



## COTEJANDO TUBO DE HALLIMOND COM CÉLULA DE FUERSTENAU

SILVA, L.S.S<sup>1</sup>, LUZ, J.A.M.<sup>1</sup>, MILHOMEM, F.O.<sup>1\*</sup>,

<sup>1</sup>Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP), Departamento de Engenharia de Minas,  
Laboratório de Tratamento de Minérios. \*email: felipe.milhomem@hotmail.com

### RESUMO

As campanhas de pesquisa em tecnologia mineral tem crescido nos últimos anos. No caso da flotação, muitas são realizadas em escalas menores, como ensaios em células de bancada e de microflotação. No caso da última, tem-se o uso já consagrado do tubo de Hallimond. Entretanto, o mesmo apresenta simplificações (reológicas, hidrodinâmicas, entre outras) cujos resultados podem ser considerados como quali ou semiquantitativos. A célula de Fuerstenau também pode ser utilizada para tal fim, com a vantagem de representar o ambiente de forma mais semelhante às condições de flotação em escalas maiores. Assim, o trabalho visou comparar ambos os dispositivos. Foram efetuados ensaios (em nove repetições) com os minerais de quartzo e hematita, separadamente. Foi usado oleato de sódio como coletor (10 mg/L) e pH natural. Para os ensaios na célula de Fuerstenau, ainda teve de se utilizar espumante, sendo escolhido o metil-isobutilcarbinol a 50 mg/L. Ambos os dispositivos apresentaram boa reprodutibilidade, com o tubo de Hallimond apresentando desvios padrão amostral menores.

**PALAVRAS-CHAVE:** Microflotação, tubo de Hallimond, célula de Fuerstenau.

### ABSTRACT

Mineral technology research campaigns have grown in recent years. In froth flotation case, many of them are performed on smaller scales, such as batch flotation cell and micro flotation tests. In the case of the microflotation, there is the the Hallimond tube as widely used apparatus. However, it presents simplifications (rheological, hydrodynamical, among others) whose results can be considered as qualitative or semiquantitative. The Fuerstenau cell can also be used for this purpose, with the advantage of representing the environment more similarly to flotation conditions on larger operations. Thus, the work aimed to compare both devices. Tests were performed (in nine replication) with the quartz and hematite minerals, separately. Sodium oleate was used as the collector (10 mg / L) and natural pH. For the assays in the Fuerstenau cell, foaming agent was used, being chosen the methyl isobutylcarbinol at 50 mg / L dosage. Both devices showed good reproducibility, with the Hallimond tube showing smaller sample standard deviations.

**KEYWORDS:** Microflotation, Hallimond tube, Fuerstenau cell.

## 1. INTRODUÇÃO

Na fase de desenvolvimento de processo, a pesquisa das condições ideais de seletividade na flotação pode ser realizada por meio de campanhas em menor escala em relação à escala industrial. Essas modalidades, segundo Chudacek e colaboradores (CHUDACEK *et al.*, 1992), agrupam-se em três categorias, em ordem crescente de escala: tubos de ensaio, células de bancada (e pequenas plantas piloto – sistemas contínuos) e grandes plantas piloto.

Neste contexto, a microflotação possui como funções principais o entendimento dos mecanismos de interação entre os reagentes e as superfícies minerais e o levantamento das melhores condições físico-químicas do sistema (LUZ, 1996).

As principais vantagens dessa categoria são: utilizam pequenas porções de amostra, equipamentos delicados, ensaios bem controlados, rápidos e reprodutíveis, fatores que permitem a triagem das melhores condições do sistema de forma econômica. Todavia, ressalte-se que a extrapolação dos resultados para a flotação convencional de bancada deve ser realizada com cautela, já que se trata de um sistema simplificado e com condições especiais, empregando minerais isolados, água destilada e reagentes purificados (LUZ, 1996).

Como assinalado por Chudacek e colaboradores, ainda afirmam que para que um ensaio de microflotação tenha êxito, o método escolhido deve apresentar um ambiente que proporcione a colisão e adesão partícula-bolha em condições análogas às industriais, ou seja, deve ter semelhança física, química e hidrodinâmica entre o ambiente do ensaio e o real (CHUDACEK *et al.*, 1992). Porém, essa última nem sempre é levada em consideração.

Araújo e colaboradores (ARAÚJO *et al.*, 2005) e Chudacek e colaboradores (CHUDACEK *et al.*, 1992) caracterizaram as principais técnicas de microflotação criadas desde que a flotação passou a ser aplicada no beneficiamento de minérios. Entre elas estão dispositivos de análises qualitativas e quantitativas.

À vista disso, selecionaram-se, neste trabalho, duas técnicas para estudo de sua variabilidade estatística: o tubo de Hallimond e a célula de Fuerstenau.

O tubo de Hallimond modificado é apresentado na Figura 1. Logo após a curvatura do tubo, na parte superior, há uma reentrância para coleta da porção flotada. Na parte inferior do dispositivo se localiza um septo poroso por onde ocorre a passagem do ar, sendo que sobre ele a barra magnética para agitação magnética é posicionada. O aparato é dividido em três partes (ligadas por juntas esmerilhadas) a fim de facilitar a limpeza.

Esse dispositivo é o método de microflotação mais utilizado atualmente. Ele utiliza tipicamente amostras de cerca de 1 a 2 gramas, sendo que, em geral, espumante não é empregado, já que o desenho do aparato permite a coleta das partículas hidrofóbicas, mesmo que cada agregado bolha/partícula entre em colapso imediato, ao atingir a interface suspensão/ar atmosférico.

Coelho ainda citava como vantagem, além da boa reprodutibilidade e as características já citadas como benefícios da microflotação, que o método apresenta boa correlação dos resultados de flotabilidade com ensaios de bancada e de resultados de plantas industriais (COELHO, 1968 *apud* ARAÚJO *et al.*, 2005).

Apesar disso, o método possui as seguintes deficiências: a amplitude de tamanho de partículas é restrita, a química de flotação é incompleta (não é utilizado espumante), o alcance

da concentração de sólidos usada é baixa (1 a 3 % em massa) e o mineral está totalmente liberado e — na esmagadora maioria das vezes — isolado. No que tange à concentração de sólidos, Fuerstenau, por exemplo, verificou que para a flotação, sob certas condições, são necessários no mínimo 3 a 5 % de sólidos em massa (FUERSTENAU, 1964). Portanto, o ensaio não gera produtos similares àqueles de operação normal de flotação (CHUDACEK *et al.*, 1992). A qualidade de rejeitos e de concentrados usuais pode ser simulada, via cálculo de balanço de massas, adotando-se como premissa que as espécies estudadas separadamente não tenham interação mútua quando em contacto na mesma polpa, nem os pertinentes efeitos sinérgicos.

A célula de Fuerstenau é formada por um recipiente de vidro com um septo poroso de vidro sinterizado na parte inferior do dispositivo, para distribuição do gás na polpa mineral. A agitação ocorre por meio de agitador mecânico. Entre as vantagens da célula de Fuerstenau, em relação ao tubo de Hallimond, da Luz (1996) cita a possibilidade de utilizar maior massa amostral, maior similitude hidrodinâmica com as células em batelada e a necessidade de adição de espumante, conseqüentemente, melhor correspondência operacional com as células de bancada.

A célula de Fuerstenau, também presente na Fig. 1, revelou-se como uma técnica de grande potencial para ensaios prospectórios, resultando em uma boa correlação entre os resultados de microflotação e células de bancada. Nesse sentido, vale ressaltar que os valores de flotabilidade na microflotação devem ser entendidos como qualitativos ou, no máximo, semiquantitativos (LUZ, 1996).

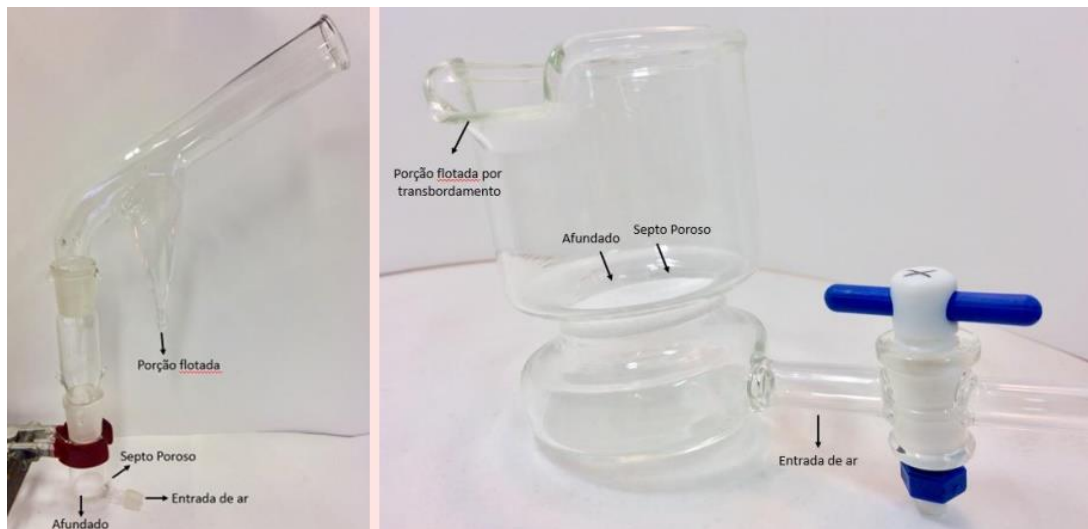


Figura 1. Tubo de Hallimond modificado (à esquerda) e célula de Fuerstenau (à direita).

Ensaio feito por Fuerstenau (1964) apresentou boa reprodutibilidade. Allison e colaboradores, do National Institute for Metallurgy — Randburg (ALLISON e FINKELSTEIN, 1974, *apud* RUIJTER, 1979), consideraram a reprodutibilidade da célula razoavelmente boa. Eles obtiveram desvios padrão amostrais de 1,8 % para recuperações entre 90 e 100 % e de 11,5 % para recuperações entre 20 e 30 %. Os desvios padrão amostrais das demais recuperações ficaram entre 4,2 e 9,8 %.

Com base nesses resultados, Ruijter (1979) concluiu que a reprodutibilidade de seus ensaios na célula foi muito boa, já que, por meio de ensaios com cassiterita em diferentes classes de tamanho, os maiores desvios padrão amostral foram de 3,2 % e erros-padrão de 1,5 %, encontrados nas recuperações médias. Desvios padrão menores foram localizados nas recuperações mais altas e mais baixas, enquanto as recuperações extremas apresentaram as menores variações, pois estavam no âmbito de relação estável entre tamanho de partícula e recuperação. Em acréscimo, apesar da variação de tamanho de partículas, aquele pesquisador afirmou que seus ensaios visaram a analisar somente a reprodutibilidade do sistema no que tange à recuperação.

## 2. MATERIAL E MÉTODOS

Quartzo e hematita foram utilizados para a realização dos ensaios (de forma isolada), com faixa granulométrica entre 148 e 105  $\mu\text{m}$ . Para a preparação dos mesmos, a cominuição foi feita em moinho de bolas a úmido seguido de peneiramento com intuito de evitar sobremoagem. Por fim, as amostras foram ajustadas em gral de porcelana.

Com objetivo de purificar a amostra de quartzo após a moagem em moinho metálico, o mineral foi lixiviado em ácido oxálico com concentração de 7 % e ácido cítrico em 4 %, ambas as substâncias em uma mesma solução. O quartzo foi posto na solução e em sequência, a mistura foi levemente aquecida por alguns minutos e deixou-se em repouso por 24 horas. Após esse período, os grãos de quartzo foram lavados com água de torneira várias vezes, até a retirada total de toda solução ácida. Após medida de pH confirmando a depleção completa dos ácidos, a amostra foi posta em repouso em água destilada por mais 24 horas, para reidratação.

Utilizou-se o oleato de sódio como coletor. A concentração desse surfactante e o tempo de condicionamento foram definidos com base em ensaios prévios e nos trabalhos de Campos e da Luz (2007). Os autores estudaram a concentração de 20 mg/L de oleato de sódio na flotação direta envolvendo hematita e quartzo em diferentes pH e obtiveram bons resultados no pH 8. Dessa forma, foram realizados testes prévios com as concentrações de 20 mg/L e 10 mg/L, sendo que a melhor concentração foi 10 mg/L, com tempo de condicionamento de 120 s.

Foi empregada massa de 2 g nos experimentos em tubo de Hallimond e 15 g na célula de Fuerstenau. Os ensaios foram realizados de forma aleatória, com sua ordem realizada em sorteio, empregando-se números pseudorrandômicos em planilha eletrônica. Isso foi feito a fim de evitar alguma interferência a um grupo específico. Além disso, durante toda campanha experimental, buscou-se definir os parâmetros analisados de forma mais semelhante possível, sem prejudicar a individualidade de cada instrumento. Assim, se retirou o extensor de vidro do tubo de Hallimond (o qual precipuamente destina-se à minimização de arrasto), garantindo maior turbulência ao sistema (assemelhando-se mais à célula de Fuerstenau).

Para os ensaios em célula de Fuerstenau foi necessário o emprego de espumante. Neste caso empregou-se o metil-isobutilcarbinol (mibcol) como espumante, com concentração de 50 mg/L, com base nos trabalhos de Costa (2009) e em ensaios preliminares. Vale ressaltar ainda que a água mais o espumante e moduladores de pH eram repostos na célula de Fuerstenau, no decorrer dos ensaios. Para tal, montou-se um dispositivo semelhante à Figura 2, que mantinha as cotas de suspensão e espuma constantes. A vazão volumétrica de

gotejamento de reposição era de  $1,35 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$  (81 mL/min). A mangueira de reposição de água/espumante ficava sempre posicionada na parte oposta à borda de transbordamento da célula, evitando o perpasso do líquido de reposição.

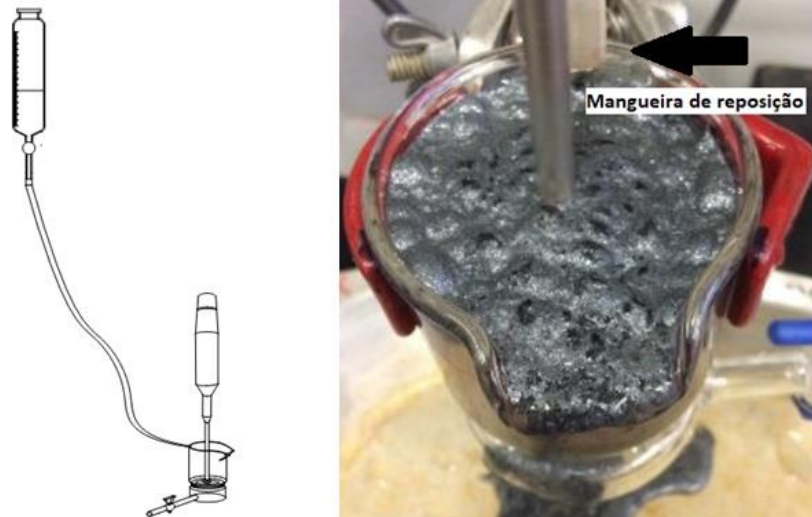


Figura 2. À esquerda, aparato de microflotação em célula de Fuerstenau mostrando o sistema de reposição de água e espumante; à direita, detalhe do aparato.

O pH do sistema foi o natural em ambos os dispositivos, para a sequência de ensaios aqui reportados.

A vazão de ar foi definida como  $1,0 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$  (60 mL/min) para o tubo de Hallimond, tendo por base trabalho de Lopes e Lima (2009). A adoção da vazão correspondente para a célula de Fuerstenau usou como invariante a razão entre vazão volumétrica e diâmetro interno de cada dispositivo. Sendo os diâmetros internos do tubo de Hallimond e da célula de Fuerstenau iguais a 0,034 m e a 0,064 m, respectivamente, resulta vazão de  $3,543 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$  (212,6 mL/min) para a célula de Fuerstenau. A fim de facilitar a leitura nas escalas (mensurada em termos de mililitros por minuto), adotou-se, não obstante, a vazão de  $3,667 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$  (220 mL/min).

Os resultados foram avaliados com base na razão entre material flotado e alimentado (aqui referida como *flotabilidade*).

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A picnometria revelou massa específica de  $5.110 \text{ kg}/\text{m}^3$  para hematita e  $2.620 \text{ kg}/\text{m}^3$  para o quartzo. As amostras encontram-se com elevada pureza, sabendo-se que as massas específicas usualmente tabeladas para esses minerais puros são  $5.200 \text{ kg}/\text{m}^3$  e  $2.650 \text{ kg}/\text{m}^3$ , respectivamente. As fotografias das amostras em placa de Petri mostram-se na Figura 3.



Figura 3. Amostras utilizadas nos ensaios: quartzo (à esquerda) e hematita.

Os ensaios de arrasto em tubo de Hallimond demonstraram valores médios de 0,62 % e 21,73 % para hematita e quartzo, respectivamente. Já para a célula de Fuerstenau os valores foram de 9,25 % e 19,32 % para esses minerais. Pode-se atentar para os valores maiores na célula, devido à sua turbulência e baixa relação altura/diâmetro. Notam-se também os valores elevados do quartzo em ambos os dispositivos. Julgando, inicialmente, que o alto arrasto poderia ser devido ao efeito da lixiviação, a amostra foi colocada em mufla a 600 °C por uma hora visando à eliminação de eventuais componentes orgânicos que poderiam ter influência nisso. Mesmo após nova análise de arrasto, os valores não sofreram mudança significativa.

Quanto à flotabilidade, os valores médios dos ensaios encontram-se na Figura 4. Percebe-se que, no geral, a variabilidade estatística foi maior na célula de Fuerstenau do que no tubo de Hallimond. Ainda, Allisson e Finkelstein (1974, *apud* RUIJTER, 1979) encontraram, para a célula de Fuerstenau, desvio padrão amostral de 1,8 % para recuperações entre 90 % e 100 %, 11,5 % para recuperações entre 20 e 30 % e desvios padrão amostral entre 4,2 e 9,8 % para as demais recuperações. Verificando esse cenário, pode-se considerar, igualmente, que a reprodutibilidade da célula é boa.

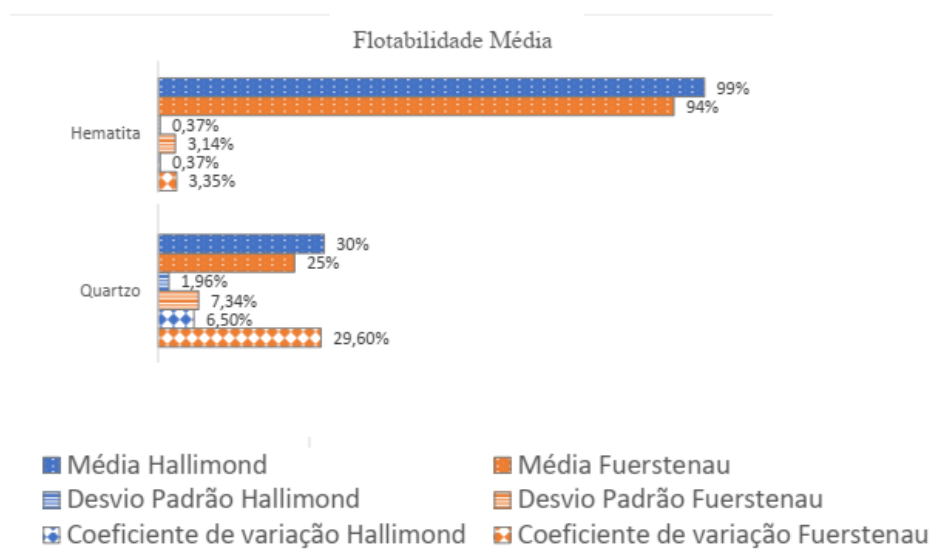


Figura 4. Flotabilidade média de quartzo e hematita em cada instrumento.

Apesar de, num primeiro momento, se verificar resultados mais reprodutíveis no tubo de Hallimond, deve-se levar em conta que talvez a própria particularidade de cada instrumento caracterize esses resultados e que um não pode ser completamente deixado de lado em detrimento do outro. Uma análise comparativa entre célula de Fuerstenau e de bancada pode vir a mostrar que tais medidas de dispersão se encontram em consonância com valores obtíveis em sistemas mais complexos, que levam em conta reologia e turbulência da polpa.

#### **4. CONCLUSÕES**

Os resultados dos ensaios do tubo de Hallimond foram considerados de boa reprodutibilidade e da célula de Fuerstenau razoavelmente boa, sendo os desvios padrão amostral do tubo menores que na célula. Mesmo assim, essa é considerada de boa reprodução. Além disso, a célula de Fuerstenau apresentou arraste hidrodinâmico maior que o tubo de Hallimond.

Em adição, de acordo com a literatura, a célula de Fuerstenau apresenta características física e operacional mais semelhante às células de bancada convencionais, principalmente devido a agitação turbulenta e adição de espumante, enquanto o tubo de Hallimond apresenta maior semelhança com a coluna de flotação (em termos da intensidade de agitação e desenho do equipamento).

Por fim, é importante destacar que a microflotação é utilizada como ensaios prospectórios. Nesse contexto, mais importante que obter ótimos resultados, é verificar como o sistema se comportará diante de variações (como tipo de reagente, concentração e pH). Dessa forma, os testes de microflotação têm caráter qualitativo ou semiquantitativo.

#### **5. AGRADECIMENTOS**

Os autores agradecem ao Conselho Nacional de Pesquisa (CNPq), Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG) pelo suporte ao trabalho.

#### **6. REFERÊNCIAS**

Allison SA, Finkelstein NP. The role of sulfur in the flotation of sulphide minerals. [Report]. National Institute for Metallurgy, Randburg, 1974.

Araújo AC, Galery R, Viana PRM, Arenare DS. Revisitando as técnicas de avaliação de flotabilidade: uma visão crítica. In: Encontro Nacional de Tratamento de Minérios. Proceedings do XXI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa; 2005; Natal, Brasil. p. 325-332.

Campos AS, Luz JAM. Microflotação de minerais de formações ferríferas. [Relatório de Iniciação Científica]. Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto; 2007.

Chudacek MW, Fichera MA, Rosa MD, Silva RVG. Flotation testing: from pure minerals to real

ores. In: Encontro Nacional de Tratamento de Minérios. Proceedings do XV Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa; 1992; São Lourenço, Brasil. p. 338-349.

Coelho ÉM. Interpretation of microflotation test results. [Report]. Department of Mineral Engineering of Stanford University, California; 1968.

Costa JL. Seletividade na flotação de minérios ferríferos dolomíticos. [Dissertação de Mestrado]. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral da Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto; 2009.

Fuerstenau MC. An improved micro-flotation technique. Engineering and Mining Journal 1964; 165(11);108-9.

Lopes, GM, Lima RMF. Flotação direta de minério de ferro com oleato de sódio. REM: Revista Escola de Minas 2009; 62(3);323-9.

Luz JAM. Flotação aniônica de rejeito itabirítico: estudo de reagentes alternativos e modelamento polifásico do processo. [Tese de Doutorado]. Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte; 1996.

Ruijter MA. Particle size effects in the flotation of cassiterite. [Master's Degree Dissertation]. Faculty of Engineering of University of the Witwatersrand, Johannesburg; 1979.