

# **Estudo de Distribuição de Tamanho de Bolhas em Células de Flotação**

## **Bubble Size Distribution Study in Flotation Cell**

**Paloma Serra Casagrande**  
Bolsista PCI, Eng. De Materiais, UFRJ.

**Hudson Couto**  
Supervisor, Eng. Químico, D. Sc.

### **Resumo**

A distribuição e o tamanho médio de bolhas são variáveis que possuem grande influência no processo de flotação, entretanto existem poucos estudos na literatura em sistemas trifásicos (água, ar e minério) devido a sua complexidade de medição e falta de métodos para determiná-la. Os espumantes têm um papel significativo no controle de bolhas e na estabilização da espuma. Dessa forma, este trabalho estudou a relação do minério com o reagente MIBC, visando desenvolver um procedimento para quantificar o espumante após o contato com o minério usando a espectrofotometria uv-vis. O comprimento de onda escolhido para medição de absorbância foi de 515 nm. A curva de calibração obtida foi adequada com um  $R^2$  de 0.9986. As perdas relativas de reagente MIBC foram de 16%, 10% e 15% para as concentrações de 10, 20 e 50 mg/L, respectivamente. Além disso, o acréscimo da etapa de aquecimento durante a reação colorimétrica gerou a diminuição dos valores de absorbância com o aumento do tempo de reação.

**Palavras chave:** Sistema trifásico, espumante, espectrofotometria.

### **Abstract**

The distribution and average bubble size are variables that have great influence on the flotation process however there are few studies in the literature on a three-phase system (water, air and ore) due to its measurement complexity and lack of methods to determine it. Frothers play a significant role in bubble control and foam stabilization. Thus, this work studied the relationship of the ore with the MIBC reagent, aiming to develop a procedure to quantify the frother after contact with the ore using UV-visible spectrophotometry. The wavelength chosen to measure absorbance was 515 nm. The standard curve obtained was adequate with an  $R^2$  of 0.9986. The relative losses of MIBC reagent were 16%, 10% and 15% for concentrations of 10, 20 and 50 mg/L, respectively. Furthermore, the addition of the heating step during the colorimetric reaction generated a decrease in absorbance values with increasing reaction time.

**Key words:** Three-phase system, frother, spectrophotometry.

## **1. Introdução**

O processo de flotação vem sendo utilizado desde o início do século XX na separação seletiva de minerais, e mais recentemente, no tratamento de efluentes em escala industrial. O tamanho de bolha e a distribuição de tamanho de bolhas (DTB) são dois parâmetros importantes no processo de flotação devido a seu efeito na eficiência de coleta e de transporte das partículas, exigindo uma variação extensa da DTB para diversos tamanhos de partícula. Diversos autores mencionam a importância de determinar o tamanho de bolhas em células de flotação, sendo a maior parte destas pesquisas focadas na determinação do tamanho da bolha em sistema bifásico (água e ar). Existem poucos trabalhos reportados na literatura em sistema trifásico (água, ar e minério) relacionado à sua complexibilidade da medição e a falta de métodos para determiná-la. Grau e Heiskanen (2005), Kuan e Finch (2010), Tucker et al. (1994) e Vazirizadeh et al. (2016) estudaram a influência de variáveis físicas e químicas no tamanho da bolha em uma célula de flotação utilizando diferentes espumantes comerciais para um sistema trifásico.

Os espumantes têm um grande impacto no tamanho de bolhas, sendo utilizados na flotação visando melhorar a dispersão do ar em bolhas finas e para estabilização da espuma. Eles se acumulam preferencialmente na interface água/ar e interagem com moléculas coletoras adsorvidas em partículas sólidas na colisão partícula/bolha. De acordo com a literatura, o impacto dos espumantes no tamanho de bolha resulta da sua eficácia de evitar a coalescência das bolhas, assim, com o aumento da concentração do espumante o grau de coalescência diminui e em uma determinada concentração (concentração crítica de coalescência – CCC) a coalescência das bolhas é totalmente evitada. (GRAU et al., 2005).

## **2. Objetivos**

Este trabalho tem como propósito estudar o comportamento do espumante MIBC antes e após contato com minério por meio de um método colorimétrico adaptado. Será avaliada também a influência dos seguintes parâmetros: tempo de reação, acréscimo/ retirada da etapa de aquecimento e largura da cubeta de análise. Este estudo apresenta como objetivos específicos: desenvolvimento do método colorimétrico adaptado, obtenção das curvas padrão MIBC, preparação e análise das amostras minerais para os experimentos e quantificação do reagente MIBC após contato com minério.

## **3. Material e Métodos**

Para os estudos de determinação colorimétrica foi utilizado o reagente espumante MIBC (metil isobutil carbinol) fornecido pela Clariant. Foram analisadas soluções do MIBC nas concentrações de 2, 5, 10, 20 e 50 mg/L. Além disso, para a preparo das soluções, foram usados ácido sulfúrico como meio ácido e uma solução mista de água deionizada, ácido acético e salicilaldeído como indicador de cor.

Foi utilizado um minério sulfetado com cerca de 3.7% de cobre, composto principalmente por calcopirita. O minério originário da mina Sossego (Canãa dos Carajás, PA) foi homogeneizado, quarteado e armazenado em alíquotas de 1 kg, possuindo um  $P_{80}$  de 150  $\mu\text{m}$ . Os ensaios foram realizados em uma polpa com porcentagem de sólidos em torno de 30%.

A determinação de concentração dos espumantes foi realizada por meio da espectrofotometria uv-vis usando um espectrofotômetro DR6000 da HACH. Gélinas e Finch (2005) validaram a técnica colorimétrica para espumantes quando utilizado o salicilaldeído como indicador de cor. Nesse trabalho foi utilizado um procedimento baseado em Zangoi (2014) visando à otimização do processo, diminuindo a quantidade de etapas e o desperdício de reagentes.

O método colorimétrico adaptado consiste nas seguintes etapas: preparação das soluções-padrão em água deionizada, diluição das mesmas em ácido sulfúrico 3:1, reação colorimétrica com o indicador de cor (salicilaldeído 5% (v/v) em solução de ácido acético e água deionizada 1:1) na proporção de 100 para 1, aquecimento em bloco digestor durante 15 minutos à temperatura de 100°C, seguida por um banho de gelo. Para as amostras, o processo consiste no preparo das soluções de em água deionizada nas concentrações de 2-50 mg/L, promover contato das soluções com o minério no shaker durante aproximadamente 5 minutos, separar a solução do minério com uma centrífuga a 4500 rpm por 20 minutos, transferir o sobrenadante para um balão volumétrico e avolumar com ácido sulfúrico até a proporção 3:1 ácido sulfúrico, induzir a reação colorimétrica com o indicador de cor, aquecimento a 100°C durante 15 minutos e resfriamento em banho de gelo. As soluções só são retiradas do banho de gelo no momento da análise, que deve ser realizada no mesmo dia. Além disso, alguns parâmetros foram testados com o objetivo de melhorar o método: presença/ ausência de aquecimento das soluções seguido de rápido resfriamento, variação do tempo de reação e largura da cubeta usada no espectrofotômetro.

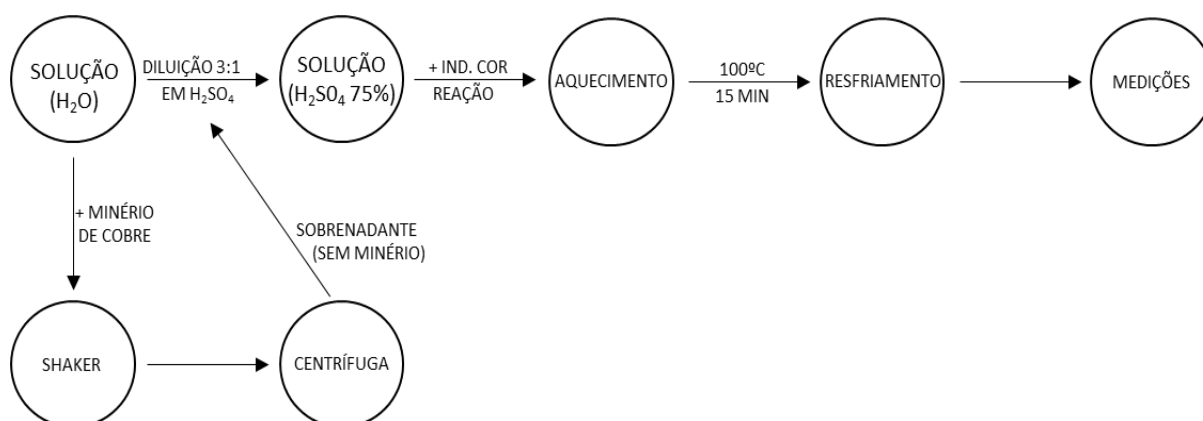


Figura 1. Fluxograma das etapas do método colorimétrico adaptado para soluções padrão (rota superior) e amostras (rota inferior)

#### 4. Resultados e Discussão

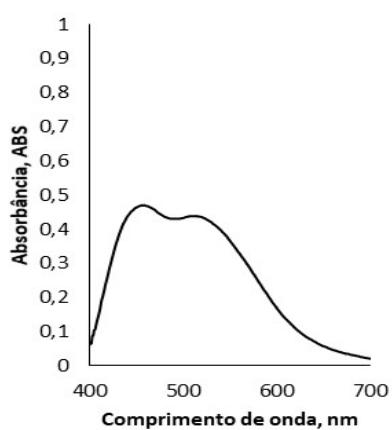


Figura 2. Curva de varredura da solução padrão MIBC 10 mg/L.

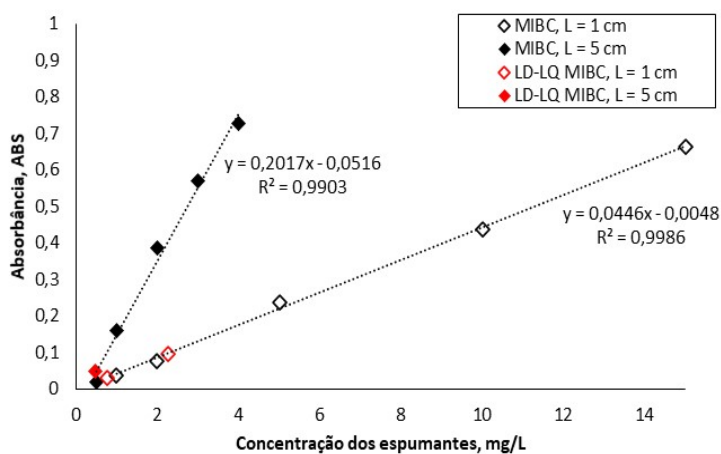


Figura 3. Curvas de calibração do espumante MIBC em 515 nm.

Tabela 1. Determinação colorimétrica das concentrações de 2 -50 mg/L de espuma MIBC após contato com minério de cobre

Conc. Inicial, mg/L	Conc. Diluída (÷4), mg/L	Absorbância, ABS	Conc. Diluída Real, mg/L	Conc. Inicial Real, mg/L	Perda, mg/L	Perda Relativa
2.0	0.5	0.019333333	0.503129	2.012515	-0.01252	-1%
5.0	1.25	0.053666667	1.248692	4.994768	0.005232	0%
10.0	2.5	0.093333333	2.110071	8.440283	1.559717	16%
20.0	5.0	0.202666667	4.484291	17.93716	2.062835	10%
50.0	12.5	0.485333333	10.62252	42.49008	7.509921	15%

Tabela 2. Limites de detecção e de quantificação da técnica, calculados a partir dos desvios padrão das soluções "branco".

Largura da cubeta, cm	Limite de Detecção, mg/L	Limite de Quantificação, mg/L
1	0.755	2.265
5	0.162	0.486

A evolução dos espectros de absorção da solução MIBC 10 mg/L em função do tempo de aquecimento, variando de 5 a 50 minutos, mostrou que a intensidade da banda diminuiu com o aumento do tempo de aquecimento, de modo que é possível supor que o composto térmico relativo a esta banda estava sendo decomposto e outros estavam se formando. Na Figura 4 têm-se o gráfico de duas curvas analíticas de absorbância do MIBC 10 mg/L no comprimento de onda de 515 nm em função do tempo de reação considerando a presença e ausência das etapas de aquecimento e rápido resfriamento. Observou-se que, quando há aquecimento, maiores tempos de reação geraram menores valores de absorbância para uma mesma concentração de MIBC, até que foi alcançado um platô de estabilidade, enquanto que o contrário ocorreu para o experimento com ausência de aquecimento, ou seja, maiores tempos de reação geraram maiores valores de absorbância. Zangoi et al. (2016) apresentou dados semelhantes de crescimento até uma constante para outros espumantes. Também é importante destacar que quanto mais próximo desse platô, menor será a diferença entre os valores de absorbância para diferentes tempos próximos e conseqüentemente, menores serão os erros nas medições. Assim, visando menores erros, mas ainda mantendo os menores tempos possíveis, é sugerido um tempo mínimo de reação de 15 minutos (variação menor que 5% em 5 minutos) e um tempo mais confortável de 40 minutos (variação menor que 5% em 10 minutos) quando feito o método com a etapa de aquecimento. Já para a etapa sem aquecimento, obteve-se que, com um tempo de reação de 30 minutos, é possível alcançar uma variação entre medições menor que 5% em 10 minutos (Figura 5). Observou-se também que concentrações menores de soluções padrão de MIBC tendem a alcançar valores mais constantes em tempos menores.

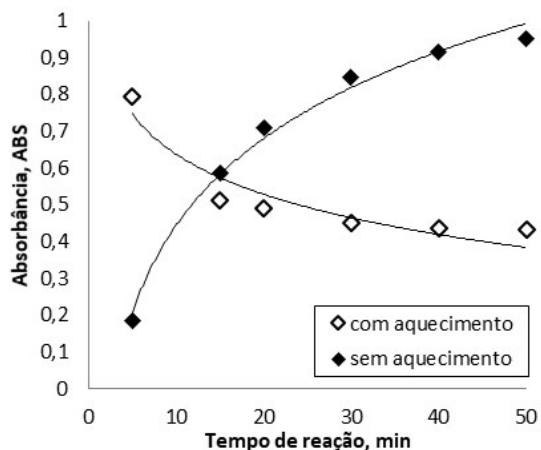


Figura 4. Curva analítica em função do tempo de reação (MIBC 10 mg/L em 515 nm).

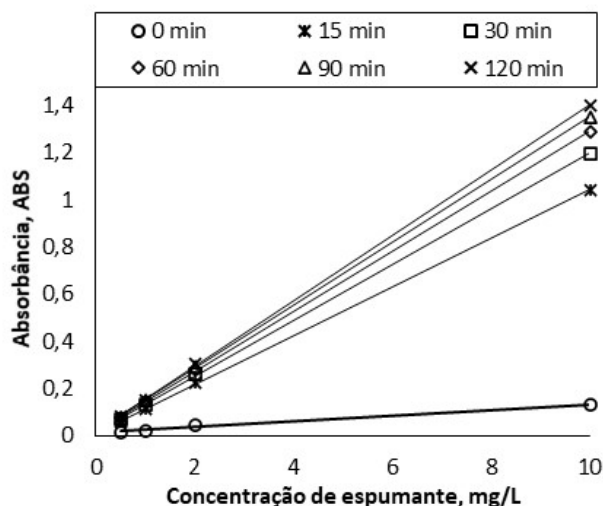


Figura 5. Curva de calibração do espuma MIBC em 515 nm para diferentes tempos de reação.

## 5. Conclusão

Esse trabalho desenvolveu um método colorimétrico adaptado para a determinação do espuma MIBC após contato com amostra mineral, analisando a influência de parâmetros como a presença da etapa de aquecimento, tempo de reação e largura da cubeta de análise. Com etapa de aquecimento, obtiveram-se valores de absorbância menores com o aumento do tempo de reação e o tempo mínimo sugerido é de 15 minutos. Ao contrário, sem a etapa de aquecimento, maiores tempos de reação geraram maiores absorbâncias para uma mesma concentração, até que se alcançasse um platô; além disso, concentrações maiores demoraram mais para alcançar as constantes e é sugerido um tempo mínimo de 30 minutos. Soluções de MIBC apresentaram perdas relativas de 16%, 10% e 15% de espuma para as concentrações de 10, 20 e 50 mg/L, respectivamente, após contato com minério de cobre.

## 6. Agradecimentos

Agradeço ao meu supervisor Hudson Couto pelo apoio, aos servidores da COAM pelo suporte, em especial Andrey Linhares, ao CNPQ pelo fornecimento de bolsas e ao CETEM pela infraestrutura.

## 7. Referências Bibliográficas

GÉLINAS, S.; FINCH, J.A. Colorimetric determination of common industrial frothers. **Minerals Engineering**, v.18, p.263-266, 2005.

GRAU, R.A.; HEISKANEN, K. Bubble size distribution in laboratory scale flotation cells. **Minerals Engineering**, v.18, p.1164-1172, 2005.

GRAU, R.A.; LASKOWSKI, J.S.; HEISKANEN, K. Effect of frothers on bubble size. **International Journal of Mineral Processing**, v.76, p.225-233, 2005.

KUAN, S.H.; FINCH, J.A. Impact of talc on pulp and froth properties in F150 and 1-pentanol frother systems. **Minerals Engineering**, v.23, p.1003-1009, 2010.

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

VAZIRIZADEH, A.; BOUCHARD, J.; CHEN, Y. Effect of particles on bubble size distribution and gas hold-up in column flotation. **International Journal of Mineral Processing**, v.57, p.163-173, 2016.

ZANGOUI, A. **Development and applications of frother analysis in flotation cells**. 2014. 175p. Dissertação (Doutorado) – Department of Mining and Materials Engineering, McGill University, Montreal (Canada).

ZANGOUI, A.; GOMEZ, C.O.; FINCH, J.A. Frother analysis in flotation circuits: Refinement of a colorimetric technique. **Minerals Engineering**, v.93, p.41-49, 2016.