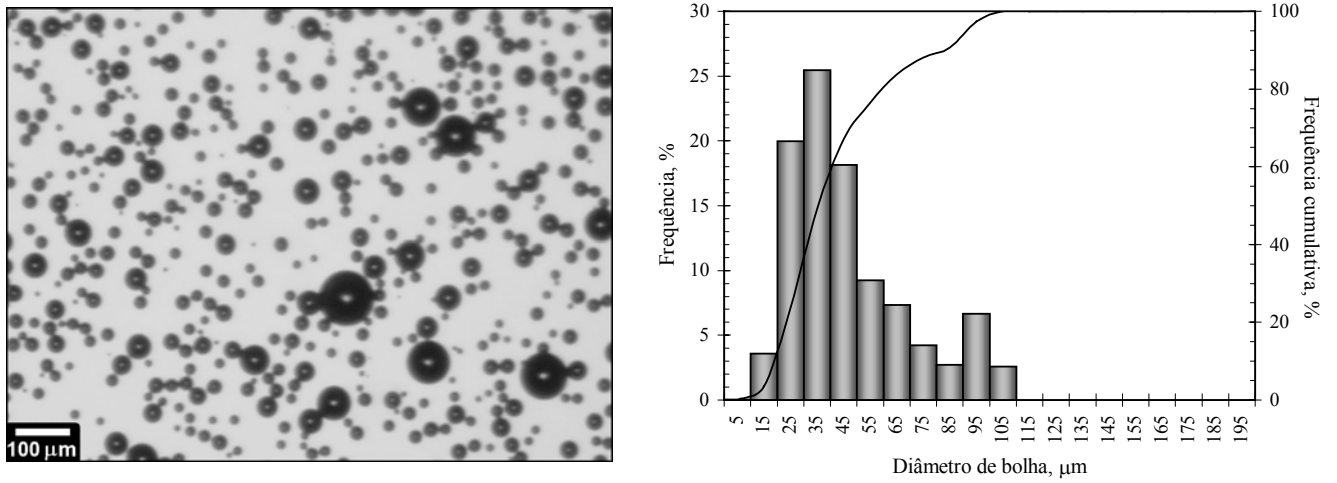


B. Pressão de saturação = 392 kPa (4 kgf/cm²).



C. Pressão de saturação = 490 kPa (5 kgf/cm²).

Figura 4.8. Efeito da pressão de saturação na distribuição de tamanho de bolha geradas por ar dissolvido e exemplos de imagens analisadas.



D. Pressão de saturação = 588 kPa (6 kgf/cm²).

Figura 4.8 (continuação). Efeito da pressão de saturação na distribuição de tamanho de bolha geradas por ar dissolvido e exemplos de imagens analisadas.

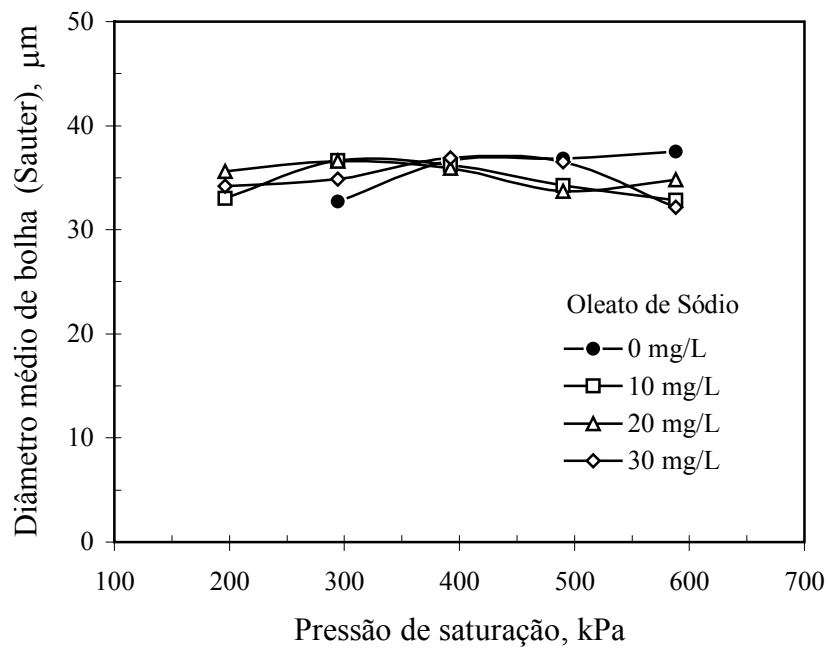


Figura 4.9. Efeito da pressão de saturação no diâmetro médio de bolha gerada por ar dissolvido para diferentes concentrações de Oleato de Sódio.

2. Sobreposição de bolhas dentro do sensor. Esta é uma falta inerente do instrumento.
3. Tipos diferentes de “nozzles” normalmente causam problemas, como liberação do ar e coalescência.

Entretanto, foi observado claramente, conforme apresentado nas Figuras 4.10 e 4.11, que a quantidade de bolhas aumenta (Tabela VI) quando a concentração de oleato de sódio aumenta até 30 mg/L, provavelmente devido a diminuição da tensão superficial.

Estudos do crescimento e nucleação de bolhas, reportados por Takahashi et al (1979), mostraram que a energia mínima, ΔF , a ser transferida para fase líquida para formar bolhas pelo fenômeno da cavitação (surgida da turbulência do líquido) é dada pela equação 5:

$$\Delta F = \frac{\frac{16}{3} \pi \gamma^3}{(P_o - P_a)^3} \quad (\text{joules})$$

onde:

γ = Tensão interfacial ar/água (mN/m);

P_a = Pressão Atmosférica (atm);

P_o = Pressão de Saturação (atm).

Esta equação mostra que a energia a ser transferida para formar as microbolhas será menor quando a tensão interfacial ar/líquido for menor e a diferença de pressão da fase líquida maior com respeito à tensão atmosférica.

Segundo Féris (1999), a otimização no estágio de geração de bolhas diminuindo a tensão superficial com o uso de um surfactante (coletor) no saturador, torna viável a FAD (com alta eficiência) a baixas pressões (cerca de 2 atmosferas).

Entretanto, foi mostrado fotograficamente, por Wu, (1969), que a adição de substâncias orgânicas produz cavidades menores e em maior quantidade, devido a estabilização da cavidade pela adsorção de um filme orgânico na superfície da bolha, que previne o colapso e coalescência. Este ponto é importante para flotação: adicionando espumantes pode ter o mesmo efeito, isto é, proteger as cavidades formadas do colapso imediato (Zhou, 1994).

Tabela VI. Variação do número de microbolhas em função da concentração do tensoativo oleato de sódio.

Concentração de oleato de sódio (mg/L)	0	10	20	30
Média de bolhas detectada por imagem ($P_{sat} = 196$ kPa)	12	24	47	91
Média de bolhas detectada por imagem ($P_{sat} = 294$ kPa)	78	59	89	150

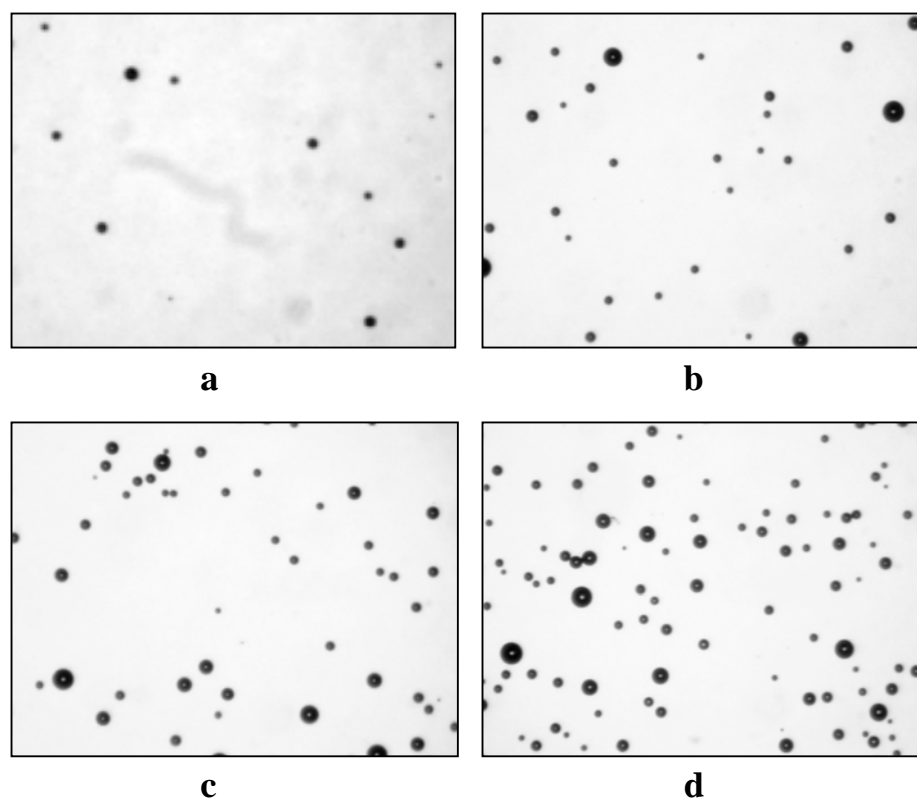


Figura 4.10. Variação do número de microbolhas em função da concentração de Oleato de Sódio, $P_{SAT} = 196$ kPa. (a) sem Oleato de Sódio; (b) 10mg/L; (c) 20 mg/L; (d) 30 mg/L.

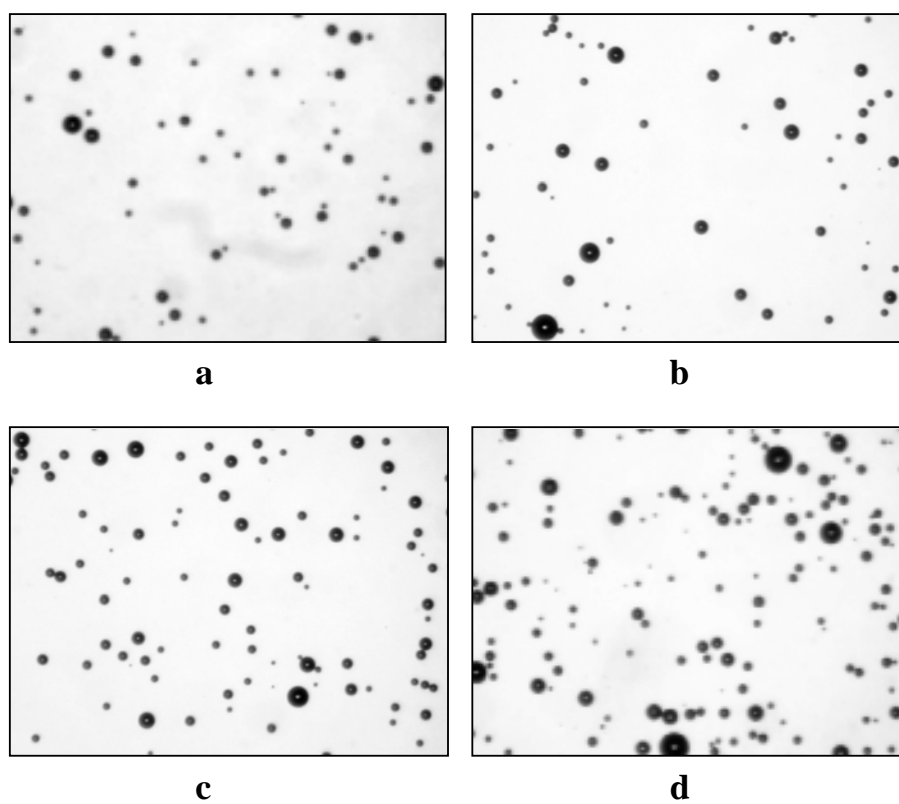
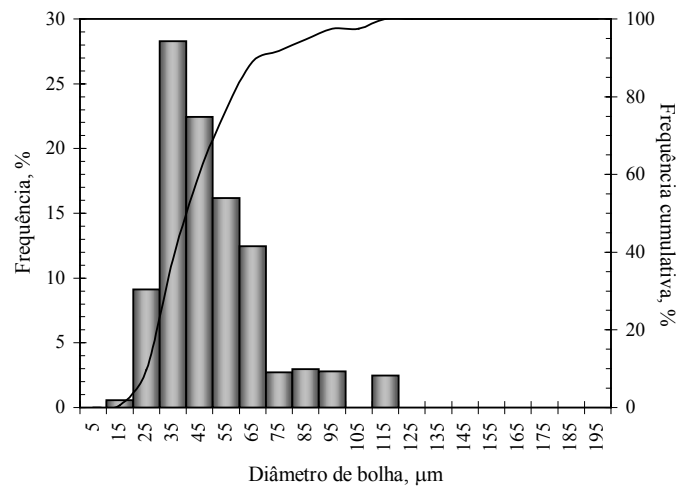
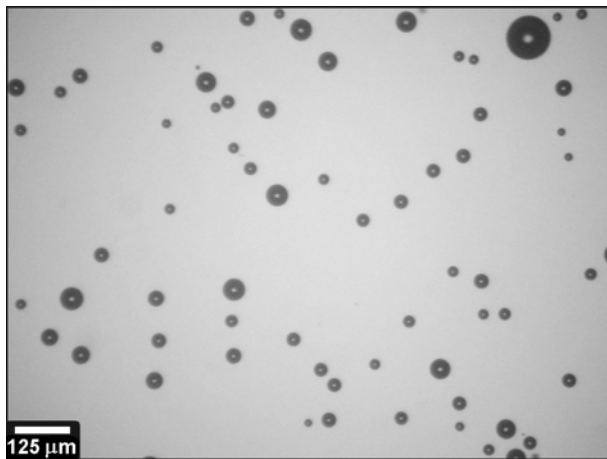


Figura 4.11. Variação do número de microbolhas em função da concentração de Oleato de Sódio, $P_{SAT} = 294$ kPa. (a) sem Oleato de Sódio; (b) 10mg/L; (c) 20 mg/L; (d) 30 mg/L.

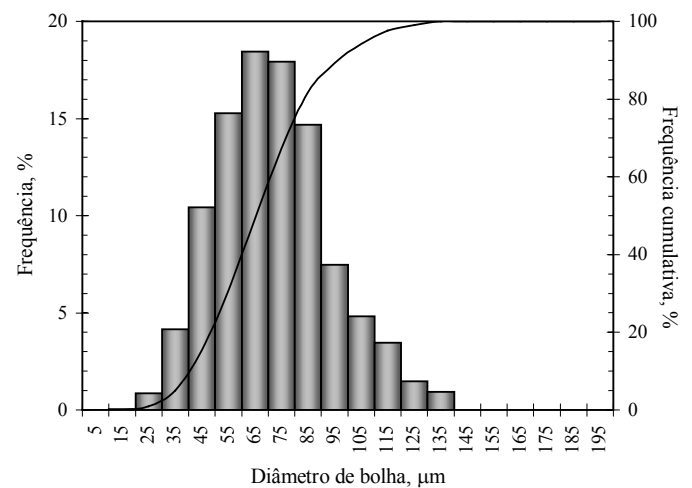
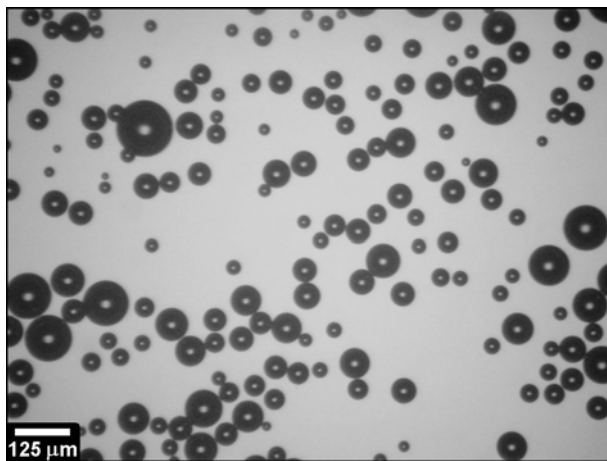
4.2.1.2. Efeito da razão de reciclo

A Figura 4.12 mostra a variação da distribuição de tamanho de bolha provocado pela variação da razão Q_{SAT} / Q_{REC} . A razão Q_{SAT} / Q_{REC} foi variada mantendo-se a vazão de água saturada constante em 0,8 L/min e variando-se a vazão de água recirculada de 0 a 8 L/min. Conforme mostrado na Figura 4.13, o tamanho médio das microbolhas variou consideravelmente em função da razão Q_{SAT} / Q_{REC} . O diâmetro médio aumentou de 33 para 43 μm quando a razão Q_{SAT} / Q_{REC} passou de 10% para 25%, para pressão de 392 kPa, e aumentou de 43 para 81 μm quando a razão Q_{SAT} / Q_{REC} passou 25% para 75%. Foi observado também que a variação no diâmetro médio é menos relevante para diferentes pressões, com mesma razão Q_{SAT} / Q_{REC} . Este aumento do diâmetro médio deve-se provavelmente a coalescência das bolhas favorecida para maiores tempos de retenção.

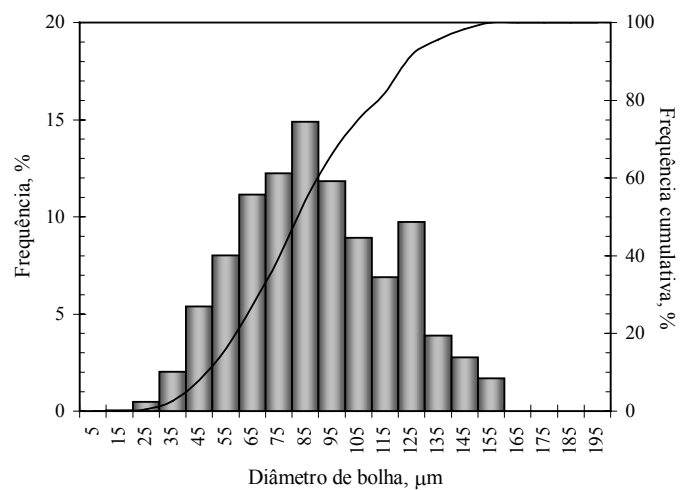
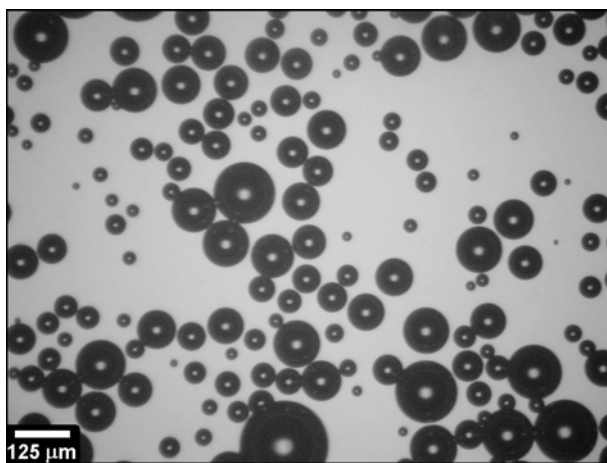
Também foi observado de modo geral que as bolhas de diâmetros menores, abaixo de 20 μm são “dissolvidas”, ao passo que as bolhas de tamanho intermediário crescem vagarosamente. Segundo Zhou et al (1994), tem sido diretamente observado que bolhas de ar menores de 1 μm e até 13,5 μm de diâmetro podem ser estabilizadas em água do mar, água destilada e no sangue. Estes pesquisadores relatam, entretanto, que é difícil imaginar como estes núcleos de gás podem sobreviver e tornarem estáveis na água. Devido à tensão superficial, a pressão de uma bolha de gás de raio r é maior do que a pressão do líquido circundante. De acordo com a lei de Henry, a solubilidade de um gás em um líquido é proporcional a pressão do gás. Assim, para uma bolha pequena, o gás aprisionado pode rapidamente dissolver-se até o raio diminuir a zero. Basicamente, a taxa de crescimento ou colapso de uma bolha em um líquido pode ser controlada pelo menos por três mecanismos: força mecânica, transferência de calor e difusão de massa, com de modo geral o último como fator dominante. Fox and Herzfeld (1954) postularam que a estabilização de bolhas finas é causada por um filme de “impurezas” orgânicas que envolve a bolha. Este filme deve fornecer integridade estrutural para bolha e inibir a difusão do gás. Este modelo se baseia que o núcleo de cavitação consiste de uma fase gasosa, coberta por um filme de moléculas de surfactantes que são pequenas suficientes para permanecer em solução e fortes suficientes para resistir ao colapso e a força de compressão mecânica fornecido pela elasticidade do filme de moléculas de surfactantes.



A. Pressão de saturação = 196 kPa, $Q_{SAT} = 0,8$ L/min, razão $Q_{SAT} / Q_{REC} = 25\%$, $t = 21$ s.



B. Pressão de saturação = 196 kPa, $Q_{SAT} = 0,8$ L/min, razão $Q_{SAT} / Q_{REC} = 75\%$, $t = 46$ s.



C. Pressão de saturação = 196 kPa, $Q_{SAT} = 0,8$ L/min, $Q_{REC} = 0$ L/min, $t = 107$ s.

Figura 4.12. Efeito da razão de reciclo (Q_{SAT} / Q_{REC}) na distribuição de tamanho de bolha geradas por ar dissolvido ($P_{SAT} = 196$ kPa, $Q_{SAT} = 0,8$ L/min) e exemplos de imagens analisadas.

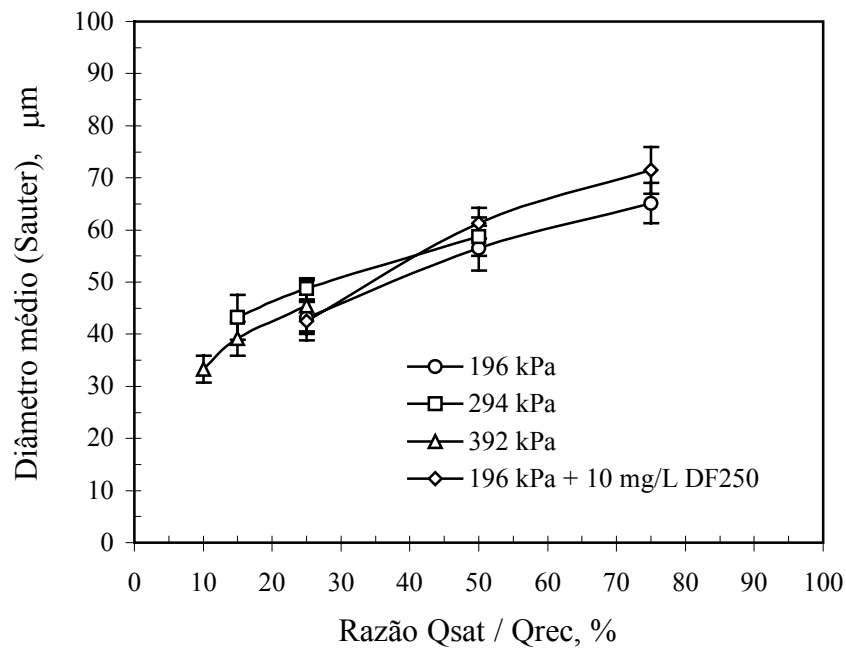


Figura 4.13. Efeito da razão de reciclo (Q_{SAT} / Q_{REC}) no diâmetro médio de bolha gerada por ar dissolvido para diferentes pressões de saturação.

Foram realizadas estimativas do volume de ar liberado a partir da distribuição de tamanho de bolha. Entretanto, quando comparado os volumes calculados com os valores teóricos, os valores obtidos foram muito menores. Esta diferença pode ser explicada pela diluição da concentração de bolhas na coluna causado pela ascensão das bolhas até a superfície. Isto faz com que seja desconhecido de que modo os volumes de ar medidos relacionam-se com o real volume de ar.

4.2.2. Bolhas geradas por venturi

Foi estudado o efeito da concentração de tensoativo DF 250, velocidade superficial de líquido (U_L) e razão de injeção ar-líquido (Q_R) na distribuição de tamanho de bolha.

4.2.2.1. Efeito da concentração de tensoativo DF 250

A Tabela VII mostra o efeito da concentração de surfactante DF250 na tensão superficial da água. A tensão superficial da solução de surfactante diminui de modo gradual até a concentração de 20 mg/L e mais rapidamente para 30 mg/L.

Tabela VII. Efeito da concentração do surfactante DF 250 na tensão superficial de soluções aquosas.

Concentração de DF 250 (mg/L)	Tensão Superficial (mN/m)
0	72,6
5	71,0
10	70,0
20	68,2
30	61,3

Como mostrado nas Figuras 4.14, 4.15 e 4.16 a adição de DF 250, em concentrações de 5 a 20 mg/L, ocasionam uma redução significativa na distribuição de tamanho de bolha, não refletindo com mesma intensidade na tensão interfacial ar-água. Na ausência do tensoativo foram formadas bolhas grandes ($\gg 3$ mm) enquanto que para concentrações de 5 mg/L, e até 20 mg/L, o tamanho de bolha diminuiu substancialmente. Estes resultados parecem estar em contraste com a convicção comum de que a diminuição do tamanho de bolha produzido pelo aumento da concentração de tensoativo deva-se a diminuição significativa da tensão superficial (Aldrich e Feng, 2000). Também a diminuição significativa da tensão superficial quando a concentração de DF250 passa de 20 para 30 mg/L pouco reflete na distribuição de tamanho de bolha.

Segundo Laskowski et al. (2003), a concentração de coalescência crítica (CCC) para este espumante é de cerca de 8,7 ppm. Em outro trabalho publicado, Cho and Laskowski (2002b) concluíram que a coalescência das bolhas em um sistema dinâmico pode ser prevenida trabalhando-se a uma concentração de espumante acima do ponto de CCC.

Segundo Eastoe e Dalton (2000), a tensão superficial de equilíbrio (γ_{eq}) de uma solução de surfactante não é alcançada instantaneamente. Por exemplo, quando uma nova interface é formada, primeiramente ocorre a difusão das moléculas de surfactante do seio da solução até a interface, e então adsorvem, também alcançando a orientação correta. Assim, uma interface recém formada possui a tensão superficial (γ) muito próxima a do solvente. Com o tempo γ decai ao valor de equilíbrio (γ_{eq}) podendo este período de tempo variar de milsegundos a dias, dependendo do tipo de surfactante e concentração.

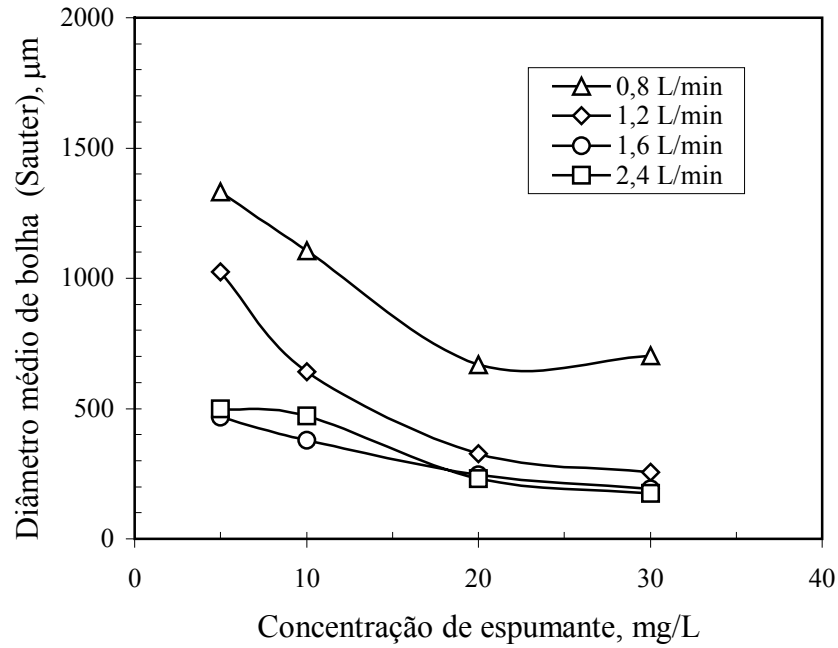


Figura 4.14. Variação do diâmetro médio de bolha geradas por *venturi* em função da concentração de DF 250, para diferentes vazões de líquido (Q_L), ($Q_{Ar} = 0,2$ L/min).

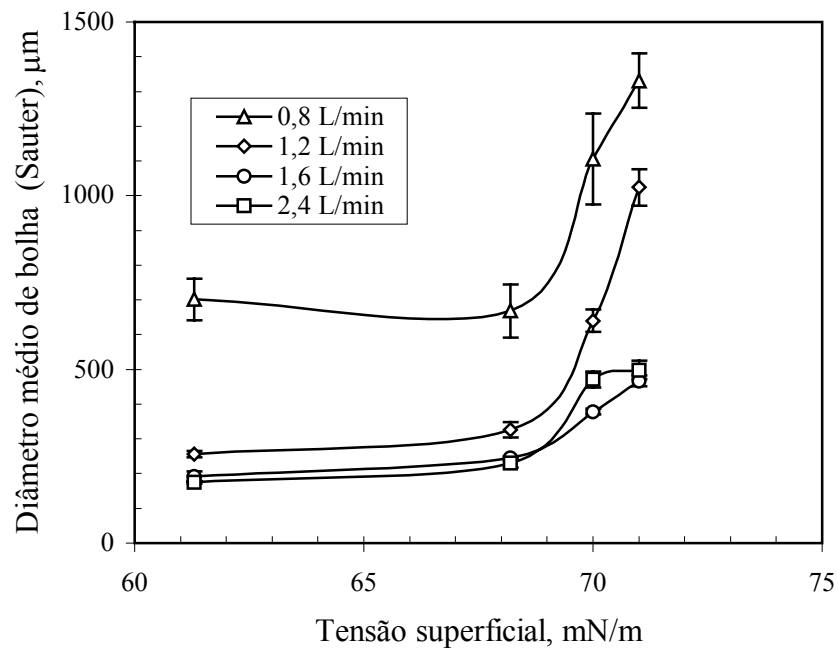


Figura 4.15. Variação do diâmetro médio de bolha geradas por *venturi* em função da tensão superficial, para diferentes vazões de líquido (Q_L), ($Q_{Ar} = 0,2$ L/min).

Cho e Laskowski (2002a, b) estudaram o efeito de espumantes no tamanho de bolhas, em “spargers”, e verificaram que o tamanho de bolhas depende fortemente da concentração de espumante quando são utilizados *spargers* multi-perfurados (ou quando medido em uma célula de flotação). A baixas concentrações de tensoativo, abaixo da “concentração de

coalescência crítica, CCC”, o tamanho de bolha é muito grande, indicando a coalescência como principal mecanismo. Assim, a coalescência pode ser prevenida com concentrações de espumantes que excedem esta CCC. Resultados similares foram constatados por Sweet al et., 1997, que já indicaram que há uma fraca correlação entre tamanho de bolha e a tensão superficial.

Resultados similares foram encontrados nos experimentos realizados por Unno e Inoue (1979). Segundo estes pesquisadores o tamanho médio de bolha diminui acentuadamente quando a tensão diminui de 72 para 68 mN/m e a partir daí até 42 mN/m pouco se reflete no diâmetro médio de bolha.

4.2.2.2. Efeito da razão ar-líquido (Q_R)

A razão ar-líquido (Q_R) é um parâmetro importante nos sistemas que empregam a injeção de misturas bifásicas para geração de dispersões gás-líquido e é definido como:

$$Q_R = \frac{Q_{Ar}}{Q_{Ar} + Q_L} \times 100(\%) \quad (\text{Eq. 16})$$

onde:

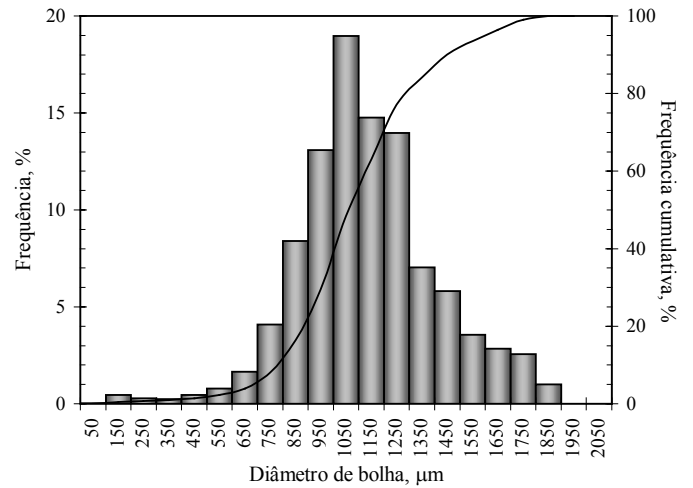
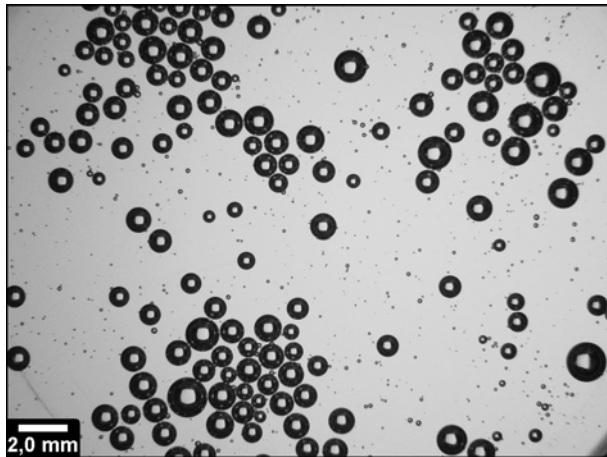
Q_{Ar} = vazão de ar;

Q_L = vazão de líquido.

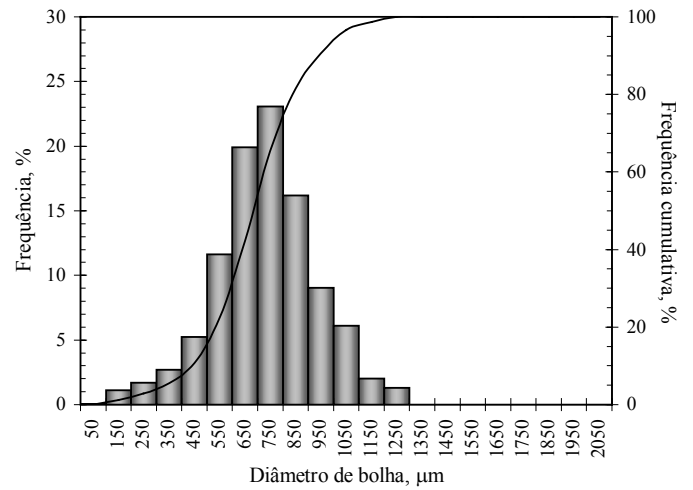
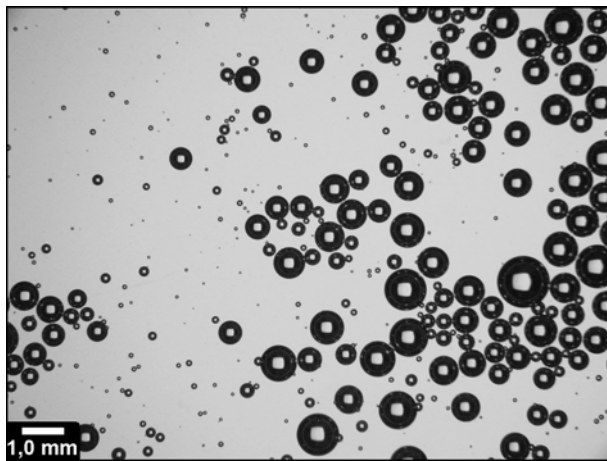
A Figura 4.17 e 4.18 apresentam o comportamento do diâmetro médio e da distribuição de tamanho de bolha em função de Q_R (mantendo-se U_L constante). Foi observado que ocorre um aumento no diâmetro médio de bolha quando Q_R aumenta.

O efeito do aumento do tamanho médio de bolha provocado pelo aumento da vazão de gás também foi verificado por Varley (1995) em bolhas geradas por um sistema composto por um venturi seguido de um nozzle. Grau e Heiskanen (2003) também encontraram o mesmo comportamento em célula de flotação convencional.

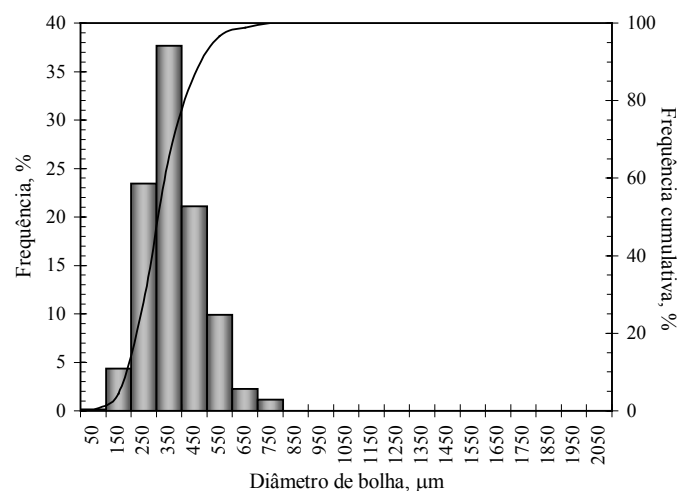
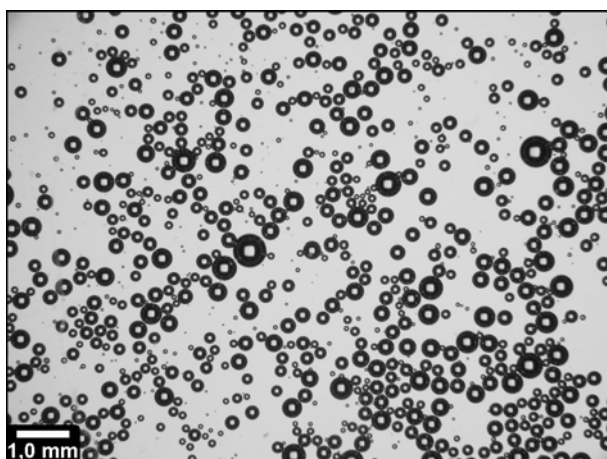
Segundo Varley (1995), o aumento no tamanho médio de bolha é atribuído ao aumento do *holdup* local e conseqüentemente a maior probabilidade de colisão e coalescência entre as bolhas. Assim, conforme mostrado na Figura 4.17, um aumento de Q_R (mantendo U_L constante) torna a distribuição de tamanho de bolha mais ampla.



A. Concentração de DF 250 = 5 mg/L ($\gamma = 71,0$ mN/m; $d_{32} = 1025$ μm).

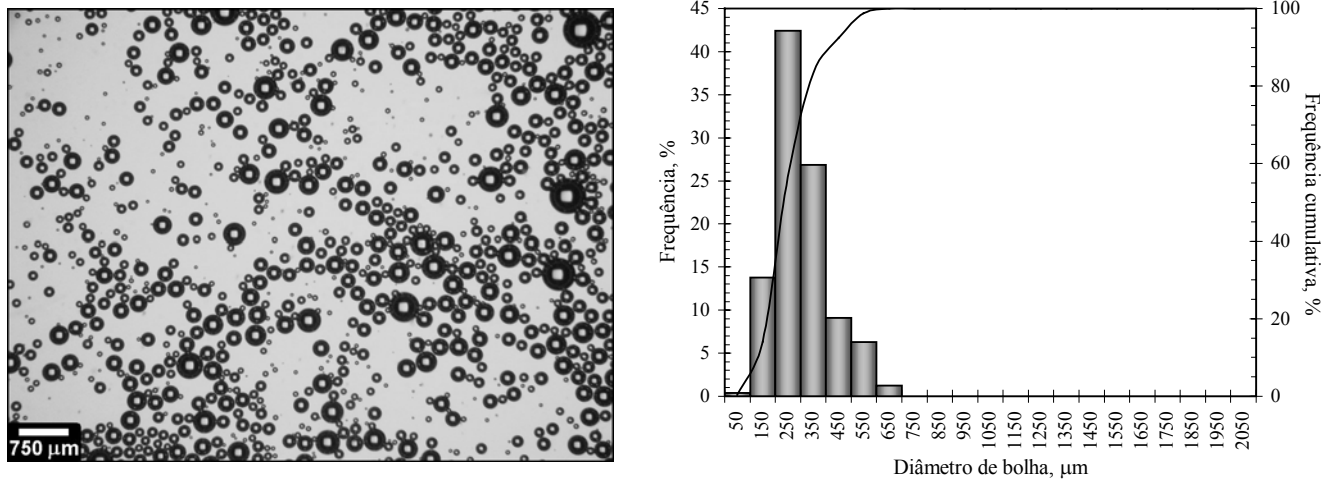


B. Concentração de DF 250 = 10 mg/L ($\gamma = 70,0$ mN/m; $d_{32} = 640$ μm).



C. Concentração de DF 250 = 20 mg/L ($\gamma = 68,2$ mN/m; $d_{32} = 327$ μm).

Figura 4.16. Efeito da concentração de tensoativo DF 250 na distribuição de tamanho de bolhas geradas por venturi ($Q_{Ar} = 0,2$ L/min, $Q_L = 1,2$ L/min, $Q_R = 14,3$ %)



D. Concentração de DF 250 = 30 mg/L ($\gamma = 61,3$ mN/m; $d_{32} = 256$ μm).

Figura 4.16 (continuação). Efeito da concentração de tensoativo DF 250 na distribuição de tamanho de bolha geradas por venturi ($Q_{Ar} = 0,2$ L/min, $Q_L = 1,2$ L/min, $Q_R = 14,3$ %) e exemplos de imagens analisadas.

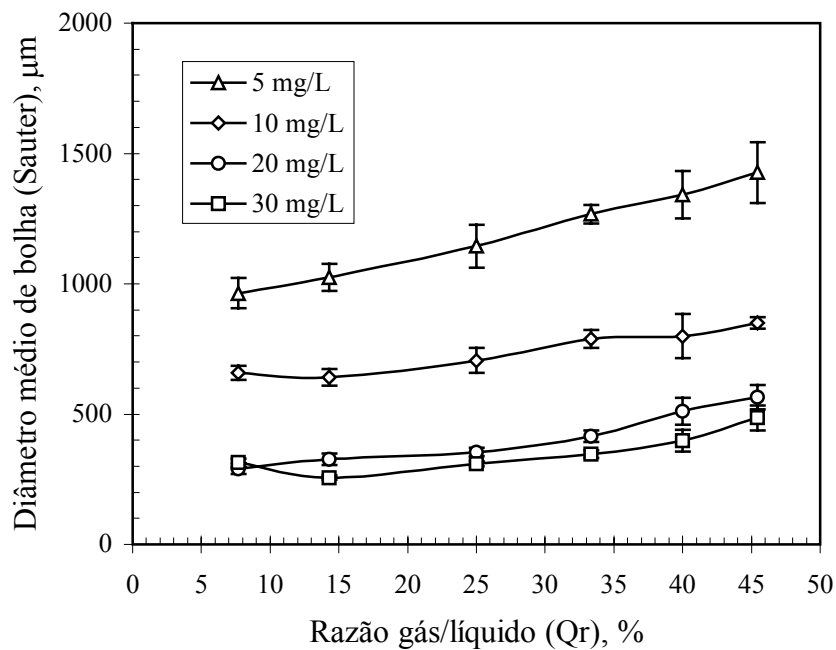
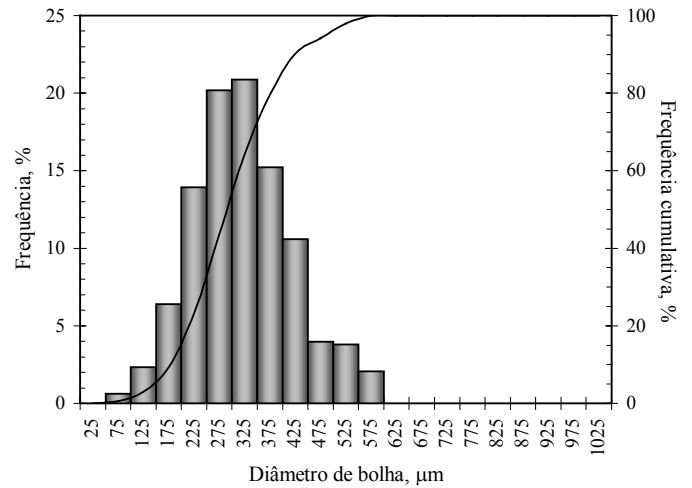
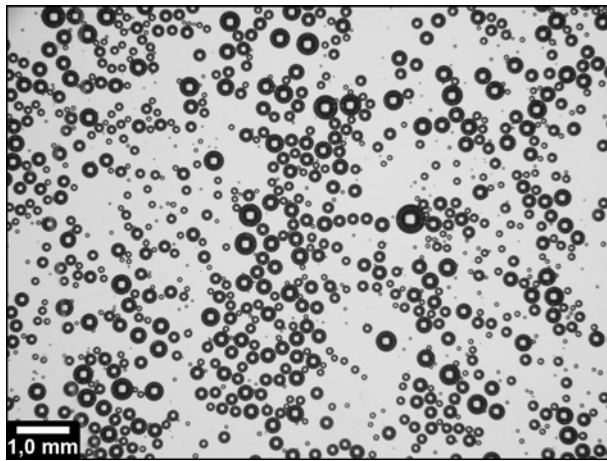
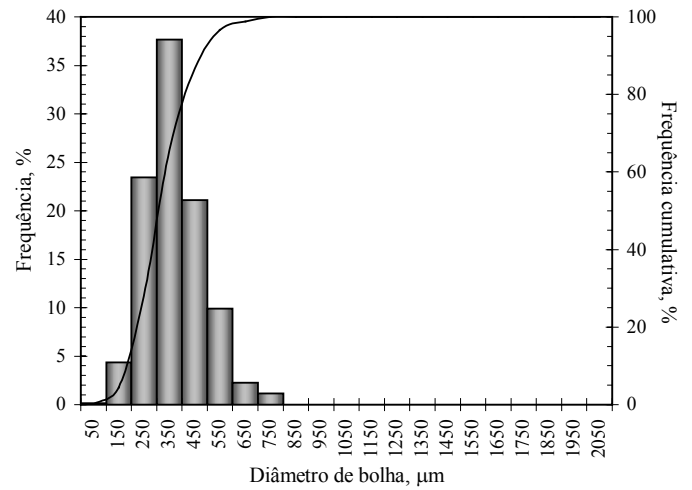
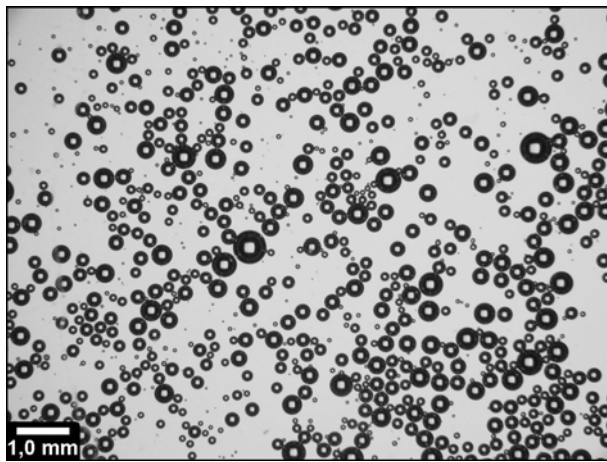


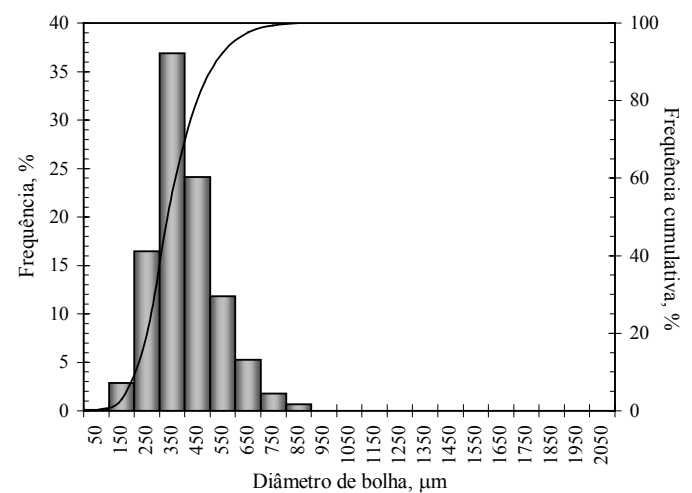
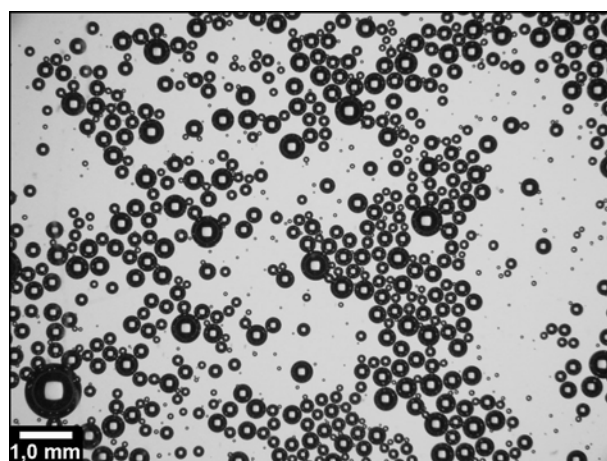
Figura 4.17. Variação do diâmetro médio de bolha em função da razão gás/líquido (Q_r) para diferentes concentrações de DF 250 ($Q_L = 1,2$ L/min, $U_L = 11,3$ m/s).



A. $Q_{Ar} = 0,1 \text{ L/min}$, $Q_R = 7,7 \%$, $d_{32} = 290 \mu\text{m}$.

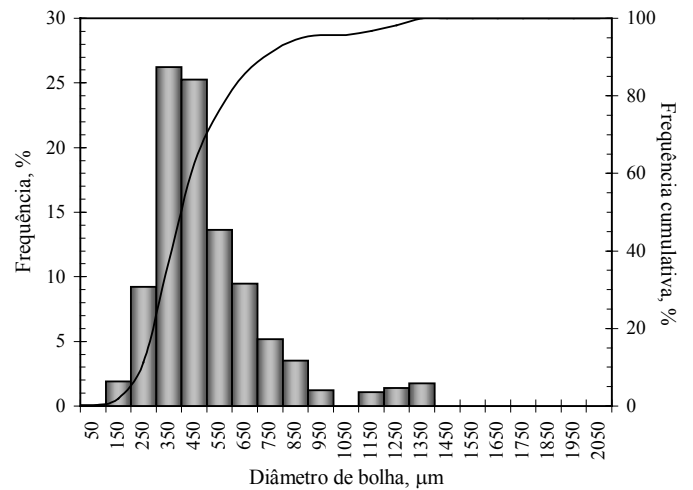
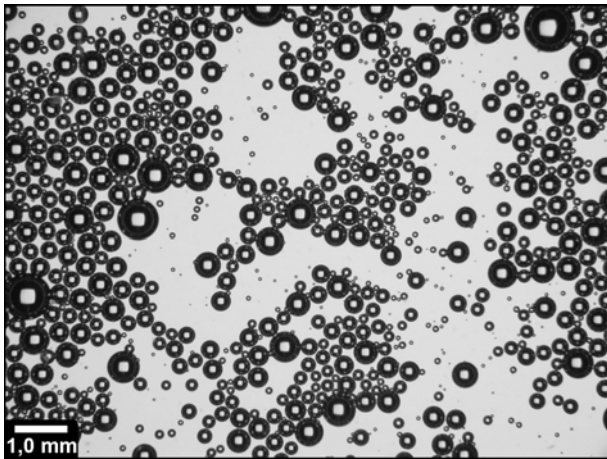


B. $Q_{Ar} = 0,2 \text{ L/min}$, $Q_R = 14,3 \%$, $d_{32} = 327 \mu\text{m}$.

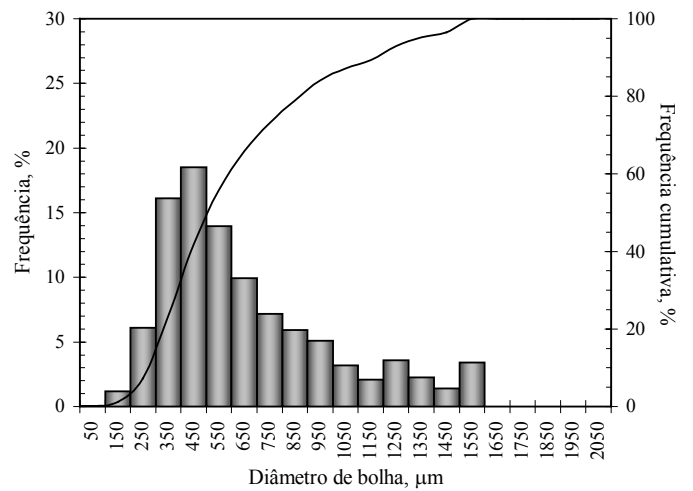
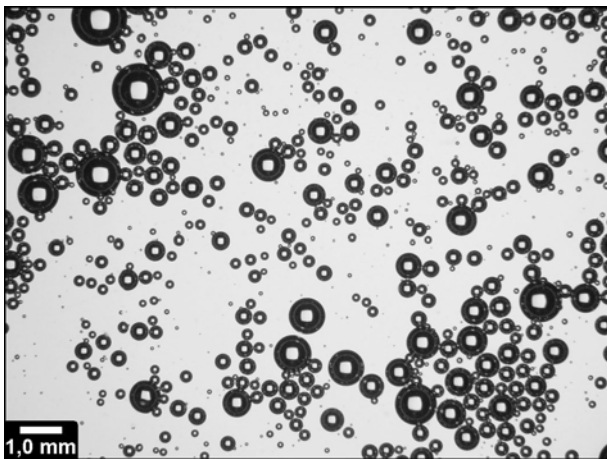


C. $Q_{Ar} = 0,4 \text{ L/min}$, $Q_R = 25 \%$, $d_{32} = 359 \mu\text{m}$.

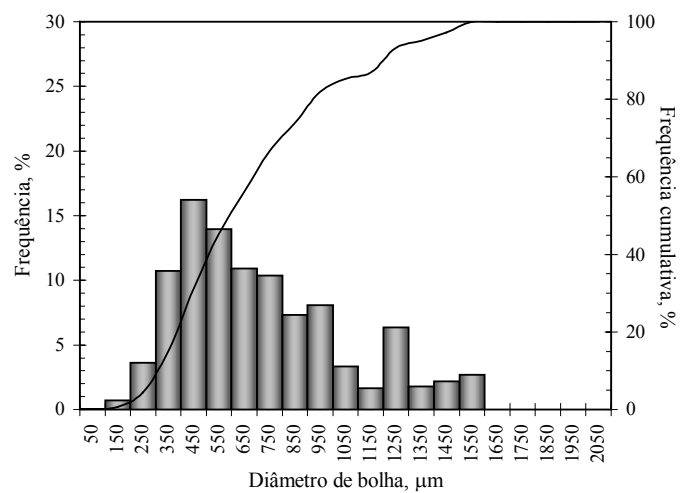
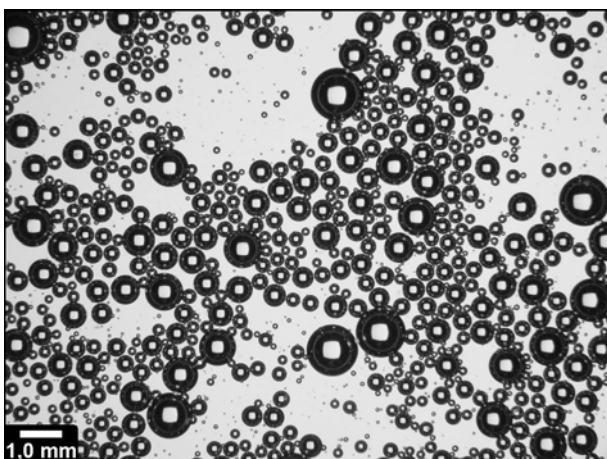
Figura 4.18. Efeito da razão gás/líquido (Q_R) na distribuição de tamanho de bolha geradas por venturi com 20 mg/L de DF 250 ($Q_L = 1,2 \text{ L/min}$, $U_L = 11,3 \text{ m/s}$) e exemplos de imagens analisadas.



D. $Q_{Ar} = 0,6$ L/min, $Q_R = 33$ %, $d_{32} = 415$ μm .



E. $Q_{Ar} = 0,8$ L/min, $Q_R = 40$ %, $d_{32} = 512$ μm .



F. $Q_{Ar} = 1,0$ L/min, $Q_R = 45,5$ %, $d_{32} = 566$ μm .

Figura 4.18 (continuação). Efeito da razão gás/líquido (Q_R) na distribuição de tamanho de bolha geradas por venturi com 20 mg/L de DF 250 ($Q_L = 1,2$ L/min, $U_L = 11,3$ m/s) e exemplos de imagens analisadas.

4.2.2.3. Efeito da velocidade superficial de líquido (U_L)

A Tabela VIII mostra a velocidade superficial de líquido no venturi (U_L) e a pressão para diferentes valores de Q_L . A Figura 4.19 apresenta o comportamento do diâmetro médio de bolha em função de U_L . Para cada condição de geração existe um tamanho máximo (crítico) de bolha determinado pelas forças de cisalhamento do jato no venturi. Bolhas acima deste tamanho crítico não serão capazes de suportar as forças de cisalhamento e serão dispersas.

Tabela VIII. Variação da velocidade superficial do líquido no venturi (U_L) e da pressão para diferentes vazões (Q_L).

Q_L (L/min)	U_L (m/s)	Pressão (kPa)
0,8	7,5	37
1,2	11,3	63
1,6	15,1	100
2,4	22,6	235

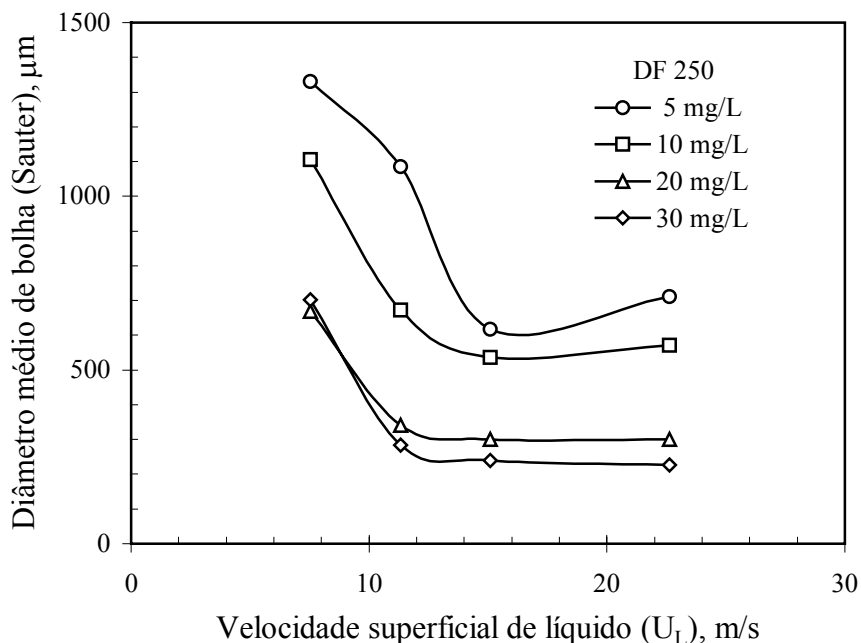


Figura 4.19. Efeito da velocidade superficial no venturi (U_L) no diâmetro médio de bolha para diferentes concentrações de DF 250 ($Q_R = 20\%$).

4.2.3. Bolhas geradas por venturi + ar dissolvido

As Figuras 4.20 e 4.21 apresentam a distribuição de tamanho de bolhas geradas por venturi, sem e com injeção de água saturada para formação de microbolhas, respectivamente. Observa-se que a nova distribuição de tamanho de bolha formada apresentou um pico referente as microbolhas. Com a misturas de bolhas o diâmetro médio passou de 740 para 490 microns. A Figura 4.22 apresenta a distribuição referente as microbolhas (maior aumento). Observou-se qua a distribuição de tamanho de bolha foi um pouco maior do que as encontradas nos estudos realizados somente com água saturada. O diâmetro médio de sauter foi da ordem de 80 microns. Este aumento no diâmetro médio deve-se provavelmente a maior coalescência provocado pelo aumento da mistura (turbulência) devido as bolhas maiores e a presença de microbolhas formadas pelo *venturi*.

4.2.4. Aplicação da técnica a outros sistemas de geração de bolhas

4.2.4.1. Microbolhas geradas por ar dissolvido – bomba centrífuga multifase (Edur)

Foi estudado o efeito da pressão de operação na distribuição de tamanho de bolha. As Figuras 4.23 e 4.25 mostram que com o aumento da pressão a distribuição de tamanho de bolha se torna menos ampla ocasionando uma diminuição do diâmetro médio de bolha. O diâmetro médio passou de 128 μm para 65 μm quando a pressão aumentou de 196 kPa para 784 kPa. O aumento da pressão faz com que uma maior quantidade de ar seja dissolvida, como previsto pela Lei de Henry, e conseqüentemente mais microbolhas sejam formadas quando ocorre a despressurização do fluxo (injeção na base da coluna por uma válvula agulha). Este efeito pode ser observado na Figura 4.25 com o aumento da freqüência das bolhas com diâmetro menor de 120 μm (típico da flotação por ar dissolvido). Entretanto, para pressões mais baixas, a quantidade de ar injetado na bomba é muito superior ao máximo que pode ser dissolvido (Fig. 4.24), o que provoca também a produção de bolhas por cisalhamento. O alto efeito cisalhante da bomba Edur mostrou-se capaz de, mesmo com elevada quantidade de ar injetado, manter a distribuição de tamanho de bolha abaixo de 300 μm .

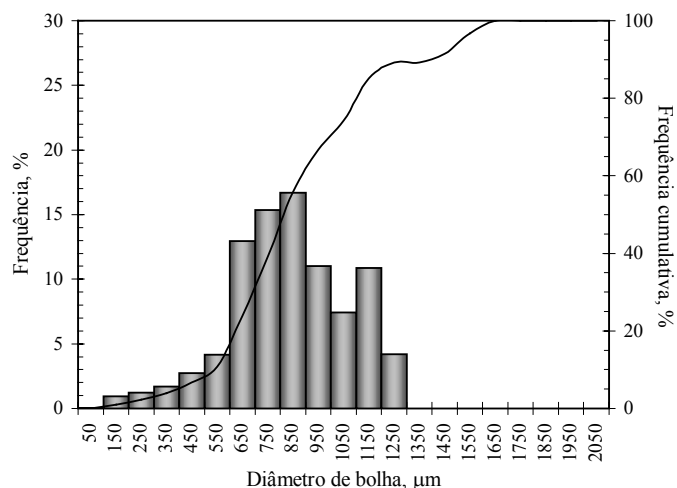


Figura 4.20. Bolhas geradas por venturi (concentração de DF 250 = 10 mg/L, $Q_{Ar} = 0,2$ L/min, $Q_L = 1,2$ L/min).

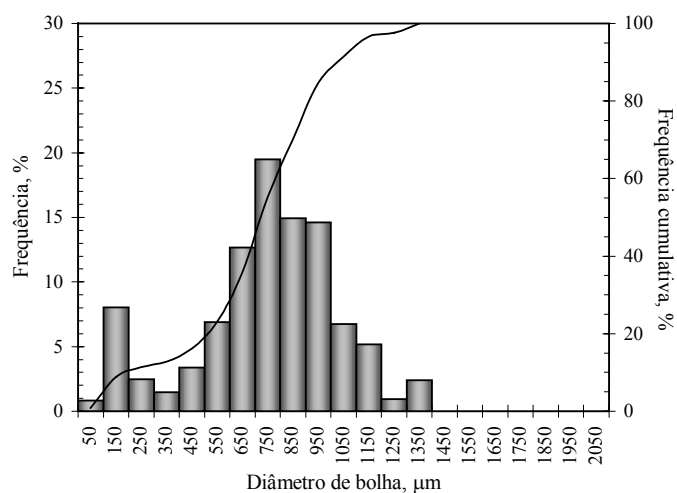
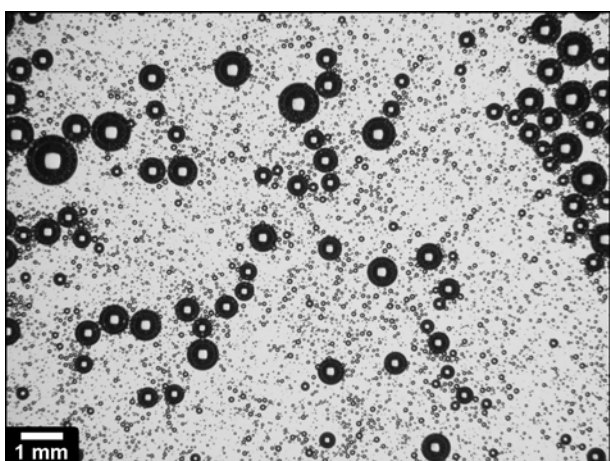


Figura 4.21. Bolhas geradas por venturi + FAD (Concentração de DF 250 = 10 mg/L, $Q_{Ar} = 0,2$ L/min, $Q_L = 1,2$ L/min, $Q_{SAT} = 300$ mL/min, $P_{SAT} = 392$ kPa).

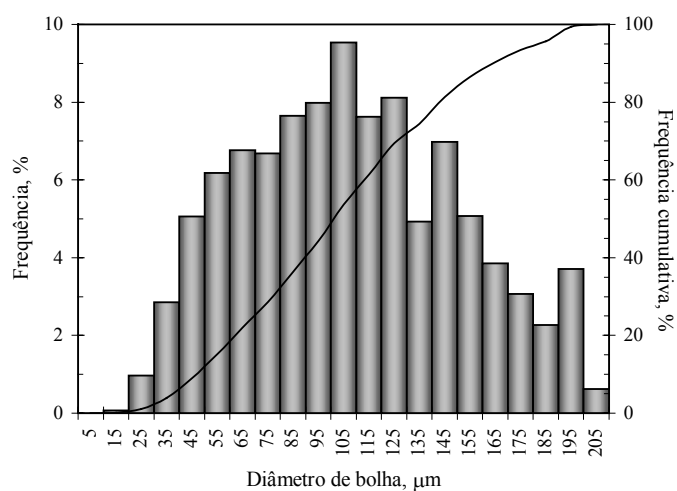
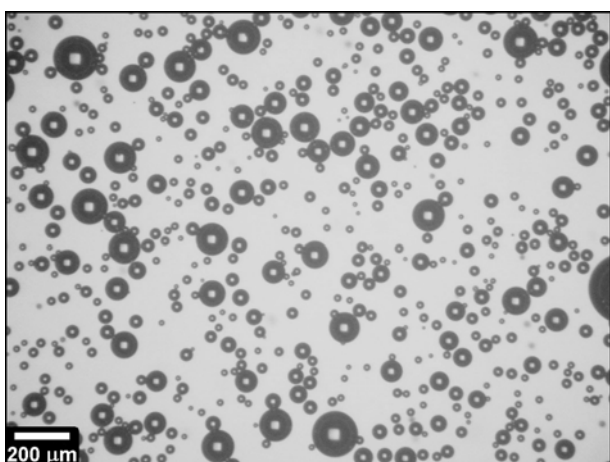


Figura 4.22. Detalhe das microbolhas geradas por venturi + FAD (concentração de DF 250 = 10 mg/L, $Q_{Ar} = 0,2$ L/min, $Q_L = 1,2$ L/min, $Q_{SAT} = 300$ mL/min, $P_{SAT} = 392$ kPa) e exemplos de imagens analisadas.

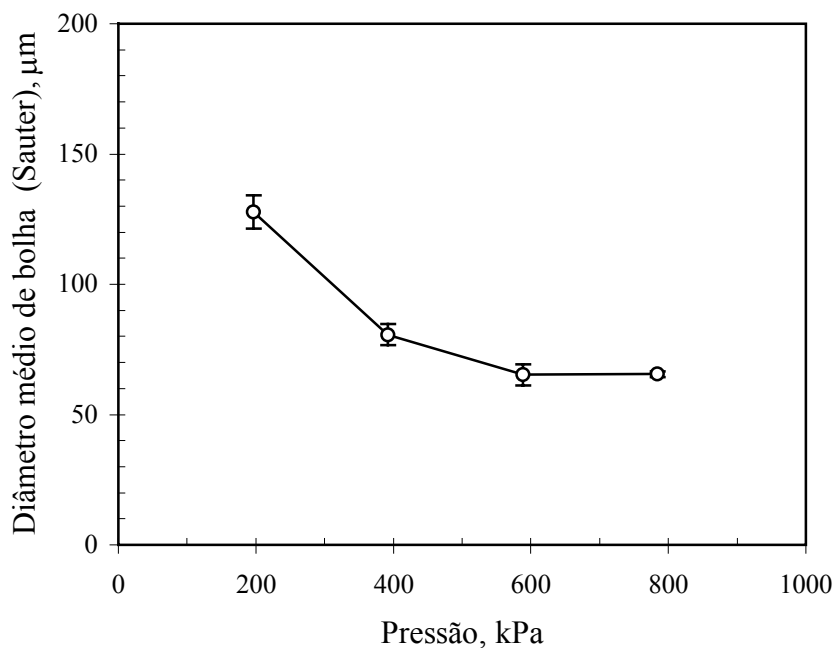


Figura 4.23. Efeito da pressão de operação (saturação) no diâmetro médio de bolha gerada por uma bomba multifase (Edur).

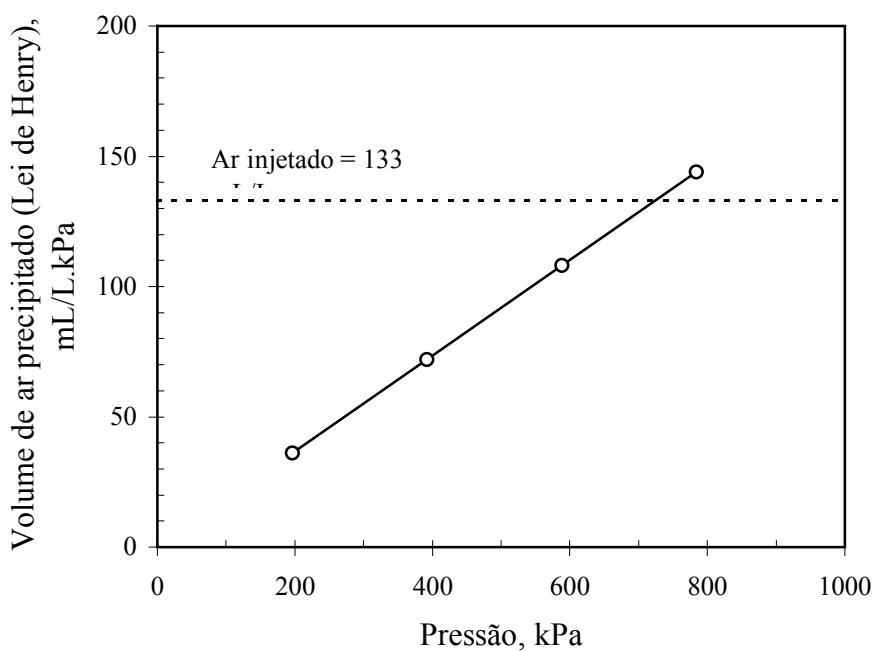
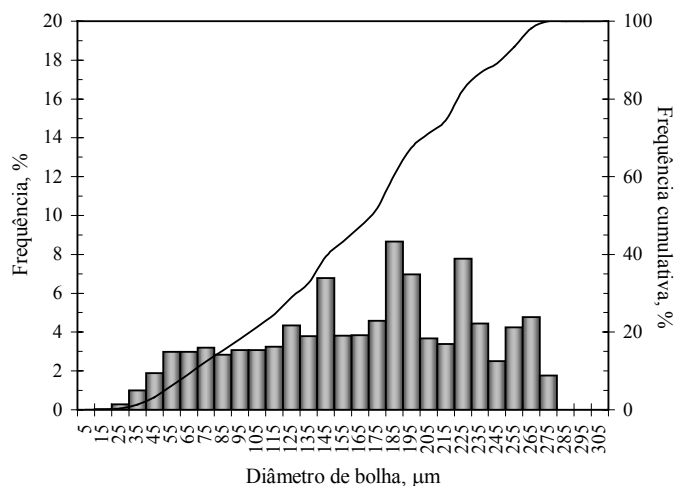
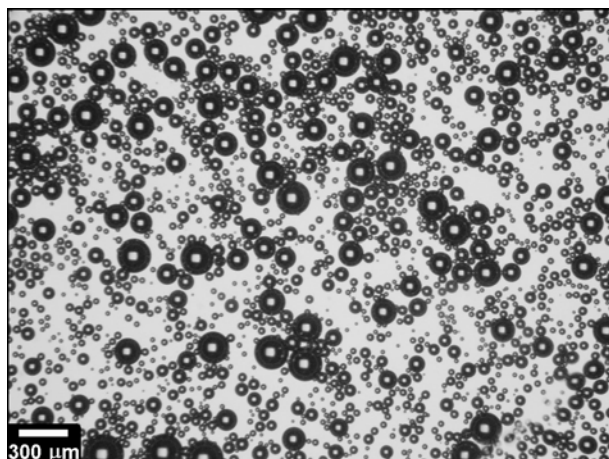
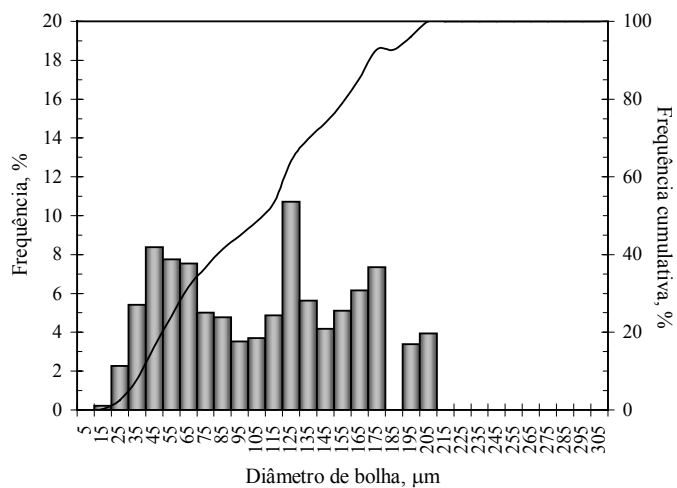
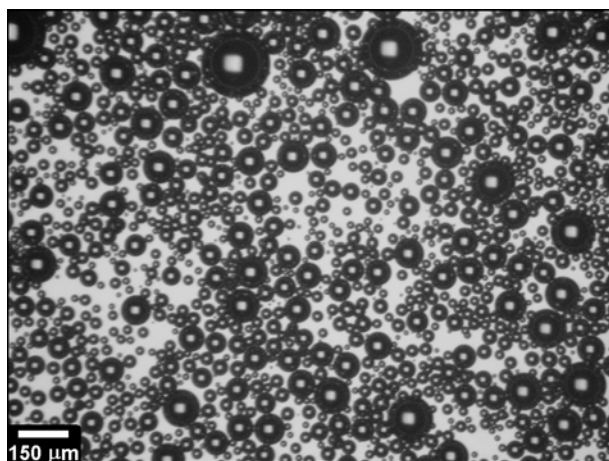


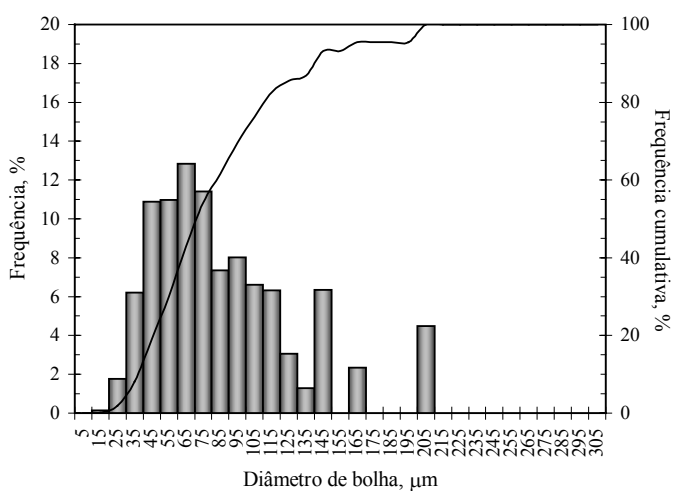
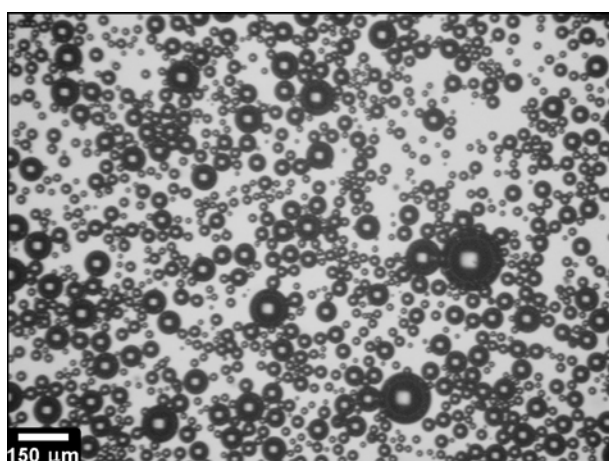
Figura 4.24. Comparação entre o valor teórico, previsto pela Lei de Henry, do volume de ar precipitado e o volume de ar injetado na bomba Edur, por litro de alimentação, a 25°C.



A. Pressão = 196 kPa.

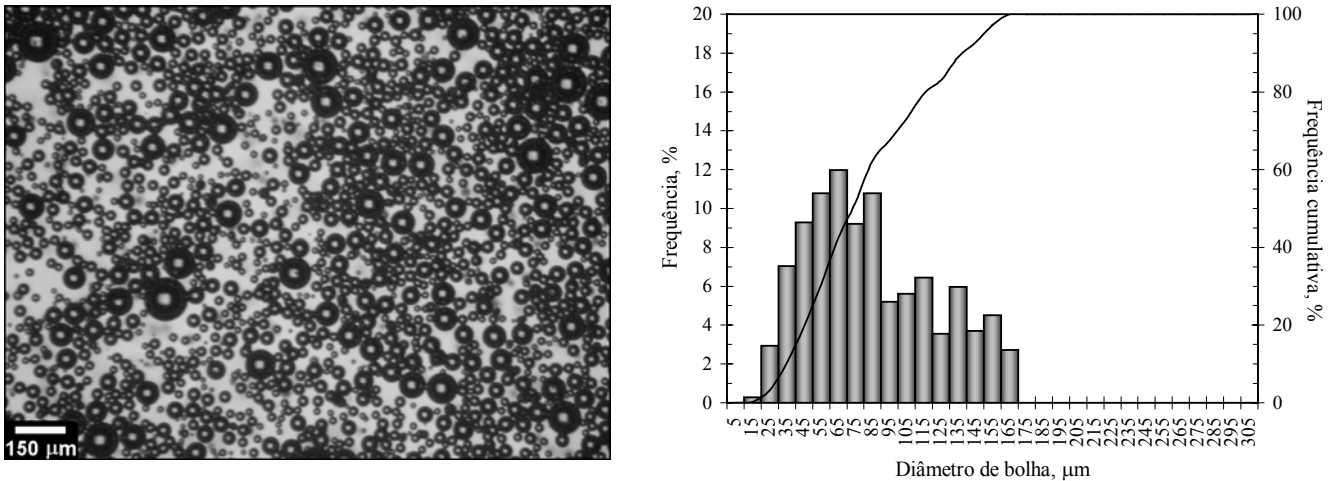


B. Pressão = 392 kPa.



C. Pressão = 588 kPa.

Figura 4.25. Efeito da pressão de operação na distribuição de tamanho de bolha gerada por uma bomba Edur e exemplos de imagens analisadas ($Q_L = 6$ L/min, $Q_{Ar} = 0,8$ L/min, concentração de DF 250 = 20 mg/L).



D. Pressão = 784 kPa.

Figura 4.25 (continuação). Efeito da pressão de operação na distribuição de tamanho de bolha gerada por uma bomba Edur e exemplos de imagens analisadas ($Q_L = 6$ L/min, $Q_{Ar} = 0,8$ L/min, concentração de DF 250 = 20 mg/L).

4.2.4.2. Bolhas geradas por ar induzido – FAI

Foi estudado o efeito da concentração de DF 250 na distribuição de tamanho de bolha. A Figura 4.26 mostra que o diâmetro médio foi reduzido de 1300 µm com 5 mg/L de DF 250 para 470 µm com 40 mg/L. Conforme apresentado na Figura 4.27 o aumento na concentração de DF 250 provoca um estreitamento na distribuição de tamanho de bolha.

O'Connor et al. (1990) e Gorain et al. (1995) encontraram correlação similar entre o tamanho médio de bolha e a concentração de tensoativo, utilizando o medidor de bolha UCT. Tucker et al. (1994) reportaram que diferentes espumantes podem produzir efeitos distintos no tamanho das bolhas.

Foi verificado, novamente, que o diâmetro de bolha permanece praticamente constante para concentrações de DF 250 a partir de 20 mg/L, sugerindo esta concentração como sendo a concentração crítica de coalescência (CCC) para este tensoativo neste sistema de geração de bolha.

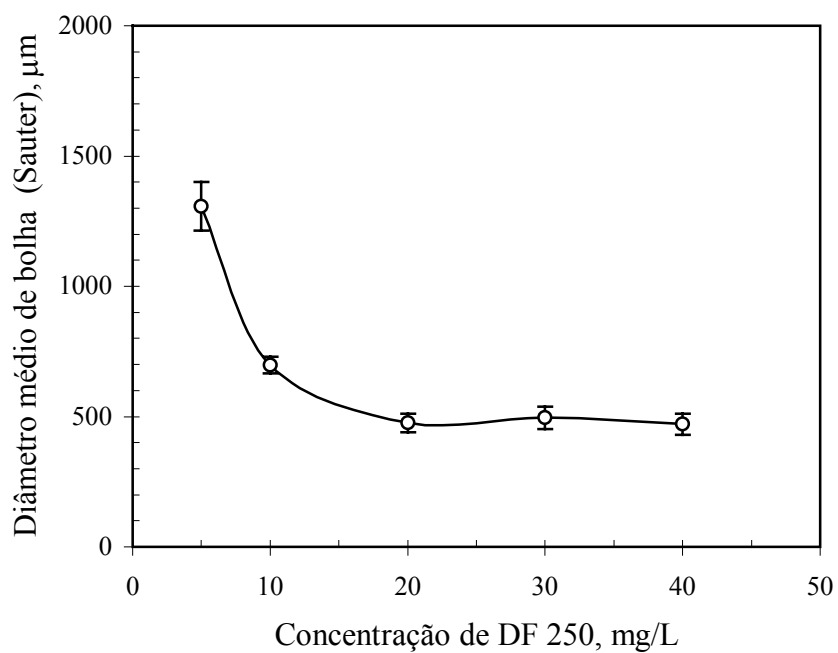
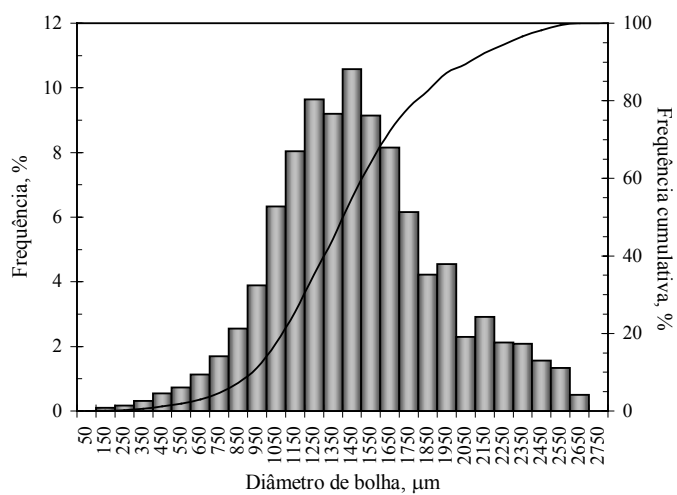
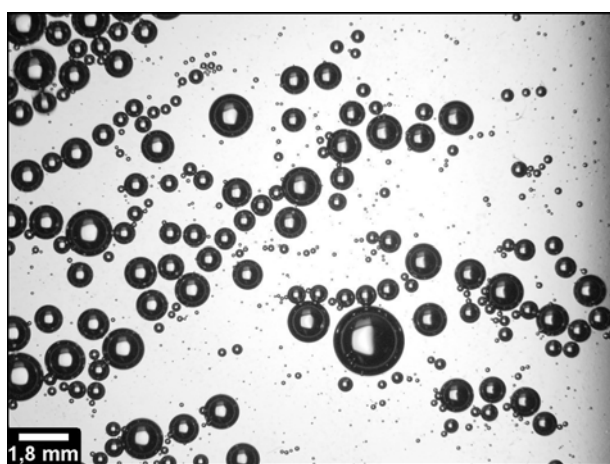
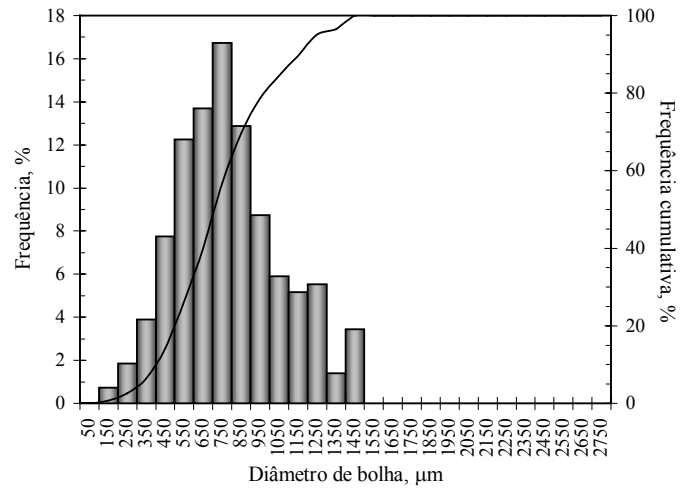
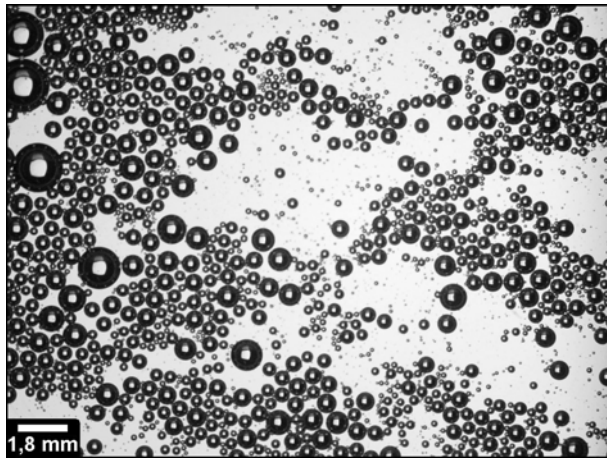


Figura 4.26. Efeito da concentração de tensoativo no diâmetro médio de bolha gerada por FAI.

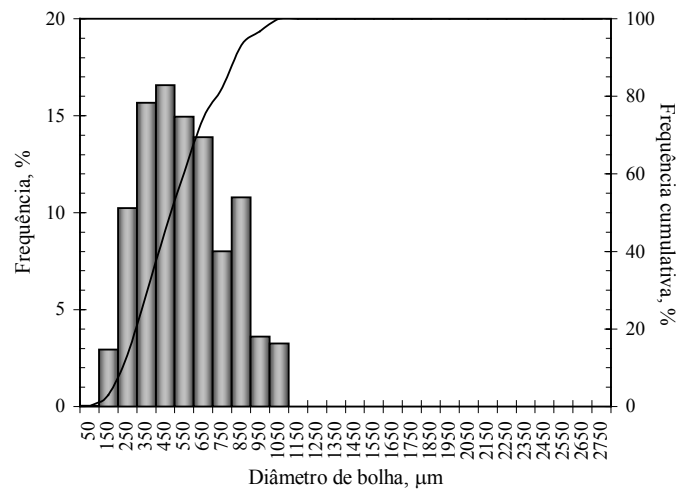
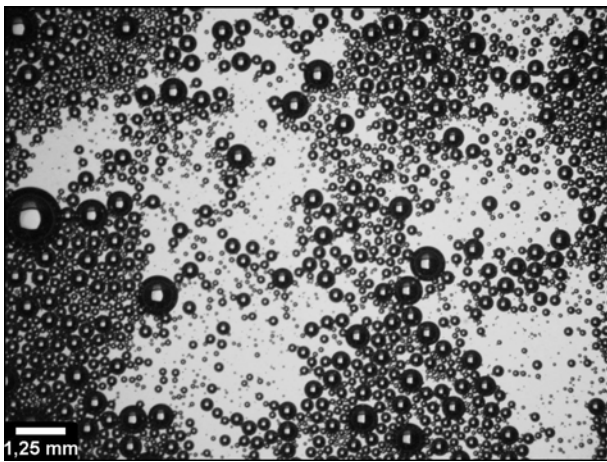


A. Concentração de DF 250 = 5 mg/L

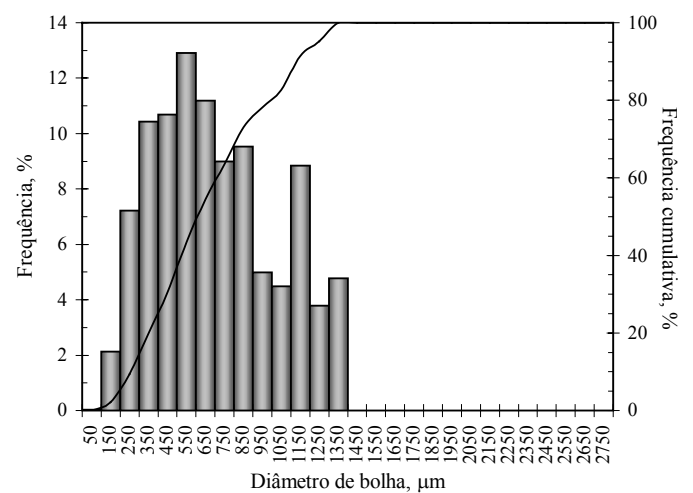
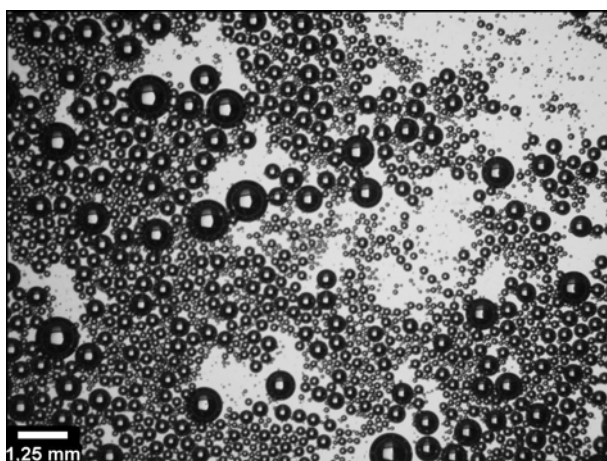
Figura 4.27. Efeito da concentração de DF 250 na distribuição de tamanho de bolha gerada por FAI e exemplos de imagens analisadas.



B. Concentração de DF 250 = 10 mg/L

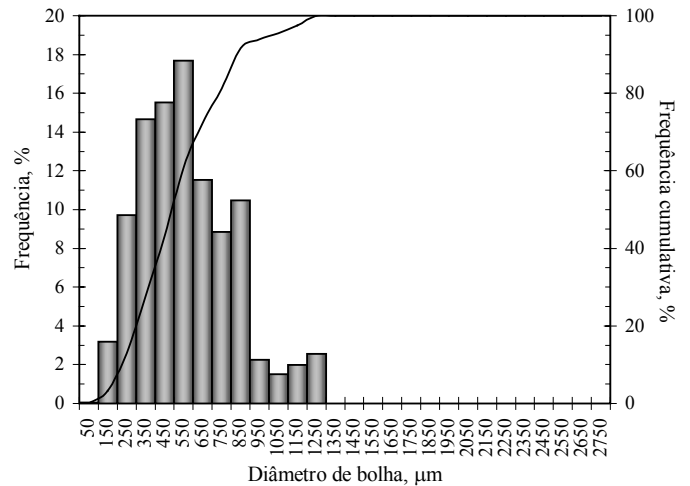
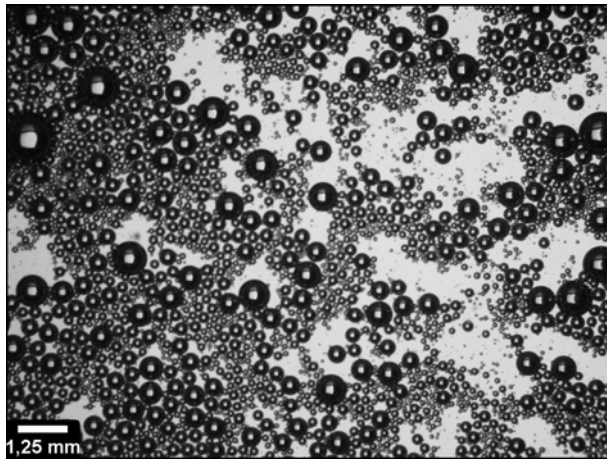


C. Concentração de DF 250 = 20 mg/L



D. Concentração de DF 250 = 30 mg/L

Figura 4.27 (continuação). Efeito da concentração de DF 250 na distribuição de tamanho de bolha gerada por FAI e exemplos de imagens analisadas.

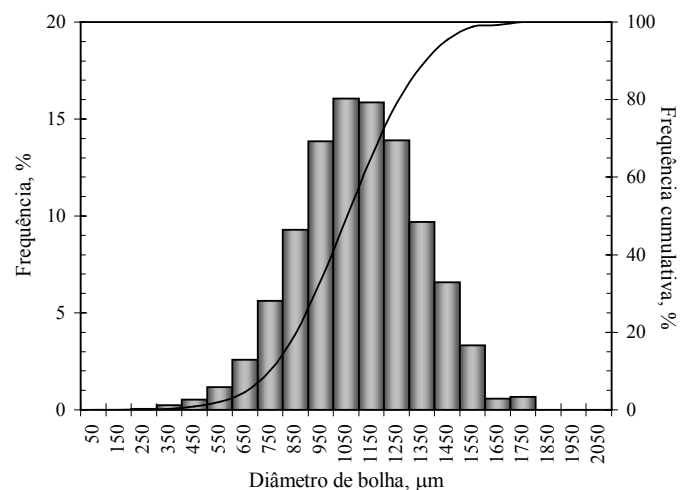
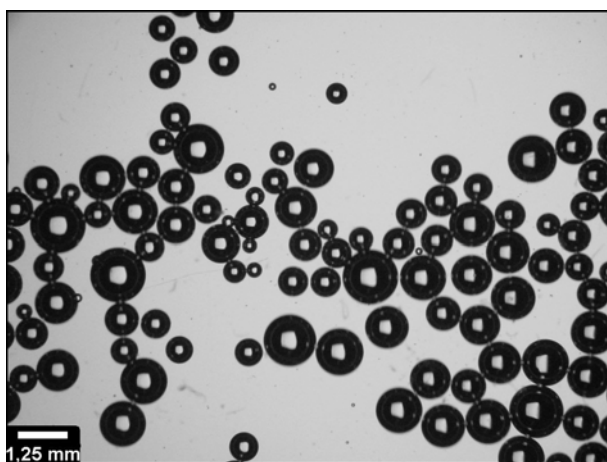


E. Concentração de DF 250 = 40 mg/L

Figura 4.27 (continuação). Efeito da concentração de DF 250 na distribuição de tamanho de bolha gerada por FAI e exemplos de imagens analisadas.

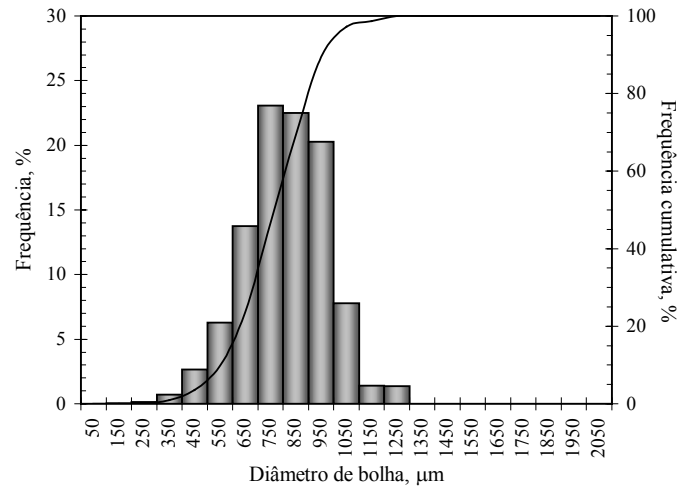
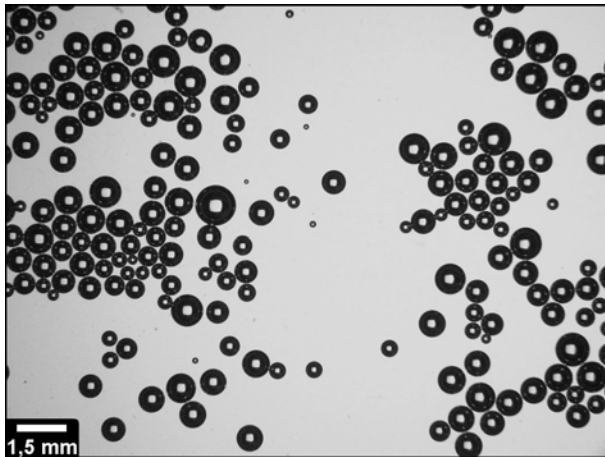
4.2.4.3. Bolhas geradas por placa porosa

Foi estudado o efeito da concentração de DF 250 na distribuição de tamanho de bolha gerada por um tubo poroso (aço inox). Como mostra as Figuras 4.28 e 4.29 a adição de Dowfroth 250, em concentrações de 5 a 40 mg/L, ocasionam uma redução significativa na distribuição de tamanho de bolha. O diâmetro médio das bolhas produzidas é reduzido acentuadamente até a concentração de 20 mg/L e a partir desta concentração até 40 mg/L a diminuição do diâmetro médio de bolha é mais suave, sugerindo, novamente, como sendo de 20 mg/L a concentração crítica de coalescência (CCC).

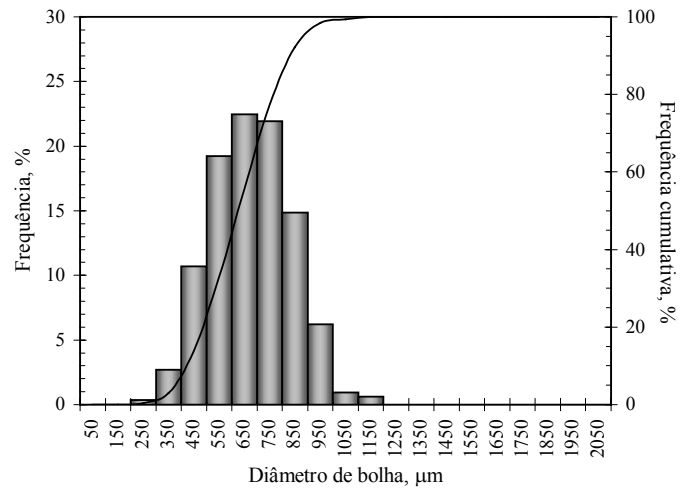
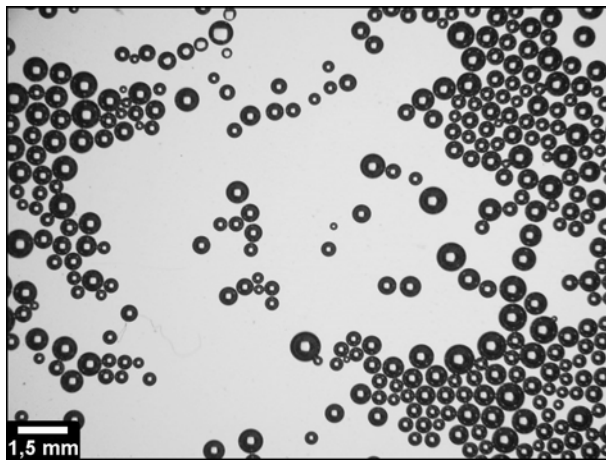


A. Concentração de DF 250 = 5 mg/L

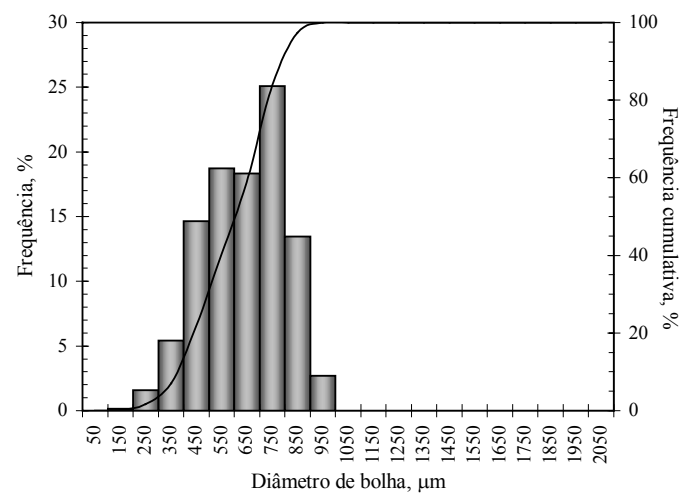
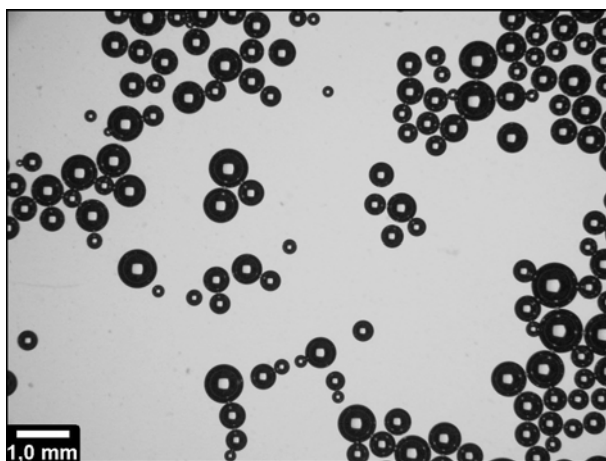
Figura 4.28. Efeito da concentração de DF 250 na distribuição de tamanho de bolha gerada por um tubo poroso e exemplos de imagens analisadas.



B. Concentração de DF 250 = 10 mg/L

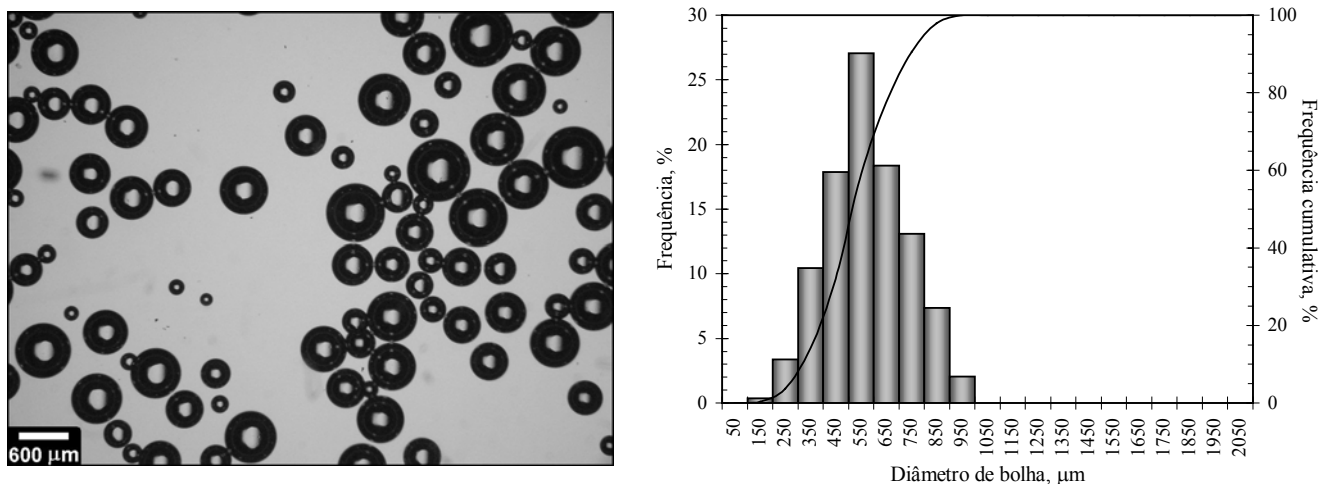


C. Concentração de DF 250 = 20 mg/L



D. Concentração de DF 250 = 30 mg/L

Figura 4.28 (continuação). Efeito da concentração de DF 250 na distribuição de tamanho de bolha gerada por um tubo poroso e exemplos de imagens analisadas.



E. Concentração de DF 250 = 40 mg/L

Figura 4.28 (continuação). Efeito da concentração de DF 250 na distribuição de tamanho de bolha gerada por um tubo poroso e exemplos de imagens analisadas.

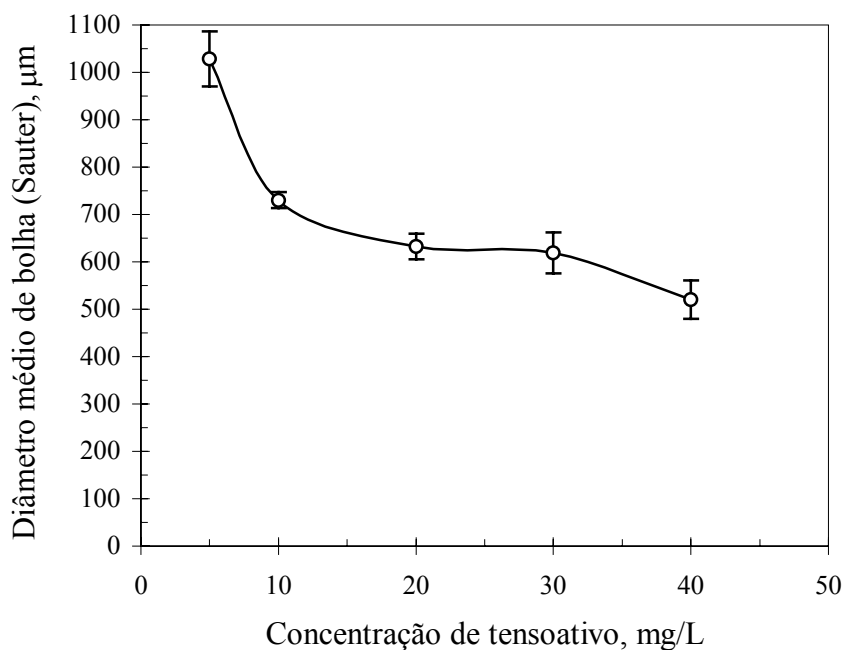


Figura 4.29. Efeito da concentração de DF 250 no diâmetro médio de bolha gerada por um tubo poroso.

Segundo Cho e Laskowski (2002b), a dosagem de espumante é importante para avaliação de outros parâmetros operacionais, pois trabalhando-se em concentrações acima da CCC, ou seja, minimizando a coalescência, pode-se avaliar o real efeito de tais parâmetros.

4.3. ESTUDOS DE FLOTAÇÃO COM SISTEMAS PARTICULADOS

A Figura 4.30 apresenta a distribuição de tamanho de partículas da amostra de quartzo (volume passante). A amostra apresentou os seguintes diâmetros característicos, diâmetro médio de Sauter de $13,4 \mu\text{m}$, d_{10} igual a $1,7 \mu\text{m}$, d_{50} igual a $10,6 \mu\text{m}$ e d_{90} igual a $29,7 \mu\text{m}$.

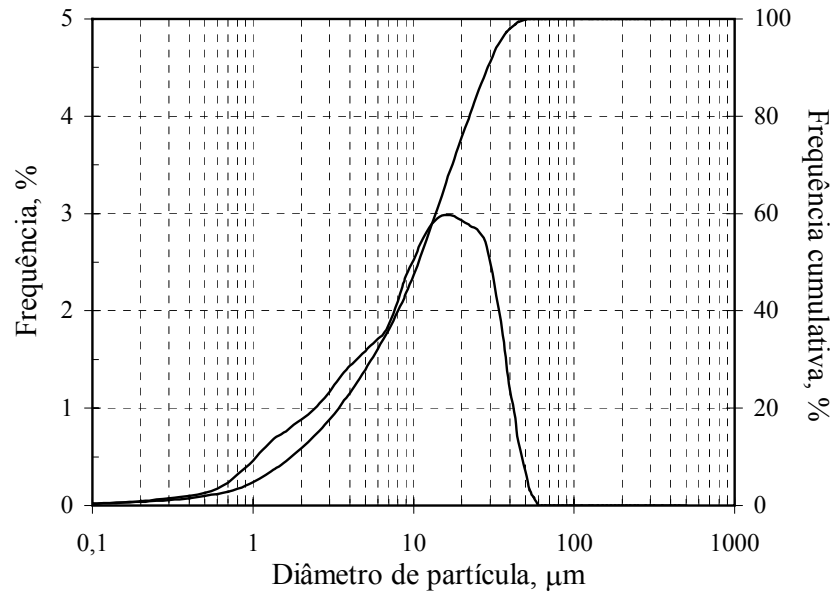


Figura 4.30. Distribuição de tamanho das partículas de quartzo empregadas nos ensaios de flotação.

A Figura 4.31 apresenta a curva de potencial zeta (ζ) em função do pH para a amostra de quartzo. As partículas de quartzo apresentam uma carga negativa em um amplo intervalo de pH do meio e o ponto isoelétrico, PIE, foi obtido em pH 1,5.

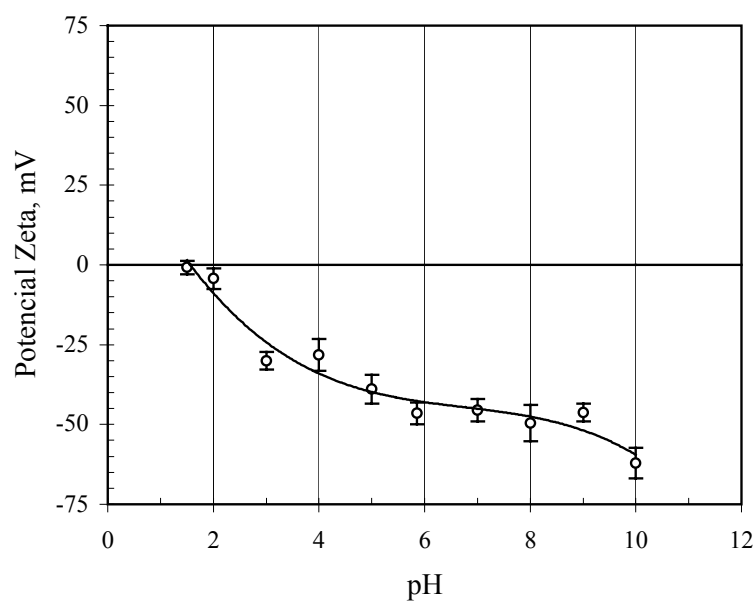


Figura 4.31. Potencial zeta do quartzo em função do pH do meio.

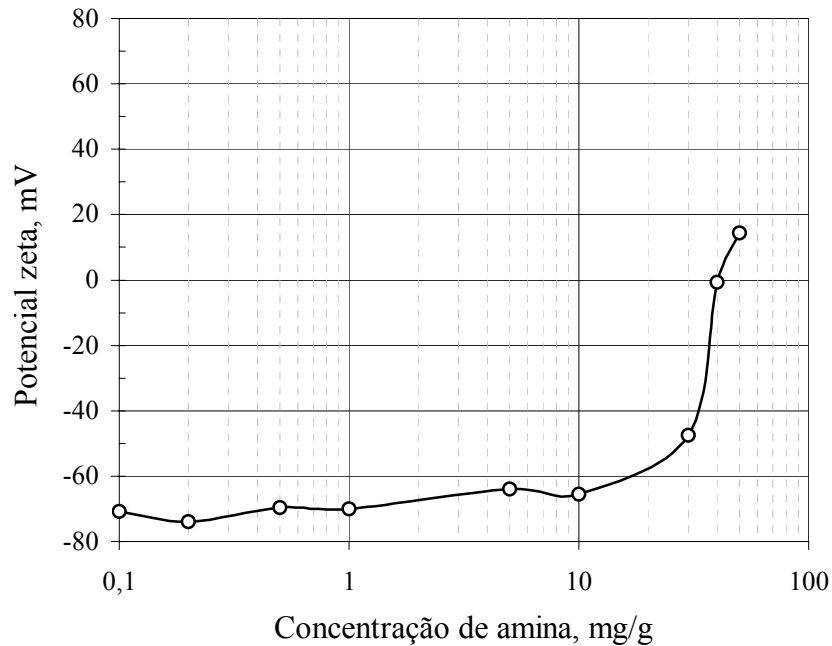


Figura 4.32. Potencial zeta do quartzo em função da concentração de amina a pH 7,0.

O potencial zeta do quartzo para várias concentrações de amina foi determinado a pH 7, conforme apresentado na Figura 4.32. Para baixas concentrações de amina, menores do que 10 mg/g, o potencial zeta do quartzo permaneceu fortemente negativo. Porém quando a concentração crítica é alcançada (40 mg/g) o potencial zeta passa rapidamente de negativo para positivo. Este comportamento, também foi observado por Pascoe e Wills (1994) em estudos de agregação seletiva de hematita e quartzo.

Quando ocorreu a reversão de carga o quartzo apresentou a tendência de formar flocos (observado durante a determinação do potencial zeta). A formação de flocos deve-se provavelmente a forças de associação hidrofóbica entre os grupos apolares (cadeia hidrocarbônica) das moléculas de coletor adsorvidas na superfície das partículas.

4.3.1. Estudos de agregação

Para verificar o grau de agregação das partículas foram realizados ensaios para determinação de tamanho partícula após condicionamento com amina. A amostra foi condicionada com o mesmo procedimento utilizado nos ensaios de flotação. O quartzo foi disperso em água (6,7 g/L) e condicionado com amina durante 5 minutos. As leituras de tamanho de partícula foram então determinadas coletando-se uma amostra de 100 mL. Os resultados mostraram que não ocorre agregação para faixa de concentração de amina estudada e a distribuição de tamanho de partícula permanece a mesma. Também foi verificado o efeito da utilização de ultrassom (até 20 s) durante as leituras de distribuição de tamanho de

partícula e os resultados mostraram que a distribuição de tamanho de partícula também permanece inalterada.

4.3.2. Efeito do tamanho de bolha

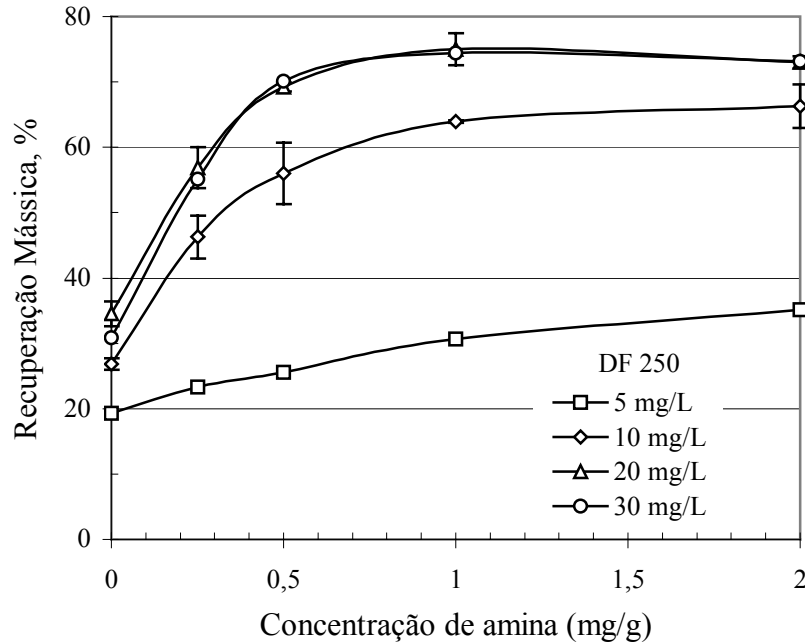


Figura 4.33. Efeito da concentração de amina na recuperação de quartzo, para diferentes concentrações de DF 250.

A Figura 4.33 mostra que a flotação do quartzo alcança a máxima recuperação para concentração de amina em torno de 1 mg/g. O arraste hidrodinâmico foi avaliado sem adição de amina e aumentou de 20 para 35% com a diminuição do tamanho de bolha. A Figura 4.33 também apresenta que ocorre um expressivo aumento na recuperação do quartzo com o aumento da concentração de DF 250. O aumento da concentração de DF 250 de 5 até 30 mg/L faz com que o diâmetro médio diminua de 1490 para 278 μm e o *holdup* aumente de 0,8 para 4 %. A distribuição de tamanho de bolha para concentrações de 5, 10, 20, e 30 mg/L de tensoativo são apresentadas nas Figuras 4.35, 4.37, 4.39 e 4.41, respectivamente.

Conforme observado nas Figuras 4.34, 4.36, 4.38 e 4.40, as partículas finas apresentaram mais baixa recuperação (descontado o arraste). A principal característica atribuída a este comportamento é a pequena massa e a baixa inércia associada as partículas finas, que faz com que as mesmas sigam as linhas de fluxo do fluido e não colidam com a superfície da bolha. Entretanto, a pequena massa e a baixa inércia associada as partículas finas pode tornar-se uma vantagem quando o tamanho de partícula decresce até aproximadamente 1 μm .

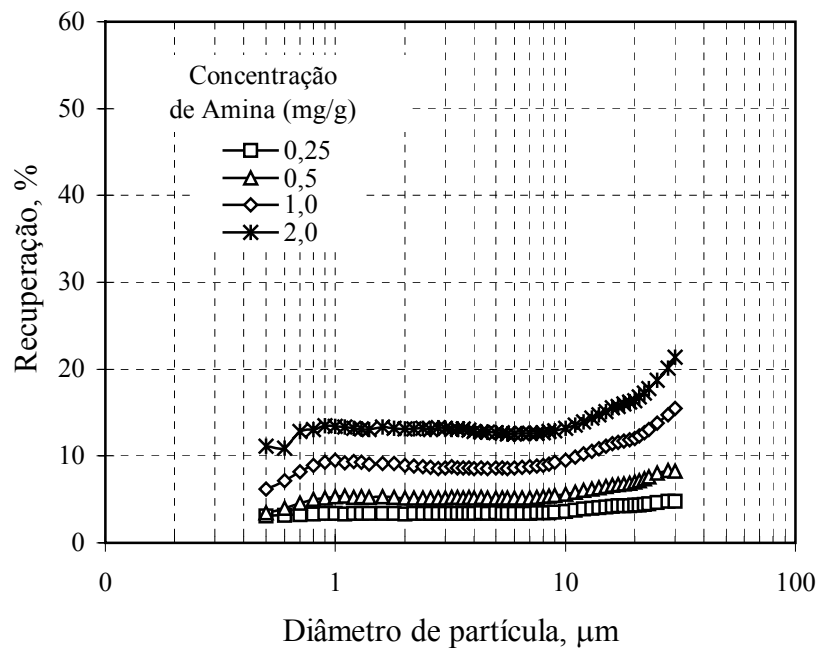


Figura 4.34. Recuperação de quartzo por tamanho de partícula, para diferentes concentrações de amina (concentração DF 250 = 5 mg/L, d_{32} bolha = 1490 μm).

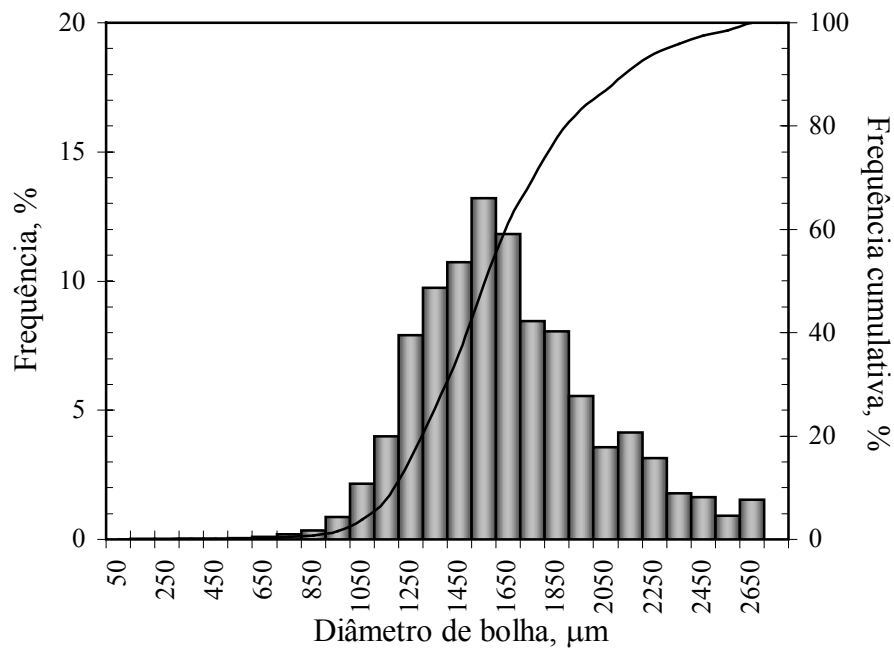


Figura 4.35. Distribuição de tamanho de bolha gerada por venturi nos ensaios de flotação de quartzo (concentração de DF 250 = 5 mg/L, d_{32} = 1490 μm , Q_{Ar} = 0,2 L/min).

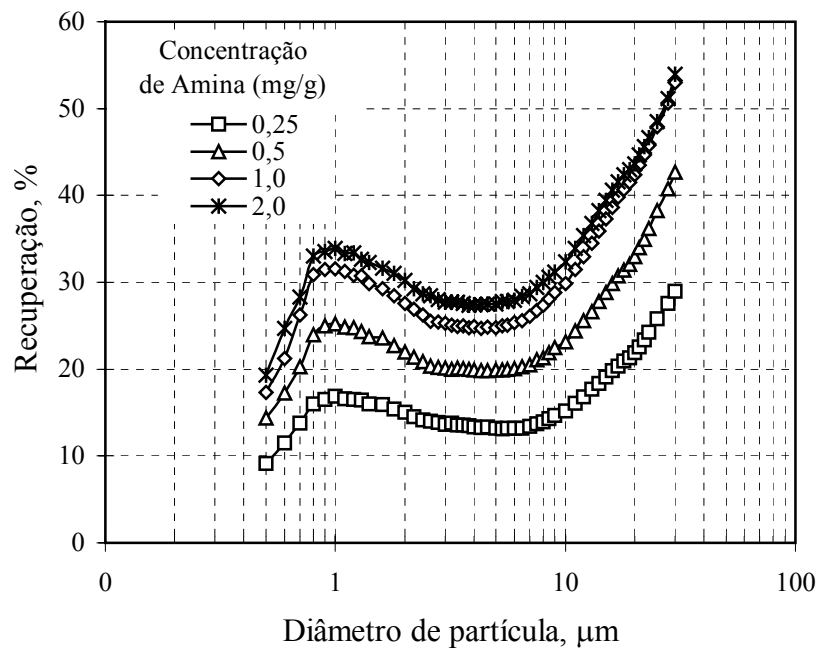


Figura 4.36. Recuperação de quartzo por tamanho de partícula, para diferentes concentrações de amina (concentração DF 250 = 10 mg/L, d_{32} bolha = 650 μm).

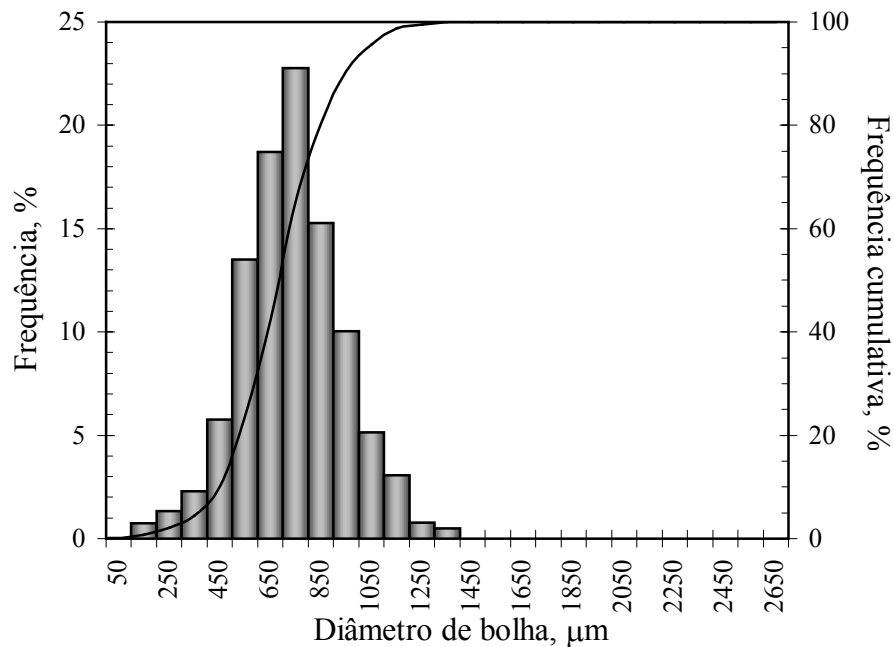


Figura 4.37. Distribuição de tamanho de bolha gerada por venturi nos ensaios de flotação de quartzo (concentração de DF 250 = 10 mg/L, d_{32} = 650 μm, Q_{Ar} = 0,2 L/min).

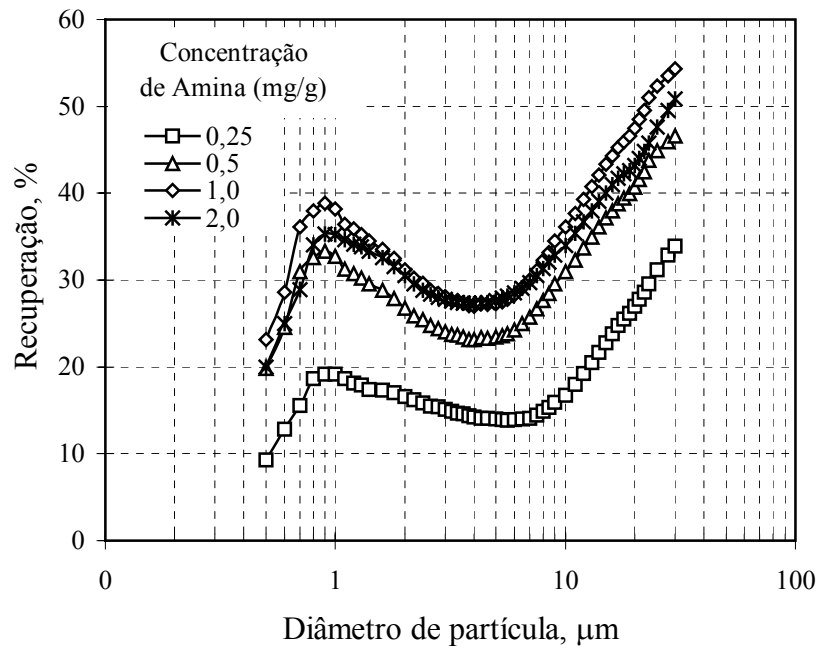


Figura 4.38. Recuperação de quartzo por tamanho de partícula, para diferentes concentrações de amina (concentração DF 250 = 20 mg/L, d_{32} bolha = 350 μm).

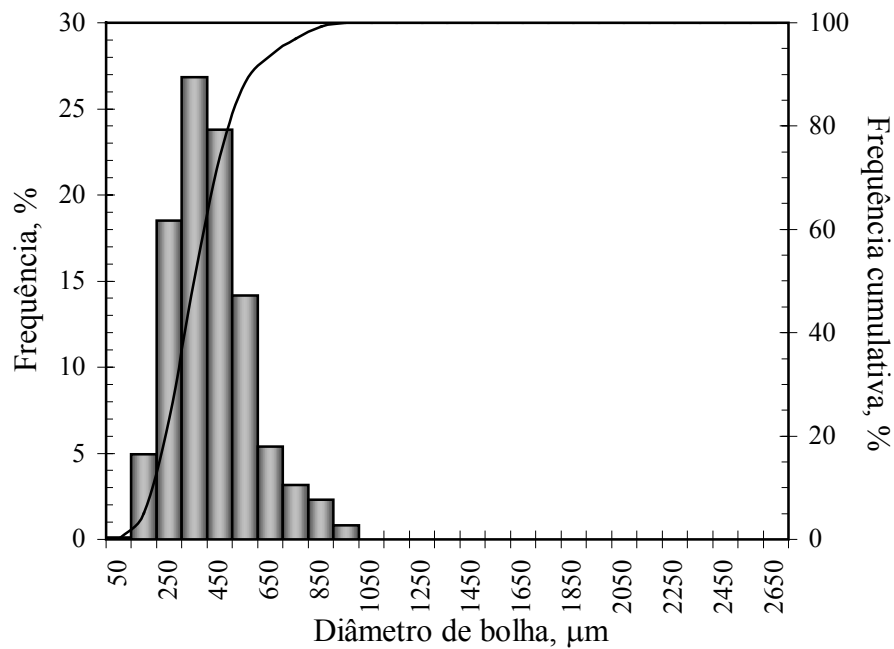


Figura 4.39. Distribuição de tamanho de bolha gerada por venturi nos ensaios de flotação de quartzo (concentração de DF 250 = 20 mg/L, d_{32} = 350 μm , Q_{Ar} = 0,2 L/min).

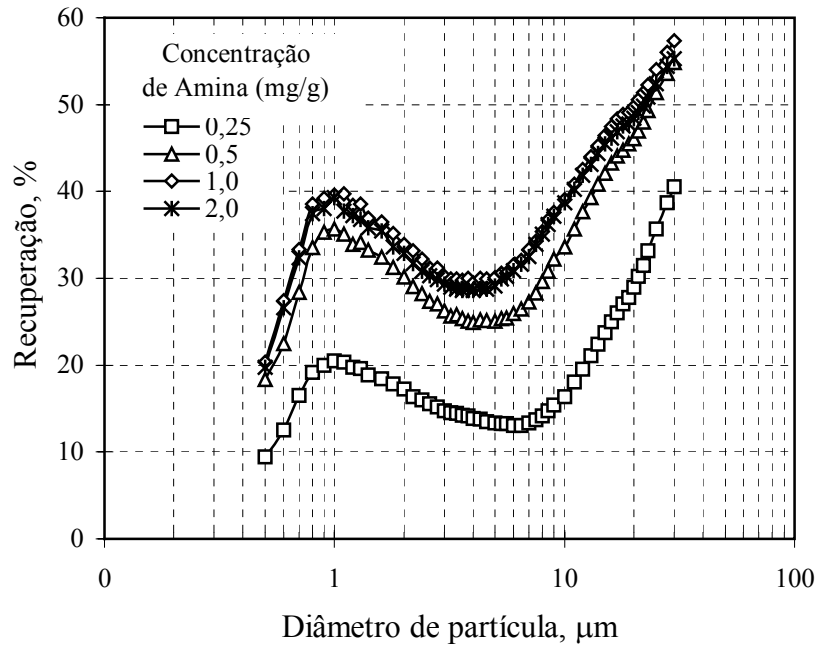


Figura 4.40. Recuperação de quartzo por tamanho de partícula, para diferentes concentrações de amina (concentração DF 250 = 30 mg/L, d_{32} bolha = 278 μm).

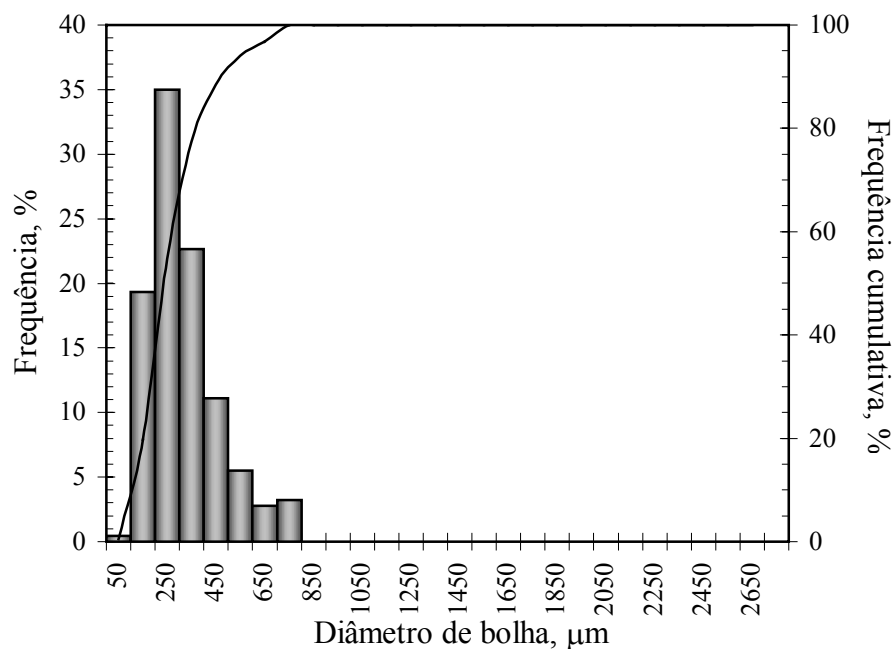


Figura 4.41. Distribuição de tamanho de bolha gerada por venturi nos ensaios de flotação de quartzo. (concentração de DF 250 = 30 mg/L, d_{32} = 278 μm) e Q_{Ar} = 0,2 L/min.

Nesta faixa de tamanho as partículas, devido a sua pequena massa, tornam-se suscetíveis aos movimentos Brownianos, que é definido como uma região em que as partículas se aproximam a dimensões molecular (coloidais), com sua difusividade se aproximando à das moléculas. Como a difusão é um mecanismo efetivo no transporte de massa, é possível as partículas extremamente finas ($\sim 1\mu\text{m}$) possam se aproximar e entrar em contato com a superfície da bolha segundo este mecanismo, o que pode explicar a presença de um mínimo nas curvas de recuperação, mais pronunciado nos ensaios de flotação com menor distribuição de tamanho de bolha.

Stearnes (2001) estudou a flotação de partículas finas de quartzo ($<10\mu\text{m}$) e seus experimentos mostraram um mínimo na eficiência de coleção para partículas na faixa de tamanho de 1 a 2 μm , com um aumento na eficiência de coleção para partículas maiores e menores. Este mínimo, previsto por Reay and Ratcliff (1973), Jameson et al. (1977) e Yang et al. (1995), mas até então não observado experimentalmente, foi justificado como mudança no mecanismo (colisão \leftrightarrow difusão) de aproximação da partícula à superfície da bolha. Segundo Stearnes, partículas maiores do que aproximadamente 1-2 μm colidem com as bolhas somente se sua trajetória hidrodinâmica estiver dentro do raio crítico (r_c), enquanto as partículas abaixo de 1-2 μm são suscetíveis aos movimentos Brownianos e a difusão torna-se o método de aproximação preferencial. Outra explicação para este comportamento, descartada em estudos experimentais, foi a da agregação das partículas. Segundo Stearnes a agregação de partículas finas e hidrofóbicas pode ser usada para aumentar a sua recuperação, entretanto estudos têm mostrado que a agregação é benéfica para flotação das partículas finas somente se o tamanho dos agregados formados estiver dentro do intervalo do mecanismo de captura por colisão.

5. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos neste estudo de tese de doutorado permitem estabelecer as seguintes conclusões:

1. Foi desenvolvida uma nova técnica, (LTM-BSizer), para determinação do tamanho médio e da distribuição de tamanho de bolhas de ar em meio aquoso. Este novo método provou ser capaz de medir diferentes distribuições de tamanho de bolhas, desde microbolhas ($< 100 \mu\text{m}$) até macrobolhas (~ 2 a 3 mm), com alta reprodutibilidade. As medições foram realizadas em uma coluna com diferentes sistemas de geração de bolhas e foram avaliados diversos parâmetros físicos e químicos.
2. O método provou ser capaz de caracterizar diferentes sistemas de geração de bolhas (venturi, placa porosa, FAD) e de misturas de bolhas (ampla distribuição de tamanho) em coluna, entretanto para elevadas vazões de ar foi necessário a utilização de água recirculada para diminuir a concentração de bolhas no visor.
3. A inovação apresentou as seguintes vantagens em relação aos métodos fotográficos relatados:
 - a. Montagem experimental menos complicada, pois é obtida a imagem de uma cena estática, sendo assim minimizados consideravelmente os problemas de sobreposição de bolhas e velocidade de obturação.
 - b. O método permite a medida precisa de bolhas pequenas, como as geradas em sistemas de FAD, além de avaliar bolhas com ampla distribuição de tamanho.
 - c. Capacidade de medir a distribuição de tamanho de bolha em sistemas concentrados (com auxílio de diluição), minimizando a sobreposição e coalescência.
 - d. Todas as bolhas posicionam-se no foco do microscópio, melhorando a iluminação e o contraste, permitiu obter fotos de excelente qualidade, tornando possível analisar praticamente todas as bolhas da imagem.
 - e. A coluna ou sistema experimental que permita a ascensão das bolhas não precisa ser transparente.
 - f. Não ocorre quebra de bolhas (como nos sistemas que utilizam tubos capilares).

4. Foram medidos o tamanho médio e o número de microbolhas geradas no processo convencional de FAD, por despressurização de fluxos de água saturada com ar, em função da pressão de saturação e da tensão superficial. Este trabalho demonstrou que o número de bolhas aumenta com a pressão de saturação, mas o tamanho e a distribuição de tamanhos foi a mesma no intervalo 294 - 588 kPa. A diminuição da tensão superficial da água de 73 para 37 mN/m, com a adição de 30 mg/L de oleato de sódio, foi suficiente para aumentar enormemente o número de microbolhas formadas (3 a 8 vezes), para baixas pressões de saturação (294 e 196 kPa, respectivamente).
5. O tamanho e a distribuição de tamanho de bolhas de ar geradas em constrições de fluxo tipo venturi, variam em função dos parâmetros concentração de tensoativo, velocidade superficial de líquido (UL) e razão ar/líquido (Qr). Uma pequena diminuição da tensão superficial, de 73 para 68 mN/m, provocada pela adição de 20 mg/L de tensoativo DF250, é suficiente para diminuir drasticamente o tamanho das bolhas geradas, permanecendo constante para concentrações maiores. Esta concentração corresponde à concentração crítica de coalescência (CCC) para este sistema. Um aumento de UL (mantendo Qr constante) e diminuição de Qr (com UL constante) levam a distribuições menos amplas e com menor diâmetro médio.
6. O tamanho médio das microbolhas geradas por uma bomba centrifuga multifase (Edur) variaram entre 65-120 μm . O tamanho médio diminuiu com a pressão de entrada até atingir o limite de solubilidade teórico ar/líquido (previsto pela lei de Henry).
7. O diâmetro médio das bolhas geradas por célula mecânica de bancada (FAI, sem sólidos), apresentou boa correspondência aos reportados na literatura para baixas concentrações de tensoativo. Entretanto, para concentrações maiores a partir de 20 mg/L, o diâmetro médio mostrou-se bastante reduzido ($\sim 500 \mu\text{m}$). A diferença deve-se ao fenômeno de adsorção de espumante na interface mineral/solução o que faz aumentar a tensão interfacial ar/líquido.
8. Os resultados de flotação de partículas finas de quartzo ($50\% < 10,7 \mu\text{m}$) mostraram (comprovaram) que a recuperação das frações mais finas aumenta com a diminuição do tamanho de bolhas e foi encontrado um valor ótimo de tamanho de partícula na captura pelas bolhas. A captura diminuiu com o tamanho de partícula até 5-7 μm e

aumenta, de novo, nas frações menores (ao redor de 1 μm). A partir deste valor, a flotação diminui de novo. Esses resultados estão relacionados com o fato das partículas apresentarem comportamento coloidal. Isto leva à mudança do mecanismo de aproximação das partículas a superfície das bolhas (transição de colisão devido à trajetória hidrodinâmica para difusão como fenômeno predominante nos mecanismos de adesão bolha-partícula).

9. A aparição de um segundo máximo, a medida que diminui o tamanho médio das bolhas, constitui uma descoberta e contribui para continuar a pesquisa no uso de microbolhas para flotar partículas da ordem de 1 μm com o uso otimizado de distribuição de tamanho de bolha.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Aperfeiçoamento da técnica LTM-BSizer para caracterização de agregados, coágulos flocos.
2. Estudos de flotação em efluentes líquidos e flotação seletiva com finos ($< 37-13 \mu\text{m}$) e ultrafinos ($< 13 \mu\text{m}$) de minérios com multibolhas (misturas de microbolhas, intermediárias e grandes).
3. Modificar o fluxograma para caracterização do tamanho de bolha em sistemas trifásicos (polpa) nos diferentes equipamentos de flotação (coluna, célula FAI, Jet, etc.).
4. Desenvolvimento de um sistema automatizado para medição em tempo real da distribuição do tamanho de bolhas em equipamentos de flotação.
5. Desenvolvimento de novas técnicas capazes de medir outras propriedades de dispersões gás-líquido, como o *holdup* de gás e a velocidade superficial de gás, que juntamente com o tamanho de bolha servirão para melhor compreensão os efeitos das condições de operação nas propriedades de dispersão do gás e para o projeto e desenvolvimento de equipamentos mais eficientes.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Ahmed, N., Jameson, G.J., 1985. The effect of bubble size on the rate of flotation of fine particles, *International Journal of Mineral Processing* 14(3), pp. 195-215.
- Aldrich, C., Feng, D., 2000. The effect of frothers on bubble size distributions in flotation pulp phases and surface froths, *Minerals Engineering* 13(10-11), pp.1049-1057.
- Aliaga, W., Comunicação pessoal com o representante do Chile da MinnovEX Technologies Inc, 1996.
- Anfruns, J.P., 1976. The flotation of small particles, D.Sc. Thesis, Imperial College of Science and Technology, London.
- Beeby, J.P., Nicol, S.K., 1993. Concentration of oil with the air-sparged hydrocyclone, *Filtration and Separation* 30(2), pp. 141-145.
- Bennett, G. F., 1988. The removal of oil from wastewater by air flotation: a review, *CRC Critical Review in Environmental Control* 18, pp. 189-253.
- Biswal, S.K., Reddy, P.S.R., Bhaumik, S.K., 1994. Bubble Size distribution in a flotation column, *The Canadian Journal of Chemical Engineering* 72(1), pp. 148-152.
- Bleier, A., Goddard, E.D., Kulkarni, R.D., 1976. The structural effects of amine collectors on the flotation of quartz. In *Flotation - A.M. Gaudin Memorial Volume, Vol. 1*, M.C. Fuerstenau editor, New York.
- Bradley, B.W., Flotation offers another water/oil separation alternative, *Oil & Gas Journal - Technology*, pp. 42-45, December 1985.
- Burgess, F.L., 1997. OK100 tank cell operation at Pasminco—Broken Hill. *Minerals Engineering* 10 (7), 723-741.
- Chen, F., Finch, J.A., Gomez, C.O. and Xu, Z., 2002. Wettability effect on bubble formation at a rigid porous sparger, *Canadian Metallurgical Quarterly* 41(3), pp. 273-280.
- Chen, F., Gomez, C.O., Finch, J.A., 2001. Bubble size measurement in flotation machines, *Minerals Engineering* 14(4), pp. 427-432.
- Cho, Y.S., Laskowski, J.S., 2002a. Bubble coalescence and its effect on dynamic foam stability, *Can. J. Chem. Eng.*, 80(2), pp. 299-305.
- Cho, Y.S., Laskowski, J.S., 2002b. Effect of flotation frothers on bubble size and foam stability, *International Journal of Mineral Processing*, 64, pp. 69-80.
- Cilliers, J.J., Bradshaw, D.J., 1996. The flotation of fine pyrite using colloidal gas aphrons, *Minerals Engineering*, 9(2), pp. 235-241.
- Clayton, R., Jameson, G.J., Manlapig, E.V., 1991. The development and application of the Jameson cell, *Minerals Engineering*, 4, pp. 925-933.
- Clift, R., Grace, J.R., Weber, M.E., 1978. *Bubble, drops and particles*. Academic Press, New York.
- Colic, M., Morse, D.E., Morse, W.O., Matherly, T.G., Carty, S., Miller, J.D., 2001. From air-sparged hydrocyclone to bubble accelerated flotation: mineral industry technology sets stage for development of new wastewater treatment flotation. In: *Proceedings of the Froth Flotation/ Dissolved Air Flotation: Bridging The Gap*, UEF Conference, Tahoe City, in press.
- Collins, D.N., Read, A.D., 1971. The treatment of slimes. *Mineral Science and Engineering, Randburg – África do Sul*, 3, pp. 19-31.

- Dai, Z., Fornasiero, D., Ralston, J., 2000. Particle-bubble collision models – a review, *Advances in Colloid and Interface Science*, 85, pp.231-256.
- De Rijk, S.E., Van der Graaf, J.H.J.M., den Blanken, J.G., 1994. Bubble size in flotation thickening, *Wat. Res.*, 28(2), pp. 465-473.
- De Tezanos Pinto, M., Abraham, M.A., Cerro, R.L., 1997. How do bubbles enter a capillary? *Chemical Engineering Science* 52(11), 1685–1700.
- Deglon, D.A., Egya-Mensah, D., Franzidis, J.P., 2000. Review of hydrodynamics and gas dispersion in flotation cells on South African platinum concentrators. *Minerals Engineering* 13 (3), 235-244.
- Dobby, G.S., 1989. Column Flotation Course, UFMG – Brasil.
- Dobby, G.S., Yianatos, J.B., Finch, J.A., 1988. Estimation of bubble diameter in flotation columns from drift flux analysis, *Canadian Metallurgical Quarterly*, 27(2), pp. 85-90.
- Eastoe, J., Dalton, J.S., 2000. Dynamic surface tension and adsorption mechanisms of surfactants at the air-water interface, *Advances in Colloid and Interface Science*, 85, pp. 103-144
- Edzwald J.K., 1995. Principles and applications of dissolved air flotation, *Wat. Sci. Tech.*, 31(3-4), pp. 1-23.
- Ek, C., 1992. Flotation kinetics. In: *Innovations in flotation technology*. P. Mavros and K.A. Matis editors, pp. 183-210.
- Filippov, L.O., Joussement, R., Houot, R., 2000. Bubble Spargers in Column Flotation: Adaptation to Precipitate Flotation, *Minerals Engineering*, 13(1), pp.37-51.
- Finch, J., Xiao, J., Hardie, C., Gomez, C.O., 2000. Gas dispersion properties: Bubble surface area flux and gas holdup, *Minerals Engineering*, 13(4), pp. 365-372.
- Finch, J.A., Dobby, G.S., 1990. *Column Flotation*, first ed. Pergamon Press, Oxford.
- Gaudin, A.M., Fuerstenau, D.W., 1955. Quartz flotation with anionic collectors, *Trans. AIME*, 202, pp. 66-72.
- Gebhardt, J.E., Mankosa, M.J., Hubred, G.L., Removal of oil from Produced Water by Microcel™ column flotation, Summer National Meeting - American Institute of Chemical Engineers, Denver, CO, August 14-17(29b), 1994.
- Gorain, B.K., Franzidis, J.-P. Manlapig, E.V., 1995. Studies on impeller type, impeller speed and air flow rate in industrial scale flotation cell – part 1: Effect on bubble size distribution, *Minerals Engineering*, 8(6), pp. 615-635.
- Gorain, B.K., Franzidis, J.-P. Manlapig, E.V., 1995b. Studies on impeller type, impeller speed and air flow rate in industrial scale flotation cell – part 2: Effect on gas holdup, *Minerals Engineering*, 8(12), pp. 1557-1570.
- Gorain, B.K., Franzidis, J.-P. Manlapig, E.V., 1996. Studies on impeller type, impeller speed and air flow rate in industrial scale flotation cell – part 3: Effect on superficial gas velocity, *Minerals Engineering*, 9(6), pp. 639-654.
- Gorain, B.K., Franzidis, J.-P. Manlapig, E.V., 1997. Studies on impeller type, impeller speed and air flow rate in industrial scale flotation cell – part 4: Effect of bubble surface area flux on flotation performance, *Minerals Engineering*, 10(4), pp. 639-654.
- Gorman, M. G., Smith, R.W., 1991. Amine flotation of fine quartz and glass beads, *Minerals Engineering*, 4(12), pp. 1219-1226.

- Grau, R.A., Heiskanen, K., 2002. Visual technique for measuring bubble size in flotation machines, *Minerals Engineering*, 15, pp. 507-513.
- Grau, R.A., Heiskanen, K., 2003. Gas dispersion measurements in a flotation cell, *Minerals Engineering*, 16, pp. 1081-1089.
- Gu, G., Sanders, R.S., Nandakumar, K., Zhenghe Xu, Masliyah, J.H., 2003. A novel experimental technique to study single bubble-bitumen attachment in flotation, *Int. J. Miner. Process*, article in press.
- Guerra, E.A., 1985. Estudos de beneficiamento de ultrafinos de carvão de Santa Catarina, *Dissertação de Mestrado, PPGEM, Porto Alegre*.
- Gutkowski, B., Hupka, J., Miller, D.J., Flotation of oil droplets from water, *Engineering Foundation Conference: Interfacial Phenomena in Mineral Processing*, Franklin Pierce College. Rindge, New Hampshire, August 2-7, pp. 287-301, 1981.
- Han, M.Y., Park, Y.H., Yu, T.J., 2002. Development of a new method of measuring bubble size, *Water Supply*, 2(2), pp. 77-83.
- Hernandez-Aguilar, J.R., Coleman, R.G., Gomez, C.O., Finch, J.A., 2004. A comparison between capillary and imaging techniques for sizing bubbles in flotation systems, *Minerals Engineering*, 17(1), pp. 53-61.
- Honaker, R.Q., Patwardhan, A., Mohanty, M.K., Bhaskar, K.U., 1999. Fine coal cleaning using the Jameson cell: the north american experience. In: Parekh, B.K., Miller, J.D. (Eds.), *Advances in Flotation Technology*. Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc. (SME), Littleton, CO, pp. 331-341.
- Jameson, G.J., 1999. Hydrophobicity and floc density in induced-air flotation for water treatment, *Colloids and Surfaces, A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 151, pp. 269-281.
- Jameson, G.J., Manlapig, E.V., 1991, Applications of the Jameson flotation cell. In: Agar, G.E., Huls, B.J., Hyma, D.B. (Eds.), *Column '91*, vol. 2, 675-687.
- Jauregi, P., Varley, J., 1999. Colloidal gas aphrons: potential applications in biotechnology, *TIBTECH*, 17, pp.389-395.
- Klassen, V.I., Mokrousov, V.A., 1963. *An introduction to the theory of flotation*, Butterworths, London.
- Laskowski, J., Kitchener, J.A., 1969. The hydrophilic-hydrophobic transition on silica. *J. Coll. Interface Science*, No. 29, 670-679.
- Laskowski, J.S., Tlhone, T., Williams, P., Ding, K., 2003. Fundamental properties of the polyoxypropylene alkyl ether flotation frothers. *International Journal of Mineral Processing*, 72 (1-4), 289-299.
- Leech, C. A. Oil flotation processes for cleaning oil field produced water. *AICHe Annual Meeting*, Houston, 1987.
- Lelinski, D., ASH flotation of dispersed oil droplets – A model system for bitumen flotation from tar sand, *M.Sc. Thesis, University of Utah*, 125p., 1993.
- Luttrell, G.H., Weber, A.T., Adel, G.T., Yoon, R.H., 1988. Microbubble flotation of fine coal, *Proceedings of an International Symposium of Column flotation – Column Flotation '88*, SME Annual Meeting, Phoenix, Arizona, K.U.S. Sastry Editor, Department of Materials Science and Mineral Engineering – University of California at Berkeley, pp. 205-211, January 25-28, 1988.

- Malysa, K., Ng, S., Cymbalista, L., Czarnecki, J., Masliyah, J., 1999. A method of visualization and characterization of aggregate flow inside a separation vessel, Part 1. Size, shape and rise velocity of the aggregates, *International Journal of Mineral Processing* 55(3), pp. 171-188.
- Moolman, D.W., Aldrich, C., Schmitz, G.P.J., Van Deventer, J.S.J., 1996. The interrelationship between surface froth characteristics and industrial flotation performance. *Minerals Engineering* 9 (8), 837–854.
- O'Connor C.T., Randall, E.W., Goodall, C.M., 1990. Measurement of the effect of physical and chemical variables on bubble size. *International Journal of Mineral Processing* 28, pp. 139–149.
- Owen, J.J., Morse, D.E., Morse, W.O., Jovine, R., 1999. New developments in flotation equipment for water treatment systems. In: Parekh, B.K., Miller, J.D. (Eds.), *Advances in Flotation Technology*. Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc. (SME), Littleton, CO, pp. 381-389.
- Pascoe, R.D., Wills, B.A., 1994. Selective Aggregation of ultrafine hematite and quartz under high shear conditions with conventional flotation collectors, *Minerals Engineering*, 7(5/6), pp. 647-656.
- Randall, E.W., Goodall, C.M., Fairlamb, P.M., Dold, P.L., O'Connor, C.T., 1989. A method for measuring the sizes of bubbles in two-and three-phase systems, *J. Phys. E: Sci. Instrum.* 22, pp. 827-833.
- Raymond, F., Rosant, J.-M., 2000. A numerical and experimental study of the terminal velocity and shape of bubbles in viscous liquids. *Chemical Engineering Science* 55 (5), 943-955.
- Reay, D., Ratcliff, G.A., 1973. Removal of fine particles from water by dispersed air flotation: effect of bubble size and particle size on collection efficiency, *Can. J. Chem. Engng*, 51, 178-185.
- Rodrigues, R.T., 1999. Tratamento de águas oleosas de plataformas marítimas por flotação por gás dissolvido, dissertação de Mestrado, 101p., PPGEM-UFRGS, Porto Alegre.
- Rodrigues, R.T., Rubio, J., 2003. New basis for measuring the size distribution of bubbles. *Minerals Engineering*, 16, pp. 757–765.
- Rubio, J., 1988, *Carvão Mineral – Caracterização e Beneficiamento*, Vol. 1, Ed. Nova Linha Artes Gráficas.
- Rubio, J., Souza, M.L., Smith, R.W., 2002. Overview of flotation as a wastewater treatment technique, *Minerals Engineering*, 15, pp. 139-155.
- Russ, J.C., *The Image Processing Handbook*. Third ed. 1999, Boca Raton, Florida: CRC Press.
- Rykaart, E.M., Haarhoff, J., 1995. Behaviour of air injection nozzles in dissolved air flotation, *Wat. Sci. Tech.* 31(3-4), pp. 25-35.
- Saberi, S., Shakourzadeh, K., Bastoul, D., Militzer, J., 1995. Bubble size and velocity measurement in gas-liquid systems: Application of fiber optic technique to pilot plant scale, *The Canadian Journal of Chemical Engineering* 73(2), pp. 253-257.
- Sadr-Kazemi, N., Cilliers, J.J., 1997. An image processing algorithm for measurement of flotation froth bubble size and shape distributions. *Minerals Engineering* 10 (10), 1075–1083.

- Santander, M., Separação de óleos emulsificados por flotação não convencional, Tese de Doutorado, 123p., PPGEM-UFRGS, Porto Alegre, 1998.
- Sebba, F., 1962. Ion Flotation. Elsevier, Amsterdam.
- Sivamohan, R., 1990. The problem of recovering very fine particles in mineral processing – A review. *International Journal of Mineral Processing*, Amsterdam, 28, pp.247-288.
- Solari, J.A., 1980. Selective dissolved air flotation of fine mineral particles. Doctor thesis, University of London – Imperial College, 292 p.
- Solari, J.A., 1981. Avanços recentes no tratamento de efluentes por flotação a ar dissolvido. *Engenharia Sanitária*, Rio de Janeiro, 20(3), pp. 332-335, 1981.
- Stearnes, J.V., 2001. Fine particle flotation and the influence of dissolved gas on interparticle interactions, Doctor Thesis, University of South Australia.
- Subrahmanyam, T.V., Fossberg, E.F.S., 1990. Fine particle processing: Shear flocculation and carrier flotation – a review. *International Journal of Mineral Processing*, 30, pp. 265-286.
- Sweet, C., van Hoogstraten, J., Harris, M., Laskowski, J.S., 1997. The effect of frothers on bubble size and frothability of aqueous solutions. In: Finch, J.A., Rao, S.R., Holubec, I. (Eds.), *Processing of Complex Ores – Proc. 2nd UBC-Mc Gill Int. Symp. Metallurgical Society of CIM*, Montreal, pp. 235-245.
- Trahar, W.J., 1981. A rational interpretation of role of particle size in flotation. *International Journal of Mineral Processing*, Amsterdam, 2, pp. 289-327.
- Trahar, W.J., Warren, L.J., 1976. The flotability of very fine particles – A review. *International Journal of Mineral Processing*, Amsterdam, 3, pp. 103-131.
- Tucker, J.P., Deglon, D.A., Franzidis, J.P., Harris, M.C., O’connor, C.T., 1994. An evaluation of a direct method of bubble size distribution measurement in a laboratory batch flotation cell, *Minerals Engineering* 7(5-6), pp. 667-680.
- Unno, H., Inoue, I., 1979. Size reduction of bubbles by orifice mixer, *Chemical Engineering Science* 35, pp. 1571-1579.
- Van Ham, N.J.M., Behie, L.A., Svrcek, W.Y., The effect of air distribution on the induced air flotation of fine oil in water emulsions, *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 61(4), pp. 541-547, August 1983.
- Varley, J., 1995. Submerged gas-liquid jets: bubble size prediction, *Chemical Engineering Science*, 50(5), pp. 901-905.
- Vidyadhar, A., Hanumantha Rao, K., Chernyshova, I.V., Pradip, and Forssberg, K. S. E., 2002. Mechanisms of Amine–Quartz Interaction in the Absence and Presence of Alcohols Studied by Spectroscopic Methods. *Journal of Colloid and Interface Science*, 256, pp. 59–72.
- Wang, W. X., 1998. Binary image segmentation of aggregates based on polygonal approximation and classification of concavities, *Pattern Recognition*, 31(10), pp. 1503-1524.
- Wyslouzil, H.E., The use of column flotation to reduce residual organic levels from eletrolyte solutions. Prepared for Expomin '94, Santiago - Chile, 1994.
- Yang, Seung-Man, Han, Sang Phil, Hong, Jeong Jin, 1995. Capture of small particles on a bubble collector by Brownian diffusion and interception, *Journal of Colloid and Interface Science*, 169(1), pp. 125-134.

- Yianatos, J., Bergh, L., Condori, P., Aguilera, J., 2001. Hydrodynamic and metallurgical characterization of industrial flotation banks for control purposes. *Minerals Engineering* 14(9), 1033–1046.
- Yianatos, J.B., Finch, J.A., 1990. Gas holdup versus gas rate in bubbly regime, *Int. J. Miner. Proc.*, 29, pp.147.
- Yoon, R.-H., 1993. Microbubble flotation, *Minerals Engineering* 6(6), pp. 619-630.
- Yoon, R.-H., Luttrell, G.H., 1994. Microcel™ column flotation scale-up and plant practice, In: *Proceedings of The 26th Annual Meeting Canadian Mineral Processing, CIM*, paper 12.
- Yoon, R.-H., Luttrell, G.H., Adel, G.T., Mankosa, M.J., 1992. The application of Microcel™ column flotation to fine coal cleaning, *Coal Preparation* 10, pp. 177-188.
- Zabel, T., 1992. Flotation in water treatment. In: Mavros, P., Matis, K.A. (Eds.), *Innovations in Flotation Technology*, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, MA.
- Zhou, Z.A., Egiebor, N.O., Plitt, L.R., 1993. Frother effects on bubble size estimation in a flotation column, *Minerals Engineering* 6(1), pp. 55-67.
- Zhou, Z.A., Xu, Z, Finch, J.A., Effect of gas nuclei on hydrophobic coagulation, *Journal of Colloid and Interface Science*, 179(1), pp. 311-314, April 1996.
- Zhou, Z.A., Xu, Z., Finch, J.A., Rao, S.R., Hu, H, Role of hydrodynamic cavitation in fine particle flotation, *International. Journal of Mineral. Processing*, 51, pp. 139-149, 1997.
- Zhou, Z.A., Xu, Z., Finch J.A., On the role of cavitation in particle collection during flotation – A critical review, *Minerals Engineering*, 7(9), pp. 1073-1084, 1994.
- Zouboulis, A.I., Kydros, K.A., Stalidis, G.A., 1992a. Flotation techniques in water treatment. In: Mavros, P., Matis, K.A. (Eds.), *Innovations in Flotation Technology*. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, MA.
- Zouboulis, A.I., Kydros, K.A., Matis, K.A., 1992b. Adsorbing flotation of copper hydroxoprecipitates by pyrite fines. *Separation Science and Technology*, 27, pp. 2143-2155.

APÊNDICES

Apêndice I. Cálculo teórico da saturação de ar em água (Lei de Henry)

Lei de Henry: “A solubilidade de um gás em um líquido é diretamente proporcional a pressão do gás acima do líquido para determinada temperatura.”

$$P_a = K_{ar} \cdot X_a$$

onde:

P_a - pressão parcial do soluto “a” na fase gasosa;

X_a - fração molar do soluto “a” na fase líquida;

K_{ar} - constante de Henry, atm / fração molar.

Cálculo da constante de Henry

T (°C)	$K_{ar} \times 10^4$ (atm/fr.molar)	X_a	D água (g/L)	n° moles ar	K_{ar} (mL ar / L.atm)	K_{ar} (mL ar / L.10 ² kPa)
0	4,32	$2,3148 \cdot 10^{-05}$	999,87	$1,2865 \cdot 10^{-03}$	28,82	28,44
10	5,49	$1,8214 \cdot 10^{-05}$	999,73	$1,0122 \cdot 10^{-03}$	23,50	23,20
20	6,64	$1,5060 \cdot 10^{-05}$	998,23	$8,3567 \cdot 10^{-04}$	20,09	19,83
30	7,71	$1,2970 \cdot 10^{-05}$	995,67	$7,1785 \cdot 10^{-04}$	17,84	17,61
40	8,7	$1,1494 \cdot 10^{-05}$	992,24	$6,3397 \cdot 10^{-04}$	16,28	16,07
50	9,46	$1,0570 \cdot 10^{-05}$	988,07	$5,8059 \cdot 10^{-04}$	15,38	15,18

$$X_a = n^\circ \text{ moles ar} / (n^\circ \text{ moles ar} + n^\circ \text{ moles água})$$

$$n^\circ \text{ moles} = \text{massa} / \text{peso molecular}$$

$$n^\circ \text{ moles água} = \text{massa} / 17,99$$

$$n^\circ \text{ moles água} = 1 \text{ litro} \cdot D_{\text{água}} / 17,99$$

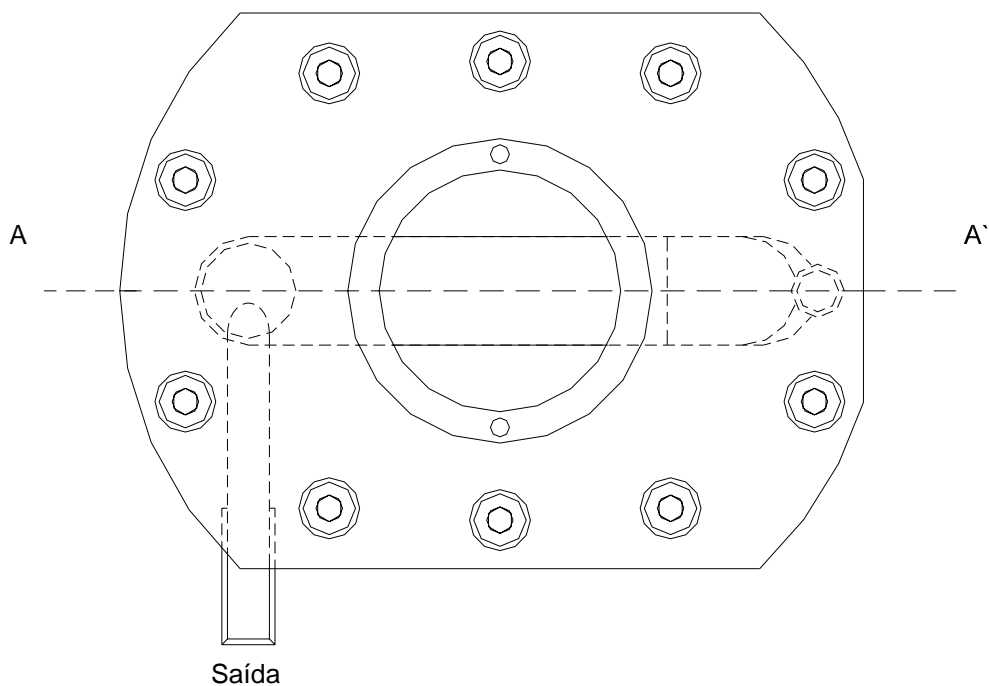
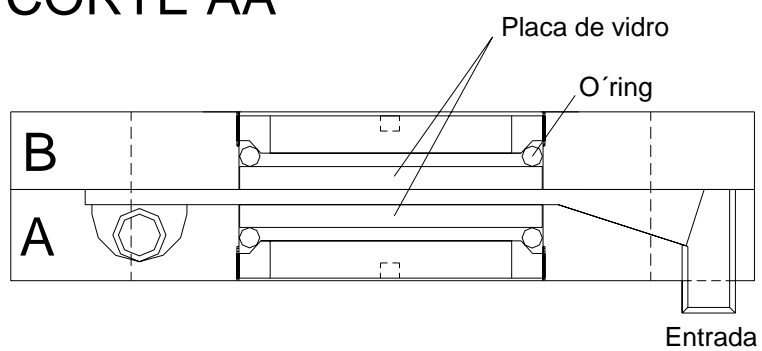
$$P \cdot V = n \cdot R \cdot T$$

$$1 \text{ atm} \cdot V = n^\circ \text{ moles ar} \cdot 0,082 \cdot (273,15 + T^\circ\text{C})$$

$$V = K_{ar}, \text{ em mL} / \text{L} \cdot \text{atm}$$

Volume de ar precipitado em função da pressão manométrica, em mL / L.10²kPa.

T (°C)	K_{ar} (mL/L.10 ² kPa)	Volume de ar precipitado por litro de água, mL / L	Pressão Manométrica, 10 ² kPa							
			1	2	3	4	5	6	7	8
0	28,440		28,44	56,88	85,32	113,76	142,20	170,64	199,08	227,52
10	23,195		23,20	46,39	69,59	92,78	115,98	139,17	162,37	185,56
20	19,825		19,83	39,65	59,48	79,30	99,13	118,95	138,78	158,60
30	17,611		17,61	35,22	52,83	70,45	88,06	105,67	123,28	140,89
40	16,066		16,07	32,13	48,20	64,27	80,33	96,40	112,47	128,53
50	15,183		15,18	30,37	45,55	60,73	75,92	91,10	106,28	121,47

Apêndice II. Desenho esquemático do visor de bolhas**CORTE AA'**

Apêndice III. Campo de visão e diâmetro mínimo detectado das imagens digitais.

Campo de visão e D limite com objetiva de 0,63x.

Câmera Digital:	Sony DSC-S75
Aumento:	Ótico máximo (3x)
Resolução:	2048 x 1536

Microscópio:	Stemi SV11
Objetiva:	0,63 x

Aumento microscópio	L (mm)	H (mm)	Área (mm ²)	microns /pixel	Tamanho mínimo de objeto (pixels)	Diâmetro mínimo de objeto (µm)
0,6	24,81	18,59	461,18	12,112	30	76,5
0,8	18,25	13,68	249,62	8,911	30	56,3
1,0	14,52	10,88	157,94	7,088	30	44,8
1,2	11,56	8,67	100,18	5,645	30	35,7
1,6	9,13	6,84	62,41	4,456	30	28,2
2,0	7,41	5,55	41,10	3,616	30	22,9
2,5	5,84	4,38	25,56	2,852	30	18,0
3,2	4,67	3,50	16,32	2,278	30	14,4
4,0	3,68	2,76	10,13	1,795	30	11,3
5,0	2,84	2,13	6,04	1,386	30	8,8
6,6	2,19	1,64	3,60	1,071	30	6,8

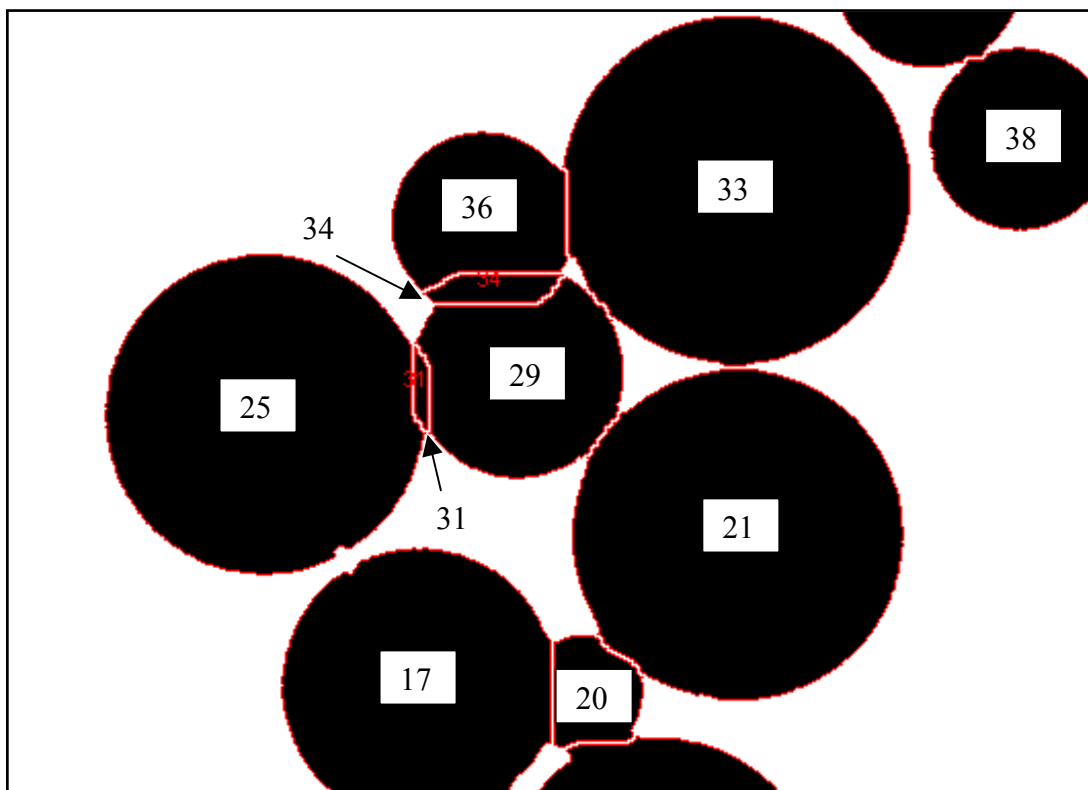
Campo de visão e D limite com objetiva de 1,0x.

Câmera Digital:	Sony DSC-S75
Aumento:	Ótico máximo (3x)
Resolução:	2048 x 1536

Microscópio:	Stemi SV11
Objetiva:	1,0 x

Aumento Microscópio	L (mm)	H (mm)	Área (mm ²)	microns /pixel	Tamanho mínimo de objeto (pixels)	Diâmetro mínimo de objeto (µm)
0,6	15,25	11,44	174,42	7,444	30	47,0
0,8	11,41	8,56	97,74	5,573	30	35,2
1,0	9,08	6,81	61,87	4,434	30	28,0
1,2	7,32	5,49	40,23	3,575	30	22,6
1,6	5,77	4,33	24,99	2,818	30	17,8
2,0	4,62	3,47	16,03	2,257	30	14,3
2,5	3,69	2,77	10,24	1,804	30	11,4
3,2	2,93	2,20	6,43	1,429	30	9,0
4,0	2,30	1,73	3,97	1,123	30	7,1
5,0	1,80	1,35	2,44	0,880	30	5,6
6,6	1,38	1,03	1,43	0,674	30	4,3

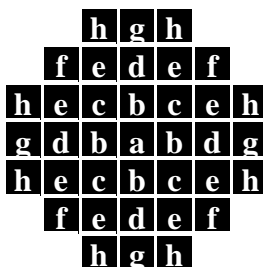
Apêndice IV. Defeitos relacionados ao processo de segmentação pelo algoritmo *watershed*



Objeto N°	Fator de Forma (Compactness)	Objeto N°	Fator de Forma (Compactness)
17	0,98	31	0,42
20	0,84	33	0,99
21	0,99	34	0,46
25	0,99	36	0,89
29	0,92	38	0,98

Apêndice V. Distâncias em imagens digitais (diâmetro mínimo detectado)

A Figura mostra um objeto constituído por 37 pixels (7 pixels de largura com forma octogonal). Cada um dos pixels no diagrama é legendado para indicar a distância do centro do octógono. A distância (em pixels) e o número de pixels em cada distância são apresentados na Tabela. Em todas as imagens analisadas não foram considerados objetos menores do que 30 pixels, pois freqüentemente estes objetos estão relacionados a ruídos resultantes da aquisição e processamento. A tabela do Apêndice III apresenta o tamanho limite (diâmetro mínimo detectado) do menor objeto para diferentes aumentos. A fórmula utilizada foi $d = 2 * 3,162 * \text{tamanho do pixel}$.



Objeto constituído por 37 pixels (7 pixels de largura com forma octogonal).

Distância de cada pixel em relação ao centro do objeto (Russ, 1999. pg283).

Classe	Número	Distância do centro (em pixels)
a	1	0
b	4	1
c	4	1,414 ou ($\sqrt{2}$)
d	4	2
e	8	2,236 ou ($\sqrt{5}$)
f	4	2,828 ou ($\sqrt{8}$)
g	4	3
h	8	3,162 ou ($\sqrt{10}$)

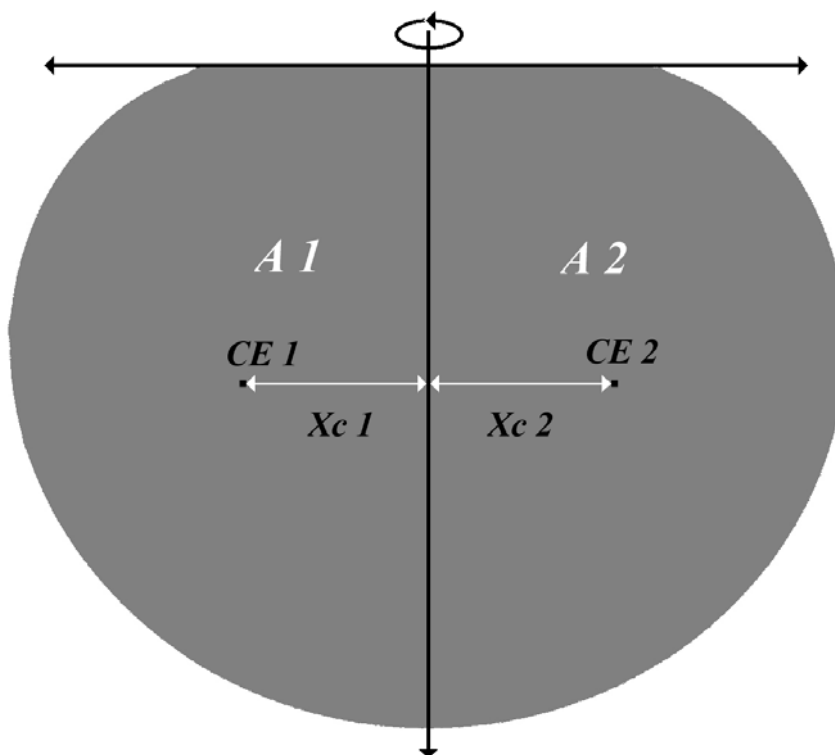
Apêndice VI. Teorema de Pappus

O teorema de Pappus (ca 290-350 d.C.) diz que o volume de um sólido de revolução obtido pela rotação de uma região R em torno do eixo vertical y que não a intercepte pode ser calculado pela fórmula:

$$V = 2\pi X_c A$$

onde X_c é a abscissa do centróide CE da região R , de área A . O centro de massa, CM , de um corpo homogêneo, isto é, com densidade constante, depende apenas da geometria deste corpo. Neste caso, o CM é denominado *centróide* do corpo, CE , ou centro geométrico. No caso da bolha para aplicar o teorema de Pappus no cálculo do volume da mesma, precisamos calcular o centróide da região plana R . Tanto o centróide e sua abscissa como a área da região R foram obtidos por análise de imagens.

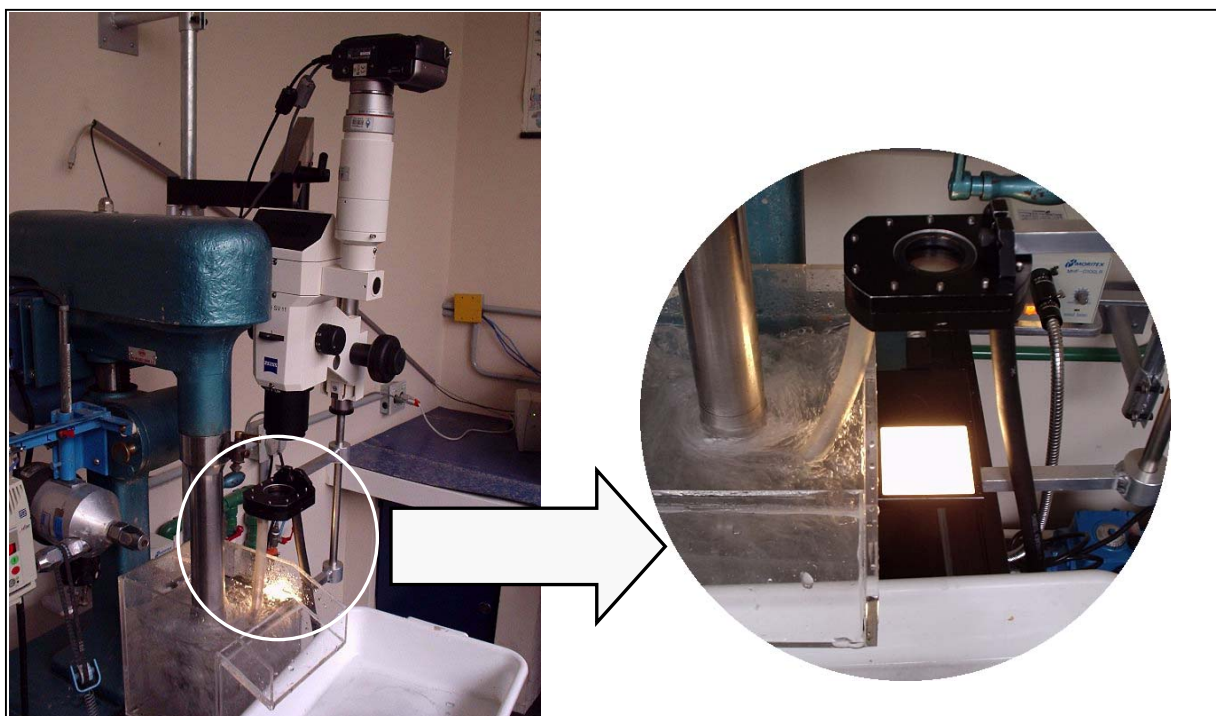
A Figura abaixo apresenta a imagem lateral de uma bolha com os parâmetros determinados indicados. Para cada bolha foram determinadas duas medidas de volume, uma para cada metade da mesma. A divisão da bolha foi determinada por uma linha vertical que passa pelo centróide de toda a bolha.



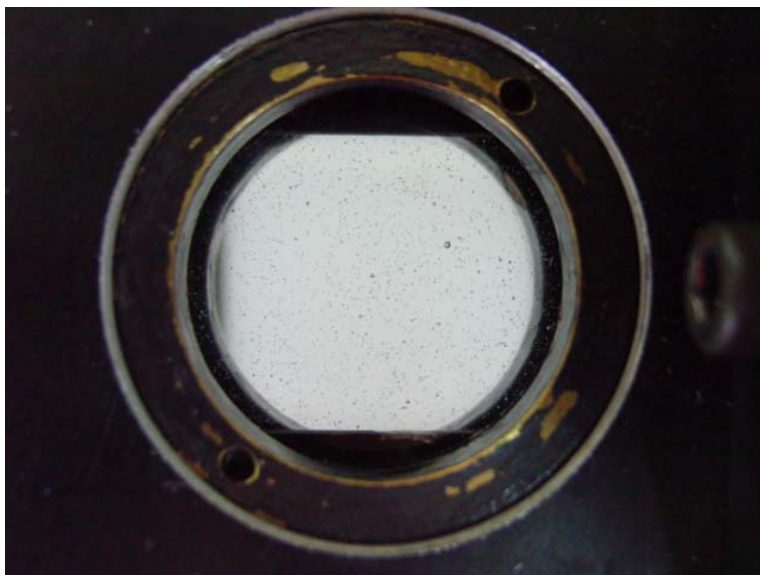
Apêndice VII. Fotos em anexo



Detalhe do amostrador, visor de bolhas e da placa de fibra ótica (*backlight*) instalado na coluna de flotação.

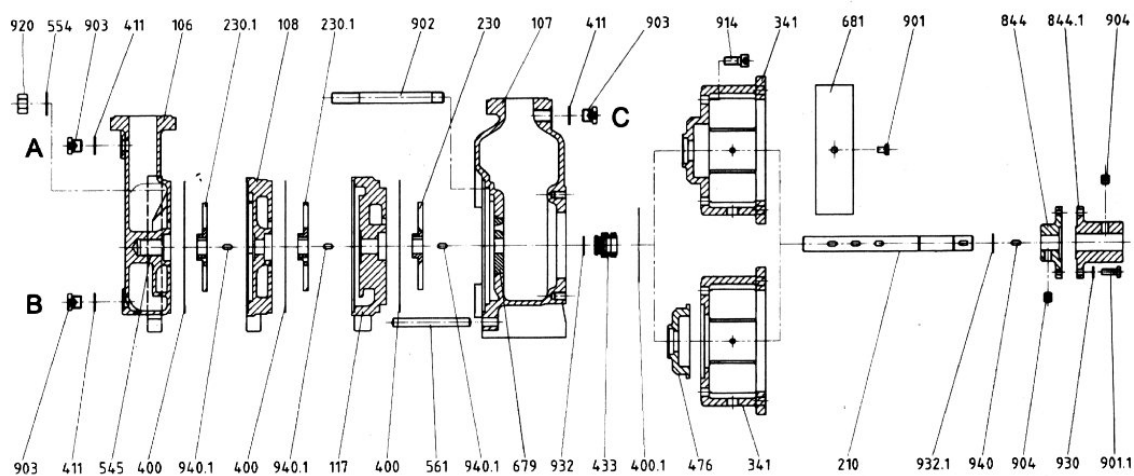


Montagem experimental para determinação da distribuição de tamanho de bolha para flotação por ar induzido. Em detalhe o visor e placa de iluminação.



Detalhe do visor de bolhas.

Apêndice VIII. Detalhes da bomba centrífuga multifase (Edur)



- 106 – Câmara de entrada;
- 107 – Câmara de saída;
- 108 e 117 – Câmaras intermediárias;
- 210 – Eixo;
- 230 e 230.1 – Rotor (*Impeller*);
- 844 e 844.1 – Acoplamento (p/ motor).